

**PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ
ESCOLA DE SAÚDE E BIOCÊNCIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO EM DENTÍSTICA**

VLADJA TORNO

**EFEITO DA IRRADIÂNCIA NAS PROPRIEDADES DE UMA RESINA COMPOSTA
POLIMERIZADA POR UM LED**

CURITIBA

2011

VLADJA TORNO

**EFEITO DA IRRADIÂNCIA NAS PROPRIEDADES DE UMA RESINA COMPOSTA
POLIMERIZADA POR UM LED**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia – PUCPR – da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Odontologia - Área de Concentração em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Vieira
Co-orientador: Prof. Dr. Paulo César Soares Jr.

CURITIBA

2011

Dados da Catalogação na Publicação
Pontifícia Universidade Católica do Paraná
Sistema Integrado de Bibliotecas – SIBI/PUCPR
Biblioteca Central

T686
2011

Torno, Vladja
Efeito da irradiância nas propriedades de uma resina composta polimerizada por um LED / Vladja Torno ; orientador, Sérgio Vieira ; co-orientador, Paulo César Soares Jr. – 2011.
120 f. : il. ; 30 cm

Tese (doutorado) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2011.
Inclui bibliografias
Texto em português e inglês

1. Resina compostas. 2. Raman, Espectroscopia. 3. Odontologia. I. Vieira Sergio Roberto, 1960-. II. Soares Junior, Paulo César. III. Pontifícia Universidade Católica do Paraná. Programa de Pós-Graduação Odontologia. IV. Título.

CDD 22. ed. – 617.6



Pontifícia Universidade Católica do Paraná
Centro de Ciências Biológicas e da Saúde
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

TERMO DE APROVAÇÃO

VLADJA TORNO

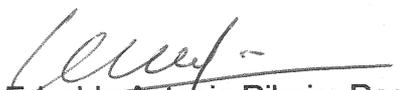
EFEITO DA IRRADIÂNCIA NAS PROPRIEDADES DE UMA RESINA COMPOSTA POLIMERIZADA POR UM LED

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como parte dos requisitos parciais para a obtenção do Título de **Doutor em Odontologia**, Área de Concentração em **Dentística**.

Orientador (a):


Prof. Dr. Sérgio Vieira
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR


Prof. Dr. Rodrigo Nunes Rached
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR


Prof. Dr. Edvaldo Antonio Ribeiro Rosa
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR


Prof. Dr. Fabian Calixto Fraiz
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, UFPR


Profª Drª Stella Kossatz Pereira
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, UEPG

Curitiba, 29 de agosto de 2011.

DEDICATÓRIA

SATHYA SAIBABA, meu adorado svami, ofereço aos seus pés de lótus...

“... o Senhor se fez presente, em todos os momentos, firmes ou trêmulos. E, passo a passo, pude sentir a Sua mão na minha, transmitindo-me segurança para enfrentar o meu caminho e seguir... A Tua presença é qualquer coisa como a luz e a vida, eu sinto que, em meu gesto, existe o Teu gesto e em minha voz a Tua voz...”

Dedico também àqueles que têm sido representantes de Deus em minha vida...

ANDRÉ, minha paixão... sem você tudo seria mais difícil. Você é um anjo, um presente que Deus me deu. Você é meu suporte, meu amor...

TORI, minha filha amada... você transformou minha vida no momento em que nasceu... obrigada por entender e aceitar tudo tão facilmente e, com tanta tranquilidade...

ALEX, meu filho querido... você completou minha felicidade.....seu sorriso meigo, seus carinhos e declarações de amor diárias fazem-me a mãe mais feliz desse mundo.....

MEL, minha doçura... por mais que o tempo e a distância insistam em nos afastar, você sempre estará presente em meu coração, em minha memória e em todas as conquistas da minha vida...

AMO VOCÊS... doce e infinitamente, ontem, hoje e sempre... Vocês são a razão da minha luta constante para ser uma pessoa melhor....assim como, minha alegria e vontade de viver...

DEDICO A VOCÊS ESTE TRABALHO...

AGRADECIMENTOS

A minha mãe... por desde cedo me ensinar o valor do trabalho e valorizar o estudo....por ter me proporcionado inúmeras oportunidades e incessantes incentivos ao longo de minha vida...

A minha Avó... por todo amor e carinho por mim dedicados. Agradeço a Deus pela sua presença amorosa em minha vida...

Ao Prof. Sérgio Vieira

Obrigada por ter me formado mestre. Seus ensinamentos e sua orientação me fizeram ser uma profissional mais crítica e cautelosa. Você sempre demonstrou confiança em mim e no meu trabalho e, também, demonstrou sua amizade, tendo compreensão e paciência comigo durante muitos momentos difíceis... Obrigada, por não desistir de mim...

Ao Prof. Paulo Soares

...Foi com você que comecei essa minha caminhada. Sem o seu incentivo e confiança nada disso hoje seria possível. Além de professor e orientador, você se tornou um grande amigo e um exemplo a seguir. "Obrigada, por tudo que fez por mim".

De tudo ficaram três coisas...

A certeza que estamos sempre começando...

A certeza que precisamos continuar...

A certeza de que seremos...

Portanto devemos...

Fazer da interrupção um caminho novo...

Da queda, um passo de dança...

Do medo uma escada...

Do sonho uma ponte...

Da procura, um encontro...

Fernando Pessoa

Sumário

1. Artigo em português.....	04
1.1 Página título.....	04
1.2 Resumo.....	05
1.3 Introdução.....	06
1.4 Materiais e Métodos.....	08
1.5 Resultados.....	10
1.6 Discussão.....	14
1.7 Conclusão.....	18
1.8 Agradecimentos.....	18
1.9 Referencias bibliográficas.....	19
1.10 Legendas de figuras.....	24
1.11 Legendas de tabela.....	25
2. Anexos.....	26
2.1 Estatística descritiva completa.....	26
2.2 Revisão de literatura.....	31
2.3 Materiais e Métodos completo.....	47
3. Artigo em inglês.....	54
4. Normas da revista.....	68

Artigo em português

Página título

Aquecimento, grau de conversão e propriedades mecânicas de uma resina composta, em função da irradiância de um led.

Vladja Torno

Aluna de Doutorado do Programa de Pós Graduação em Odontologia, Área de Dentística, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, PR, Brasil.

Sérgio Vieira

Professor Titular, Área de Dentística, Curso de Odontologia, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, PR, Brasil.

Paulo César Soares Jr

Professor Adjunto, Área de Fabricação, Curso de Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, PR, Brasil.

Resumo

O objetivo foi determinar a irradiância e grau de conversão de uma resina composta fotoativada por um aparelho do tipo LED. Foram confeccionados 90 corpos de prova com a resina composta Vênus e, fotoativados por 20 seg, com irradiâncias entre 200 e 1200 mW/cm². Após polimerizados, os espécimes foram submetidos ao ensaio de nanoindentação, para determinação da dureza e módulo de elasticidade. O grau de conversão foi determinado pela técnica de espectroscopia Raman. O aquecimento gerado pela fotoativação foi determinado utilizando-se um termistor com a ponta diretamente sob o espécime. Os resultados mostraram que a menor diferença dos valores de dureza e módulo de elasticidade entre o topo e a base foi para a irradiância de 1200 mW/cm² e a maior diferença para a irradiância de 200 mW/cm². Os resultados de Raman mostram o maior grau de conversão ocorreu para a irradiância de 800 mW/cm². Os resultados das medidas de aquecimento mostram que ocorre um aumento gradativo com a irradiância variando de 3 a 11 °C. Conclui-se que, para polimerização de um incremento de 2 mm pelo tempo de 20 seg, a irradiância do LED, que resultou nas melhores propriedades mecânicas e melhor grau de conversão, é a de 600 mW/cm².

Palavras chave: Irradiância, Nanoindentação, Espectroscopia Raman, Aquecimento.

Cabeçalho (Running Heads): Polimerização de resina composta em função da irradiância

1. Introdução

As resinas compostas (RC) estão em constante evolução e conseqüentemente, suas propriedades tem sido reavaliadas, assim como os fatores que podem influenciá-las. O grau de polimerização pode alterar algumas de suas propriedades físicas, como dureza e a resistência intrínseca do material, dependendo de fatores como composição e cor da resina, tamanho do incremento, tipo e tempo de fotopolimerização, intensidade irradiada e espectro da luz emitida.¹⁻⁴

Devido à inter-relação entre a eficiência da polimerização das RCs pela fotoativação e a longevidade das restaurações diretas, as fontes polimerizadoras (FP) também evoluíram com o desenvolvimento de novas tecnologias. As FPs influenciam diretamente nas propriedades das resinas, através de fatores como irradiância e comprimento de onda da luz emitida, e tempo da ativação.^{2,5}

Existem quatro diferentes tecnologias de FPs comercialmente disponíveis para a fotoativação das RCs, como a luz halógena, a luz emitida por diodos (LED), lâmpada de arco plasma e os lasers de argônio.⁶⁻⁹ Todas essas tecnologias apresentam vantagens e desvantagens em relação às propriedades físicas da restauração final. Estudos já relacionaram as propriedades físicas das RCs e algum fator relacionado à polimerização, como, tipo de fonte de luz,^{7,10} irradiância,^{11,12} comprimento de onda,^{13,14} ou aquecimento gerado pela luz,¹⁵⁻¹⁸ ou relacionando todos estes fatores.⁵

Usar um menor tempo de irradiação para polimerizar uma RC e obter melhores propriedades físicas nas restaurações é importante, uma vez que reduz o tempo clínico e ao mesmo tempo consegue-se um material com o desempenho necessário.

As FPs de LED têm sido fabricadas com maiores irradiâncias com a finalidade de promover a polimerização em um menor tempo.⁶ Apesar de um alto grau de conversão ser

obtido utilizando-se uma alta irradiância,^{11, 19} estudos mostram que a polimerização homogênea de todo o incremento, isto é, alto grau de conversão tanto no topo quanto na base, pode ser comprometida, o que torna a técnica menos eficiente para restaurações profundas.^{12, 20, 21} Além disso, a polimerização com alta irradiância gera problemas clínicos, como acentuação da contração de polimerização, infiltração marginal,^{1, 4} e aquecimento pulpar.^{15, 22} Entretanto, uma polimerização com baixas irradiâncias, promove uma polimerização insuficiente das resinas compostas sendo, também, uma das principais razões de insucesso clínico, caracterizado por solubilidade no meio oral, manchamentos devido à incompleta polimerização das camadas mais profundas da cavidade e aumento da microinfiltração, com cárie recorrente e irritação pulpar.^{1, 2, 5}

Os métodos de avaliação do grau de conversão dos materiais resinosos são realizados com testes diretos e indiretos.^{23,24} O método indireto,²⁵ que se baseia nas medidas de dureza superficial do material, e o método direto através das espectroscopias Raman ou de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) que medem a quantidade de ligações aromáticas convertidas em alifáticas, ou seja, a quantidade de monômeros não polimerizados.^{26,27} A dureza (H) é definida como a resistência à deformação plástica permanente causada por uma indentação.^{25, 28} Outra importante propriedade mecânica do material é o módulo de elasticidade (E), que pode ser definido como a relação entre tensão e deformação para o intervalo entre tensões até o limite de elasticidade.^{29, 30}

Dessa forma, um ótimo grau de polimerização, mínima contração e baixa produção de calor são geralmente objetivos antagônicos.¹²

O objetivo deste estudo foi avaliar a eficiência e homogeneidade de polimerização de uma resina composta fotoativada por um LED experimental com diversas irradiâncias pelo tempo curto preconizado pelos fabricantes das resinas, correlacionando os resultados com o

aquecimento gerado durante a polimerização. A partir disto, poderemos sugerir uma condição de polimerização onde se tenha o melhor grau de polimerização tanto no topo quanto na base sem causar danos pulpares pelo aquecimento.

2. Materiais e métodos

2.1. Confeção dos corpos de prova

Foi utilizada a RC Vênus®, cor A3, (Heraeus Kulzer, Alemanha, lote: 010125) que possui como fotoiniciador a canforoquinona. Foram confeccionados 90 CPs divididos em 6 grupos, de acordo com a irradiância utilizada; 30 CPs para as medidas de propriedades mecânicas e 30 CPs para as medidas de espectroscopia Raman. Outros 30 CPs foram preparados para as medidas de aquecimento. A RC foi inserida em um único incremento, em uma matriz metálica bi-partida de 4 x 2 mm de espessura. Para assegurar lisura de superfície, a RC foi coberta com uma tira de poliéster e uma lâmina de vidro. A fotoativação do material foi realizada posicionando sua ponta ativa diretamente sobre a superfície da lâmina de vidro pelo tempo de 20 seg, como recomendado pelo fabricante da RC testada. A seguir, os espécimes foram armazenados em recipiente escuro à prova de luz, com 100% de umidade relativa durante 24 h, a 36,5 °C. Os CPs foram lixados com lixa de carvão de silício #1200 (Struers, Dinamarca) e polidos com pasta de diamante (Struers, Dinamarca) com granulometria de $\frac{1}{4}$ μm .

Foi utilizada uma FP experimental tipo LED (MM - Optics, São Carlos, SP, Brasil) com irradiância variável de 200 a 1200 mW/cm², em intervalos de 200 mW/cm², e comprimento de onda de 468 nm. A calibração das irradiâncias foi realizada com um medidor de potência

óptica (Coherent, FieldMaster GS) e do comprimento de onda utilizando um espectrômetro USB 4000 (Ocean Optics).

2.2. Caracterização das propriedades mecânicas

As medidas de dureza e módulo de elasticidade foram realizadas no nanoindentador (Nanoindenter XP, MTS) no topo e na base nos 5 espécimes para cada irradiância da UF testada (n=5). Em cada CP foram realizadas 9 indentações, com uma ponta tipo Berkovich, com 1 ciclo de carregamento-descarregamento e carga máxima de 40 gf (400 mN).

2.3. Medidas do grau de conversão por espectroscopia Raman

Para a medida da homogeneidade do GC entre topo e base dos espécimes, foi utilizado o espectroscópio Raman (Renishaw 1000), analisando a razão molar alifático/aromático. A superfície dos CPs foi excitada com um laser vermelho de He-Ne bombeado por um laser de argônio (830 nm) (Spectra Physics - Stabilite). A potência de saída do laser foi limitada em 50 mW, evitando assim uma polimerização adicional dos CPs ³². Foram realizadas as medições em três pontos no centro dos espécimes, tanto no topo quanto na base. Foram realizadas 30 varreduras para a primeira medição (espectro 1) e 50 para a segunda (espectro 2). Para analisar as bandas de interesse, na região entre 1800 e 1500 cm^{-1} , foi realizado o ajuste de todas as curvas dos espectros. Para calcular o grau de conversão da resina composta, os modos vibracionais Raman foram modelados utilizando a forma Gaussiana e a altura relativa dos picos em 1640 e 1610 cm^{-1} , foi obtida através da razão A2/A1, (A2, A1 corresponde a altura dos picos 1640 e 1610 cm^{-1} , respectivamente) conforme demonstrado na equação abaixo.

$$GC (\%) = 100 \times \left[1 - \left(\frac{A2/A1 \text{ polimerizada}}{A2/A1 \text{ não polimerizada}} \right) \right]$$

2.4. Medidas do aquecimento gerado pela polimerização

As curvas de aquecimento geradas pelo LED foram obtidas utilizando um termistor (Agilent, E2308A) com resolução de 0,2 °C, acoplado a um multímetro de bancada (Agilent, 34405A). Os CPs foram confeccionados utilizando-se uma matriz de teflon com orifício central de 4 mm e 2 mm de espessura. Estes foram interpostos, antes da polimerização, em um aparato onde, em uma extremidade estava posicionada a ponta da FP, e do outro, a ponta do termistor. Desta forma, a variação da temperatura foi medida durante a polimerização, em todas as condições de irradiância, por um tempo de 20 seg. Para cada condição foram realizadas 10 medidas e calculada a diferença de temperatura com relação à temperatura inicial.

2.5. Análise estatística

Os valores médios obtidos de dureza e módulo de elasticidade, tanto do topo e da base foram submetidos à ANOVA ($p < 0,05$) e Games Howell ($p < 0,05$).

3. Resultados

3.1. Propriedades Mecânicas

Os resultados de nanoindentação (Figura 1) mostram que para a região de topo dos CPs, os valores de dureza são menores para as menores irradiâncias (200 e 400 mW/cm²). A partir de 600 mW/cm², a dureza de topo apresenta valores similares, permanecendo

praticamente constante até a irradiância de 1000 mW/cm². Para a irradiância de 1200 mW/cm², houve uma queda no valor da dureza, sendo estatisticamente semelhante à de 400 mW/cm². Os resultados de dureza da região de base mostraram que há um aumento constante com o aumento da irradiância.

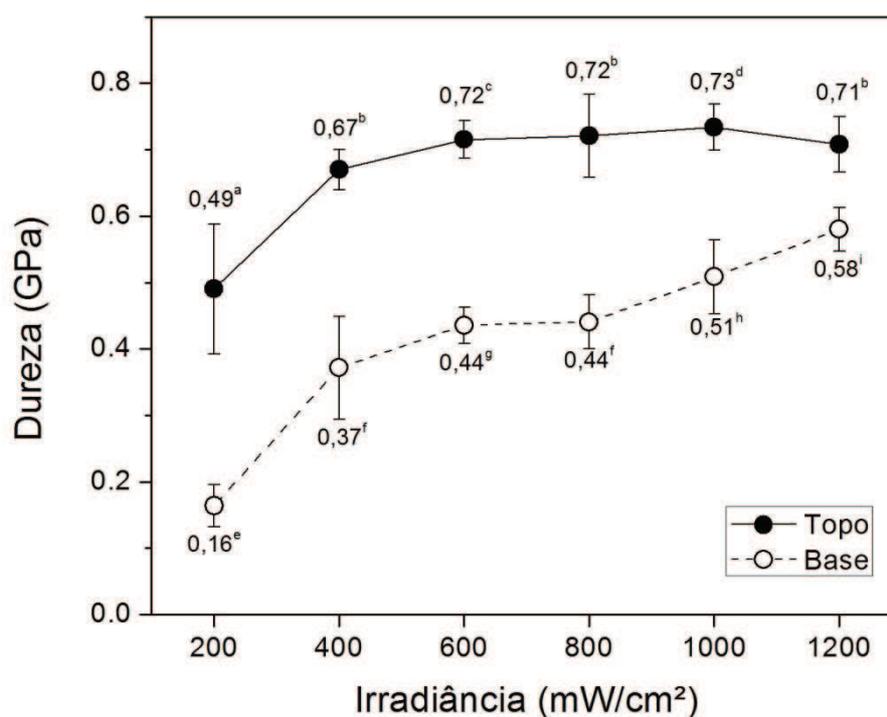


Figura 1. Valores médios de dureza e desvio padrão, medidas por nanoindentação, tanto do topo quanto da base dos CPs, em relação à variação da irradiância.

Com relação aos resultados de módulo de elasticidade, pode-se observar na Figura 2, que o comportamento foi semelhante aos obtidos para as medidas de dureza. Os valores de módulo no topo aumentaram até a irradiância de 600 mW/cm², permanecendo constantes até 1000 mW/cm² e, na sequência, diminuíram para 1200 mW/cm². Para a região de topo

dos CPs, o módulo de elasticidade apresentou valores mínimos para a irradiância de 200 mW/cm² e máximo para a irradiância de 1000 mW/cm². Os valores de 400 mW/cm² mostraram-se estatisticamente semelhante aos de 800 mW/cm² e 1200 mW/cm².

Na região de base, houve um aumento gradativo do módulo de elasticidade com o aumento da irradiância, com o maior valor para a irradiância de 1200 mW/cm².

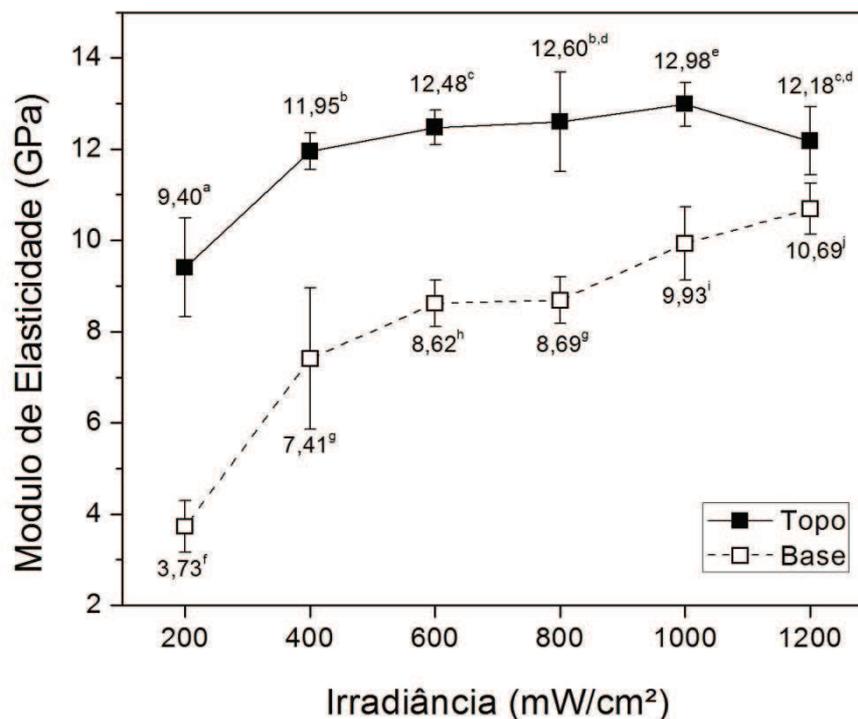


Figura 2. Valores médios e desvio padrão de módulo de elasticidade de topo e base de uma resina composta, em função da irradiância.

3.2. Grau de conversão

Os resultados mostram que o grau de conversão aumentou lineamente com o aumento da irradiância, para o topo dos corpos de prova. Para as medidas na superfície de base dos CPs, não foi possível a leitura nas irradiâncias de 200 mW/cm² e 400 mW/cm², devido à baixa taxa de polimerização nas mesmas. Entretanto, observou-se na figura 3, que

o GC atingiu um ponto máximo para a irradiância de 800 mW/cm², diminuindo tanto para a irradiância de 1000 mW/cm² quanto para de 1200 mW/cm².

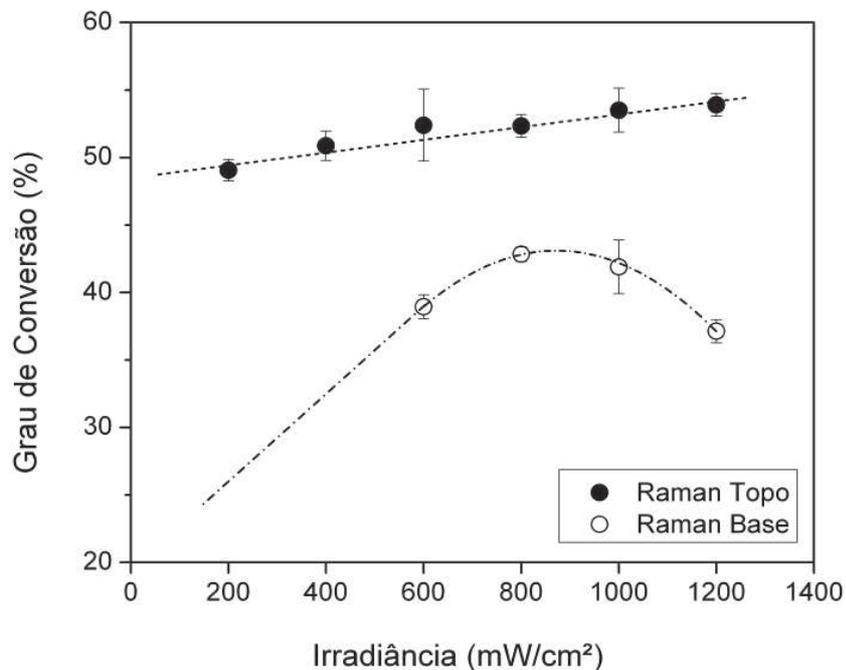


Figura 3. Valores médios e desvio padrão do grau de conversão, medidas por Raman, do topo e da base de uma resina composta, em função da irradiância.

3.3. Medidas da Variação de Temperatura

A figura 4 mostra que o aumento da temperatura foi diretamente proporcional ao aumento da irradiância, sendo que a menor variação de temperatura sobre a superfície da RC foi, aproximadamente de 2,5 °C para a irradiância de 200 mW/cm², e o maior, com um aumento de 10,9 °C, para a irradiância de 1200 mW/cm².

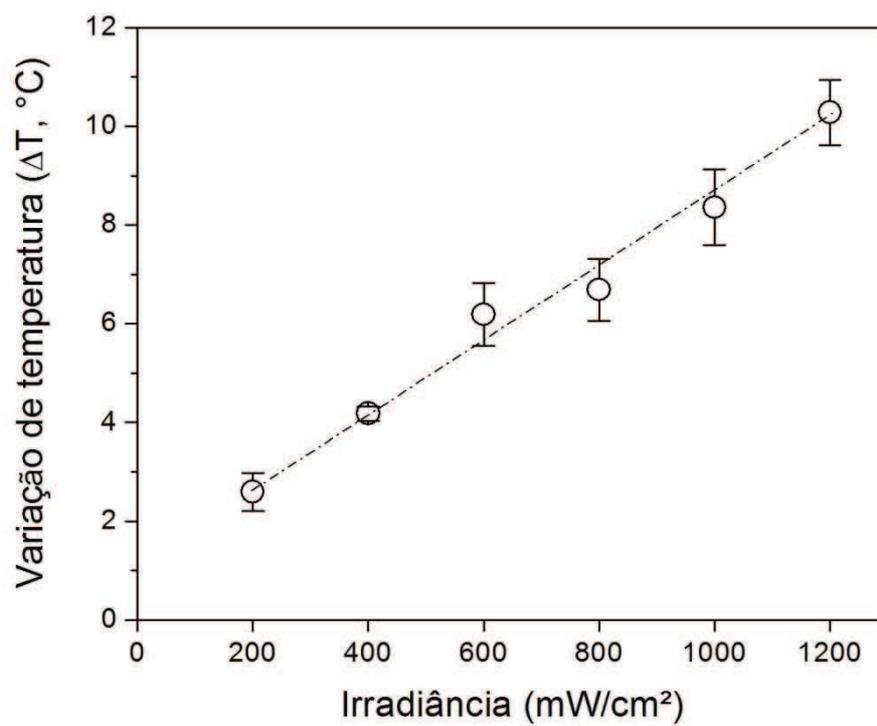


Figura 4. Valores médios e desvio padrão da variação de temperatura de uma resina composta, em função da irradiância.

Tabela 1. Resultados de dureza, módulo de elasticidade, grau de conversão e aquecimento dos corpos de diferentes irradiâncias por 20 segundos.

Irradiância (mW/cm ²)	Dureza (GPa)		Módulo de Elasticidade (GPa)		Dureza (GPa)		Modulo de Elasticidade (GPa)		Médi t
	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP	
	Topo				Base				
200	0,49 ^a	0,10	9,40 ^a	1,08	0,16 ^a	0,03	3,73 ^a	0,56	49,0
400	0,67 ^b	0,03	11,95 ^b	0,40	0,37 ^b	0,08	7,41 ^b	1,55	50,8
600	0,72 ^c	0,03	12,48 ^c	0,38	0,44 ^c	0,03	8,62 ^c	0,51	52,3
800	0,72 ^b	0,06	12,60 ^{bd}	1,09	0,44 ^b	0,04	8,69 ^b	0,51	52,3
1000	0,73 ^d	0,03	12,98 ^e	0,48	0,51 ^d	0,06	9,93 ^d	0,81	53,5
1200	0,71 ^b	0,04	12,18 ^{cd}	0,74	0,58 ^e	0,03	10,69 ^e	0,56	53,9

4. Discussão

Uma polimerização adequada é fator crucial para se obter melhores propriedades físicas e clínicas das RCs restauradoras. Quando a extensão da reação é afetada, todas as propriedades como solubilidade, estabilidade dimensional, cor, biocompatibilidade e grau de conversão, que determinam o sucesso das restaurações em RC, também são comprometidas.^{6,22} Dessa forma, no mecanismo de formação das cadeias poliméricas, a luz emitida pelas FPs atua na etapa de iniciação da polimerização e na continuidade da reação, sendo, portanto a qualidade do polímero resultante, uma associação desses fatores.^{20, 36}

As fontes polimerizadoras têm um papel fundamental no desencadeamento da reação de polimerização. Assim, melhorando a eficiência desses aparelhos (i.e., aumentando a irradiância), aumenta-se o grau de conversão dos monômeros em polímeros e se melhoram as propriedades físicas,^{1,11,12} gerando, entretanto, muito estresse devido à contração e aquecimento no interior da cavidade²².

Os resultados de dureza obtidos, independente da irradiância emitida, mostraram que ocorreu uma diferença na polimerização entre topo e base dos CPs, sendo encontrados valores menores para região de base. Isso indica que a eficiência da polimerização diminui em função da profundidade, como demonstrado previamente em outros estudos.^{1,3,12,36}

Um dado importante encontrado foi que entre as irradiâncias de 400 e 800 mW/cm², os valores de dureza de topo e de base são constantes, mostrando que aumentando a irradiância não ocorre aumento na dureza da RC. O maior valor de dureza de topo foi encontrado para a irradiância de 1000 mW/cm². Para a irradiância de 1200 mW/cm² houve uma queda na dureza de topo que, segundo Lovell *et al.* (2001) se deve à polimerização

muito rápida da superfície, diminuindo a mobilidade dos radicais livres e gerando cadeias poliméricas mais curtas.³⁷

Outro ponto importante que afeta as propriedades das RCs está relacionada à quantidade e qualidade das ligações formadas durante a reação de polimerização, isto é, o seu grau de conversão.¹² Além disso, monômeros não reagidos podem ser lixiviados da restauração causando irritação pulpar.^{1,20}

Neste estudo, foi observado que o grau de conversão na superfície de topo aumentou linearmente com a irradiância. Para as medidas na superfície da base dos CPs, essa variável não pôde ser calculada para as irradiâncias de 200 e 400 mW/cm², devido ao sinal estar abaixo do limite de detecção do equipamento.

A partir da irradiância de 600 mW/cm² houve um aumento gradativo no grau de conversão com valor máximo para 800 mW/cm². Acima dessa irradiância, houve redução do grau de conversão para o topo. Isso pode ser atribuído à mobilidade das moléculas reativas na formação do polímero. Segundo Tarumi *et al.* (1999), durante a polimerização, os radicais livres localizados nos grupos funcionais dos monômeros não reagidos, ficam presos na rede polimérica neo formada devido ao rápido aumento da viscosidade. Os compósitos com alto grau de conversão formam cadeias mais rígidas que aqueles com menores graus de conversão. Os autores sugerem ainda, que, o uso de altas irradiâncias no início da fotoativação torna mais difícil aos monômeros residuais não-polimerizados serem envolvidos na reação.³⁸

Dessa forma, ao comparar os resultados das medidas diretas (grau de conversão) e indiretas (dureza) podemos sugerir que não há uma correlação direta entre as duas variáveis, pois para irradiâncias baixas (200 e 400 mW/cm²), tanto as propriedades mecânicas quanto o grau de conversão são baixos. Para as irradiâncias intermediárias (600 e

800 mW/cm²), os valores de dureza e módulo de elasticidade são máximos para o topo; para a base não. Entretanto, para essas irradiâncias, se obtém a maior homogeneidade de polimerização, ou seja, a menor diferença nos valores do grau de conversão entre topo e base. Para as irradiâncias altas (1000 e 1200 mW/cm²), os valores de dureza e módulo de elasticidade de topo são altos, mas diminuem com a maior irradiância, devido à mobilidade das cadeias poliméricas, como explicado anteriormente. Para os valores da superfície de base, houve um aumento gradativo da dureza e do módulo com a irradiância, o que não é observado para os valores de grau de conversão. Dewald e Ferracane compararam a técnica de dureza com grau de conversão por FTIR, e concluíram que a melhor técnica para avaliar o grau de conversão é a FTIR, por ser mais sensível para avaliar as mudanças que ocorrem nos primeiros estágios da polimerização²³. Ainda, Ferracane mostrou que um número absoluto de dureza não pode ser utilizado para prever um valor de grau de conversão, pois as propriedades mecânicas das resinas são também dependentes da formação da cadeia polimérica, o que pode não ser equivalente à conversão do material³⁹.

Uma emissão de uma intensidade de luz insuficiente promove menores valores de contração de polimerização, mas afeta as propriedades mecânicas, gerando uma superfície com menor dureza e resistência, bem como um menor grau de conversão^{5,11,20}. Por outro lado, uma alta intensidade de luz gera um adequado grau de conversão, entretanto, acelera a reação de polimerização restringindo o alívio das tensões, e aumentando a tensão de contração¹⁰. Ainda não existe um consenso na literatura sobre qual o valor mais apropriado de dureza e módulo elástico para uma resina composta, embora alguns autores, como Van Meerbeek *et al.*³², sugiram que os biomateriais devam reproduzir as características do tecido humano ao qual está substituindo.

Em relação ao módulo de elasticidade, Kinney *et al.* (2003) analisaram os valores obtidos para dentina nos últimos 50 anos por diversas técnicas. Os autores concluíram que com as técnicas de medidas mais atuais, o módulo deveria estar na faixa de 18 a 20 GPa³⁰.

Em comparando os módulos de elasticidade, obtidos para a resina com os da dentina, encontrados na literatura, podemos observar que os CPs polimerizados na região de topo com irradiâncias a partir 600 mW/cm² apresentaram valores mais próximos da dentina superficial. Apesar do aumento linear do módulo de elasticidade com a irradiância, não se obtém valores próximos ao da dentina. Isso pode acarretar em falhas devido à incompatibilidade mecânica, decorrentes de diferenças na deformação sob esforços. Na interface com o substrato dentinário é exigido que o módulo seja semelhante, para que não exista a possibilidade de fadiga do material por esforços mecânicos quando os valores de módulo forem muito baixos. Em contrapartida, trincas na estrutura dentária podem ser formadas, quando são obtidos valores altos de módulo para o compósito^{30,32}.

Todos os procedimentos envolvendo FPs geram calor na superfície dos espécimes durante a polimerização. Esse aquecimento produzido pelas diferentes irradiâncias deve ser considerado um fator importante durante a fotoativação dos compósitos. Os resultados aqui obtidos corroboram com os resultados de Rastelli *et al.* (2008), que relatam que a dureza na superfície aumenta com o aumento da irradiância e com a temperatura de emissão da luz¹⁵. Os resultados de aquecimento mostram que o aumento de temperatura é linear com a irradiância. Porém, as considerações biológicas acerca da temperatura são igualmente relevantes. Um estudo realizado por Zach e Cohen, em macacos *Rhesus sp.*, encontraram alterações pulpares irreversíveis após um aumento de 11,1 °C na temperatura pulpar¹⁶. Entretanto, essa transferência térmica para a polpa varia com a irradiância da UF usada no processo de polimerização, espessura de dentina sobre a polpa e espessura e cor da resina

composta ¹⁷. Em um estudo conduzido por Yap *et al.* onde a emissão térmica de diferentes fontes polimerizadoras, mostrou que os LEDs provocam aumento de temperatura de 4,1°C a 12,9°C e as luzes halógenas de 17,4°C a 46,4°C ³⁹. Podemos também sugerir que os maiores valores de dureza obtidos para o topo dos espécimes são decorrentes do aquecimento gerado pela luz incidente. Assim, o aquecimento da superfície da resina pela emissão de luz, deve ser levado em conta na análise das propriedades mecânicas das resinas compostas quando diferentes intensidades de luz são comparadas.

5. Conclusões

Com base nos resultados encontrados podemos concluir que, para irradiância de 600 mW/cm², em um incremento de 2 mm, com tempo de 20 segundos, obtém-se melhores resultados de dureza, módulo de elasticidade, grau de conversão, com aquecimento dentro de uma faixa aceitável.

Agradecimentos

Os autores agradecem o Laboratório de Propriedades Nanomecânicas de Superfícies e Filmes Finos do Departamento de Física da UFPR, à Gnatus - Produtos Odontológicos, e à Heraues-Kulzer.

7. Referências

1. Vanderwalle KS, Ferracane JL, Hilton T, Erikson RL and Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. *Dent Mater*, 2004; 20: 96-106.
2. Dunn WJ and Bush AC. A comparison of polymerization by light-emitting diode and halogen-based light-curing units. *J Amer Dent Assoc*, 2002; 133:335-34.
3. Price RBT, Felix CA and Andreou P. Effects of resin composite composition and irradiation distance on the performance of curing lights. *Biomaterials*, 2004; 25:4465-77.
4. Ferracane J. Resin composite – State of the art. *Dental Materials*, 2011; 27(1):29-38.
5. Torno V, Soares P, Martin, JMH, Mazur RF, Souza EM and Vieira S. Effects of irradiance, wavelength, and thermal emission of different light curing units on the Knoop and Vickers hardness of a composite resin. *J Biomed Mater Res – App Biomater B*, 2007; 85B: 166-171.
6. Krämer U, Lohbauer F, García-Godoy and Frankenberger R. Light curing of resin-based composites in the LED era, *N American Journal of Dentistry*, 2008; 21(3): 135-42.
7. Wiggins KM, Hartung M, Althoff O, Wastian C and Mitra SB. Curing performance of a new generation light-emitting diode dental curing unit. *J Amer Dent Assoc*, 2004; 135:1471-78.
8. Mills RW. Blue light emitting diodes – an alternative method of light curing?. *Br Dent J*, 1995; 178:169.
9. Park SH, Krejci I and Lutz F. Microhardness of resin composites polymerized by plasma or conventional visible light curing. *Oper Dent*, 2002; 27:30-37.

10. Price RBT, Felix CA and Andreou P. Knoop hardness of ten resin composites irradiated with high-power LED and quartz-tungsten-halogen lights. *Biomaterials*, 2005; 26:2631-2641.
11. Rueggeberg FA, Caughman WF and Curtis JW. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent*, 1994; 19:26-32.
12. Emani N and Soderholm K. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light cured resin composites. *Eur J Oral Sci*, 2003; 111:536-542.
13. Nomoto R. Effect of light wavelength on polymerization of light-cured resins. *Dent Mater*, 1997; 16 (1):60-73.
14. Price RBT, Corey A and Felix CA. Effect of delivering light in specific narrow bandwidths from 394 to 515nm on the micro-hardness of resin composites. *Dental Materials*, 2009; 25: 899-908.
15. Rastelli ANS, Jacomassi DP and Bagnato VS. Changes in the Temperature of a dental Light-cured composite resin by different light-curing units. *Laser Physics*, 2008; 18(8), 1003-1007.
16. Zach L and Cohen G. Pulp response to externally applied heat. *Oral Surg Oral Med Oral Path*, 1965; 19:515-530.
17. Leprince J, Devaux J, Mullier T, Vreven J and Leloup G. Pulpal-temperature rise and polymerization efficiency of LED curing lights. *Operative Dentistry*, 2010; 35(2):220-230.
18. Loney RW and Price RBT. Temperature transmission of high-output light curing units through dentin. *Oper Dent*, 2000; 26:516-520.
19. Emami N and Soderholm K-JM. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light cured resin composites. *Eur J of Oral Scien*, 2003; 111(6):536-542.

20. Feng L, Carvalho R and Suh BI. Insufficient cure under the condition of high irradiance and irradiation time. *Dent Mater*, 2009; 25: 283-289.
21. Hedge MN, Hegde P and Malhan B. Evaluation of depth of cure and knoop hardness in a dental composite, photo-activated using different methods. *J Conserv Dent*, 2008; 11(2): 76-81.
22. Howard B, Wilson ND, Newman SM, Pfeifer CS and Stansbury. Relationships between conversion, temperature and optical properties during composite photopolymerization. *Acta Biomaterialia*, 2010; 6 : 2053-2059.
23. DeWald JP and Ferracane JL. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res*, 1987; 66:727-30.
24. Hansen EK and Asmussen E. Correlation between depth of cure and surface hardness of a light-activated resin. *Scand J Dent Res*, 1993; 101(1)62-64.
25. Asmussen E. Restorative resins: hardness and strength vs. quantity of remaining double bonds. *Scand J Dent Res*, 1982; 90:484-489.
26. Conti C, Giorgine E, Landi L, Putignano A and Tosi G. Spectroscopic and mechanical properties of dental resin composites cured with different light sources. *Journal of molecular Structure*, 2005:641-645.
27. De Santis A. Photo-polymerization effects on the carbonyl C=O bands of composite resins measured by micro-Raman spectroscopy. *Polymer*, 2005; 46: 5001-5004.
28. Rice PM and Stoller RE. Correlation of Nanoindentation and Conventional Mechanical Property Measurements. Oak Ridge **National Laboratory Report, 2000.**
29. Willems G, Celis JP, Lambrechts P, Braem M and Vanherle G. Hardness and Young's modulus determined by nanoindentation technique of filler particles of dental

- restorative materials compared with human enamel. *J Biomed Mater Res*, 1993; 27(6):747-55.
30. Kinney JH, Marshall SJ and Marshall GW. The Mechanical properties of human Dentin: a critical review and re-evaluation of the dental literature. *Crit Rev Oral Biol Med*, 2003; 14(1):13-29.
 31. Oliver WC and Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res*. 1992; 7(6):1564-1583.
 32. Van Meerbeek B, Willens G, Celis JP, Roos JR, Braem M, Lambrechts P and Vanherle G. Assessment by nanoindentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. *J Dent Res*, 1993; 72(10):1434-1442.
 33. Ilie N and Hickel R. Investigations on mechanical behavior of dental composites. *Clin Oral Invest*, 2009; 13:427-438.
 34. Ebestein DM and Pruitt LA. Nanoindentation of biological materials. *Nanotoday*, 2006; 1(3):1324-1327.
 35. Pianelli C, Devaux J, Bebelman S and Leloup G. the micro Raman Spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J of biomater res*, 1999; 48(5):675-681.
 36. Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA and Braga R. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system. *Dent mater*, 2008; 24:1164-1168.
 37. Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW and Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dent Mater*, 2001; 17(6):504-11.

38. Tarumi H, Imazato S, Ehara A, kato S, Ebi N, and Ebisu S. Pos irradiation polymerization of composites containing bis-GMA and TEGDMA. *Dent Mater*, 1999; 15:238-242.
39. Ferracane JL. Current trends in dental composites. *Crit Rev Oral Biol Med*, 1995; 6: 302-318.
40. Yap AUJ and Soh MS. Thermal emission by different light-curing units. *Oper Dent*, 2003; 28(3):260-266.

7. Legendas de Figuras

Figura 1. Valores médios de dureza e desvio padrão, medidas por nanoindentação, tanto do topo quanto da base dos CPs, em relação à variação da irradiância.

Figura 2. Valores médios e desvio padrão de módulo de elasticidade de topo e base de uma resina composta, em função da irradiância.

Figura 3. Valores médios e desvio padrão do grau de conversão, medidas por Raman, do topo e da base de uma resina composta, em função da irradiância.

Figura 4. Valores médios e desvio padrão da variação de temperatura de uma resina composta, em função da irradiância.

8. Legenda de Tabelas

Tabela 1. Resultados de dureza, módulo de elasticidade, grau de conversão e aquecimento dos corpos de prova de resina polimerizados com diferentes irradiâncias por 20 segundos.

1 ANEXOS

1.1 Estatística descritiva completa

Estatísticas descritivas segundo local		n	Média	Mediana	Desvio Padrão	Erro Padrão	Interv. Confiança 95% para a média		Minimum	Maximum
Variável	Local						L.I.	L.S.		
Módulo bn(Gpa)	Topo	360	11,829	12,228	1,569	0,083	11,666	11,991	7,029	14,798
Dureza (Gpa)	Base	360	8,163	8,824	2,357	0,124	7,919	8,408	2,783	12,526
	Topo	360	0,655	0,677	0,105	0,006	0,644	0,666	0,368	0,870
	Base	360	0,416	0,448	0,138	0,007	0,401	0,430	0,109	0,667

Teste t de Student para amostras independentes		Teste Levene p/ igualdade de variâncias							
Variável	F	Valor p	t	G.L.	Valor p	Diferença Média	Erro Padrão da Diferença	Interv. Confiança 95% p/ diferença de médias	
Módulo (Gpa)	Variâncias Heterogêneas	57,29920545	0,00000	24,558	624,868	0,0000	3,665183333	0,149244485	
Dureza (Gpa)	Variâncias Heterogêneas	27,93908738	0,00000	26,165	669,087	0,0000	0,239552778	0,009155427	

Valor $p < 0,05$ indica diferença estatisticamente significativa nos valores médios segundo local, tanto para Módulo quanto para Dureza

Estatísticas descritivas das variáveis segundo irradiância										
Variável	Irradiância mW/cm2	n	Média	Mediana	Desvio Padrão	Erro Padrão	Intervalo de Confiança 95% média		Minimum	Maximum
							L.I.	L.S.		
Módulo Topo (Gpa)	200	60	9,180	8,650	1,640	0,212	L.I.	L.S.	7,029	12,773
	400	60	11,890	11,830	0,400	0,052	8,759	9,608	11,017	12,722
	600	60	12,460	12,510	0,370	0,048	11,786	11,996	11,609	13,326
	800	60	11,840	11,410	1,002	0,129	12,364	12,558	10,551	13,729
	1000	60	13,370	13,390	0,550	0,071	11,588	12,106	12,180	14,798
	1200	60	12,210	12,280	0,740	0,096	13,234	13,519	10,315	13,763
	Dureza Topo (Gpa)	200	60	0,476	0,430	0,095	0,012	12,021	12,405	0,368
	400	60	0,660	0,650	0,029	0,004	0,451	0,501	0,604	0,732
	600	60	0,710	0,720	0,027	0,004	0,656	0,672	0,633	0,766
	800	60	0,650	0,640	0,060	0,008	0,710	0,725	0,564	0,798
	1000	60	0,750	0,750	0,042	0,006	0,638	0,669	0,681	0,870
	1200	60	0,660	0,650	0,061	0,008	0,745	0,767	0,515	0,788
Modulo Base (Gpa)	200	60	3,730	3,930	0,560	0,073	0,648	0,680	2,783	4,586

	400	60	7,862	8,660	1,450	0,187	3,587	3,877	5,472	9,439
	600	60	8,747	8,780	0,508	0,066	7,487	8,237	7,647	9,968
	800	60	8,209	8,370	0,861	0,111	8,615	8,878	6,559	9,584
	1000	60	9,740	9,480	0,805	0,104	7,986	8,431	8,488	11,277
	1200	60	10,690	10,620	0,560	0,072	9,532	9,948	9,851	12,526
Dureza Base (Gpa)	200	60	0,164	0,170	0,032	0,004	10,546	10,835	0,109	0,205
	400	60	0,401	0,440	0,092	0,012	0,156	0,172	0,249	0,505
	600	60	0,442	0,440	0,028	0,004	0,377	0,425	0,392	0,515
	800	60	0,411	0,420	0,054	0,007	0,435	0,450	0,305	0,490
	1000	60	0,496	0,470	0,055	0,007	0,397	0,425	0,408	0,607
	1200	60	0,580	0,570	0,032	0,004	0,482	0,510	0,516	0,667
							0,572	0,588		

Teste de Homogeneidade de variâncias de Levene					
Variável	Estatística	G.L. 1	G.L. 2	Valor p	
Módulo Topo (Gpa)	40,11980583	5	354	0,00000	
Dureza Topo (Gpa)	24,33769645	5	354	0,00000	
Modulo Base (Gpa)	48,83058293	5	354	0,00000	
Dureza Base (Gpa)	59,36112178	5	354	0,00000	

Valor $p < 0,05$ indica que as variáveis não apresentam homogeneidade de variâncias segundo irradiância

ANOVA A UM FATOR						
Variável	Fonte de Variação	Soma de Quadrados	G.L.	Quadrado Médio	F	Valor p
Módulo Topo (Gpa)	Between Groups	597	5	119,32	147,141789	0,00000
	Within Groups	287	354	0,81092		
	Total	884	359			
Dureza Topo (Gpa)	Between Groups	2,77	5	0,55493	166,84602	0,00000
	Within Groups	1,18	354	0,00333		
	Total	3,95	359			
Modulo Base (Gpa)	Between Groups	1736	5	347,29	475,482126	0,00000
	Within Groups	259	354	0,7304		
	Total	1995	359			
Dureza Base (Gpa)	Between Groups	5,87	5	1,17302	408,715873	0,00000
	Within Groups	1,02	354	0,00287		
	Total	6,88	359			

Valor $p < 0,05$ indica diferença estatisticamente significativa nos valores médios das variáveis segundo irradiância

		Median	
Módulo Topo (Gpa)	Irradiância (mW/cm2)	200 mW/cm2	8,657
		400 mW/cm2	11,832
		600 mW/cm2	12,512
		800 mW/cm2	11,4135
		1000 mW/cm2	13,393
		1200 mW/cm2	12,2825
Dureza Topo (Gpa)	Irradiância (mW/cm2)	200 mW/cm2	0,4335
		400 mW/cm2	0,659
		600 mW/cm2	0,722
		800 mW/cm2	0,649
		1000 mW/cm2	0,753
		1200 mW/cm2	0,659
Modulo Base (Gpa)	Irradiância (mW/cm2)	200 mW/cm2	3,93
		400 mW/cm2	8,6655
		600 mW/cm2	8,787
		800 mW/cm2	8,3795
		1000 mW/cm2	9,4875
		1200 mW/cm2	10,6205
Dureza Base (Gpa)	Irradiância (mW/cm2)	200 mW/cm2	0,173
		400 mW/cm2	0,4495
		600 mW/cm2	0,4415
		800 mW/cm2	0,423
		1000 mW/cm2	0,4795
		1200 mW/cm2	0,577

Valor $p < 0,05$ indica diferença estatisticamente significativa entre os valores médios dos dois tratamentos comparados

Comparações múltiplas de Games-Howell							
Variável Dependente	(I) Irradiância (mW/cm2)	(J) Irradiância (mW/cm2)	Diferença Média	Erro Padrão	Valor p	Interv. Confiança	
						95% confiança	
						L.I.	L.S.
Módulo Topo (Gpa)	200 mW/cm2	400 mW/cm2	-2,7074	0,218351709	0,0000		
		600 mW/cm2	-3,27705	0,21744026	0,0000	-3,34823	-2,06657
		800 mW/cm2	-2,6632833	0,248373898	0,0000	-3,915504	-2,6386
		1000 mW/cm2	-4,1929	0,223652919	0,0000	-3,385331	-1,94124
		1200 mW/cm2	-3,0292333	0,232704813	0,0000	-4,847677	-3,53812
	400 mW/cm2	200 mW/cm2	2,7074	0,218351709	0,0000	-3,708266	-2,3502
		600 mW/cm2	-0,56965	0,07137273	0,0000	2,0665697	3,34823
		800 mW/cm2	0,04411667	0,13965455	0,9996	-0,776444	-0,36286
		1000 mW/cm2	-1,4855	0,088512304	0,0000	-0,363943	0,45218
		1200 mW/cm2	-0,3218333	0,109386151	0,0461	-1,742308	-1,22869
	600 mW/cm2	200 mW/cm2	3,27705	0,21744026	0,0000	-0,640273	-0,00339
		400 mW/cm2	0,56965	0,07137273	0,0000	2,6385959	3,9155
		800 mW/cm2	0,61376667	0,138225146	0,0004	0,3628555	0,77644
		1000 mW/cm2	-0,91585	0,086239351	0,0000	0,2095315	1,018
		1200 mW/cm2	0,24781667	0,107555231	0,2036	-1,166255	-0,66545
800 mW/cm2	200 mW/cm2	2,66328333	0,248373898	0,0000	-0,065604	0,56124	
	400 mW/cm2	-0,0441167	0,13965455	0,9996	1,9412357	3,38533	
	600 mW/cm2	-0,6137667	0,138225146	0,0004	-0,452177	0,36394	
	1000 mW/cm2	-1,5296167	0,147805793	0,0000	-1,018002	-0,20953	
	1200 mW/cm2	-0,36595	0,161175229	0,2152	-1,959848	-1,09939	
1000 mW/cm2	200 mW/cm2	4,1929	0,223652919	0,0000	-0,83354	0,10164	
	400 mW/cm2	1,4855	0,088512304	0,0000	3,5381226	4,84768	
	600 mW/cm2	0,91585	0,086239351	0,0000	1,228692	1,74231	
	800 mW/cm2	1,52961667	0,147805793	0,0000	0,6654452	1,16625	
1200 mW/cm2	1200 mW/cm2	1,16366667	0,119618097	0,0000	1,0993853	1,95985	
	200 mW/cm2	3,02923333	0,232704813	0,0000	0,8166439	1,51069	
	400 mW/cm2	0,32183333	0,109386151	0,0461	2,3502007	3,70827	

		600 mW/cm ²	-0,2478167	0,107555231	0,2036	0,0033941	0,64027
		800 mW/cm ²	0,36595	0,161175229	0,2152	-0,561237	0,0656
		1000 mW/cm ²	-1,1636667	0,119618097	0,0000	-0,10164	0,83354
Dureza Topo (Gpa)	200 mW/cm ²	400 mW/cm ²	-0,1878667	0,012882229	0,0000	-1,510689	-0,81664
		600 mW/cm ²	-0,2414167	0,012803972	0,0000	-0,225609	-0,15012
		800 mW/cm ²	-0,17755	0,014559565	0,0000	-0,278953	-0,20388
		1000 mW/cm ²	-0,27975	0,013480609	0,0000	-0,219858	-0,13524
		1200 mW/cm ²	-0,1877167	0,014640631	0,0000	-0,319092	-0,24041
	400 mW/cm ²	200 mW/cm ²	0,18786667	0,012882229	0,0000	-0,230251	-0,14518
		600 mW/cm ²	-0,05355	0,005217145	0,0000	0,1501243	0,22561
		800 mW/cm ²	0,01031667	0,008675128	0,8408	-0,068666	-0,03843
		1000 mW/cm ²	-0,0918833	0,006708482	0,0000	-0,014972	0,03561
		1200 mW/cm ²	0,00015	0,008810504	1,0000	-0,111358	-0,07241
	600 mW/cm ²	200 mW/cm ²	0,24141667	0,012803972	0,0000	-0,025539	0,02584
		400 mW/cm ²	0,05355	0,005217145	0,0000	0,2038804	0,27895
		800 mW/cm ²	0,06386667	0,008558488	0,0000	0,0384341	0,06867
		1000 mW/cm ²	-0,0383333	0,00655695	0,0000	0,038895	0,08884
		1200 mW/cm ²	0,0537	0,00869568	0,0000	-0,057383	-0,01928
	800 mW/cm ²	200 mW/cm ²	0,17755	0,014559565	0,0000	0,028322	0,07908
		400 mW/cm ²	-0,0103167	0,008675128	0,8408	0,1352418	0,21986
		600 mW/cm ²	-0,0638667	0,008558488	0,0000	-0,035605	0,01497
		1000 mW/cm ²	-0,1022	0,009541113	0,0000	-0,088838	-0,03889
		1200 mW/cm ²	-0,0101667	0,011119987	0,9422	-0,129892	-0,07451
1000 mW/cm ²	200 mW/cm ²	0,27975	0,013480609	0,0000	-0,042383	0,02205	
	400 mW/cm ²	0,09188333	0,006708482	0,0000	0,2404084	0,31909	
	600 mW/cm ²	0,03833333	0,00655695	0,0000	0,0724087	0,11136	
	800 mW/cm ²	0,1022	0,009541113	0,0000	0,0192834	0,05738	
	1200 mW/cm ²	0,09203333	0,009664367	0,0000	0,074508	0,12989	
1200 mW/cm ²	200 mW/cm ²	0,18771667	0,014640631	0,0000	0,0639782	0,12009	
	400 mW/cm ²	-0,00015	0,008810504	1,0000	0,1451822	0,23025	
	600 mW/cm ²	-0,0537	0,00869568	0,0000	-0,025839	0,02554	
	800 mW/cm ²	0,01016667	0,011119987	0,9422	-0,079078	-0,02832	
	1000 mW/cm ²	-0,0920333	0,009664367	0,0000	-0,022049	0,04238	
Modulo Base (Gpa)	200 mW/cm ²	400 mW/cm ²	-4,1295833	0,200874588	0,0000	-0,120088	-0,06398
		600 mW/cm ²	-5,0143667	0,097851682	0,0000	-4,716814	-3,54235
		800 mW/cm ²	-4,47675	0,132785509	0,0000	-5,297899	-4,73083
		1000 mW/cm ²	-6,0080833	0,126716372	0,0000	-4,862474	-4,09103
		1200 mW/cm ²	-6,9581833	0,102438596	0,0000	-6,375911	-5,64026
	400 mW/cm ²	200 mW/cm ²	4,12958333	0,200874588	0,0000	-7,254958	-6,66141
		600 mW/cm ²	-0,8847833	0,198472286	0,0004	3,542353	4,71681
		800 mW/cm ²	-0,3471667	0,21782628	0,6046	-1,465609	-0,30396
		1000 mW/cm ²	-1,8785	0,214180614	0,0000	-0,980626	0,28629
		1200 mW/cm ²	-2,8286	0,200773411	0,0000	-2,501885	-1,25512
	600 mW/cm ²	200 mW/cm ²	5,01436667	0,097851682	0,0000	-3,41556	-2,24164
		400 mW/cm ²	0,88478333	0,198472286	0,0004	4,7308338	5,2979
		800 mW/cm ²	0,53761667	0,129122577	0,0009	0,3039574	1,46561
		1000 mW/cm ²	-0,9937167	0,122872647	0,0000	0,1620897	0,91314
		1200 mW/cm ²	-1,9438167	0,097643814	0,0000	-1,350777	-0,63666
	800 mW/cm ²	200 mW/cm ²	4,47675	0,132785509	0,0000	-2,226744	-1,66089
		400 mW/cm ²	0,34716667	0,21782628	0,6046	4,0910261	4,86247
		600 mW/cm ²	-0,5376167	0,129122577	0,0009	-0,286292	0,98063
		1000 mW/cm ²	-1,5313333	0,152166774	0,0000	-0,913144	-0,16209

		1200 mW/cm2	-2,4814333	0,132632402	0,0000	-1,972209	-1,09046
	1000 mW/cm2	200 mW/cm2	6,00808333	0,126716372	0,0000	-2,866729	-2,09614
		400 mW/cm2	1,8785	0,214180614	0,0000	5,6402555	6,37591
		600 mW/cm2	0,99371667	0,122872647	0,0000	1,2551154	2,50188
		800 mW/cm2	1,53133333	0,152166774	0,0000	0,6366568	1,35078
		1200 mW/cm2	-0,9501	0,126555923	0,0000	1,0904577	1,97221
	1200 mW/cm2	200 mW/cm2	6,95818333	0,102438596	0,0000	-1,317476	-0,58272
		400 mW/cm2	2,8286	0,200773411	0,0000	6,6614087	7,25496
		600 mW/cm2	1,94381667	0,097643814	0,0000	2,2416403	3,41556
		800 mW/cm2	2,48143333	0,132632402	0,0000	1,6608897	2,22674
		1000 mW/cm2	0,9501	0,126555923	0,0000	2,0961375	2,86673
Dureza Base (Gpa)	200 mW/cm2	400 mW/cm2	-0,2368167	0,012546255	0,0000	0,5827236	1,31748
		600 mW/cm2	-0,2783167	0,005445262	0,0000	-0,273541	-0,20009
		800 mW/cm2	-0,2466333	0,008056691	0,0000	-0,294096	-0,26254
		1000 mW/cm2	-0,3318333	0,008203236	0,0000	-0,270067	-0,2232
		1200 mW/cm2	-0,4160833	0,005842054	0,0000	-0,3557	-0,30797
	400 mW/cm2	200 mW/cm2	0,23681667	0,012546255	0,0000	-0,433009	-0,39916
		600 mW/cm2	-0,0415	0,012404191	0,0160	0,2000928	0,27354
		800 mW/cm2	-0,0098167	0,013752212	0,9798	-0,077848	-0,00515
		1000 mW/cm2	-0,0950167	0,013838575	0,0000	-0,049816	0,03018
		1200 mW/cm2	-0,1792667	0,012583428	0,0000	-0,135255	-0,05478
	600 mW/cm2	200 mW/cm2	0,27831667	0,005445262	0,0000	-0,216089	-0,14244
		400 mW/cm2	0,0415	0,012404191	0,0160	0,2625375	0,2941
		800 mW/cm2	0,03168333	0,007833626	0,0015	0,0051518	0,07785
		1000 mW/cm2	-0,0535167	0,007984267	0,0000	0,0088644	0,0545
		1200 mW/cm2	-0,1377667	0,005530374	0,0000	-0,076782	-0,03025
	800 mW/cm2	200 mW/cm2	0,24663333	0,008056691	0,0000	-0,153794	-0,12174
		400 mW/cm2	0,00981667	0,013752212	0,9798	0,2232001	0,27007
		600 mW/cm2	-0,0316833	0,007833626	0,0015	-0,030183	0,04982
		1000 mW/cm2	-0,0852	0,009950272	0,0000	-0,054502	-0,00886
		1200 mW/cm2	-0,16945	0,008114458	0,0000	-0,114027	-0,05637
	1000 mW/cm2	200 mW/cm2	0,33183333	0,008203236	0,0000	-0,193043	-0,14586
		400 mW/cm2	0,09501667	0,013838575	0,0000	0,3079667	0,3557
		600 mW/cm2	0,05351667	0,007984267	0,0000	0,054778	0,13526
		800 mW/cm2	0,0852	0,009950272	0,0000	0,0302518	0,07678
		1200 mW/cm2	-0,08425	0,008259979	0,0000	0,0563728	0,11403
	1200 mW/cm2	200 mW/cm2	0,41608333	0,005842054	0,0000	-0,108274	-0,06023
		400 mW/cm2	0,17926667	0,012583428	0,0000	0,3991581	0,43301
		600 mW/cm2	0,13776667	0,005530374	0,0000	0,1424441	0,21609
		800 mW/cm2	0,16945	0,008114458	0,0000	0,121739	0,15379
		1000 mW/cm2	0,08425	0,008259979	0,0000	0,1458566	0,19304
						0,0602264	0,10827

Irradiância	Delta T	DP
	°C	
200	2,59217	0,38323
400	4,18109	0,14484
600	6,18769	0,63112
800	6,68921	0,63104
1000	8,36036	0,76564
1200	10,2809	0,66243

2.1 Revisão de Literatura – Artigos mais relevantes

Vanderwalle KS, Ferracane JL, Hilton T, Erikson RL and Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations.

A proposta deste estudo foi determinar a mínima extensão de polimerização requerida para a base de uma restauração em resina composta classe II, mantendo-se o selamento marginal e suportando o restante da restauração. O primeiro objetivo foi determinar qual é a densidade de energia que pode produzir uma redução seqüencial do grau de conversão e dureza na margem gengival de uma restauração posterior em resina composta. Para essa etapa foram utilizados dentes molares humanos extraídos, com preparos de cavidades classe II. Foi realizada a restauração em resina composta em um único incremento ou em incrementos de 2 mm, com o compósito Z250 – 3M/ESPE. A fonte polimerizadora foi uma luz halógena (VIP – Bisco). A densidade de energia variou de 400 a 600 mW/cm² e o tempo de polimerização variou de 10 a 40 segundos. Foram confeccionados 3 espécimes para cada grupo. As restaurações foram submetidas a ciclagem termo-mecânica 1000 ciclos (5°C a 55°C). O grau de conversão das resinas compostas foi determinado usando FTIR e a microdureza pelo teste Knoop, tanto nas faces oclusais, como nas cervicais da restauração. A partir destes valores, as propriedades mecânicas da resina composta foram testadas usando-se como parâmetro aqueles grupos com similares valores de dureza Knoop nas faces cervicais. Os autores observaram que a densidade de energia exerce um efeito significativo nas falhas nas margens gengivais das restaurações. A água apresentou um significativo efeito de dissolução da integridade da margem quando foram utilizadas baixas densidades de energia (4000mJ/cm²). Os autores concluíram que a densidade de energia apresenta um significativo efeito sobre os defeitos marginais das restaurações em resina composta; a água

apresentou um efeito significativo sobre a margem gengival quando baixas densidades de energia foram utilizadas, promovendo defeitos que provavelmente são decorrentes da dissolução da resina composta e ainda, os autores recomendaram, que para que uma restauração seja adequadamente polimerizada, com a resina composta Z250, deve-se utilizar a densidade de energia de $24\text{mJ}/\text{cm}^2$, para se obter o valor máximo de dureza a partir da relação entre Base/Topo de 73%.

Price RBT, Felix CA and Andreou P. Effects of resin composite composition and irradiation distance on the performance of curing lights.

Os autores, neste estudo, testaram o desempenho de três UFs, e determinaram o efeito de duas distâncias de irradiação sobre a polimerização de cinco resinas compostas fotoativadas. Três UFs (Optilux 401-Kerr, por 60 segundos; Phase II-Dent Mat, por 5, 10, 15 e 20 segundos e Sapphire-Dent Mat, por 3, 5, 10 e 15 segundos) e cinco resinas compostas (Heliomolar-Ivoclar, Virtuoso Sculp.- Dent Mat, Herculite - Kerr, Virtuoso Flow - Dent Mat, e Esthet-X - Dentsply) foram utilizadas. A partir da combinação destes materiais e equipamentos, os autores testaram 14 condições diferentes, correspondentes a 14 densidades de energia. Os comprimentos de onda de todas as UFs foram obtidos com um espectrofotômetro. Para comparar a emissão das UFs, os valores foram normalizados a partir do máximo valor obtido. As irradiâncias das UFs foram aferidas, com o auxílio de um radiômetro, a 2 e 9mm de distância da ponta. Cinco espécimes de resina composta foram confeccionados em uma matriz com 7mm de diâmetro e 1,6mm de espessura. As densidades de energia variaram de 1,2 a $38\text{ J}/\text{cm}^2$. Quinze minutos após a irradiação, foram obtidos valores de dureza Knoop para o topo e para a base dos espécimes. Os autores observaram que existe uma relação linear entre a dureza e o logaritmo da densidade de energia ($r=0,81$). A análise de variância

detectou que as variáveis: compósito, superfície do espécime, distância da ponta da UF, tempo de irradiação e tipo de UF tiveram, um efeito significativo sobre a microdureza das resinas compostas ($p < 0,01$). Os autores concluíram que tanto a resina composta quanto a distância de irradiação apresentam um significativo efeito quando se comparam diferentes UFs. Quando as cinco resinas compostas foram irradiadas com comprimentos de onda semelhantes e densidades de energia entre 1,2 e 38 J/cm² existiu uma relação linear entre a dureza e o logaritmo da densidade de energia.

Ferracane J. Resin composite – State of the art.

Esta revisão de literatura trata do atual estado das resinas compostas dentais. Traça um patamar com os mais importantes aspectos das RCs desde seu desenvolvimento até o momento. Nesta revisão foi realizada uma busca na literatura, usando PubMed, de artigos que relatam sobre sua formulação, propriedades e considerações clínicas, fazendo citações dos mais relevantes artigos. Os autores relatam que este forte e competitivo mercado das resinas compostas continua a se desenvolver, sendo os itens mais pesquisados no desenvolvimento de materiais com adequada dureza, resistência ao desgaste e retenção. As pesquisas recentes tem sido direcionadas para avaliar a contração de polimerização e o estresse que a acompanha durante esse processo, e os efeitos deletérios que ocorrem na interface adesiva entre dente e compósito. Muitos esforços estão sendo despendidos para desenvolver materiais com potenciais terapêuticos benéficos e propriedades auto adesivas, facilitando a inserção durante a restauração. O autor concluiu que não existe um material avaliado ideal, entretanto os materiais resinosos comerciais atuais apresentam uma alta qualidade e quando usados apropriadamente, tem promovido excelentes resultados clínicos e uma adequada longevidade as restaurações.

Torno V, Soares P, Martin, JMH, Mazur RF, Souza EM and Vieira S. Effects of irradiance, wavelength, and thermal emission of different light curing units on the Knoop and Vickers hardness of a composite resin.

A proposta deste trabalho foi avaliar os efeitos da irradiância e do comprimento de onda da luz emitida por diferentes unidades fotopolimerizadoras (UF) sobre a microdureza Knoop e Vickers de uma resina composta microhíbrida. Cinquenta espécimes de uma resina composta microhíbrida (Charisma, Heraeus Kulzer, Hanaus, Alemanha) foram confeccionados utilizando uma matriz metálica com 4 mm de diâmetro e 2 mm de altura e divididos em 10 grupos. Foram empregados 8 UFs, sendo 8 LEDs e uma luz halógena convencional (LH), esta com duas pontas distintas. O tempo de exposição foi de 40 segundos. O espectro da luz emitida foi obtido com um monocromador e a irradiância por meio de dois radiômetros comerciais. Após 48 horas de armazenamento em 100% de umidade, em recipiente escuro, foram realizados os testes de microdureza. Os resultados de microdureza foram comparados estatisticamente pela ANOVA e o teste de Tukey HSD ($p < 0,01$). Os autores concluíram que a LH promoveu a maior microdureza de topo dos espécimes. Os LEDs de alta intensidade promoveram maior microdureza na base, promovendo maior homogeneidade na polimerização. Os comprimentos de onda de todas as unidades fotopolimerizadoras analisadas estão dentro do espectro de absorção da canforoquinona, embora uns deslocados do pico de absorção. Esse deslocamento teve um efeito direto na microdureza da superfície dos espécimes. A microdureza da resina composta testada não depende somente da irradiância dos aparelhos, mas também do comprimento de onda das UFs; as irradiâncias e comprimentos de onda medidos não corresponderam às fornecidas pelos fabricantes; foi encontrado que os valores de microdureza Knoop e Vickers são correlacionáveis.

Leprince J, Devaux J, Mullier T, Vreven J and Leloup G. Pulpal-temperature rise and polymerization efficiency of LED curing lights.

Os autores avaliaram os efeitos das características de luz e tempo de irradiação na microdureza Vickers (VH) de um fotoiniciador duplo composto comercial e no aumento da temperatura na câmara pulpar (ΔT). Quatro recente diodos emissores de luz (LEDs) - bluephaseG2 (BG2), bluephase16i (B16i), G-Light (G) e Freelight2 (F2) - e um controle de luz halógena (XL3000-X) foram testados em dois tons de Tetric EvoCeram (A2 e Bleach XL), cujas formulações comerciais diferentes com base em sua concentração de canforoquinona e TPO lucirin. Três tempos de irradiação foram aplicados - 10, 20 e 40 e VH, e foram medidos nas superfícies superior e inferior de 2 mm de espessura amostras. O ΔT foi medido por meio de um termopar tipo K inserido na câmara pulpar de um molar que tinha sido preparado para obter uma espessura de 2 mm de dentina. As medições foram feitas, quer durante a polimerização de um compósito 2 milímetros (ou Bleach Shade A2) ou com um molde vazio. Os dados foram analisados com ANOVA ($p < 0,05$). Para cor A2, todos, mas uma condição de irradiação (F2-10 segundos, a superfície inferior) gerados valores VH que foram estatisticamente igual ou melhor do que o padrão escolhido para este estudo (X-40 segundos). Para sombra Bleach, o VH valores obtidos com o G-20 e BG2 e 40 segundos foram estatisticamente comparáveis e os X-40 segundos para ambas as superfícies superiores e inferiores. Este não foi o caso com um G-10 e BG 2 segundos ou para todos os procedimentos com fotoativação outras para as quais um VH de pelo menos uma das superfícies foi significativamente inferior ao de referência. Os resultados também destacam as diferenças entre os dois tons material, se a superfície superior ou inferior é considerada. Quanto à medição de temperatura de cor A2,-20-40 B16i segundos, BG2-40 segundos e G-40 segundo induzida ΔT s significativamente maior (3,98, 5,98, 5,21 e 4,95, respectivamente)

do que X-40 segundos (3,09). Para cor Bleach, B16i-20 e 40 segundos, F2-20 e 40 segundos, BG2-40 segundos e G-40 segundos gerada deltaTs significativamente superiores aos valores controle (2,70, 4,05, 3,03, 4,58, 2,74 e 2,44, respectivamente) . Os valores obtidos com deltaT dentes descobertos foram geralmente maiores que os obtidos com uma camada de 2 mm de compósito. Os autores puderam concluir que esta pesquisa enfatiza que uma correspondência perfeita entre os espectros de luz e material é de importância, tanto para assegurar a polimerização e ideal para limitar aquecimento na câmara pulpar. Alguma redução no tempo de cura é possível, mas somente dentro de certos limites.

Price RBT, Felix CA and Andreou P. Knoop hardness of ten resin composites irradiated with high-power LED and quartz-tungsten-halogen lights.

Os autores compararam um LED de alta intensidade (Freelight 2 – 3M/ESPE) com uma luz halógena (Trilight - 3M/ESPE) para determinar a eficiência de polimerização usando diferentes resinas compostas com diferentes cores (Z250, A2 e B0, 5 – 3M; Supreme A2D e A2B – 3M; Esthet-X A2B e A2O - Dentspy; Heliomolar A2 e 110T – Ivoclar; Tetric Ceram A2 e Bleach XL – Ivoclar). Inicialmente, foi obtido o espectro do comprimento de onda para cada UF, por meio de um espectrofotômetro. Foram utilizados dentes humanos extraídos com cavidades classe I (1,5mm de largura e 4mm de profundidade), com todas as margens em dentina e restauradas com as 10 resinas compostas diferentes. As resinas foram irradiadas com o LED com 50% e 100% do tempo recomendado pelo fabricante, e 100% do tempo com a luz halógena. Após 15 minutos, foi realizado o teste de dureza Knoop (100g por 15 segundos). Foram realizadas 3 indentações para cada profundidade (a cada 0,5mm, até 3,5mm, a partir do topo do espécime). Os resultados mostraram que, quando irradiados por LED, pelo tempo recomendado pelo fabricante, a dureza Knoop de todas as resinas

compostas apresentaram, em profundidades inferiores a 1,5mm, valores máximos entre a razão B/T acima de 80%. Três resinas compostas (Z250 A2; Tetric Ceram A2 e Tetric Ceram Bleach XL), para profundidade de 3,5mm, mantiveram em 80% a razão de dureza entre B/T. A análise de variância mostrou que todas as interações entre UFs, profundidades e resinas compostas foram significantes ($p < 0,01$). Os autores concluíram que o LED, usado no tempo recomendado pelo fabricante, podem produzir dureza significativamente maior quando comparada a luz halógena, na profundidade de 3,0mm. O LED, usando 50% do tempo recomendado pelo fabricante, não apresentou diferenças na dureza, quando comparada a luz halógena com 100% do tempo recomendado pelo fabricante.

Rueggeberg FA, Caughman WF and Curtis JW. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite.

Estes autores verificaram o efeito da duração da exposição e intensidade da fonte sobre a profundidade de polimerização. Foram realizadas restaurações em forma de cilindro obtendo-se fatias do compósito que podiam ser removidas do topo ou de uma distância de 1, 2 e 3 mm internamente à superfície. Os espécimes, feitos com resinas compostas de micropartícula e híbrida de cores universal e cinza, foram polimerizados usando-se várias intensidades e diferentes tempos de exposição para cada nível dentro do cilindro. A polimerização resultante de cada tratamento foi determinada usando espectroscopia de infravermelho. Para reduzir a intensidade da luz, utilizaram-se filtros que a reduziam de 100% (800mW/cm^2) a 29,2% (233mW/cm^2). Os resultados da análise de variância a dois critérios, indicaram que, na superfície da resina, somente o tempo de exposição é um fator significativo, contribuindo para a conversão de monômeros. Quando se polimeriza 1mm do compósito, ambos os tempos de exposição e intensidade tornam-se fatores significantes.

Nos níveis de 2 e 3mm de espessura, os fatores: tempo de exposição, intensidade de luz e suas interações contribuem para a polimerização da resina. Na superfície, os tempos de 40 ou 60 segundos produziram espécimes similarmente polimerizados. Exposições de 60 e 80 segundos também apresentaram resultados semelhantes. A 1mm de profundidade, todos os tempos de exposição produziram polimerizações significativamente diferentes, com exceção de 60 e 80 segundos. Isto também foi percebido para 2 e 3mm, em que há diferenças estatísticas nos valores de conversão entre todas as combinações de tempos. Em profundidades maiores que 2 mm, pobres valores de cura foram encontrados e a polimerização foi muito suscetível a mudanças de intensidades de luz e tempo de exposição. Por estes resultados, recomenda-se tempo de exposição de rotina de 60 segundos, com intensidades de luz de pelo menos 400 mW/cm^2 (medido por um radiômetro comercial). Espessuras de camadas incrementais não deverão exceder 2 mm, sendo a espessura de 1 mm a ideal e unidades com intensidades inferiores a 233 mW/cm^2 não deverão ser usadas, devido a suas pobres características de cura. Para 2 mm de profundidade, o aumento do tempo de exposição para 80 segundos não proporcionou aumentos significativos de polimerização em relação há 60 segundos.

Emani N, Soderholm K, How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light cured resin composites.

Os autores testaram a hipótese de que o grau de conversão de uma resina composta fotopolimerizável esta relacionado com o calculo($\text{mW cm Sx-2} = \text{mJcm-2}$) em vez de o valor da irradiância(mW cm-2) da fonte de luz. Duas resinas compostas fotoativadas foram polimerizadas com três diferentes irradiancia sem diferentes tempos de polimerização. Foram confeccionados CPs de 2, 4 ou 6 mm de espessura e o grau de

conversão foi medido com espectroscopia Raman no topo e na base dos espécimes. O valor mais alto do grau de conversão foi ligeiramente inferior a 60%, enquanto o valor máximo de conversão do material outro era um pouco abaixo de 65%. Esta diferença de valores de conversão pode estar relacionada às diferenças nos sistemas de monômero que compõem os dois compósitos. Ao considerar a energia da luz por centímetro quadrado ($J\ cm^{-2}$) ao invés da irradiância ($mW\ cm^{-2}$), observou-se que os valores de energia equivalente apresentaram valores de conversão semelhantes, para uma espessura determinada amostra. A partir desses achados, os autores concluíram que os resultados suportam essa hipótese.

Millen C, Ormond M, Richardson G, Santini A, Miletic V, Kew P. A study of temperature rise in the pulp chamber during composite polymerization with different light-curing units.

Os autores analisaram o aumento da temperatura em comparação de celulose durante a polimerização de resinas compostas (hemácias) e diodo emissor de luz halógena com unidades de fotoativação (UML). Um total de 32 dentes extraídos de pacientes com idade entre 11-18 anos foram utilizados no estudo. Termopares colocados no teto da câmara pulpar, utilizando um novo método "split-dente". No Grupo 1, uma unidade halógena com intensidade de $450\ mW\ cm^{-2}$ foi utilizada e no Grupo 2, uma fonte de luz LED com intensidade de $1100\ mW\ cm^{-2}$ foi utilizada. Os dentes foram colocados em um banho de água com a temperatura regulada até a temperatura da polpa e da temperatura ambiente foram estáveis a $37\ ^\circ\ C$. O registro da temperatura contínua foram feitos através de um registrador de dados e computador. O aumento da temperatura da linha de base para o máximo foi calculado para cada amostra durante a polimerização, tanto da ligação do agente e do RBC. O aumento da temperatura da polpa foi significativamente maior com o LED do

que com a unidade halógena para colagem e polimerização RBC ($p < 0,05$). Houve aumento significativo da temperatura durante a polimerização do agente de ligação e por sua vez durante a polimerização da RBC, os aumentos foram menores. Os autores concluíram que a polimerização de agentes de ligação deve ser feita com luz de baixa intensidade e de alta intensidade de ser utilizada apenas para a polimerização RBC independentemente da fotoativação por LED ou luz halógena.

Kinney JH, Marshall SJ, Marshall GW. The Mechanical properties of human Dentin: a critical review and re-evaluation of the dental literature.

Os últimos 50 anos de pesquisas sobre as propriedades mecânicas da dentina humana são revistos neste estudo. Uma investigação crítica da literatura indicou que as magnitudes das constantes elásticas de dentina devem ser revistos consideravelmente para cima. O módulo de elasticidade situa-se entre 20-25GPa. O comportamento viscoelástico (relaxamento da tensão em função do tempo) mensurável reduz os valores a taxas de deformação de relevância fisiológica; o módulo reduzido é cerca de 12GPa. Além disso, neste estudo os autores afirmam que as propriedades elásticas são anisotrópicas isto é, não são as mesmas em todos os sentidos. Os dados coletados foram interpretados estatisticamente usando a função de distribuição Weibull. Os coeficientes grandes de variação citados em todos os estudos podem então ser entendidos em termos de uma distribuição de falhas dentro dos espécimes de dentina. O aparente efeito-tamanho nos dados de resistência à tração e ao cisalhamento têm suas origens nessa distribuição falha, e podem ser quantificados pela análise de Weibull. No entanto, uma abordagem mais conservadora com base em taxas de crescimento de trinca por fadiga indica que se houver uma falha pré-existente de tamanhos

suficiente (cerca de 0,3-1,0mm), que pode crescer à proporção catastrófica com carregamentos cíclicos em tensões inferiores a 30MPa.

Van Meerbeek B, Willens G, Celis JP, Roos JR, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the Resin-dentin bonding area.

Os autores verificaram a dureza e módulo de elasticidade das camadas sucessivas em uma área de união dentina-resina foi determinada por indentação nano-dentina de quatro sistemas adesivos comercialmente disponíveis, dois dos quais também foram aplicados com um agente de condicionamento. Com uma técnica de indentação nano-controlado por computador, muitos recortes triangulares foram feitas dentro de uma pequena área de alguns micrômetros de diâmetro com uma carga de alguns mili-Newtons. A carga e o deslocamento do penetrador foram monitorados continuamente durante a seqüência de carga-descarga, assim dureza e módulo de Young pode ser computada como uma função da geometria do penetrador e a carga aplicada. A dureza da zona de interdifusão resina-dentina foi significativamente menor do que a dentina inalterada. Um gradiente de módulo de elasticidade foi observada a partir da dentina vez mais dura uma zona mais elástica interdifusão dentina-resina e uma camada adesiva de resina no compósito restaurador. Esse gradiente foi mais substancial nos sistemas que produziram camadas de resina relativamente grossa adesivo que forneceu uma de resina de baixa viscosidade, como uma camada intermediária entre a resina adesiva e massa do compósito restaurador. Tal área de colagem elástica pode ter uma capacidade de pressão suficiente para aliviar tensões entre a restauração encolhendo composta e dentina o substrato rígido, melhorando assim a

conservação do adesivo e, como consequência, a integridade marginal e retenção da restauração.

Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA, Braga R. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system.

Os autores avaliaram o grau de conversão (DC), taxa máxima de polimerização (TPmax) e tensão de polimerização (PS), desenvolvido por um compósito experimental dental submetido a diferentes energias irradiantes (3, 6, 12, 24 ou 48 J / cm²), sob irradiância constante (500 mW/cm²). O DC e TPmax foram monitorados durante 10 minutos sobre a superfície inferior de 2 mm de espessura e discos de 150 microns de espessura de filmes (que representa o topo da amostra) com ATR-FTIR. PS foi monitorado por 10 min em 2 mm de espessura discos ligado a dois bastões de vidro ($\varnothing = 5\text{mm}$) conectada a uma máquina universal de ensaios. One-way ANOVA / Tukey foram utilizados e as diferenças em DC e R (p) (max) entre as superfícies superior e inferior foram examinados usando t-estudantes. O teste estatístico foi realizado em um alfa pré-definida de 0,05. Para uma dada superfície, DC mostrou diferenças entre todos os grupos, exceto na parte superior entre 24 e 48 J/cm². TPmax foi semelhante entre os grupos em uma mesma superfície e estatisticamente maior na superfície superior. PS também apresentaram diferenças significativas entre os grupos. Dados de 48 J/cm² não foram obtidos devido a falha no modelo de vidro / compósito. Portanto, os autores concluíram que o aumento em exposição irradiante levou a aumentos significativos no CC e PS, mas não teve efeito sobre TPmax.

Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dent Mater*.

Este estudo investigou o efeito da taxa de polimerização nas propriedades mecânicas em uma RC dental (75/25 Bis-GMA/TEGDMA% em peso). A taxa de polimerização e conversão final dos espécimes, posteriormente utilizado para ensaios mecânicos, foram monitoradas por espectros copia de infravermelho próximo (near-IR). A temperatura de transição vítrea (T_g) e módulo de elasticidade, em função da temperatura foram determinados por análise dinâmico mecânica (DMA). Pela eliminação de radicais presos do sistema, as redes formadas puderam ser caracterizadas em função da temperatura e da conversão das duplas ligações, sem induzir na cura térmica adicional durante o teste. Este estudo mostra que os sistemas de dimetacrilato altamente reticulada, como Bis-GMA/TEGDMA, apresentam estrutura de rede e propriedades semelhantes em função da conversão das duplas ligações, independentemente do método ou a taxa de polimerização.

Ferracane JL. Current trends in dental composites.

Determinou a profundidade de polimerização de resinas compostas fotopolimerizáveis por luz visível através de teste de dureza Knoop e de análise de espectroscopia infravermelha. Resinas compostas (Prisma Fine, Prisma Fil e Aurafill) de diferentes composições e cores foram utilizadas na confecção de espécimes com 5mm de espessura, os quais foram expostos à luz por 40 segundos, a distância de 2mm da superfície do material. Após o armazenamento durante 24 horas, à temperatura de 37°C, os espécimes foram submetidos ao teste de dureza Knoop com impressões realizadas a cada milímetro do material polimerizado, até a profundidade máxima de 4mm. O grau de conversão foi avaliado por meio da análise de espectroscopia, em corpos de prova confeccionados com matrizes

metálicas de 4mm de diâmetro e 3mm de espessura. A partir dos resultados obtidos, os autores concluíram que as resinas compostas de cores claras (L) apresentam maior profundidade de polimerização do que as de cores mais escuras (Y,G,GB). Entretanto, a cor mais escura das resinas composta Aurafill (GB) apresentou resultados equivalentes aos obtidos com a cor mais clara (L) do mesmo material. Os autores relatam ainda que a profundidade de polimerização possa ser menos dependente da cor da resina composta do que de outros fatores, como por exemplo, a capacidade de transmissão da luz através do material.

Yap AUJ, Soh MS. Thermal emission by different light-curing units.

Os autores investigaram a eficácia da polimerização uma nova geração de LED de alta potência da lâmpada (Elipar Freelight 2 [N]-3M ESPE). A eficácia da polimerização composta com essa nova lâmpada foi comparado ao LED convencional de lâmpada halógena (Elipar Freelight [F], a 3M ESPE, Max [M], Dentsply-Caulk) e de alta potência halógena (Elipar Trilight [T], a 3M- ESPE; Astralis 10 [A], Ivoclar Vivadent) lâmpadas. Em padrão contínuo (NS, FS, TS; MS), turbo (AT) e exponencial (NE, FE, TE) onde os modos de polimerização das várias luzes foram examinados. A polimerização eficácia das várias luzes e modo foram determinados através da medição da dureza de superfície superior e inferior de 2 mm de espessura, através de amostras compostas (Z100, 3M-ESPE), usando um microdurômetro digital (n = 5; carga = 500 g; tempo de espera = 15 segundos) uma hora após a fotopolimerização. A razão da dureza foi calculado dividindo-se HK (Dureza Knoop) a dureza da superfície inferior pelo HK da superfície superior. Os dados foram analisados usando-se ANOVA / teste de Scheffe e amostras independentes o teste t com nível de significância 0,05. Os resultados da análise estatística foi o seguinte: HK superior - E, FE, NE > NS e NE > AT, TS, FS; HK fundo - TE, NE > NS;

relação de dureza - NS > FE e FS, TS > NE. Não houve diferença significativa em HK fundo e relação de dureza foi observada entre os dois modos de Freelight 2 e máx. Os Freelight dois compósitos polimerizados foram tão eficazes como LED convencional de lâmpadas halógenas de halogênio e de alta potência, mesmo com uma redução de 50% no tempo de polimerização. Os modos exponencial de Freelight 2, Freelight e Trilight parecem ser mais eficazes do que as respectivas modalidades padrão.

Howard B, Wilson ND, Newman SM, Pfeifer CS, Stansbury. Relationships between conversion, temperature and optical properties during composite photo polymerization.

Propriedades ópticas dos compósitos restauradores, ambos polimerizados e não polimerizados, são dependentes do processo de fotoativação, uma vez que este pode afetar a transmissão da luz e, portanto, a conversão de materiais. Com isto afetam-se também as propriedades mecânicas e desempenho clínico final das restaurações. O objetivo do presente estudo foi avaliar o grau de conversão, em tempo real, na polimerização, e o papel da temperatura e propriedades ópticas neste processo. A resina a base de dimetacrilato(Bis-GMA/TEGDMA 70/30mass%) foi preparada em três porcentagens de carga combinadas com três concentrações de iniciador(CQ / EDMAB: 0 /0, 0.2/0.8ou1.0/1.6mass%). Os espécimes foram expostos a diferentes irradiancias - (50mWcm⁻²) baixa ou(500mWcm⁻²) alta irradiância. As medições do Grau de Conversão simultânea(área do pico próximo-IR), temperatura (termopar) e transmissão de luz visível(UV-Vis) foram realizadas durante todo o processo de polimerização. Os resultados mostraram que o índice de refração da resina composta aumenta linearmente com a conversão($r^2 = 0,976$), produzindo uma correspondência entre o índice de refração da resina/preenchimento em cerca de 58% de conversão em tais materiais. O maior teor de CQ levou a máxima transmissão de luz em

níveis ligeiramente mais elevados de conversão (60-65% e 50-55%). A ampla distribuição das concentrações de carga permitiu a generalização clinicamente relevantes, que em compósitos com alta quantidade de carga, não compromete apenas a transmissão de luz de conversão, e profundidade de cura, mas também demonstra a inter-relação complexa que existem entre os materiais, condições de processamento e as propriedades ópticas dos compósitos.

Hansen EK and Asmussen E. Correlation between depth of cure and surface hardness of a light-activated resin.

Estes autores estudaram a relação existente entre a dureza superficial de uma RC de micropartícula (Silux plus) e a profundidade de polimerização obtida com dez FPs de marcas comerciais diferentes. O teste de dureza vickers foi realizado nas superfícies de topo e base dos CPs confeccionados com matriz de teflon com 3,6mm de diâmetro. Após 7 dias de armazenamento a temperatura ambiente, os CPs foram analisados por meio de cinco impressões realizadas em cada superfície. A profundidade de polimerização foi determinada por meio do teste de raspagem da RC fotopolimerizada com 10 FPs. Cavidades cilíndricas foram confeccionadas em dentes molares humanos extraídos com 4,5mm de diâmetro e 8 e 10 mm de espessura. Após análise dos resultados, os autores relataram a inexistência de correlação entre dureza superficial e a profundidade de polimerização. Segundo os autores, a superfície externa da RC polimerizada omite, em alguns casos, porções de RC mal polimerizadas ou até mesmo não polimerizadas. Por este motivo, não se deve afirmar a qualidade de uma FO baseando-se apenas nos resultados de dureza da superfície externa da RC.

1.2. MATERIAL E MÉTODO completo

1.2.1 Montagem dos LEDs experimentais

O objetivo foi testar várias condições de emissão de luz, variando-se somente a irradiância do LED experimental. O protótipo de UF tipo LED foi construído variando-se a irradiância de 200 a 1200 mW/cm² com intervalos de 200 mW/cm², e comprimento de onda de 468nm. Essa etapa foi desenvolvida no IFSC/USP, em colaboração com a LUMILED, sob a responsabilidade do Prof. V. Bagnato / GNATUS.

1.2.2 Caracterização das UFs

- Medidas de Irradiância e comprimento de onda de emissão

As irradiâncias da FP experimental foram obtidas usando um radiômetro portátil para LED (Kerr Corp., Orange, CA, USA). O espectro de emissão da luz foi determinado com um monocromador Spectra-Physics (Newport-Oriel, Stratford, CT, USA) conectado a um fotodetector de silicone (Newport-Oriel, Stratford, CT, USA). A calibração das irradiâncias foram realizadas com um medidor de potencia óptica (Coherent, FieldMaster GS) e do comprimento de onda utilizando um espectrômetro (USB4000, Ocean Optics).



Figura 01 – Led experimental.



Figura 02 – Ponta ativa do Led.

Com o intuito de verificar todos os fatores que afetam a polimerização, a temperatura gerada pelas diferentes irradiâncias também foi mensurada. Para estas medidas foi utilizado um termômetro digital (Minipa, São Paulo, SP, Brazil), posicionado em contato, e também, interposta com um espécime de resina composta. Os valores relativos a temperatura foram mensurados por 20 segundos.

2.3. Confeção dos corpos de prova

A resina composta utilizada neste estudo foi a Vênus, cor A3, (Heraeus Kulzer, Hanaus, Germany).

A. Espécimes para caracterização mecânica (dureza, módulo elástico, grau de conversão e temperatura)

A RC foi inserida, em um único incremento, em um molde metálico com orifício de 4 mm de diâmetro por 2 mm de profundidade. Para assegurar lisura de superfície sob esta foi colocada uma tira de poliéster e uma lamina de vidro, e pressionada com pressão digital.



Figura 03 – Matriz metálica.

A fotoativação do material foi realizada utilizando a UF experimental, com as diferentes irradiâncias, por 20 segundos, tempo este recomendado pelo fabricante da RC testada. Os espécimes foram armazenados em um recipiente escuro, á prova de luz, sob umidade de 100%, durante 48 horas, para a realização posterior das medidas de dureza, módulo elástico, e grau de conversão. Foram confeccionados 90 CPs divididos em 6 Grupos, de acordo com a

irradiância utilizada, 30 CPs para as medidas de propriedades mecânicas e 30 CPs para as medidas de espectroscopia Raman. Outros 30 CPs foram preparados para as medidas de aquecimento.

Antes da realização dos testes mecânicos, ambos os lados dos corpos de prova foram com uma lixa de papel com granulação fina de carbetto de silício #1200 (Struers, Dinamarca) e polidos com pasta de diamante (Struers, Dinamarca) com granulometria de $\frac{1}{4}$ μm .

Testes de Dureza e Módulo de elasticidade

Sessenta corpos de prova da resina composta Vênus foram confeccionados. Estes foram divididos em seis grupos ($n=5$) de acordo com as diferentes irradiâncias (200, 400, 600, 800, 1000, 1200 mW/cm^2) para cada condição diferente de polimerização.

2.2. Caracterização das propriedades mecânicas (dureza, módulo de elasticidade)

A caracterização das propriedades mecânicas foi realizada por meio de medidas de dureza, de topo e base, e do módulo elástico dos espécimes. As medidas de nanoindentação foram realizadas no topo e base das mesmas amostras, Para isso, os CPs foram marcados, com uma caneta permanente, na região do topo, e coladas ao suporte do nanoindentador. As medidas foram realizadas em um nanoindentador comercial (Nanoindenter XP, MTS) (departamento de Física da UFPR). Durante a indentação, a penetração foi registrada continuamente em função da carga. Utilizou-se a carga máxima de 40 gf (400 mN), com uma ponta tipo Berkovich, com 8 ciclos de carga-descarga, aumentando sempre o dobro do valor da carga. Foram realizadas 9 indentações em cada espécime, no topo e na base, nos 5 espécimes para cada irradiância da UF testada.

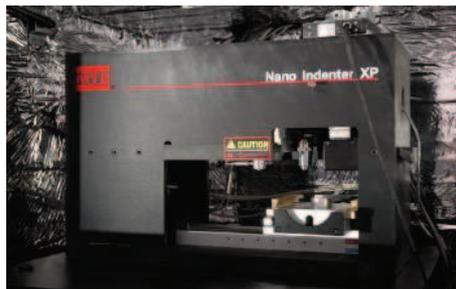


Figura 04 – Nanoindenter XP.

As análises das curvas de carregamento e descarregamento foram baseadas no trabalho de Oliver e Pharr. Segundo os autores, a dureza (H) obtida por nanoindentação é definida pela seguinte fórmula: $H = P/A_c$, onde P é a carga aplicada e A_c a área de contato, que é uma função geométrica da ponta, e pode ser calculada conhecendo-se a profundidade da deformação plástica da indentação (Figura 1). No caso da ponta Berkovich, a função de área é dada pela equação: $A_c = 24,5 h_c^2$, para uma ponta perfeita. O módulo elástico (E) pode ser obtido em função da rigidez do material (S), que é determinada pela inclinação da curva de descarregamento para a máxima carga aplicada no material (dP/dh) (Figura 2).

A relação entre a profundidade de penetração h e a carga P , durante o descarregamento pode ser descrita pela relação

$$P = C(h - h_f)^m \quad (1)$$

Nesta equação C é uma constante que depende do módulo elástico e do coeficiente de Poisson da amostra e da ponta, h_f é a penetração final após o descarregamento (depois da recuperação elástica), m é o expoente da relação de potência que está relacionado com a geometria da ponta. Para a ponta Berkovich m é igual a dois.

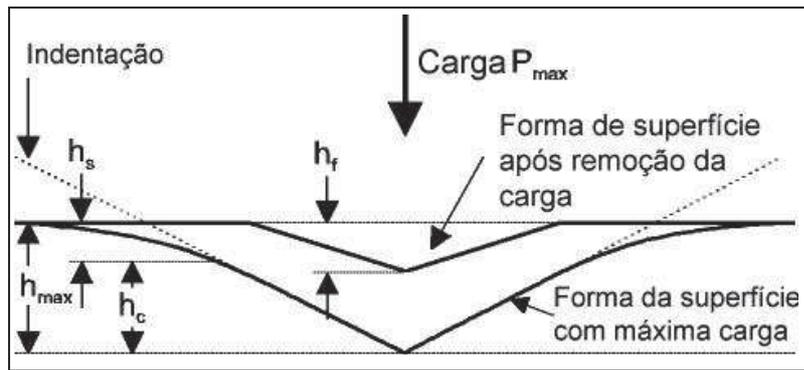


Figura 1. Ilustração da geometria da ponta na carga máxima e após o descarregamento.

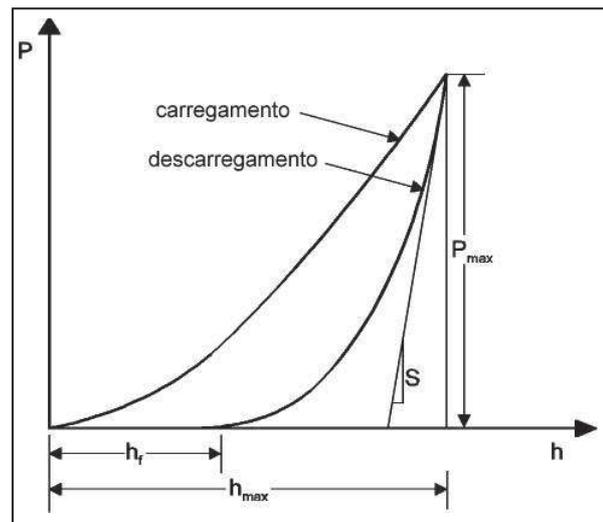


Figura 2. Representação esquemática da carga versus a penetração da ponta.

O módulo elástico reduzido E_r foi determinado por:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (2)$$

onde, S é a rigidez do material. O módulo reduzido (E_r) é definido por:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu_A^2)}{E_A} + \frac{(1 - \nu_p^2)}{E_p} \quad (3)$$

onde $E_{A,p}$ e $\nu_{A,p}$ são o módulo elástico e o coeficiente de Poisson da amostra e da ponta, respectivamente.

2.3. Medidas do grau de conversão por espectroscopia Raman

Esta técnica permite avaliar com maior precisão o grau de conversão (porcentagem de grupos vinil convertidos em grupos alifáticos) das RCs. Esta avaliação é realizada comparando-se as bandas do metacrilato residual não polimerizado C=C (1640 cm^{-1}), com a banda aromática C=C (1610 cm^{-1}), usada como um padrão interno ³⁵.

Para a medida da homogeneidade do GC entre topo e base dos espécimes, foi utilizado um espectroscópio Raman (Renishaw 1000), analisando a razão molar alifático/aromático. A superfície dos CPs foi excitada com um laser vermelho de He-Ne bombeado por um laser de Argônio (830 nm) (Spectra Physics - Stabilite). A potência de saída do laser foi limitada em 50 mW, evitando assim uma polimerização adicional dos CPs ³². Foram realizadas as medições em três pontos no centro dos espécimes, tanto no topo quanto na base. Foram realizadas 30 varreduras para a primeira medição (espectro 1) e 50 para a segunda (espectro 2). Para analisar as bandas de interesse, na região entre 1800 e 1500 cm^{-1} , foi realizado o ajuste de todas as curvas dos espectros. Para calcular o grau de conversão da resina composta, os modos vibracionais Raman foram modelados utilizando a forma Gaussiana e a área relativa dos picos em 1640 e 1610 cm^{-1} , foi obtida através da razão A2/A1, (A2, A1 corresponde a altura dos picos 1640 e 1610 cm^{-1} , respectivamente) conforme demonstrado na equação abaixo.

$$\text{GC (\%)} = 100 \times \left[1 - \left(\frac{\text{A2/A1 polimerizada}}{\text{A2/A1 não polimerizada}} \right) \right] \quad (1)$$

2.4. Medidas do aquecimento gerado pela fotoativação

As curvas de aquecimento geradas pelo LED foram obtidas utilizando um termistor com resolução de $0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$, acoplado a um multímetro de bancada (Agilent, Modelo 34405A).

Os CPs foram confeccionados utilizando-se uma matriz de teflon com orifício central de 4mm e 2mm de espessura. Estes foram interpostos, antes da polimerização, em um aparato onde, em uma extremidade estava posicionada a ponta da FP, e do outro, a ponta do termistor. Desta forma, a variação da temperatura foi medida durante a polimerização da mesma, em todas as condições de irradiância, por um tempo de 20 segundos. Para cada condição foram realizadas 10 medidas e calculada a diferença de temperatura com relação a temperatura inicial.



Figura 05 – Termistor.

3. Artigo em inglês

Abstract

The aim of this study is to determine irradiance and conversion rate of a composite resin photoactivated by a LED-type device. A total of 90 test specimens were prepared with Venus composite resin that was photoactivated for 20 seconds with irradiances of between 200 and 1200 mW/cm². After polymerization, the specimens underwent nanoindentation testing to determine hardness and elastic modulus. The conversion rate was determined using the Raman spectroscopic technique. Heat generated by photoactivation was determined using a thermistor with the end placed directly under the specimen. Results show that the lesser difference of hardness values and elastic modulus between the top and the base was irradiance of 1200 mW/cm² and the greater difference was irradiance of 200 mW/cm². Raman results show that the highest level of conversion occurred for irradiance of 800 mW/cm². Results of temperature rise measurements showed that there was a gradual increase with irradiance varying between 3 and 11 °C. It was therefore concluded that for polymerization of a 2mm increment for 20 seconds, LED irradiation that results in best mechanical properties and best conversion rate is 600 mW/cm².

Keywords: Irradiance, Nanoindentation, Raman Spectroscopy, Temperature Rise.

Heading: Polymerization of composite resin based on irradiation

1. Introduction

Composite resins (CR) are in constant evolution leading to the consequent re-evaluation of their properties and influencing factors. The polymerization rate can alter some physical properties, such as hardness and intrinsic resistance of the material, depending on factors such as resin composition and colour, increment size, photopolymerization type and time, irradiated intensity and spectrum of produced light.¹⁻⁴

Due to the interrelation between CR polymerization efficiency and life-span of direct restorations, polymerization sources (PS) have also evolved with the development of new technology. PSs directly influence resin properties through factors such as irradiance and length of produced light wave and activation time.^{2,5}

There are four different commercially available PS Technologies for photoactivation of CRs, with halogen lamp, light emitting diodes (LED), plasma arc lamp and Argon laser light.⁶⁻⁹ All these technologies have their advantages and disadvantages in relation to physical properties of final restoration. Studies have listed the physical properties of CRs and one or all factors⁵ related to polymerization, such as type of light source,^{7,10} irradiance,^{11,12} wave length,^{13,14} or temperature rise caused by the light.¹⁵⁻¹⁸

A shorter time span for polymerization of a CR and the obtainment of better physical properties in restorations is important because clinical time is reduced and material presents the necessary performance.

The LED PSs are manufactured with greater irradiances in order to promote polymerization in a shorter time period.⁶ In spite of obtaining a high conversion rate with high irradiance,^{11,19} studies show that homogenous polymerization of the entire increment, that is, a high conversion rate in the top and base, can be compromised, which makes the technique less effective for deep restorations.^{12,20,21} Moreover, polymerization at high

irradiance generates clinical problems, such as increased contraction stress of polymerization, marginal infiltration,^{1,4} and pulpar temperature rise.^{15,22}

Evaluation methods of resinous material conversion rates comprise direct and indirect testing.^{23, 24} The indirect method²⁵ is based on surface hardness of the material, while the direct method is based on Raman or Fourier Transform Infrared (FTIR) spectrometers that measure the number of aromatic bonds converted to aliphatic bonds, that is, the number of non-polymerized monomers.^{26, 27} Hardness (H) is defined as resistance to permanent plastic deformation caused by an indentation.^{25, 28} Another important mechanical property of the material is elastic modulus(E), which can be defined as the relation between stress and deformation for the interval between stresses to the limit of elasticity.^{29, 30}

Consequently, a good polymerization rate, minimal contraction and low heat production are generally antagonistic objectives.¹²

The aim of this study is to evaluate efficiency and homogeneity of polymerization of composite resin that is photoactivated by an experimental LED with various irradiances for a short period recommended by resin manufacturers, correlating results with temperature rise generated during polymerization. Subsequently, we can suggest a polymerization condition that will result in a better polymerization rate at the top and base without causing pulpar damage due to temperature rise.

2. Materials and methods

2.1. Test specimen preparation

Venus® CR, colour A3, (Heraeus Kulzer, Germany, batch: 010125) with photoinitiator consisting of camphoroquinone was used. A total of 90 test specimens were divided into 6 groups, according to adopted irradiance; 30 test specimens for mechanical property measurements and 30 test specimens for Raman spectroscopic measurements. Another 30 test specimens were prepared for temperature rise measurements. The CR was inserted in a single increment, with a 4 x 2mm thick two-part metal matrix. To assure surface smoothness, the CR was covered with a polyester strip and a glass slide. Photoactivation of material was conducted by positioning an active end directly over the glass slide surface for 20 seconds, as recommended by the manufacturer of the tested CR. The specimens were then stored in dark, light-proof containers with 100% relative humidity for 24 hours at 36.5 °C. The test specimens were sanded with silicone carbide sandpaper and polished with diamond paste (Struers, Denmark) with a grain size of $\frac{1}{4}$ μm .

A LED-type experimental OS was used (MM - Optics, São Carlos, SP, Brazil) with variable irradiance of 200 to 1200 mW/cm², at intervals of 200 mW/cm², and wave length of 468 nm. Calibration of irradiation was conducted using an optic power meter (Coherent, FieldMaster GS) and a USB 4000 (Ocean Optics) spectrometer for wave length.

2.2. Characterization of mechanical properties

Hardness and elastic modulus measurements were conducted in the nanoindenter (Nanoindenter XP, MTS) at the top and base of the 5 specimens for each irradiance of the tested UF (n=5). Each test specimen underwent 9 indentations with a Berkovich tip, with 1 load-unload cycle and maximum load of 40 gf (400 mN).

2.3. Conversion rate measurements with Raman spectroscopy

The Raman spectroscope was used to measure homogeneity of the conversion rate between top and base of specimens (Renishaw 1000), through analysis of the molar aliphatic/aromatic ratio. Test specimen surface was excited with a He-Ne infrared laser pumped by an Argon laser (830 nm) (Spectra Physics - Stabilite). Output power of the laser was limited to 50 mW to avoid additional polymerization of the test specimens ³². Measurements were taken in three points at the centre of the specimens, at the top and base. The first measurement comprised 30 scans (spectrum 1) and 50 for the second (spectrum 2). In order to analyze the band of interest, in the region between 1800 and 1500 cm^{-1} , all spectrum curves were adjusted. In order to calculate the conversion rate of the composite resin, Raman vibrational modes were modelled using the Gaussian form, while relative height of peaks at 1640 and 1610 cm^{-1} was obtained using the ratio A_2/A_1 , (A_2 , A_1 corresponds to height of peaks 1640 and 1610 cm^{-1} , respectively) as shown in the equation below.

$$\text{GC (\%)} = 100 \times \left[1 - \left(\frac{A_2/A_1 \text{ polimerizada}}{A_2/A_1 \text{ não polimerizada}} \right) \right] \quad (1)$$

2.4. Measurements of temperature rise generated by polymerization

The temperature rise curves generated by the LED were obtained using a thermistor (Agilent, E2308A) with 0.2 °C resolution, coupled to a bench multimeter (Agilent, 34405A). Test specimens were prepared using a Teflon[®] matrix with a central orifice of 4 mm and 2 mm thick. Prior to polymerization, they were lodged in a device where, on one end, the OS tip was positioned and, on the other, the thermistor tip was positioned. Subsequently, temperature variation was measured during polymerization, in all irradiance conditions, for

a period of 20 seconds. A total of 10 measurements were conducted on each condition, and temperature difference was calculated in relation to initial temperature.

2.5. Static analysis

Average hardness and elasticity values at the top and base were submitted to ANOVA, the Tukey HSD test ($p < 0.05$) and the Games-Howell test.

3. Results

3.1. Mechanical Properties

Nanoindentation results (Figure 1) show that hardness values at the top region of the test specimens are lower for the lowest irradiances (200 and 400 mW/cm²). After 600 mW/cm², hardness at the top presents similar values, remaining practically constant at irradiance of 1000 mW/cm². For irradiance of 1200 mW/cm², there was a drop in the hardness value, which was statistically similar to that of 400 mW/cm². Results at the base show a constant increase in hardness that accompanies the increase of irradiance.

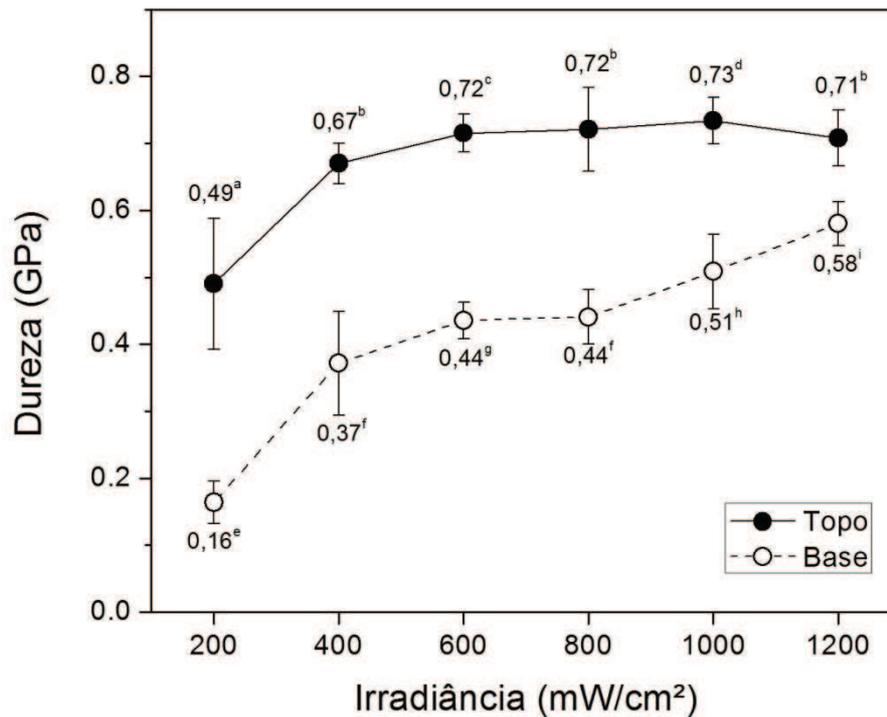


Figure 1. Average hardness values, measured by nanoindentation at top and base of test specimens, in relation to irradiance variation.

In the case of elastic modulus, Figure 2 shows that behaviour was similar to the hardness measurements. Modulus values at the top increased up to an irradiance of 600 mW/cm² and remained approximately constant until 1000 mW/cm², with a subsequent drop at 1200 mW/cm². For the top region of the test specimens, elastic modulus showed minimal values for irradiance of 200 mW/cm² and maximum values for irradiance of 1000 mW/cm². Values of 400 mW/cm² were statistically similar to those of 800 mW/cm² and 1200 mW/cm².

In the base region, there was a gradual increase of elastic modulus as irradiance increased, with highest irradiance value of 1200mW/cm².

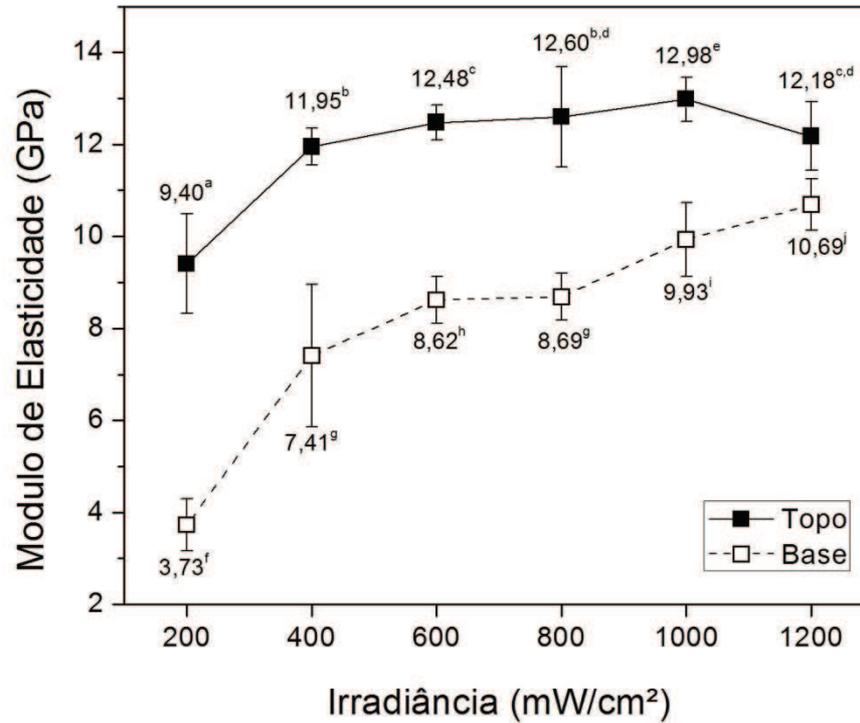


Figure 2. Average values and standard deviation of elastic modulus at top and base of composite resin, in terms of irradiance.

3.2. Conversion rate

Results show that the conversion rate increased linearly as irradiance increased, at the top of the test specimens. For measurements at the base surface of the test specimens, irradiances of 200 mW/cm² and 400 mW/cm² could not be read due to their low polymerization rate. However, Figure 3 shows that CR reached a peak for irradiance of 800 mW/cm², and decreased for irradiances of 1000 mW/cm² and 1200 mW/cm².

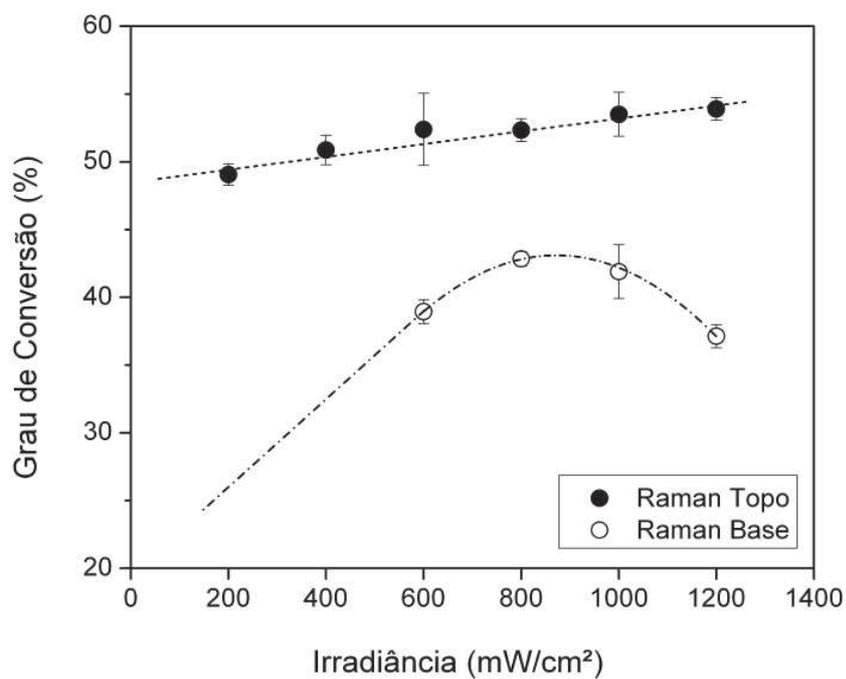


Figure 3. Average values and standard deviation of Conversion Rate, using Raman, at top and base of a composite resin, in terms of irradiance.

3.3. Temperature Variation Measurements

Figure 4 shows that temperature rise was directly proportional to increases of irradiance, being that the lowest temperature variation on the surface of the CR was approximately 2.5 °C for irradiance of 200 mW/cm², and the highest, with an increase of 10.9 °C, for irradiance of 1200 mW/cm².

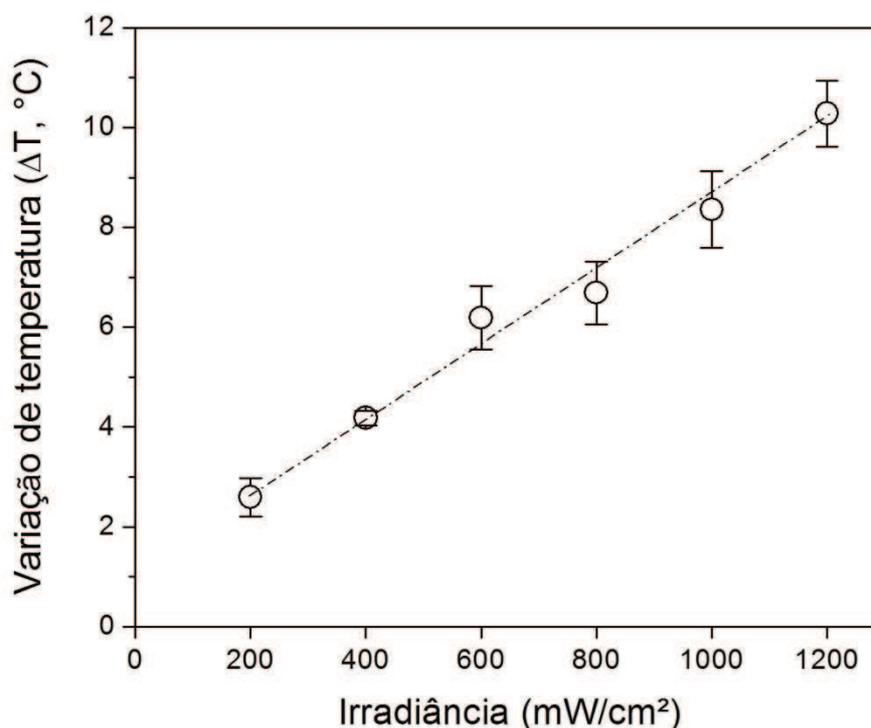


Figure 4. Average values and standard deviation of temperature variation of a composite resin, in terms of irradiance.

4. Discussion

Adequate polymerization is a crucial factor to obtain the best physical and clinical properties of restored composite resins. When the extent of the reaction is affected, all properties such as solubility, dimensional stability, colour, biocompatibility and conversion rate, that determine the success of restorations in CR, are also compromised.^{6,22} In the formation mechanisms of polymeric chains, light emitted by PSs acts on the initiation stage of polymerization and in continuity of the reaction, being that resulting polymer quality is an association of these factors.^{20, 36}

Polymerizing sources play an essential role in the triggering of the polymerization reaction. Consequently, improved efficiency of these devices (i.e., increasing irradiance), increases the conversion rate of monomers in polymers and improves physical properties,

^{1, 11, 12} although this generates excessive stress due to contraction and temperature rise inside the cavity²².

Obtained hardness results, regardless of emitted irradiance, show that there was a difference in polymerization between the top and base of test specimens, with lower values in the base region. This indicates that polymerization efficiency decreases with depth, as shown previously in other studies.^{1,3,12,36} An important finding was that between irradiances of 400 and 800 mW/cm², hardness values at top and base are constant, showing that increased irradiance does not result in increased hardness of composite resin. The highest hardness value at the top was found for irradiance of 1000 mW/cm². For irradiance of 1200 mW/cm² there was a drop in hardness at the top that, according to Lovell *et al.* (2001), is caused by very rapid polymerization of the surface, diminishing the mobility of free radicals and generating shorter polymer chains.³⁷

Another important factor that affects CR properties is related to the quantity and quality of binding formed during polymerization, that is, its conversion rate.¹² In addition, unreacted monomers can be leached out from restoration and cause pulpar irritation.^{1,20}

This study showed that the conversion rate at the top surface increased linearly with irradiance. For measurements at the base surface of the test specimens, this variable could not be calculated for irradiances of 200 and 400 mW/cm², because the signal was below the equipment detection limit.

From an irradiance of 600 mW/cm² there was a gradual increase of conversion rate with maximum value at 800 mW/cm². Above this irradiance, there was a drop of the conversion rate at the top. This could be attributed to mobility of reactive molecules in polymer formation. According to Tarumi *et al.* (1999), during polymerization, free radicals located in the functional groups of unreacted monomers are trapped in the polymer

network due to the rapid rise of viscosity. Composites with high conversion rates form more rigid chains than those with lower conversion rates. The authors also suggest that high irradiances at the start of photoactivation make it more difficult for unpolymerized residual monomers to become involved in the reaction.³⁸

A results comparison of direct measurements (conversion rate) and indirect measurements (hardness) suggest that there is no direct correlation between both variables, as for low irradiances (200 and 400 mW/cm²) both mechanical properties and conversion rates are low. For intermediary irradiances (600 and 800 mW/cm²), hardness values and elastic modulus are maximum for the top, but not for the base. However, for these irradiances, higher polymerization homogeneity was obtained, that is, a lesser difference of conversion rate values between top and base. For high irradiances (1000 and 1200 mW/cm²), hardness values and elastic modulus at the top are high, but they decrease with higher irradiance due to the mobility of polymer chains, as explained previously. For base surface values, there was a gradual increase of hardness and modulus with irradiance, which was not observed for conversion rates. Dewald and Ferracane compared the hardness technique with conversion rate using FTIR, and concluded that the best technique to evaluate conversion rate is FTIR because it is more sensitive to changes that occur in the first stages of polymerization²³. Ferracane showed that an absolute number of hardness cannot be used to predict a conversion rate value as mechanical properties of resins are also dependent on polymer chain formation, which cannot be equivalent to conversion of material³⁹.

Emission with insufficient light intensity promotes lower polymerization contraction values but affects mechanical properties, generating a surface with lesser hardness and resistance and a lower conversion rate^{5,11,20}. Contrarily, high light intensity generates an

adequate conversion rate although it accelerates polymerization reaction by restraining stress relief and increasing shrinkage stress¹⁰. There is no consensus in literature on the most appropriate hardness and elastic modulus values for composite resin, although some authors, such as Van Meerbeek *et al.*³², suggest that biomaterials should reproduce the characteristics of the human tissue that is being replaced.

In relation to elastic modulus, Kinney *et al.* (2003) analysed values obtained for dentine in the last 50 years using various techniques. The authors concluded that with more current measurement techniques, the modulus should range from 18 to 20 GPa³⁰.

Comparing elastic modulus obtained for resin to those of dentine, found in literature, we can observe that the polymerized test specimens in the top region with irradiances of 600 mW/cm² and above presented values that were more similar to surface dentine. In spite of the linear increase of elastic modulus with irradiance, obtained values are not similar to those of dentine. This can lead to faults due to mechanical incompatibility based on differences of deformation under force. In the interface with dental substrate, the modulus must be similar to avoid the possibility of material fatigue through mechanical force when modulus values are very low. On the other hand, cracks in the dental structure can be formed when very high modulus values are obtained for the composite^{30, 32}.

All procedures involving PSs generate heat in the surface of specimens during polymerization. This rise in temperature produced by the different irradiances should be considered an important factor during photoactivation of composites. Results obtained in this study corroborates results obtained by Rastelli *et al.* (2008), who reported that hardness at the surface increases together with an increase of irradiance and temperature of light emission¹⁵. Heating results show that temperature rise is linear with irradiance. However, biological considerations on temperature are equally relevant. A study conducted by Zach

and Cohen, on *Rhesus sp.* monkeys showed irreversible pulpar alterations after a rise of 11.1 °C in pulpar temperature¹⁶. This heat transfer to the pulp, however, varies with irradiance of the UF used in the polymerization process, dentine thickness over pulp and thickness and colour of composite resin¹⁷. A study conducted by Yap *et al.* with thermal emission from different polymer sources, showed that LEDs cause a rise in temperature of 4.1°C to 12.9°C and that halogen lights cause a rise of 17.4°C and 46.4°C³⁹. We can also suggest that higher hardness values obtained for the top of the specimens are caused by a rise in temperature generated by the incident light. Therefore, a rise in temperature in the resin surface caused by light emission should be considered in the analysis of mechanical properties of composite resin when comparing different light intensities.

5. Conclusions

Results show that irradiance of 600 mW/cm² in a 2 mm increment for 20 seconds lead to improved hardness, elastic modulus and conversion rate, with temperature rise within an acceptable level.

Acknowledgements

The authors wish to thank the Laboratório de Propriedades Nanomecânicas de Superfícies e Filmes Finos (Laboratory of Nanomechanical Properties of Surfaces and Thin Films) of the Physics Department of the UFPR, Gnatus - Produtos Odontológicos, and Heraeus-Kulzer.

4. Normas da Revista

Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials

Information for Contributors

Aims and Scope

Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials is an official journal of the Society for Biomaterials, the Japanese Society for Biomaterials, the Australasian Society for Biomaterials, and the Korean Society for Biomaterials. It is a peer-reviewed journal serving the needs of biomaterials professionals who devise, promote, apply, regulate produce, and market new biomaterials and medical devices. Papers are published on device development, implant retrieval and analysis, manufacturing, regulation of devices, liability and legal issues, standards, reviews of different device areas, and clinical applications. Published manuscripts fit into one of six categories: original research reports, clinical device-related articles, short research and development reports, review, special report, or columns and editorials. Manuscripts from all countries are invited but must be in English. Authors are not required to be members of a Society for Biomaterials.

Types of Articles Considered for Publication

Original Research Reports: Full-length papers consisting of complete and detailed descriptions of a research problem, the experimental approach, the findings, and appropriate discussion. Findings should represent significant new additions to knowledge.

Clinical Device-Related Articles: Full-length papers address in such issues as material processing, device construction, regulatory matters, clinical trials, and device retrieval.

Reviews: Scholarly and critical topic-oriented reviews that present a state-of-the-art view. While most reviews are solicited, persons interested in contributing may contact the Editor

Special Reports: Reports of special topic-oriented symposia, device retrieval protocols, or other special reports not described in the above categories, yet of interest to the applied biomaterials research and development community. Potential contributors should contact the Editor before submitting special reports

Columns and Editorials: While columns and guest editorials are preponderantly solicited, persons interested in becoming columnists or contributing editorials are encouraged to contact the Editor.

Submission of Manuscripts

Online Submission: *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials* is now receiving submitted manuscripts online at <http://mc.manuscriptcentral.com/jbmr-b>. Submit all new manuscripts online. Launch your web browser and go to <http://mc.manuscriptcentral.com/jbmr-b>. Check for an existing user account. If you are submitting for the first time, and you do not find an existing account, create a new account. Follow all instructions.

At the end of a successful submission, a confirmation screen with manuscript number will appear and you will receive an e-mail confirming that the manuscript has been received by the journal. If this does not happen, please check your submission and/or contact tech support using the Get Help Now link in the right corner of any screen.

Upon Acceptance: Manuscript files will now automatically be sent to the publisher for production. It is imperative that files be in the correct format to avoid a delay in the production schedule. Copyright Transfer Agreements must be mailed to the Journal Administration Office immediately upon acceptance at the following address: Ms. Lisa Brodsky, Assistant Managing Editor, JBMR c/o John Wiley & Sons, Inc., 111 River Street (MS 8-02), Hoboken, NJ 07030-5774.

JBMR Part B has adopted a policy that requires authors to make a statement concerning potential conflict of interest relating to their submitted articles. The Editorial Board asks authors of original reports and reviews to disclose, at the time of submission: (1) any financial or employment arrangements they may have with a company whose product figures prominently in the submitted manuscript or with a company making a competitive product; and (2) any grants or contracts from a government agency, a nonprofit foundation, or a company supporting the preparation of the manuscript or the described research. This information will be available to the reviewers of the manuscript. If the article is accepted for publication, the editor will discuss with the authors the manner in which such information may be communicated to the reader.

At the time of submission, *JBMR Part B* asks authors to certify that all animals utilized in their research were cared for according to the policies and principles established by the Animal Welfare Act and the Misguide for Care and Use of Laboratory Animals.

Review Process: All original reports and reviews receive critical review by at least two reviewers with expertise in the major subject area of the paper. Reviewers may recommend "Acceptance as is," "Acceptance with modification," or "Rejection." If modification is required, the manuscript is returned to the author(s). The revised manuscript is then re-reviewed by the original reviewers, and even re-revised if necessary. Differences in opinion are resolved by submission either to a third reviewer or the Editor.

Organization and File Formats

Manuscript: For optimal production, prepare manuscript text in size 12 font on 8-1/2 x 11 inch page, double-spaced, with at least 1-inch margins on all sides. Text files should be formatted as .doc or .rtf files. The results and discussion sections must be written separately and cannot be combined. Refrain from complex formatting; the Publisher will style your manuscript according to the Journal design specifications. Do not use desktop publishing software such as PageMaker or Quark Xpress or other software such as Latex. If you prepared your manuscript with one of these programs, export the text to a word processing format. Please make sure your word processing programs "fast save" feature are turned off. Please do not deliver files that contain hidden text: for example, do not use your word processor's automated features to create footnotes or reference lists.

Please be sure to submit your illustrations and tables as separate files; the system will automatically create a pdf file of your paper for the reviewers

Original research and short reports should appear in the following order: title page (including authors and affiliations), abstract, keywords, introduction, materials and methods, results, discussion, acknowledgments, references, figure legends.

Number pages consecutively starting with the title page as page 1. Abbreviations must conform to those listed in Council of Biology Editors' CBE Style Manual, 5th Edition.

When mentioning a material, chemical reagent, instrument, or other product, use the generic name only. If further identification (proprietary name, manufacturer's name and address) is absolutely required, list it in parentheses.

Title Page: List the full title of the paper and each author's full name (first name, middle initial(s), surname), department, institution, city, and state (and country if other than the United States). Indicate the name and address of the author to whom reprint requests should be sent.

Abstract and Keywords: Include an abstract of about 200 words maximum summarizing the aims, findings, and conclusions of the paper. Below the abstract, list five keywords or phrases that best characterize the subject matter of the manuscript.

Running Heads: Supply a short title of no more than 65 characters, including spaces and punctuations, to be used for running head copy.

References: Wiley's Journal Styles Are Now in End Note. End Note is a software product that we recommend to our journal authors to help simplify and streamline the research process. Using End Note's bibliographic management tools, you can search bibliographic databases, build and organize your reference collection, and then instantly format your bibliography in any Wiley journal style. To download the reference style for this journal, or to purchase a copy of End Note, go online to [wiley online library.com/jendnotes](http://wileyonline.library.com/jendnotes).
 Technical Support: If you need assistance using End Note, contact endnote@isiresearchsoft.com, or visit www.endnote.com/support

Number references consecutively as they appear in the text. Material accepted for publication but not yet published may be listed in the References, but unpublished observations, personal communications, and material submitted for publication but not yet accepted should be cited parenthetically within the text (and not included among the numbered references). Style references entries using the Council of Biology Editors Style Manual, 5th Edition formats:

For journal articles:

Alexander A, Green WS. Total hip replacements: A second look. *J Soc Biomater* 1989;45:345–366.

For books/chapters:

Ricci JL, Guichet J-M. Total hip replacement: A third look. Cindra AB, Franklin DE, editors. *State of the art orthopaedics, vol 3, Hips*. New York: Wiley; 1988:56–59.

For abstracts:

Davidson GRH. Total hip replacement: A fifth look. *Trans ABCS* 1987;22-341–345.

For presentations:

Goodenough T. Total hip replacement: A sixth look. Presented at the 3rd Annual Mtg Orthop Res Soc, Boston, December 5–7, 1989.

Figure Legends: Please supply complete captions for all figures. Captions are to appear on a separate page at the end of the manuscript.

Tables: Please save Tables separately and supply numbers and titles for all. All table columns should have an explanatory heading. Tables should be submitted as doc or rtf files (it is preferred that tables are prepared using Word's table edit tool.)

Illustrations: When preparing digital art, please consider:

Resolution:

The minimum requirements for resolution are:

1200 DPI/PPI for black and white images, such as line drawings or graphs.
300 DPI/PPI for picture-only
600 DPI/PPI for photographs containing pictures and line elements, i.e., text labels, thin lines arrows.

These resolutions refer to the output size of the file; if you at your images will be enlarged or reduced, resolutions should be adjusted accordingly.

Formats:

For the editorial review process, GIF and JPEG files are acceptable; upon submission of a revision, TIFF or EPS files will be required. For the editorial review process, color images may be submitted in RGB color; upon revision, CMYK color will be required. Delivery of production-quality files early in the review process may facilitate smooth and rapid publication once a manuscript has been accepted.

Note that these file formats are not acceptable for printing: JPG, GIF, PNG, PCX, PNG, XBM, Word, and Excel. We recommend creating your graphics in Photoshop, Illustrator, or Freehand and importing them into your page applications as TIFFs with all fonts included. Do not scan figures as JPEGs and convert to TIFFs. For further guidance on preparing digital figure files, authors are encouraged to visit <http://cjs.cadmus.com/da/applications.asp>. To ensure that your digital graphics are suitable for print purposes, please go to RapidInspector™ at <http://rapidinspector.cadmus.com/zwi/index.jsp>. This free, stand-alone software application will help you to inspect and verify illustrations right on your computer. A legend must be provided for each illustration and must define all abbreviations used therein. Legends should be placed at the end of the manuscript text file.

Color Illustrations: Color figures are generally printed in the Journal at the author's expense. The publisher will provide cost estimates prior to printing. A limited number of color figures that are of critical importance and that significantly enhance the presentation will be considered for publication at the publisher's expense subject to editorial recommendation. Final decision on publication of color figures will be at the discretion of the Editor. All color figures

will be reproduced in full color in the online edition of the journal at no cost to authors. For best reproduction, bright, clear colors should be used. Dark colors against a dark background do not reproduce well; please place your color images against a white background wherever possible.

Reprints: Reprints may be ordered at

<https://caesar.sheridan.com/reprints/redirect.php?pub=10089&acro=JEMB>.

Note to NIH Grantees:

Pursuant to NIH mandate, Wiley-Blackwell will post the accepted version of contributions authored by NIH grant-holders to PubMed Central upon acceptance. This accepted version will be made publicly available 12 months after publication. For further information, see www.wiley.com/go/nihmandate.