PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO EM DENTÍSTICA

ANA PAULA RIBEIRO BONILAURI FERREIRA

COMPRIMENTO DE ONDA DE LEDS EXPERIMENTAIS:

EFEITO SOBRE A DUREZA, MÓDULO DE ELASTICIDADE, GRAU DE

CONVERSÃO E AQUECIMENTO DE UMA RESINA COMPOSTA MICROHÍBRIDA

CURITIBA

2011

ANA PAULA RIBEIRO BONILAURI FERREIRA

COMPRIMENTO DE ONDA DE LEDS EXPERIMENTAIS: EFEITO SOBRE A DUREZA, MÓDULO DE ELASTICIDADE, GRAU DE CONVERSÃO E AQUECIMENTO DE UMA RESINA COMPOSTA MICROHÍBRIDA

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutorado 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

Γ

F383c 2011	Ferreira, Ana Paula Ribeiro Bonilauri Comprimento de onda de LEDs experimentais : efeitos sobre a dureza, módulo de elasticidade, grau de conversão e aquecimento de uma resina composta microhíbrida / Ana Paula Ribeiro Bonilauri Ferreira ; orientador, Sérgio Vieira ; co-orientador, Paulo César Soares Jr. – 2011. 95 f. :il. ; 30 cm
	Tese (doutorado) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2011 Inclui bibliografias Texto em português e inglês
	 Resinas compostas. 2. Resinas dentárias. 3. Dentística operatória. Odontologia. I. Vieira, Sérgio Roberto. II. Soares Junior, Paulo César. III. Pontifícia Universidade Católica do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. IV. Título. CDD 20. ed 617.6



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

TERMO DE APROVAÇÃO

ANA PAULA RIBEIRO BONILAURI FERREIRA

EFEITO DO COMPRIMENTO DE ONDA DE LEDS EXPERIMENTAIS SOBRE A POLIMERIZAÇÃO DE UMA RESINA COMPOSTA MICROHÍBRIDA

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**.

Prof. Ør. Sérgio Vieira

Orientador (a):

Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR

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

Evente L, de fou zen Reof^a Dr^a Evelise Machado de Souza

Rrof^a Dr^a Evelise Machado de Souza Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR

Herson-

Prof^a Dr^a Maria Teresa Atta Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas Aplicadas, FOB-USP

Prof. Dr. Luiz Carlos Machado Miguel Curso de Odontologia, UNIVILLE

Curitiba, 25 de novembro de 2011.

Rua Imaculada Conceição, 1155 Prado Velho CEP 80215 901 Curitiba Paraná Brasil Tel.: (41) 3271 1637 Fax: (41) 3271 1405 www.pucpr.br ppgo@pucpr.br

DEDICO ESTE TRABALHO

Ao meu marido **Rodrigo** e aos meus filhos **Pedro** e **Felipe** que sempre estiverem ao meu lado durante esta jornada.

Aos meus pais, **Luiz Carlos** e **Ester** pelo exemplo de conquista. Que com empenho e dedicação conseguimos alcançar nossos objetivos.

Às minhas irmãs **Renata** e **Flávia** por serem minhas eternas companheiras.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À **Deus** pela luz sempre presente em meus caminhos.

Ao meu orientador **Prof. Dr. Sérgio Vieira**, por sua dedicação e empenho na obtenção de um ensino de alta qualidade. Pela sua compreensão e orientação no desenvolvimento deste trabalho.

Ao meu co-orientador **Prof. Dr. Paulo César Soares Jr.**, por seus constantes ensinamentos, disponibilidade e atenção a mim dedicados.

AGRADECIMENTOS

À Universidade da Região de Joinville – UNIVILLE pela oportunidade e contribuição na minha formação profissional.

À Pontifícia Universidade Católica do Paraná – PUCPR pela oportunidade oferecida.

À coordenação do Curso de Pós-Graduação em Odontologia, na pessoa do **Prof. Dr. Sérgio Vieira** por seu empenho, dedicação e amizade.

À **Profa. Dra. Evelise Machado de Souza,** responsável pela Área de Concentração em Dentística Restauradora, pelos seus ensinamentos e dedicação.

Aos **Professores do Curso de Pós-Graduação em Odontologia – PUC-PR**, pelo tempo dispendido à arte de transmitir o conhecimento.

Ao **Prof. Dr. Sérgio Aparecido Ignácio** que com muita boa vontade e conhecimento contribuiu com a análise estatística deste trabalho.

Ao colega **Prof. Dr. Luiz Carlos Machado Miguel** pelo apoio e compreensão para a realização deste curso.

Aos amigos Clóvis Zucco, Gilson Hoffmann, Carlos Eduardo Arruda e Artur Pfeifer pela compreensão e ajuda na minha ausência durante a realização do curso.

À **Prof^a. Dina Carazzai Condeixa** (*in memorian*) pelo incentivo para a realização deste importante projeto de vida.

À Neide Reis Borges por sua constante ajuda e atenção dedicada aos alunos.

Ao laboratório de Materiais Nanoestruturados (Departamento de Física – UFPR), na pessoa do Prof. Dr. Paulo César Soares Jr., pela possibilidade da realização da parte experimental deste trabalho.

Ao **Prof. Dr. Sérgio Pezzin (Laboratório de Polímeros – PGCEM – UDESC)** pela sua pronta receptividade e disponibilidade para utilização do laboratório.

À **Delne Domingos** pela sua disponibilidade e ajuda na parte experimental deste trabalho.

Às empresas **Heraus Kulzer** e **MMOptics** pela doação dos materiais necessários para a realização da parte experimental do trabalho.

Aos professores que participaram da banca de qualificação e defesa, **Prof**^a **Dra. Evelise Machado de Souza, Prof. Dr. Rodrigo Nunes Rached, Prof. Dr. Edvaldo Antonio Ribeiro Rosa, Prof. Dr. Luiz Carlos Machado Miguel, Prof**^a **Dra. Maria Teresa Atta** pelas valiosas contribuições para a melhoria deste trabalho.

Aos meus **amigos e companheiros de doutorado**, em especial a **Ana Paula Gebert de Oliveira Franco**, pela amizade.

SUMÁRIO

Lista de Siglas e Abreviaturas

Lista de Tabelas

1. ARTIGO EM PORTUGUÊS

Página Título	11
Resumo	12
Palavras-Chave	13
Introdução	14
Material e Métodos	16
Resultados	20
Discussão	22
Conclusão	26
Referências	27

2. ARTIGO EM INGLÊS

Title Page	31
Abstract	32
Keywords	32
Introduction	34
Methods	36
Results	39
Discussion	40
Conclusion	44
References	46

3. ANEXOS

Anexo 1- Material e Métodos	52
Anexo 2 - Revisão de Literatura	59
Anexo 3 - Gráficos	78
Anexo 4 - Estatística	81
Anexo 5 - Normas para Publicação	90

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

- LED light emitting diodes
- GC grau de conversão
- FTIR espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier
- nm nanometro
- mm milímetro
- s segundo
- J/cm² joule por centímetro quadrado
- µm micrômetro
- mN milinewton
- ATR reflectância total atenuada
- cm⁻¹ centímetro inverso
- ΔT variação da temperatura
- B/T razão entre a base e o topo
- GPa gigapascal
- °C graus Celsius

LISTA DE TABELAS

Tabela	3.	Aumento	médio	da	temperatura	(graus	Celsius)	de	cada	LED
avaliado)									20

COMPRIMENTO DE ONDA DE LEDS EXPERIMENTAIS: EFEITO SOBRE A DUREZA, MÓDULO DE ELASTICIDADE, GRAU DE CONVERSÃO E AQUECIMENTO DE UMA RESINA COMPOSTA MICROHÍBRIDA

Ferreira APRB¹, SOARES Jr, PC², Vieira SR³

¹Estudante de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil.

²Professor Titular do Departamento de Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil.

³Professor Titular, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil.

Endereço de correspondência do autor:

Rua Imaculada Conceição, 1155, CEP: 80215-901 – Curitiba – Paraná – Brasil Fone: +55 (41) 3271-1637 Fax: +55 (41) 3271-1405

Email: s.vieira@pucpr.br

Palavras-chave: grau de conversão, dureza, módulo de elasticidade, aquecimento, resina composta, LED, comprimento de onda

COMPRIMENTO DE ONDA DE LEDS EXPERIMENTAIS: EFEITO SOBRE A DUREZA, MÓDULO DE ELASTICIDADE, GRAU DE CONVERSÃO E AQUECIMENTO DE UMA RESINA COMPOSTA MICROHÍBRIDA

RESUMO

Objetivo: O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes picos de comprimentos de onda de aparelhos experimentais tipo LED sobre a dureza, o módulo de elasticidade, o grau de conversão e o aquecimento de uma resina composta microhíbrida.

Métodos: Espécimes de 4 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram confeccionados com a resina composta Vênus (Heraeus Kulzer). Os espécimes foram fotopolimerizados por LEDs experimentais com diferentes picos de comprimento de onda: 450 nm (L450), 468 nm (L468) e 490 nm (L490 nm). A dureza e o módulo de elasticidade foram determinados pela técnica de nanoindentação (n=5), o grau de conversão (n=5) foi medido por FTIR e o aquecimento (n=30), foi medido com um termístor. Os dados foram submetidos à ANOVA e aos testes de comparações múltiplas (p< 0,05).

Resultados: No topo, o L450 gerou os menores valores de dureza e módulo de elasticidade (p<0,001). Não houve diferença entre o L468 e o L490. Na base, o L468 resultou em valores maiores de dureza e módulo de elasticidade (p<0,001). O L468 resultou no maior valor da razão da dureza entre a base e o topo (p<0,001). Quanto ao grau de conversão, não houve diferença entre os LEDs testados, tanto no topo, quanto na base (p=0,51). Quanto ao aquecimento, não houve diferença entre os LEDs avaliados (p=0,06).

Conclusão: A dureza e o módulo de elasticidade foram influenciados pelo comprimento de onda dos LEDs. O LED com comprimento de onda mais próximo do pico de absorção da canforoquinona (468 nm) foi o mais eficiente em termos de dureza e módulo de elasticidade. O grau de conversão e o aquecimento não foram influenciados pelo comprimento de onda.

Palavras-chave: grau de conversão, dureza, módulo de elasticidade, aquecimento, resina composta, LED, comprimento de onda

INTRODUÇÃO

Para que os compósitos possam ter um adequado desempenho clínico, um alto grau de polimerização deve ser obtido¹. Uma polimerização insuficiente da resina composta pode comprometer suas propriedades biológicas, físicas e mecânicas^{2,3}. As consequências podem ser degradação e descoloração marginal⁴, sensibilidade pós-operatória e irritação pulpar^{1,5}. A polimerização eficiente depende de fatores relacionados ao próprio material, como sua composição^{1,6}, e relacionados à unidade fotopolimerizadora, como a irradiância, distribuição espectral, emissão termal e tempo de exposição⁷.

As unidades fotopolimerizadoras de LEDs (*Light Emitting Diodes*) vêm gradativamente substituindo as unidades de luz halógena, pois sua vida útil é mais longa, sem comprometimento do fluxo de luz ao longo do tempo^{4,8}. Para um processo de fotoativação adequado, a energia radiante emitida, no comprimento de onda específico, é de fundamental importância^{9,10}. No caso dos LEDs, a faixa espectral é estreita, emitindo luz com comprimento de onda próximo de 470nm^{3,8}, coincidindo com o pico de absorção da canforoquinona^{3,11,12}. Ainda, comparada à luz halógena, a emissão termal produzida pelos LEDs é mínima⁸. Isto é de grande importância clínica já que o aquecimento excessivo pode ser prejudicial à polpa¹³.

Um dos métodos utilizados para avaliar se um compósito foi polimerizado adequadamente é o estudo de sua dureza. Para tanto, pode-se utilizar a técnica da nanoindentação, que é uma tecnologia que determina a dureza e o módulo de elasticidade do compósito por meio das curvas de carga aplicada e penetração na superfície do espécime^{14,15,16}. Outro método utilizado para determinar a eficiência da polimerização é o estudo do grau de conversão (GC)⁴. A Espectroscopia no

Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)^{3,4,17,18} é uma das técnicas que possibilita a avaliação direta do GC.

Vários estudos têm sido realizados com enfoque na relação entre a densidade de energia dos aparelhos tipo LED e o grau de polimerização das resinas compostas^{17,19,20}. Entretanto, não existem dados de estudos sobre o desempenho de LEDs experimentais com diferentes picos de comprimento de onda, por meio da determinação do GC, da dureza e do módulo de elasticidade de uma resina composta. Ainda, alguns autores encontraram LEDs comerciais que apresentavam o pico do comprimento de onda abaixo do valor ideal para a ativação da canforoquinona^{21,22}.

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes picos de comprimentos de onda de aparelhos experimentais tipo LED sobre a dureza, o módulo de elasticidade, o grau de conversão e o aquecimento de uma resina composta.

MATERIAL E MÉTODOS

Para a realização deste estudo foi utilizada a resina composta micro-híbrida fotopolimerizável Vênus[®] (Heraeus Kulzer, GmBH, Wehrheim, Alemanha), na cor A3, à base de Bis-GMA e presença da canforoquinona, como fotoiniciador (lote 010125).

Para a confecção dos espécimes, a resina composta foi inserida em uma matriz metálica de aço cilíndrica bi-partida, com orifício central de 4 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. A matriz foi posicionada sobre uma tira de poliéster e uma lâmina de vidro. Após a inserção da resina no interior da matriz, outra tira de poliéster foi acomodada, e sobre essa mais uma lâmina de vidro foi posicionada para assegurar a espessura desejada e padronizar a distância da ponta do aparelho fotopolimerizador.

A fotopolimerização foi realizada imediatamente após a inserção do material na matriz durante 60 s com aparelhos fotopolimerizadores experimentais do tipo LED de 1ª geração (MMOptics, São Carlos, SP, Brasil), especialmente desenvolvidos para este estudo. Os LEDs apresentavam a irradiância de 350mW/cm². A densidade de energia aplicada foi de 21 J/cm². A calibração do comprimento de onda emitido pelos LEDs foi obtida por meio de um espectrofotômetro USB 4000 (Ocean Optics, Dunedin, EUA) e apresentou os valores de 450 nm (L450), 468 nm (L468) e 490 nm (L490).

Após a fotopolimerização, os espécimes foram removidos da matriz e marcados na superfície de topo. O armazenamento foi feito em recipiente escuro, sob umidade relativa, por 48 horas, a 37 °C. Previamente aos testes de dureza e do grau de conversão, os espécimes foram desgastados em ambas as superfícies com lixas de carbeto de silício #1200 em politriz rotatória (Struers A/S, Ballerup,

Dinamarca) e polidos com pasta de diamante (Struers A/S, Ballerup, Dinamarca) com granulometrias de 1 µm e 0,25 µm. A seguir, os espécimes foram lavados em água corrente para remoção das partículas resultantes do polimento. Foram confeccionados dez espécimes para cada LED experimental, ou seja, cinco para nanoindentação e cinco para FTIR. Para as medidas da variação da temperatura foram confeccionados 30 espécimes para cada LED experimental.

As propriedades mecânicas de dureza e módulo de elasticidade das superfícies de topo e base dos espécimes foram determinadas por meio da técnica de nanoindentação. Foram realizadas 25 indentações nas superfícies de topo e base de cada espécime com uma ponta de diamante com geometria Berkovich, usando um Nanoindenter XP (MTS System Corporation, Oak Ridge, TN, EUA). Cada indentação teve um único ciclo completo de carregamento e descarregamento com carga máxima aplicada de 400 mN aplicada por 30 segundos. A partir das curvas de carga versus penetração foram calculados os valores de dureza e módulo de elasticidade pelo método de Oliver e Pharr (1992)²³.

O GC dos espécimes foi medido por FTIR no modo de reflectância, utilizando um acessório de reflectância total atenuada (ATR), em um espectrômetro Spectrum One B (Perkin-Elmer, Beaconsfield, Bacon, UK), utilizando 32 varreduras com resolução de 4 cm⁻¹, na faixa de 4000 a 400 cm⁻¹. Em seguida, a faixa de 1570 a 1670 cm⁻¹ foi varrida novamente para se obter uma melhor resolução na região de interesse. As análises espectrais foram realizadas utilizando o *software* Spectrum One (Perkin-Elmer, Beaconsfield, Bacon, UK). Os espectros foram adquiridos nas superfícies de topo e de base.

O GC foi determinado por comparação da quantidade relativa das duplas ligações do carbono alifático (1638 cm⁻¹) com as duplas ligações do componente

aromático (1609 cm⁻¹) das fases polimerizada e não-polimerizada. O GC foi calculado pela seguinte equação:

$$GC(\%) = \left(1 - \frac{\left[(C = C \ alifático)/(C = C \ aromático)\right] \ do \ polímero}{\left[(C = C \ alifático)/(C = C \ aromático)\right] \ do \ monômero}\right) \times 100$$

O registro da variação da temperatura foi obtido por meio de um termístor conectado a um multímetro de bancada (Minipa, São Paulo, Brasil) que registrou a temperatura a cada 2,5 segundos. A resina composta foi inserida em uma matriz de teflon e após o registro da temperatura inicial do espécime ($20 \degree C \pm 0,5 \degree C$), a resina foi fotoativada por 60 segundos e a temperatura final do espécime foi registrada. A temperatura inicial foi deduzida da temperatura final, a fim de obter-se a variação de temperatura (ΔT). Todas as medidas foram obtidas em um ambiente com temperatura controlada ($20 \degree C \pm 1 \degree C$).

Os valores médios de dureza e módulo de elasticidade de topo e base foram submetidos à ANOVA a dois critérios, modelo fatorial completo, e ao teste paramétrico de comparações múltiplas de Games-Howell, considerando variâncias heterogêneas. O nível de significância adotado foi de 5%. A análise estatística foi realizada utilizando o Programa SPSS 18.0 para Windows (SPSS Inc, Chicago, IL, USA).

Os valores médios do GC do topo e base foram submetidos à ANOVA a dois critérios, modelo fatorial completo, e ao teste paramétrico de comparações múltiplas de Tukey HSD, considerando variâncias homogêneas. O nível de significância adotado foi de 5%.

Os dados da variação da temperatura foram submetidos a ANOVA a um critério com nível de significância adotado de 5%.

RESULTADOS

Os valores médios da dureza, do módulo de elasticidade e da razão da dureza entre a base e o topo (B/T) da resina composta fotopolimerizada com os diferentes LEDs podem ser observados na Tabela 1. O topo da resina composta apresentou maior dureza e módulo de elasticidade comparado à base (p<0,001). Quando os LEDs foram comparados considerando a superfície de topo da resina composta, o L450 foi o que gerou a menor dureza e módulo de elasticidade (p<0,001). Ainda no topo, não houve diferença significante entre L468 e L490, tanto para a dureza (p=0,87), quanto para o módulo de elasticidade (p=0,10). Quanto à base da resina composta, o L468 foi o que gerou a dureza e módulo de elasticidade significantemente maior que os demais LEDs. Quanto à razão B/T, o L468 foi o que forneceu o maior valor, seguido dos L490 e L450.

	LED	Торо	Base	B/T (%)
	450 nm	0,73 (0,03) aA	0,44 (0,02) aB	61 (0,03) a
Dureza	468 nm	0,76 (0,04) bA	0,71 (0,01) cB	94 (0,06) c
	490 nm	0,76 (0,02) bA	0,50 (0,03) bB	66 (0,04) b
	450 nm	13,09 (0,37) aA	9,25 (0,39) aB	
Módulo de Elasticidade	468 nm	13,87 (0,58) bA	13,04 (0,42) cB	
-	490 nm	13,70 (0,44) bA	10,78 (0,49) bB	

Tabela 1. Valores médios (desvios-padrão) da dureza (GPa), módulo de elasticidade (GPa) e razão da dureza entre a base e o topo (B/T) da resina composta avaliada.

Valores médios seguidos por letras minúsculas diferentes em coluna e letras maiúsculas diferentes em linha apresentam diferença estatisticamente significante, com nível de significância de 5%.

Os valores médios e desvios-padrão do GC podem ser observados na Tabela 2. Na superfície de topo, o GC foi significantemente maior que na superfície de base (p<0,001), independente do LED. Não houve diferença estatisticamente significante para todos os LEDs avaliados tanto no topo, quanto na base da resina composta avaliada (p=0,51).

Tabela 2. Valores médios (desvios-padrão) do grau de conversão (%) da resina composta avaliada.

LED	Торо	Base
450 nm	69,40 (6,06) aA	28,91 (0,36) bB
468 nm	64,40 (6,18) aA	27,04 (3,67) bB
490 nm	63,33 (2,92) aA	26,96 (1,06) bB

Valores médios seguidos por letras minúsculas diferentes em coluna e letras maiúsculas diferentes em linha apresentam diferença estatisticamente significante, com nível de significância de 5%.

Em relação à variação da temperatura, não houve diferença estatisticamente significante entre os três LEDs avaliados (p=0,06) (Tabela 3).

Tabela 3. Aumento médio (desvios-padrão) da temperatur (graus Celsius) de cada LED avaliado.			
	LED	Variação da Temperatura (°C)	
	450 nm	1,89 (0,27) a	
	468 nm	1,71 (0,36) a	
	490 nm	1.87 (0.36) a	

Valores médios seguidos pelas mesmas letras minúsculas não diferem estatisticamente com nível de significância de 5%.

DISCUSSÃO

A eficiência dos procedimentos restauradores utilizando compósitos é diretamente dependente de sua polimerização. Como os equipamentos de fotopolimerização são fundamentais para este objetivo, diversos estudos^{17,19,20} tem focado na irradiância dos aparelhos do tipo LED. Porém, outras variáveis como o comprimento de onda e a temperatura emitida pelo LED também são relevantes na determinação da eficiência de polimerização de resinas compostas.

No presente estudo, diferentes picos de comprimentos de onda influenciaram de maneira distinta a polimerização de uma resina composta. Os menores valores de dureza e módulo de elasticidade foram encontrados na base da resina composta. Estudos anteriores também encontraram resultados semelhantes^{12,21,24,25}. Durante a fotopolimerização, nas regiões mais profundas, há uma redução considerável da irradiância em direção ao interior da resina, devido à absorção e dispersão da luz pela matriz resinosa e partículas inorgânicas²⁵. A diminuição da luz resulta em uma emissão reduzida de fótons, interferindo na polimerização do material²⁶, proporcionando uma redução das propriedades mecânicas testadas.

A efetividade de polimerização não pode ser avaliada apenas pela dureza do topo da resina composta. A dureza da base é a mais afetada pela irradiância, e por isso é considerada um parâmetro mais fiel para avaliar a efetividade de cura de um compósito²⁴ e consequentemente, o desempenho da unidade fotoativadora. Considerando apenas a base, o L468 foi o que gerou os maiores resultados de dureza e módulo de elasticidade. Uma vez que a densidade de energia foi mantida constante para os três LEDs, pode-se sugerir que houve a influência do comprimento de onda da luz nos resultados apresentados. Estudos prévios relatam

que não somente a irradiância, mas também o comprimento de onda da luz emitida tem influência direta no grau de polimerização dos compósitos dentais^{12,21}. Segundo Nomoto¹¹, a polimerização dos compósitos é afetada pelo comprimento de onda da mais eficiente, pois maximiza luz. sendo 470nm o а ativação da canforoguinona^{1,10,19}, que é o fotoiniciador mais comumente presente na composição dos materiais resinosos²⁷. Caso a canforoquinona não absorva uma quantidade suficiente de fótons no comprimento de onda apropriado, pode haver comprometimento da polimerização do material¹¹. No presente estudo, a luz azul em diferentes partes do espectro de absorção da canforoguinona produziu diferentes níveis de eficiência de cura. O comprimento de onda mais próximo ao pico de absorção foi mais efetivo na polimerização, refletido pela maior dureza e módulo de elasticidade. Esses mesmos resultados foram encontrados em estudos anteriores^{28,29}. Comparando diferentes fotoiniciadores, Price et al.¹² também chegaram à mesma constatação, já que utilizando LEDs com pico de comprimento de onda próximo à 470 nm polimerizaram com maior eficiência as resinas compostas cujo fotoiniciador era a canforoquinona.

A razão B/T do L468 mostra que o pico do comprimento de onda coincidindo com a máxima absorção espectral da canforoquinona³⁰, fez com que houvesse uma polimerização mais uniforme da resina composta. Apesar de ser necessária uma razão B/T de pelo menos 80% para que a polimerização de um compósito seja considerada adequada³¹, Torno et al²¹ não a consideram, isoladamente, como um bom método para avaliar a eficácia da polimerização. Uma vez que, se o material não foi adequadamente polimerizado, mas obteve o valor da dureza na base similar ao topo, a razão B/T poderia ser maior que 80%, considerando efetiva uma polimerização deficiente.

Apesar da baixa irradiância dos LEDs experimentais, o GC no topo da resina composta esteve dentro do padrão aceitável, isto é, entre 55 e 75%³². Este resultado pode ser justificado pelo maior tempo de polimerização utilizado neste estudo. Emami et al.³³, Peutzfeldt e Asmussen¹⁷ e Gritsch et al.²² mostraram que densidades de potência menores podem ser compensadas com o aumento do tempo de polimerização, elevando a densidade de energia, e assim induzindo a um maior grau de polimerização. Estes autores justificam este achado com base na cinética da polimerização, ou seja, densidades de potência mais baixas e maior tempo retardam a formação de uma cadeia polimérica rígida, o que permite uma polimerização mais eficiente. A exposição continuada à luz ajuda a manter a ativação das moléculas de canforoguinona que estão na superfície²⁴, aumentando o grau de polimerização do material na superfície de topo³⁴. Por outro lado, estudos mostram que densidades de potência muito altas aplicadas em um tempo menor, não aumentam o grau de conversão dos compósitos^{33,35}. No presente estudo, o GC na base da resina composta foi menor, concordando com outros estudos^{19,32,33}, além de não ter sido influenciado pelos comprimentos de onda da luz, tanto no topo, guanto na base da resina composta.

Apesar de estudos relatarem uma associação entre a dureza e o GC^{26,36}, neste trabalho isto não foi observado. Outros estudos também já não haviam encontrado correlação^{20,37}. Ferracane³⁶ e Obici et al.³⁷ enfatizam que as propriedades mecânicas de uma resina composta são muito mais dependentes da densidade das ligações cruzadas e da qualidade da cadeia polimérica que se forma durante a reação de polimerização do que propriamente do GC. O aumento do tempo de exposição do compósito à luz pode resultar em cadeias poliméricas mais longas e com poucas ligações cruzadas, não reduzindo o GC, apenas afetando as

propriedades mecânicas da resina composta. Ferracane³⁶ ainda complementa que um valor absoluto para o GC não pode ser utilizado para predizer um valor absoluto de dureza para todas as resinas. Obici et al.³⁷ finaliza seu estudo ressaltando que deve-se ter cautela quando a dureza é considerada como um indicativo do GC, pois, em alguns casos, resinas compostas com GC similares podem apresentar ligações cruzadas com diferentes densidades, o que por sua vez, pode afetar a dureza.

No presente estudo, a variação da temperatura gerada pelos LEDs foi baixa. A baixa densidade de potência dos LEDs experimentais utilizados pode justificar este achado, concordando com os resultados de outras pesquisas^{2,13,28,38}. Estudos mostram que quanto maior é a irradiância, maior é o aquecimento gerado pela unidade fotopolimerizadora^{38,39,40}. O fato dos LEDs terem um espectro de luz mais estreito faz com que a emissão de calor seja menor^{13,38}. Não só o espectro da luz emitida e a irradiância estão envolvidos com o aumento da temperatura, mas também o tempo de exposição, a profundidade da cavidade⁴⁰ e a composição química das resinas compostas²¹ também exercem influência no aquecimento.

Para que as resinas compostas desempenhem sua função clinicamente, elas devem alcançar um grau de polimerização adequado. E para tal, as unidades fotopolimerizadoras devem estar em condições adequadas de utilização, pois refletirão diretamente nas propriedades da restauração.

CONCLUSÃO

- A dureza e o módulo de elasticidade foram afetados pelo comprimento de onda dos LEDs, tendo-se encontrado os maiores valores para 468nm;
- Tanto o grau de conversão, quanto a variação de temperatura não foram afetados pelo comprimento de onda dos LEDs avaliados.

REFERÊNCIAS

- Aguiar FH, Braceiro A, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing modes and light curing time on the microhardness of a hybrid composite resin. The Journal of Contemporary Dental Practice. 2007;8(6):52-9.
- Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato, VS. Effect of power densities and irradiation times on the degree of conversion and temperature increase of a microhybrid dental composite resin. Laser Physics. 2008:18(9):1074-79.
- 3. Rahiotis C, Patsouri K, Silikas N, Kakaboura A. Curing efficiency of highintensity light-emitting diode (LED) devices. J Oral Sci. 2010;52(2):187-95.
- 4. Bala O, Ölmez A, Kalacy S. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. Journal of Oral Rehabilitation. 2005;32(2):134-40.
- 5. Hofmann N, Hugo B, Klaiber B. Effect of irradiation type (LED or QTH) on photo-activated composite shrinkage strain kinetics, temperature rise, and hardness. Eur J Oral Sci. 2002;110(6):471–9.
- Vandewalle KS, Roberts HW, Andrus JL, Dunn WJ. Effect of light dispersion of LED curing lights on resin composite polymerization. J Esthet Restor Dent. 2005;17(4):244-54.
- 7. Rode KM, de Freitas PM, Lloret PR, Powell LG, Turbino ML. Micro-hardness evaluation of a micro-hybrid composite resin light cured with halogenlight, light-emitting diode and argon ion laser. Lasers Med Sci. 2009;24(1):87-92.
- Carvalho FA, Almeida RC, Almeida MA, Cevidanes LH, Leite MC. Efficiency of light-emitting diode and halogen units in reducing residual monomers. Am J Orthod Dentofacial Orthop. 2010;138(5):617-22.
- Kurachi C, Tuboy AM, Magalhães DV, Bagnato VS. Hardness evaluation of a dental composite polymerized with experimental LED-based devices. Dental Materials. 2001;17(4):309-15.
- 10. Price RB, Labrie D, Rueggeberg FA, Felix CM. Irradiance differences in the violet (405 nm) and blue (460 nm) spectral ranges among dental light-curing units. J Esthet Restor Dent. 2010 Dec;22(6):363-77.
- 11. Nomoto R. Effect of light wavelenght on polymerization of light cured resins. Dental Materials Journal. 1997;16(1):60-73.

- 12. Price RB, Felix CA. Effect of delivering light in specific narrow bandwidths from 394 to 515nm on the microhardness of resin composites. Dental Materials. 2009;25(7):899-908.
- 13. Atai M, Motevasselian F. Temperature rise and degree of photopolymerization conversion of nanocomposites and conventional dental composites. Clin Oral Investig. 2009 Sep;13(3):309-16.
- 14. Mohamad D, Young RJ, Mann AB, Watts DC. Post-polymerization of dental resin composite evaluated with nanoindentation and microRaman spectroscopy. Archives of Orofacial Sciences. 2007, 2: 26-31
- 15. Willems G, Celis JP, Lambrechts P, Braem M, 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 Part B: Appl Biomater. 1993;27(6):747-55.
- 16. Drummond JL. Nanoindentation of dental composites. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2006 July;78(1):27-34.
- 17. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. J Dent Res. 2005;84(7):659-62.
- Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. Journal of Biomedical Materials Research. 1986;20(1):121-31.
- Emami N, Söderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. Eur J Oral Sci. 2003;111(6):536-42.
- 20. Silva EM, Poskus LT, Guimarães JG, Barcellos AAL, Fellows CE. Influence of light polymerization modes on degree of conversion and crosslink density of dental composites. J Mater Sci: Mater Med. 2008;19(3):1027-32.
- 21. Torno V, Soares P, Martin JMH, Mazur RF, Souza EM, 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 Par B: Appl Biomater. 2008;85(1):166-71.
- 22. Gritsch K, Souvannasot S, Schembri C, Farge P, Grosgogeat B. Influence of light energy and power density on the microhardness of two nanohybrid composites. Eur J Oral Sci. 2008;116(1):77-82.
- 23. Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. J. Mater. Res. 1992;7(6):1564-83.

- 24. Hubbezoglu I, Bolayir G, Dogan OM, Dogan A, Ozer A, Bek B. Microhardness evaluation of resin composites polymerized by three different light sources. Dental Materials Journal. 2007;26(6):845-53.
- 25. Topcu FT, Erdemir U, Sahinkesen G, Yildiz E, Uslan I, Acikel C. Evaluation of microhardness, surface roughness, and wear behavior of different types of resin composites polymerized with two different light sources. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2010 Feb;92(2):470-8.
- Vandewalle KS, Ferracane JL, Hilton TJ, Erickson RL, Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. Dent Mater. 2004 Jan;20(1):96-106.
- 27. Chen YC, Ferracane JL, Prahl SA. Quantum yield of conversion of the photoinitiator camphorquinone. Dent Mater. 2007 Jun;23(6):655-64.
- 28. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Degree of conversion and temperature increase of a composite resin light cured with an argon laser and blue LED. Laser Physics. 2008;18(12):1570-75.
- 29. Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB, Ashworth SH. Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LEDs). Dent Mater. 2000 Jan;16(1):41-7.
- 30. Ramp LC, Broome JC, Ramp MH. Hardness and wear resistance of two resin composites cured with equivalent radiant exposure from a low irradiance LED and QTH light-curing units. Am J Dent. 2006 Feb;19(1):31-6.
- 31. Pilo R, Cardash HS. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. Dent Mater. 1992 Sep;8(5):299-304.
- 32. Lohbauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A, Eliades G. The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage. Dent Mater. 2009 Apr;25(4):514-9.
- Emami N, Söderholm KJ, Berglund LA. Effect of light power density variations on bulk curing properties of dental composites. J Dent. 2003 Mar;31(3):189-96.
- 34. Alpöz AR, Ertugrul F, Cogulu D, Ak AT, Tanoglu M, Kaya E. Effects of light curing method and exposure time on mechanical properties of resin based dental materials. Eur J Dent. 2008 Jan;2(1):37-42.
- 35. Feng L, Carvalho R, Suh BI. Insufficient cure under the condition of high irradiance and short irradiation time. Dent Mater. 2009 Mar;25(3):283-9.

- 36. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. Dent Mater. 1985 Feb;1(1):11-4.
- 37. Obici AC, Sinhoreti MAC, Frollini E, Sobrinho LC, Consani S. Degree of conversion and knoop hardness of Z250 composite using different photo-activation methods. Polymer Testing. 2005;24:814-18.
- 38. Asmussen E, Peutzfeldt A. Temperature rise induced by some light emitting diode and quartz-tungsten-halogen curing units. Eur J Oral Sci. 2005 Feb;113(1):96-8.
- 39. Kleverlaan CJ, de Gee AJ. Curing efficiency and heat generation of various resin composites cured with high-intensity halogen lights. Eur J Oral Sci. 2004 Feb;112(1):84-8.
- 40. Schneider LF, Consani S, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MA. Halogen and LED light curing of composite: temperature increase and Knoop hardness. Clin Oral Investig. 2006 Mar;10(1):66-71.

WAVELENGTH OF EXPERIMENTAL LEDS: HARDNESS, ELASTIC MODULUS, DEGREE OF CONVERSION AND TEMPERATURE RISE OF A MICROHYBRID COMPOSITE

Ana Paula RB Ferreira, DDS, MSc¹

Paulo C Soares Jr,²

Sérgio Vieira, DDS, PhD^{1,*}

¹ Dental School, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba (PR), Brazil ² Mechanical Engineering Department, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba (PR), Brazil

*Correspondence to Sérgio Vieira, DDS, PhD, Chair and Associate Professor, Dentistry Postgraduation Program, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Rua Imaculada Conceição, 1155, CEP.80215-901, Curitiba, Paraná, Brazil Tel: +55 (41) 3271-1637 Fax: +55 (41) 3271-1405 Email: s.vieira@pucpr.br

ABSTRACT

Aim: The aim of this study was to evaluate the effect of different peak wavelengths of experimental LEDs on the hardness, elastic modulus, degree of conversion and temperature rise of a composite.

Methods: Specimens of 4 mm in diameter and 2 mm thick were prepared using Venus composite resin (Heraeus Kulzer). The specimens were cured using experimental LEDs with different peak wavelengths: 450 nm (L450), 468 nm (L468) and 490 nm (L490nm). The hardness and the elastic modulus were determined by nanoindentation technique (n = 5), degree of conversion (n = 5) was measured by FTIR and temperature rise (n= 30) was measured with a thermistor. Data were submitted to ANOVA and multiple comparison tests (α = 0.05).

Findings: The mechanical properties and degree of conversion (p<0.001) were superior on the top surfaces of the specimens. L450 (450 nm) showed the lowest values of mechanical properties (p<0.001). There were no statistical differences for hardness (p=0.87) and elastic modulus (p=0.10) between L468 (468 nm) and L490 (490 nm). L468 showed the highest values of mechanical properties. There was no statistical difference for the degree of conversion among all LEDs tested, both on the top and bottom surfaces (p=0.51). Regarding temperature rise, there was no statistical difference between all the LEDs.

Conclusions: Hardness and elastic modulus were influenced by the wavelength of the LED light-curing units, whereas the degree of conversion and temperature rise were not influenced.

Keywords: mechanical properties, degree of conversion, temperature rise, LED,

wavelength

Running Heads: Influence of LEDs' wavelengths on composite properties.

INTRODUCTION

Composites are expected to reach a high degree of curing for adequate clinical performance¹. When inadequately polymerized, composites can have their biological, physical and mechanical properties compromised^{2,3}. As a result, marginal degradation and discoloration⁴, postoperative sensitivity and pulp irritation may occur^{1,5}. The efficiency of polymerization depends on several factors, including those related to the material itself in terms of its composition^{1,6}, and those related to the light-curing unit (LCU), such as irradiance, spectral distribution, thermal emission and exposure time⁷.

LED (Light Emitting Diode) LCUs are gradually replacing halogen LCUs because they have a longer lifetime, and the light flux is not compromised with time^{4,8}. A suitable photoactivation process is of great importance to emit radiant energy at a specific wavelength^{9,10}. The LEDs' spectral range is narrow and light is emitted with a wavelength near 470nm^{3,8}, matching the camphorquinone's peak^{3,11,12}. Compared to halogen LCUs, LEDs thermal emissions are minimal⁸. This is of great clinical importance since excessive heat can be hazardous to the pulp¹³.

One of the methods used to assess whether a composite is properly cured is a study of its hardness. Nanoindentation is one of the methods that can be used to determine not only the hardness but also the elastic modulus of the composite through curves of applied load and penetration on the specimen surface^{14,15,16}. The efficiency of polymerization can also be evaluated by studying the degree of conversion (DC)⁴, which can be reached by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)^{3,4,17,18}.
Several studies have been conducted focusing on the relationship between energy density of LED LCUs the and the degree of polymerization of composites^{17,19,20}. However, there is no data about the performance of experimental LED LCUs with different wavelength peaks evaluated through DC, hardness and the elastic modulus of the cured composite. Moreover, authors found LED LCUs whose wavelength peak is below the optimum value for activation of camphorquinone^{21,22}.

The aim of this study was to evaluate the effect of different peak wavelengths of experimental LED LCUs on the hardness, elastic modulus, degree of conversion and temperature rise of a composite.

MATERIALS AND METHODS

For this study, a Bis-GMA based microhybrid resin composite – Venus[®] (Heraeus Kulzer, GmBH, Wehrheim, Germany), A3 colour (batch 010125) was used.

A cylindrical steel mould of 4 mm in diameter and 2 mm thick was placed on a polyester strip and a glass slide was used to prepare the specimens. The mould was filled with the composite, and another polyester strip followed by another glass slide were placed over the filled mould. This process ensured the specimens were of a constant thickness and a standard distance from the tip of the curing light.

Using experimental LED LCUs (MMOptics, São Carlos, SP, Brazil) specifically developed for this study, the composites were photopolymerized immediately after their insertion into the mould. The power density of these LED LCUs was 350mW/cm² and the energy density applied was 21 J/cm². LED LCUs wavelength calibrations were obtained from a spectrophotometer (USB 4000, Ocean Optics) which showed 450 nm (L450), 468 nm (L468) and 490 nm (L490).

After curing, the specimens were removed from the mould and marked on their top surface. The specimens were stored for 48 hours in a dark container, at a relative humidity of 37 °C. Before hardness and DC tests, the specimens were polished metallographically using silicon carbide discs of decreasing abrasiveness (400, 600, 800, 1200 grit). For the final polishing, special soft discs with diamond suspensions of decreasing grit size (6µm, 3µm, and 1µm) were used, combined with a diamond paste. The specimens were then washed in running water to remove any residual particles. Ten specimens were prepared for each experimental LED, i.e. five for nanoindentation and five for FTIR. Temperature variation measurements were performed on 30 of the specimens prepared for each experimental LED.

Nanoindentation was used to assess the hardness and elastic modulus of the top and bottom surfaces of the specimens. Twenty-five indentations were performed on each surface of each specimen using a diamond Berkovich geometry indenter on a Nanoindenter XP (MTS System Corporation, Oak Ridge, TN, USA). Each indentation comprised a full loading and unloading cycle, with a maximum applied load of 400 mN applied for 30 seconds. The hardness and elastic modulus were calculated from the load curves versus penetration by the Oliver and Pharr method²³.

The DC of the specimens was measured by FTIR in reflectance mode, using an attenuated total reflectance accessory (ATR) on a spectrometer (Spectrum One B, Perkin-Elmer, Beaconsfield, Bacon, UK), using 32 scans with a resolution of 4 cm⁻¹ in the range of 4000 to 400 cm⁻¹. Following that, the band from 1570 to 1670 cm⁻¹ was scanned again to achieve better resolution in the region of interest. Spectral analysis was performed using Spectrum One software (Perkin-Elmer, Beaconsfield, Bacon, UK). Spectra were acquired from the top and bottom surfaces of the specimens.

The DC was determined by comparing the relative amount of aliphatic carbon double bonds (1638 cm⁻¹) to the aromatic double bonds (1609 cm⁻¹) of the polymerized and non-polymerized phases. The DC was calculated by the following equation:

$$DC(\%) = \left(1 - \frac{[abs(C = C \ aliphatic)/abs(C = C \ aromatic)] \ of \ polymer}{[abs(C = C \ aliphatic)/abs(C = C \ aromatic)] \ of \ monomer}\right) \times 100$$

Temperature variation was recorded from a thermistor connected to a multimeter. Temperature measurements started immediately after the resin composite ($20 \pm 0.5^{\circ}$ C) was inserted in a teflon mould, and thereafter it was obtained

every 2.5 seconds until it was polymerized for 60 seconds when the final temperature was recorded. The initial temperature was deducted from the final temperature in order to obtain the temperature variation (Δ T). All measurements were taken in controlled temperature environment (20±1 °C).

The mean values of hardness and elastic modulus of the top and bottom surfaces were subjected to two-way ANOVA, full factorial design, and Games-Howell parametric testing for multiple comparisons, considering the heterogeneous variables. The level of significance was 5%. Statistical analysis was performed using SPSS 18.0 for Windows (SPSS Inc, Chicago, IL, USA).

The mean DC values of the top and bottom surfaces were subjected to twoway ANOVA, full factorial design, and Tukey HSD parametric testing for multiple comparisons, considering homogeneous variables. The level of significance was 5%.

The temperature variation data was submitted to one-way ANOVA criterion. The level of significance was 5%.

RESULTS

The mean values of hardness, elastic modulus and hardness of the ratio between the bottom and top (B/T) surfaces of the light-cured resin composite with different LED LCUs are shown in Table I. The top surface presented higher values for the hardness and elastic modulus compared to the bottom surface (p < 0.001). When only top surfaces were considered, L450 provided the lowest values for the hardness and elastic modulus (p < 0.001). There was no significant difference between L468 and L490 on both the hardness (p = 0.87) and elastic modulus (p = 0.10). Considering the bottom surfaces, L468 generated the highest hardness and elastic modulus. Regarding B/T's hardness, L468 provided the highest value, followed by L490 and L450.

The mean values and standard deviation of DC are shown in Table 2. DC was significantly higher on the top surface compared to the bottom surface (p < 0.001), for all LED LCU. There was no significant differences among all LED LCUs tested on the top and bottom surfaces (p = 0.51).

Regarding temperature variation, there was no significant difference among the LEDs LCU tested (p= 0.06) (Table 3).

DISCUSSION

The effectiveness of composite restorative procedures is directly dependent upon its polymerization. As curing equipments are fundamental in achieving this goal, several studies have focused on the irradiance of LEDs LCUs^{17,19,20}. However, other variables such as the wavelength emitted by LED LCUs and temperature variation are also relevant in determining the efficiency of polymerization of resin composites.

In this study, different wavelength peaks influenced the polymerization of a resin composite differently. The lowest hardness and elastic modulus values were found on composite's bottom surface. Previous studies had also found similar results^{12,21,24,25}. During photopolymerization, there is a considerable reduction of irradiance in deeper regions through the bulk of the composite, due to absorption and scattering of light by the resin matrix and particles filler²⁵. This decrease in light results in reduced photons emission, interfering in the material's curing, and resulting in lower values for the mechanical properties tested.

The effectiveness of polymerization cannot only be measured by the hardness of the composite's top surface. Hardness of the bottom is mostly affected by irradiance, and is therefore considered a more accurate parameter for evaluating the effectiveness of curing²⁴, and consequently the performance of the LCUs. Considering only the bottom surface, L468 generated the highest results for hardness and elastic modulus. Since the energy density was kept constant for the three LED LCUs, we could suggest the influence of the light's wavelength on the results. Previous studies report that not only the irradiance but also the wavelength of the emitted light has a direct effect on the degree of polymerization of resin composites^{12,21}. According to Nomoto¹¹, the polymerization of composites is

affected by light wavelength, 470 nm being the most efficient because it maximizes the camphorquinone activation^{1,10,19}, which is the most commonly present photoinitiator in the composition of composites²⁶. If the composite photoinitiator does not absorb enough photons at an appropriate wavelength, polymerization may be impaired¹¹. In this study, the blue light in different parts of the absorption spectrum of the camphorquinone produced different levels of curing efficiency. The wavelength closer to the absorption peak was more effective in polymerization, reflected by a higher hardness and elastic modulus. These same results were found in earlier studies^{27,28}. Comparing different photoinitiators, Price *et al.*¹² also reached the same conclusions. The LEDs LCU with a wavelength peak near 470 nm polymerized the composite more efficiently when the photoinitiator was camphorquinone.

The B/T ratio of L468 demonstrates that the wavelength peak coinciding with the maximum spectral absorption of camphorquinone²⁹ meant that there was a better composite depth of curing. To considerer a composite's depth of cure to be adequate, the B/T ratio should be greater than 80%³⁰. On the other hand, Torno et al.²¹ do not consider that the B/T ratio alone is a good method to evaluate the polymerization effectiveness²¹. That is because if the composite is not properly cured but has a bottom hardness value similar to the top hardness value, the B/T ratio can be greater than 80%, and as such the deficient polymerization will be considered suitable.

Despite the low irradiance of experimental LEDs, the DC at the top of the composite was within the acceptable pattern that is between 55 and 75%³¹. Emami et al.³², Peutzfeldt and Asmussen¹⁷ and Gritsch et al.²² showed that lower power densities can be compensated for by increasing the photopolymerization time, which increases the energy density, and thus induces a higher degree of

polymerization. They justify this finding by the kinetics of polymerization, i.e. lower power densities and longer periods of time slow down the formation of a rigid polymer chain, which allows for more efficient polymerization. Continuous exposure to light helps maintain the activation of the camphorquinone molecules near to the surface²⁴, increasing the material's degree of polymerization on top surface³³. On the other hand, studies demonstrate that very high power densities applied in a shorter time do not increase the DC of composites^{32,34}. The DC on the bottom surface of the composite was lower, which is consistent with other studies^{19,31,32}. The DC was not influenced by the light wavelengths, either on the top or on the bottom of the resin composite.

This study did not find any association between hardness and DC. Although some studies have reported an association between hardness and DC^{35,36}, others do not agree with this association^{20,37}. Ferracane³⁶ and Obici et al.³⁷ justify this result based on the fact that the mechanical properties of a resin composite are much more dependent on crosslinks density and on the quality of the polymer chain formed during polymerization reaction than in the DC itself. Increasing the exposure time of the composite to light can result in longer polymer chains with fewer crosslinks, thus not reducing the DC but only affecting its mechanical properties. Ferracane³⁶ also adds that an absolute value for DC cannot predict an absolute value of hardness for all composites. Obici et al.³⁷ conclude their study by pointing out that we should be cautious when hardness is considered as an indicator of DC. In some instances, composites with similar DC can present crosslinkings with different densities, which in turn can affect hardness.

The temperature variation generated by LED LCUs was low. The low power density of experimental LED LCUs can explain this finding, in agreement with results of other studies^{2,13,27,38}. Studies show that the higher the irradiance, the greater the heat generated by LCUs^{38,39,40}. The authors also argue that LED LCUs have a narrow light spectrum and this causes the lower heat emission^{13,38}. Not only are the emitted light spectrum and irradiance involved with a temperature increase, but also the exposure time, cavity depth⁴⁰ and chemical composition of resin composites²¹.

Resin composites should achieve an appropriate degree of polymerization to perform their clinical function. This is dependent on the LCUs' characteristics which will be directly reflected in their restoration properties.

CONCLUSION

Hardness and elastic modulus were affected by the LED LCUs' wavelength, with the highest values for 468nm. However, both DC and temperature variations were not affected by the LED LCUs' wavelengths evaluated.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors thank the resin and LCUs manufacturers for providing the materials, the Nanostructured Materials Laboratory (Physics Department, UFPR) and the Polymer Laboratory (Sciences and Materials Engineering Department, UDESC) for their assistance.

REFERENCES

- 1. Aguiar FH, Braceiro A, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing modes and light curing time on the microhardness of a hybrid composite resin. J Contemp Dent Pract 2007;8:52-9.
- 2. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato, VS. Effect of power densities and irradiation times on the degree of conversion and temperature increase of a microhybrid dental composite resin. Laser Phys 2008;18:1074-79.
- 3. Rahiotis C, Patsouri K, Silikas N, Kakaboura A. Curing efficiency of highintensity light-emitting diode (LED) devices. J Oral Sci 2010;52:187-95.
- 4. Bala O, Ölmez A, Kalacy S. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. J Oral Rehabil 2005;32:134-40.
- 5. Hofmann N, Hugo B, Klaiber B. Effect of irradiation type (LED or QTH) on photo-activated composite shrinkage strain kinetics, temperature rise, and hardness. Eur J Oral Sci 2002;110:471-9.
- Vandewalle KS, Roberts HW, Andrus JL, Dunn WJ. Effect of light dispersion of LED curing lights on resin composite polymerization. J Esthet Restor Dent 2005;17:244-54.
- 7. Rode KM, de Freitas PM, Lloret PR, Powell LG, Turbino ML. Micro-hardness evaluation of a micro-hybrid composite resin light cured with halogenlight, light-emitting diode and argon ion laser. Lasers Med Sci 2009;24:87-92.
- Carvalho FA, Almeida RC, Almeida MA, Cevidanes LH, Leite MC. Efficiency of light-emitting diode and halogen units in reducing residual monomers. Am J Orthod Dentofacial Orthop 2010;138:617-22.
- Kurachi C, Tuboy AM, Magalhães DV, Bagnato VS. Hardness evaluation of a dental composite polymerized with experimental LED-based devices. Dent Mater 2001;17:309-15.
- 10. Price RB, Labrie D, Rueggeberg FA, Felix CM. Irradiance differences in the violet (405 nm) and blue (460 nm) spectral ranges among dental light-curing units. J Esthet Restor Dent 2010;22:363-77.
- 11. Nomoto R. Effect of light wavelength on polymerization of light cured resins. Dent Mater J 1997;16:60-73.
- 12. Price RB, Felix CA. Effect of delivering light in specific narrow bandwidths from 394 to 515nm on the microhardness of resin composites. Dent Mater 2009;25:899-908.

- 13. Atai M, Motevasselian F. Temperature rise and degree of photopolymerization conversion of nanocomposites and conventional dental composites. Clin Oral Investig 2009;13:309-16.
- 14. Mohamad D, Young RJ, Mann AB, Watts DC. Post-polymerization of dental resin composite evaluated with nanoindentation and microRaman spectroscopy. Archives of Orofacial Sciences 2007;2:26-31.
- 15. Willems G, Celis JP, Lambrechts P, Braem M, 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 Part B: Appl Biomater 1993;27:747-55.
- 16. Drummond JL. Nanoindentation of dental composites. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2006;78:27-34.
- 17. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. J Dent Res 2005;84:659-62.
- Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. J Biomed Mater Res 1986;20:121-31.
- 19. Emami N, Söderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. Eur J Oral Sci 2003;111:536-42.
- 20. Silva EM, Poskus LT, Guimarães JG, Barcellos AAL, Fellows CE. Influence of light polymerization modes on degree of conversion and crosslink density of dental composites. J Mater Sci: Mater Med 2008;19:1027-32.
- 21. Torno V, Soares P, Martin JMH, Mazur RF, Souza EM, 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 Par B: Appl Biomater 2008;85:166-71.
- 22. Gritsch K, Souvannasot S, Schembri C, Farge P, Grosgogeat B. Influence of light energy and power density on the microhardness of two nanohybrid composites. Eur J Oral Sci 2008;116:77-82.
- 23. Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. J Mater Res 1992;7:1564-83.
- 24. Hubbezoglu I, Bolayir G, Dogan OM, Dogan A, Ozer A, Bek B. Microhardness evaluation of resin composites polymerized by three different light sources. Dent Mater J 2007;26:845-53.
- 25. Topcu FT, Erdemir U, Sahinkesen G, Yildiz E, Uslan I, Acikel C. Evaluation of microhardness, surface roughness, and wear behavior of different types of

resin composites polymerized with two different light sources. J Biomed Mater Res B: Appl Biomater 2010;92:470-8.

- 26. Chen YC, Ferracane JL, Prahl SA. Quantum yield of conversion of the photoinitiator camphorquinone. Dent Mater 2007;23:655-64.
- 27. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Degree of conversion and temperature increase of a composite resin light cured with an argon laser and blue LED. Laser Phys 2008;18:1570-75.
- 28. Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB, Ashworth SH. Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LEDs). Dent Mater 2000;16:41-7.
- 29. Ramp LC, Broome JC, Ramp MH. Hardness and wear resistance of two resin composites cured with equivalent radiant exposure from a low irradiance LED and QTH light-curing units. Am J Dent 2006;19:31-6.
- 30. Pilo R, Cardash HS. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. Dent Mater 1992;8:299-304.
- 31. Lohbauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A, Eliades G. The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage. Dent Mater 2009;25:514-9.
- 32. Emami N, Söderholm KJ, Berglund LA. Effect of light power density variations on bulk curing properties of dental composites. J Dent 2003;31:189-96.
- 33. Alpöz AR, Ertugrul F, Cogulu D, Ak AT, Tanoglu M, Kaya E. Effects of light curing method and exposure time on mechanical properties of resin based dental materials. Eur J Dent 2008;2:37-42.
- 34. Feng L, Carvalho R, Suh BI. Insufficient cure under the condition of high irradiance and short irradiation time. Dent Mater 2009;25:283-9.
- 35. Vandewalle KS, Ferracane JL, Hilton TJ, Erickson RL, Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. Dent Mater 2004;20:96-106.
- Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. Dent Mater 1985;1:11-4.
- 37. Obici AC, Sinhoreti MAC, Frollini E, Sobrinho LC, Consani S. Degree of conversion and Knoop hardness of Z250 composite using different photo-activation methods. Polym Test 2005;24:814-18.
- 38. Asmussen E, Peutzfeldt A. Temperature rise induced by some light emitting diode and quartz-tungsten-halogen curing units. Eur J Oral Sci 2005;113:96-8.

- 39. Kleverlaan CJ, de Gee AJ. Curing efficiency and heat generation of various resin composites cured with high-intensity halogen lights. Eur J Oral Sci 2004;112:84-8.
- 40. Schneider LF, Consani S, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MA. Halogen and LED light curing of composite: temperature increase and Knoop hardness. Clin Oral Investig 2006;10:66-71.

TABLES

Table 1. Mean values (standard deviation) of hardness (GPa), elastic modulus (GPa)	and
hardness of ratio between bottom and top (B/T) of evaluated resin composite.	_

	LED	Тор	Bottom	B/T (%)
	450 nm	0.73 (0.03) aA	0.44 (0.02) aB	61 (0.03) a
Hardness	468 nm	0.76 (0.04) bA	0.71 (0.01) cB	94 (0.06) c
	490 nm	0.76 (0.02) bA	0.50 (0.03) bB	66 (0.04) b
	450 nm	13.09 (0.37) aA	9.25 (0.39) aB	
Elastic Modulus	468 nm	13.87 (0.58) bA	13.04 (0.42) cB	
	490 nm	13.70 (0.44) bA	10.78 (0.49) bB	

Mean values followed by different lowercase in column and different uppercase in line exhibit significant difference, with a significance level of 5%.

LED	Тор	Bottom		
450 nm	69.40 (6.06) aA	28.91 (0.36) bB		
468 nm	64.40 (6.18) aA	27.04 (3.67) bB		
490 nm	63.33 (2.92) aA	26.96 (1.06) bB		

Table 2. Mean values (standard deviation) of DC (%) of evaluated resin composite.

Mean values followed by different lowercase in column and different uppercase in line exhibit significant difference, with a significance level of 5%.

1	Table 3.	Mean	increase	(standard	deviation)	of temperatur	e
((Celsius	degree	e) of each	LED teste	d.		

LED	Temperature Variation (°C)
450 nm	1,89 (0,27) a
468 nm	1,71 (0,36) a
490 nm	1,87 (0,36) a

Mean values followed by same lowercase do not exhibit significance difference, with a significance level of 5%.

3.ANEXOS

ANEXO 1 – MATERIAL E MÉTODOS

Para a realização deste estudo foi utilizada a resina composta micro-híbrida fotopolimerizável Vênus[®] (Heraeus Kulzer, GmBH, Wehrheim, Alemanha), na cor A3, à base de Bis-GMA e presença da canforoquinona, como fotoiniciador (lote 010125) (Fig.1).



Fig 1. Resina composta Vênus[®] (Heraus Kulzer).

Para a confecção dos espécimes, a resina composta foi inserida em uma matriz metálica de aço cilíndrica bi-partida, com orifício central de 4 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, o auxílio de uma espátula para resina composta (Fig. 2 e 3).



Fig. 2. Matriz metálica de aço cilíndrica bipartida.



Fig. 3. Resina composta sendo inserida na matriz metálica de aço cilíndrica bipartida.

A matriz foi posicionada sobre uma tira de poliéster e uma lâmina de vidro. Após a inserção da resina no interior da matriz, outra tira de poliéster foi acomodada, e sobre essa, foi posicionada mais uma lâmina de vidro para assegurar a espessura desejada e padronizar a distância da ponta do aparelho fotopolimerizador (Fig.4).



Fig. 4. Matriz metálica, tira de poliéster e lâmina de vidro.

A fotopolimerização foi realizada imediatamente após a inserção do material na matriz durante 60 s com aparelhos fotopolimerizadores experimentais do tipo LED de 1^ª geração (MMOptics, São Carlos, SP, Brasil), especialmente desenvolvidos para este estudo (Fig.5), com a irradiância de 350mW/cm². A densidade de energia aplicada foi de 21 J/cm². A calibração do comprimento de onda emitido pelos LEDs foi obtida por meio de um espectrofotômetro USB 4000 (Ocean Optics, Dunedin, EUA) e apresentou os valores de 450 nm (L450), 468 nm (L468) e 490 nm (L490).



Fig. 5. LEDs (MMOptics).

Após a fotopolimerização, os espécimes foram removidos da matriz e marcados na superfície de topo (Fig.6 e 7).



Fig. 6. Espécime (diâmetro).



Fig. 7. Espécime (espessura).

O armazenamento foi feito em recipiente escuro, sob umidade relativa, por 48 horas, a 37 °C. Previamente ao testes de dureza e grau de conversão, os espécimes foram desgastados em ambas as superfícies com lixas de carbeto de silício #1200 em politriz rotatória (Struers A/S, Ballerup, Dinamarca) e polidos com pasta de diamante (Struers A/S, Ballerup, Dinamarca) com granulometrias de 1 μm e 0,25 μm. A seguir, os espécimes foram lavados em água corrente para remoção das partículas resultantes do polimento. Foram confeccionados dez espécimes para cada LED experimental, cinco para nanoindentação e cinco para FTIR. Para as

medidas da variação da temperatura foram confeccionados 30 espécimes para cada LED experimental.

As propriedades mecânicas de dureza e módulo de elasticidade das superfícies de topo e base dos espécimes foram determinadas por meio da técnica de nanoindentação. Vinte e cinco indentações foram realizadas nas superfícies de topo e base de cada espécime com uma ponta de diamante com geometria Berkovich, usando um Nanoindenter XP (MTS System Corporation, Oak Ridge, TN, EUA). Cada indentação teve um único ciclo completo de carregamento e descarregamento com carga máxima aplicada de 400 mN aplicada por 30 segundos. A partir das curvas de carga versus penetração foram calculados os valores de dureza e módulo de elasticidade pelo método de Oliver e Pharr (1992)²².

O GC dos espécimes foi medido por FTIR no modo de reflectância, utilizando um acessório de reflectância total atenuada (ATR) espectrômetro Spectrum One B (Perkin-Elmer, Beaconsfield, Bacon, UK), utilizando 32 varreduras com resolução de 4 cm⁻¹, na faixa de 4000 a 400 cm⁻¹ (Fig.9 e 10).



Fig. 9. Espectrômetro utilizado.



Fig. 10. Acessório utilizado (ATR).

Em seguida, a faixa de 1570 a 1670 cm⁻¹ foi varrida novamente para se obter uma melhor resolução na região de interesse. As análises espectrais foram realizadas utilizando o *software* Spectrum One (Perkin-Elmer, Beaconsfield, Bacon, UK). Os espectros foram adquiridos nas superfícies de topo e de base.

O GC foi determinado por comparação da quantidade relativa das duplas ligações do carbono alifático (1638 cm⁻¹) com as duplas ligações do componente aromático (1609 cm⁻¹) das fases polimerizada e não-polimerizada. O GC foi calculado pela seguinte equação:

$$GC(\%) = \left(1 - \frac{\left[(C = C \ alifático)/(C = C \ aromático)\right] \ do \ polímero}{\left[(C = C \ alifático)/(C = C \ aromático)\right] \ do \ monômero}\right) \times 100$$

O registro da variação da temperatura foi obtido por meio de um termístor conectado a um multímetro de bancada (Minipa, São Paulo, Brasil) a cada 2,5 segundos (Fig.12 e 13).



Fig. 12. Termistor conectado ao multímetro de bancada.



Fig. 13. Termistor conectado ao multímetro de bancada.

A resina composta foi inserida em uma matriz de teflon e após o registro da temperatura inicial do espécime ($20 \,^{\circ}C \pm 0.5 \,^{\circ}C$), a resina foi fotoativada por 60 segundos e a temperatura final do espécime foi registrada. A temperatura inicial foi deduzida da temperatura final, a fim de obter-se a variação de temperatura (Δ T). Todas as medidas foram obtidas em um ambiente com temperatura controlada ($20 \,^{\circ}C \pm 1 \,^{\circ}C$).

Os valores médios de dureza e módulo de elasticidade de topo e base foram submetidos à ANOVA a dois critérios, modelo fatorial completo, e ao teste paramétrico de comparações múltiplas de Games-Howell, considerando variâncias heterogêneas. O nível de significância adotado foi de 5%. A análise estatística foi

realizada utilizando o Programa SPSS 18.0 para Windows (SPSS Inc, Chicago, IL, USA).

Os valores médios do GC de topo e base foram submetidos à ANOVA a dois critérios, modelo fatorial completo, e ao teste paramétrico de comparações múltiplas de Tukey HSD, considerando variâncias homogêneas. O nível de significância adotado foi de 5%.

Os dados da variação da temperatura foram submetidos a ANOVA a um critério com nível de significância adotado de 5%.

ANEXO 2 – REVISÃO DE LITERATURA

21) Torno V, Soares P, Martin JMH, Mazur RF, Souza EM, 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 Par B: Appl Biomater. 2008;85(1):166-71.

Avaliaram os efeitos do comprimento de onda, da irradiância e da emissão termal nas propriedades mecânicas de uma resina composta, fotopolimerizada com diferentes UF do tipo LED. Os LEDs foram divididos em dois grupos (alta e baixa intensidade) e comparados com uma UF de luz halógena. Foi utilizada a resina composta Charisma, na cor A3. Foram confeccionados cinco corpos de prova para cada UF testada, à partir de um molde cilíndrico bipartido de aço-inoxidável, de 2 mm de profundidade e 4 mm de diâmetro. Os corpos de prova foram fotopolimerizados por 40 segundos, em seguida armazenados em recipientes escuros, sob 100% de umidade, por 48 horas. Foram feitas medidas da irradiância e do comprimento de onda das UF. A temperatura gerada pelas UF foi medida utilizando um termopar. Após 48 horas de armazenamento, foram realizadas as medidas de dureza Knoop e Vickers, no topo e na base dos espécimes. Os testes ANOVA a um critério e os testes T-Student e Tukey foram utilizados para a análise da dureza. Quanto à temperatura, a UF de luz halógena apresentou o maior aumento da temperatura, seguido do LED de alta intensidade. A dureza foi maior no topo da superfície comparada à base. Todas as UF testadas com densidade de energia inferior a 16J/cm² resultaram em dureza mais baixa. Foi constatado que as UF com densidades de energia semelhantes apresentaram valores de dureza distintos devido às diferenças na suas emissões espectrais. Concluíram que as propriedades mecânicas são afetadas pelo aquecimento, pela irradiância e pelo comprimento de onda das UF.

22) Gritsch K, Souvannasot S, Schembri C, Farge P, Grosgogeat B. Influence of light energy and power density on the microhardness of two nanohybrid composites. Eur J Oral Sci. 2008;116(1):77-82.

Avaliaram a influência da emissão espectral na polimerização de duas resinas nanohíbridas. E investigaram as melhores combinações de densidades de energia e potência a fim de obter a microdureza mais elevada no topo e na base das superfícies dos corpos de prova. Duas unidades fotoativadoras de LED e uma de luz halógena foram utilizadas. Quatro combinações de densidade de energia e potência foram utilizadas: 8J/cm² e 400mW/cm²; 8J/cm² e 1000mW/cm²; 16J/cm² e 400mW/cm² e 16J/cm² e 1000mW/cm². Foram confeccionados 10 corpos de prova preparados em moldes de teflon de 4mm de largura e 3mm de profundidade para cada combinação de densidade de energia e densidade de potência. Os corpos de porva polimerizados foram aramazenados em água destilada e mantidos a 37 °C por 24 horas. As medidas de microdureza Vickers foram aplicadas no topo e na base dos espécimes. A análise estatística foi realizada com ANOVA e o teste T-Student. Para as duas resinas, a densidade de energia de 16J/cm² foi a que promoveu a maior dureza, tanto no topo, quanto na base das superfícies, independente da densidade de potência.

<u>12) Price RB, Felix CA. Effect of delivering light in specific narrow bandwidths from</u> <u>394 to 515nm on the microhardness of resin composites. Dental Materials.</u> <u>2009;25(7):899-908.</u>

Avaliaram o efeito da exposição de onze resinas compostas à mesma densidade de energia, em comprimentos de onda específicos, a fim de identificar

quais comprimentos de onda eram mais efetivos na polimerização de cada resina. As onze resinas compostas foram fotoativadas em 20 bandas de comprimento de onda de 394 à 515nm. Uma unidade fotopolimerizadora (UF) de plasma de alta potência foi utilizada como fonte de luz. A efetividade dos vários comprimentos de onda foi avaliada através do teste de dureza de Knoop aplicado no topo e na base das superfícies dos corpos de prova. Observaram que a dureza foi maior no topo do que na base, para todos os compósitos testados. Houve uma variabilidade da fotosensibilidade ao comprimento de onda das resinas testadas. Cinco, das onze resinas testadas se beneficiariam de uma UF do tipo LED com dois picos do comprimento de onda ou de uma UF de amplo espectro, emitindo luz com comprimentos de ondas inferiores à 420nm. E que o espectro de emissão de uma UF do tipo LED com um único pico e com um espectro estreito não combinou com a fotosensibilidade ao comprimento de onda de cinco resinas testadas.

24) Hubbezoglu I, Bolayir G, Dogan OM, Dogan A, Ozer A, Bek B. Microhardness evaluation of resin composites polymerized by three different light sources. Dental Materials Journal. 2007;26(6):845-53.

Compararam a dureza de quatro resinas compostas, com diferentes composições, fotopolimerizadas por lâmpada halógena, LED e arco de plasma. Dez espécimes de cada compósito foram fotopolimerizados com cada fonte de luz, pelo tempo recomendado pelos fabricantes. Os espécimes foram obtidos à partir de moldes circulares de teflon de 2mm de altura e 4mm de diâmetro. Os espécimes foram armazenados em água destilada, à 37°C, por 24 horas. Previamente às medidas de microdureza, os espécimes foram polidos usando uma sequência de lixas de carbeto de silício. Foram então submetidos ao teste de microdureza de Vickers. Três indentações foram feitas no topo e na base das superfícies dos

espécimes. Os testes ANOVA a dois critérios e o teste de Tukey foram utilizados para a análise estatística da microdureza entre os grupos. A resina composta Filtek Supreme apresentou os valores mais altos de microdureza. A fonte de plasma apresentou os menores valores de microdureza. A microdureza na base da superfície foi menor comparada ao topo da superfície para todos os materiais curados com as três fontes de luz testadas.

25) Topcu FT, Erdemir U, Sahinkesen G, Yildiz E, Uslan I, Acikel C. Evaluation of microhardness, surface roughness, and wear behavior of different types of resin composites polymerized with two different light sources. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2010 Feb;92(2):470-8.

Avaliaram a microdureza, a rugosidade de superfície e a resistência ao desgaste de resinas compostas nanoparticuladas, microhíbridas e híbridas fotopolimerizadas com UF do tipo LED e de luz halógena. Foram testadas oito resinas compostas, com composições distintas. Para cada material testado, foram confeccionados 10 espécimes cilíndricos com 2mm de altura e 8 mm de diâmetro. Os espécimes foram fotopolimerizados por 40 segundos, marcados no topo da superfície e armazenados em recipiente escuro, em água destilada, à 37 °C, por 7 dias. Antes do teste de microdureza, os espécimes foram polidos usando uma sequência de lixas de carbeto de silício. O teste de microdureza de Vickers foi aplicado no topo e na base da superfície dos espécimes. Foram realizadas três medidas de rugosidade em três locais diferentes no topo da superfície, usando um profilômetro de superfície. Para os testes de desgaste, as irregularidades das superfícies dos espécimes foram observadas através de um microscópio eletrônico de varredura. Os testes ANOVA a um critério e método de correção de Bonferroni

foram utilizados para a análise estatística das variáveis testadas. Concluíram que a resina composta nanoparticulada obteve os maiores valores de dureza, os menores valores de rugosidade de superfície e de desgaste, independente da UF utilizada. A dureza foi influenciada pela composição das resinas e pelo tipo da UF. Os valores da dureza na base da superfície foram mais inferiores que no topo da superfície para todas as resinas testadas. As resinas de partículas maiores apresentaram mais rugosidade de superfície comparadas com as de partículas menores. O desgaste foi menor nas resinas compostas com níveis maiores de partículas de carga.

26) Vandewalle KS, Ferracane JL, Hilton TJ, Erickson RL, Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. Dent Mater. 2004 Jan;20(1):96-106.

Determinaram a extensão mínima de cura necessária para a base de uma restauração de resina composta Z250 que permite o suporte da restauração e que mantem seu selamento marginal sob condições de estresse térmico e mecânico. Foram utilizados molares humanos extraídos, nos quais foram preparadas cavidades classe 2. A resina composta foi inserida incrementalmente ou em um incremento único e fotopolimerizada com várias densidades de energia. As restaurações foram submetidas a 1000 ciclos termais (5–55 °C) e 500.000 ciclos de fadiga de 18 a 25N usando uma esfera de aço inoxidável. A integridade marginal foi analisada através de avaliação visual e microinfiltração. O grau de conversão e o teste de dureza de Knoop foram determinados na superfícies oclusal e gengival. Concluíram que a densidade de energia não teve um efeito significante na microinfiltração, embora, tenha tido um efeito significante nos defeitos gengivais marginais. Não houve um efeito significante do estresse termal e mecânico nos defeitos gengivais marginais ou na microinfiltração. A água teve um efeito significante na resina composta com

um grau de conversão muito baixo na margem gengival, produzindo defeitos que pareceram ser resultado da dissolução da resina.

<u>11) Nomoto R. Effect of light wavelenght on polymerization of light cured resins.</u> Dental Materials Journal. 1997;16(1):60-73.

Investigou a influência do comprimento de onda da luz na polimerização de resinas compostas experimentais. Estas resinas foram expostas a uma faixa estreita de luz, à um número constante de quantuns, utilizando um filtro de banda estreita. Foi calculado o grau de conversão destas resinas. Constatou-se que o comprimento de onda mais eficiente foi 470nm. A absorbância da canforoquinona afetou significantemente a polimerização, especialmente no estágio inicial. Concluiu que a polimerização depende não somente do comprimento de onda da luz, mas também da energia da luz.

<u>1) Aguiar FH, Braceiro A, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light</u> <u>curing modes and light curing time on the microhardness of a hybrid composite resin.</u> The Journal of Contemporary Dental Practice. 2007;8(6):52-9.

Avaliaram a influência do tempo da fotoativação e o modo de polimerização na dureza das superfícies de topo e de base de uma resina composta. Quarenta e cinco espécimes foram preparados a partir da resina composta Z250 em moldes cilíndricos de teflon (4mm de diâmetro e 2mm de espessura). Os espécimes foram divididos em 9 grupos, com cinco espécimes cada. O grupo 1 foi fotopolimerizado com luz halógena (550mW/cm²), por 20 segundos. O grupo 2 foi fotopolimerizado com luz halógena (550mW/cm²), por 40 segundos. O grupo 3 foi fotopolimerizado com luz halógena (550mW/cm²), por 60 segundos. O grupo 4 foi fotopolimerizado por LED (360mW/cm²), por 40 segundos. O grupo 5 foi fotopolimerizado por LED (360mW/cm²), por 80 segundos. O grupo 6 foi fotopolimerizado por LED

(360mW/cm²), por 120 segundos. O grupo 7 foi fotopolimerizado por luz halógena (1160mW/cm²), por 10 segundos. O grupo 8 foi fotopolimerizado por luz halógena (1160mW/cm²), por 20 segundos. O grupo 9 foi fotopolimerizado por luz halógena (1160mW/cm²), por 30 segundos. Após a fotopolimerização, os espécimes foram armazenados em um recipiente escuro, a 37 °C, com umidade relativa de 95% por 24 horas. O teste de dureza de Knoop foi realizado no topo e na base dos espécimes. ANOVA e o teste de Tukey foram utilizados para a realização da análise estatística dos resultados. Os autores concluíram que a fotopolimerização com a luz halógena (550mW/cm²) e com o LED (360mW/cm²) resultou em valores de dureza maiores e foram estatisticamente diferentes da luz halógena de alta intensidade (1160mW/cm²) em quase todas as condições experimentais. Triplicando o tempo de fotoativação no topo da superfície dos espécimes curados com a luz halógena em alta intensidade (1160mW/cm²), triplicando o tempo de fotoativação. Os topos dos espécimes obtiveram maiores valores de dureza comparados as bases.

10) Price RB, Labrie D, Rueggeberg FA, Felix CM. Irradiance differences in the violet (405 nm) and blue (460 nm) spectral ranges among dental light-curing units. J Esthet Restor Dent. 2010 Dec;22(6):363-77.

Examinaram a uniformidade da irradiância através das ponteiras emissoras de unidades fotoativadoras em dois comprimentos de onda, 505 e 460nm. Duas UF de ampla faixa de emissão (hálogena e plasma) e quatro LEDs comerciais foram avaliadas. A potência radiante espectral das seis UF foi medida através de espectroradiômetro laboratorial. As características espectrais da irradiância através das ponteiras emissoras destas UF foram obtidas através de filtros de banda de 10nm (centrados em 405nm [violeta] ou 460nm [azul]) utilizando um feixe de laser

analisador. As distribuições espectrais foram relatadas usando imagens de contorno em duas dimensões e imagens coloridas codificadas isométricas de três dimensões. As três UF do tipo LED emitiram uma distribuição da irradiância não uniforme através de suas ponteiras em dois comprimentos de onda importantes, de 405nm e 460nm. Já a UF de luz halógena e a UF de plasma mostraram nenhuma evidência de distribuição de irradiância não uniforme nestes comprimentos de onda.

<u>19) Emami N, Söderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer</u> conversion in light-cured resin composites. Eur J Oral Sci. 2003;111(6):536-42.

O objetivo desse estudo foi utilizar a espectroscopia Raman para determinar o grau de conversão de duas resinas compostas fotopolimerizadas por níveis diferentes de irradiância da luz em intervalos de tempos diferentes. Os compósitos foram fotoativados com uma UF do tipo LED, com diferentes configurações (200, 450 e 800mW/cm²) durante diferentes intervalos de tempos (5, 10, 20, 40, 60 e 140 segundos). Após a cura, os espécimes foram transferidos para o espectômetro Raman. Concluíram que, enquanto uma resina composta com uma determinada espessura recebe uma quantidade de energia da luz, o mesmo grau de cura é produzido independente da irradiância da luz. Aumentando a espessura do compósito acima de 2mm, mas não excendo 6mm, os níveis de energia excedendo 30J foram necessários para alcançar níveis aceitáveis de grau de conversão das duas resinas compostas analisadas.

27) Chen YC, Ferracane JL, Prahl SA. Quantum yield of conversion of the photoinitiator camphorquinone. Dent Mater. 2007 Jun;23(6):655-64.

Estudaram o rendimento quântico da conversão da canforoquinona de resinas compostas fotopolimerizadas com uma UF de LED e uma de lâmpada halógena com cinco irradiâncias diferentes. Analisaram a relação entre a conversão da canforoquinona e a quantidade da luz absorvida pela canforoquinona. Foram utilizados dois métodos diferentes para medir as alterações de absorção da canforoquinona e o total de fótons absorvidos para avaliar as vantagens e as desvantagens de cada método. Os autores construíram um princípio global de como a medida pode ser feita e detalharam como a conversão do rendimento quântico pode ser calculada. Este método pode ser aplicado para qualquer medida de fotosensibilizador. Ambas UF alcançaram o mesmo limiar de cura e a mesma conversão de rendimento quântico sob irradiâncias diferentes.

28) Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Degree of conversion and temperature increase of a composite resin light cured with an argon laser and blue LED. Laser Physics. 2008;18(12):1570-75.

Avaliaram o grau de conversão e o aumento da temperatura durante a fotoativação com um laser de argônio e um LED com diferentes densidades de potência. Foi utilizada neste estudo a resina composta Z250, na cor A2. Foram confeccionados 40 corpos de prova à partir de um molde metálico de 4mm de diâmetro e 2mm de espessura. Os espécimes foram irradiados por 20 segundos. Após 24 horas, a resina composta foi pulverizada em um pó fino para a análise do grau de conversão através da técnica de FTIR. Para as medidas da temperatura, um termopar foi acoplado a resina composta, a qual foi então fotopolimerizada pelo LED, com 400 mW/cm². O termopar foi conectado a um multímetro digital. ANOVA a dois critérios e o teste de Tukey foram aplicados para testar os efeitos das UF e das densidades de potência no grau de conversão e nas mudanças de temperatura. Concluiu-se que a resina composta Z250 não foi afetada pelas UF. Embora, o grau de conversão tenha sido dependente das diferentes densidades de potência usadas.

Tanto o laser de argônio, quanto o LED tiveram um efeito significante no aumento da temperatura da resina composta analisada.

29) Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB, Ashworth SH. Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LEDs). Dent Mater. 2000 Jan;16(1):41-7.

Compararam a profundidade de cura e a resistência à compressão de uma resina composta de cor A2 e A4 fotopolimerizadas por uma unidade fotopolimerizadora de LED e uma de lâmpada halógena. E caracterizaram a irradiância e o espectro da luz emitida para ambas UF para compará-las entre si. A profundidade de cura foi medida com um penetrômetro em 10 corpos de prova de 4mm de diâmetro e 8mm de profundidade para cada cor da resina. Os testes de compressão foram aplicados após 6 e 72 horas, em 6 espécimes de 4 mm de diâmetro e 6mm de espessura para cada cor, fotopolimerizados por 40 segundos. ANOVA a três critérios e o teste de Tukey foram utilizados na análise estatística. Concluíram que a lâmpada halógena polimerizou os espécimes mais profundamente do que o LED. Quanto à resistência à compressão, não foi encontrada diferença estatística entre as UF. Houve diferenças estatísticas entre os dois tempos de armazenamento dos espécimes e entre as duas cores da resina. O espectro da luz diferiu significantemente entre as duas UF.

<u>30) Ramp LC, Broome JC, Ramp MH. Hardness and wear resistance of two resin</u> <u>composites cured with equivalent radiant exposure from a low irradiance LED and</u> <u>QTH light-curing units. Am J Dent. 2006 Feb;19(1):31-6.</u>

Mediram e compararam o desgaste e a dureza de duas resinas compostas fotopolimerizadas por um LED de baixa irradiância e uma UF de luz halógena na área de máxima absorbância da canforoquinona. Após polimerizados os espécimes foram armazenados por 24 horas, a 37 °C. O teste de microdureza Vickers foi aplicado no topo e na base dos espécimes. O teste de desgaste foi realizado com um aparato de desgaste mecânico. Um profilômetro foi utilizado para quantificar o desgaste localizado da resina. ANOVA e o teste de Tukey foram utilizados para avaliar as diferenças na dureza e no desgaste entre os materiais testados. Não foram encontradas diferenças estatísticas da dureza entre o topo e a base dos espécimes de acordo com o material e o modo de polimerização. A dureza foi afetada pelas resinas testadas, mas não foi afetada pelas UF utilizadas. Não houve diferença quanto ao desgaste entre as UF utilizadas no estudo.

31) Pilo R, Cardash HS. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. Dent Mater. 1992 Sep;8(5):299-304.

Avaliaram a dureza no topo e na base da superfície de diferentes resinas compostas expostas a diferentes tempos de fotoativação. Correlacionaram o aumento da pós-irradiação na dureza e o valor máximo da dureza com a média do tamanho das partículas das resinas. Ainda determinaram a razão da dureza entre a base e o topo da superfície das resinas compostas expostas a diferentes tempos. Os corpos de prova foram obtidos de um molde de 2mm de espessura e 5mm de diâmetro fotoativados por 20 segundos e 40 segundos. Foram confeccionados dois espécimes para cada combinação da resina e o tempo de exposição. O teste de microdureza de Knoop foi aplicado no topo e na base dos espécimes após 30, 60 e 120 minutos e após 1, 2 e 3 dias da exposição. Os espécimes foram armazenados a 37 ℃ e 100% de umidade em recipiente escuro até o momento do teste de dureza. Observaram que a dureza do topo e da base das superfícies aumentou rapidamente na primeira hora. Após 24 horas não houve mais aumento da dureza. Aumentando o

71

tempo de exposição, a dureza foi maior em ambas superfícies testadas. O tempo de exposição teve que ser mais longo que o recomendado pelos fabricantes, especialmente para os compósitos microparticulados, para que alcançasse a razão da dureza entre a base e o topo da superfície de 80-90%. Não encontraram correlação entre a dureza e a média do tamanho das partículas inorgânicas.

32) Lohbauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A, Eliades G. The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage. Dent Mater. 2009 Apr;25(4):514-9.

Avaliaram a conversão de monômero, a contração de polimerização e a temperatura no interior da cavidade de uma resina composta, depois de diferentes procedimentos de pré-aquecimento e intervalos de armazenamento. Discos de dentina humana de 2mm de espessura foram preparados a partir de secções coronais de molares humanos recém-extraídos. Uma cavidade cilíndrica foi realizada no topo do disco enquanto um termopar foi inserido na base do disco. A temperatura intra-cavitária foi monitorada com o termopar. As temperaturas do pré-aquecimento dos compósitos foram selecionadas entre 10 e 68°C. A contração de polimerização foi medida de acordo com os princípios de flutuabilidade de Arquimedes após 5 minutos, nas respectivas temperaturas de pré-aquecimento e após 24 horas de armazenamento. O grau de conversão foi medido no topo e na base das superfícies através da técnica de FTIR. Não houve um aumento significante no grau de conversão imediato e final do compósito pré-aquecido a 68°C comparado a 54 e 39℃. A contração de polimerização em função das temperaturas de préaquecimento exibiu uma correlação linear após 5 minutos, mas não apresentou um comportamento estatisticamente diferente após 24 horas.
33) Emami N, Söderholm KJ, Berglund LA. Effect of light power density variations on bulk curing properties of dental composites. J Dent. 2003 Mar;31(3):189-96.

Investigaram se níveis mais baixos de intensidade de luz diminuem os níveis de estresse da resina composta devido a polimerização. Além de verificar se o grau de conversão da resina e o módulo de elasticidade aumentam se ela fosse fotopolimerizada por uma intensidade de luz mais alta. Foram avaliadas duas resinas compostas comerciais. Os espécimes foram curados com intensidades de luz de 200, 450 and 800 mW/cm² por 140, 60 and 35 s a uma distance of 7 mm. Medidores de tensão foram usados para medir a contração. O DC foi medido no topo e na base dos espécimes (4 mm de espessura) através de espectroscopia de FT-Raman. Os resultados foram submetidos à ANOVA, testes múltiplos de Duncan's e ao t-teste regular. Concluíram que o DC e o módulo de elasticidade das resinas compostas não foram afetados pela baixa intensidade da luz. Porém, a contração diminuiu.

<u>35) Feng L, Carvalho R, Suh BI. Insufficient cure under the condition of high</u> irradiance and short irradiation time. Dent Mater. 2009 Mar;25(3):283-9.

Investigaram se fontes fotopolimerizadoras de alta irradiância tendem a polimerizar insuficientemente resinas compostas. Foram utilizadas luz de plasma de argônio (PAC) e luz halógena com exposições radiantes similares. Porém com diferentes combinações de irradiância e tempo de irradiância. O DC foi medido com espectroscopia FTIR e analisado como uma função da exposição radiante. Os resultados do DC foram analisados com a ANOVA a um critério e ao teste de Fisher. O PAC resultou em um DC inferior. Unidades fotopolimerizadoras de alta irradiância tendem a subpolimerizar os compósitos quando um tempo muito curto é utilizado.

17) Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. J Dent Res. 2005;84(7):659-62.

Determinaram o grau de conversão, a resistência flexural e o módulo flexural de uma resina composta fotopolimerizada com diferentes densidades de energia e com diferentes combinações de densidade de potência e tempo de exposição. A resina composta foi fotoativada por uma unidade fotoativadora de luz halógena com seis possíveis densidades de potência (50, 100, 200, 400, 800 e 1000mW/cm²). Para cada densidade de potência, o tempo de exposição variou de tal forma que fossem obtidas três diferentes densidades de energia (4, 8 e 16J/cm²). O grau de conversão foi obtido pela técnica de FTIR após uma semana de armazenamento dos filmes a 37 ℃. O grau de conversão, a resistência flexural e o módulo flexural aumentaram com as densidades de energia aumentadas. Para cada densidade de energia, o grau de conversão diminuiu, aumentando-se a densidade de potência. A resistência flexural e o módulo flexural obtiveram o valor máximo com densidada de potência intermediária.

34) Alpöz AR, Ertugrul F, Cogulu D, Ak AT, Tanoglu M, Kaya E. Effects of light curing method and exposure time on mechanical properties of resin based dental materials. Eur J Dent. 2008 Jan;2(1):37-42.

Avaliaram a microdureza e a resistência à compressão de uma resina composta, um compômero e um ionômero de vidro modificado por resina polimerizados com unidades fotoativadoras de LED e de luz halógena. Foram confeccionados 60 corpos de prova de 5mm de diâmetro e 2mm de espessura para cada material testado. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em 9 subgrupos de acordo com a UF e o tempo de exposição. Os espécimes foram armazenados em um recipiente escura, com água destilada, a 37℃, por 7 dias. As

medidas de microdureza de Vickers foram obtidas no topo dos ESPÉCIME. Os testes de compressão foram aplicados sob uma velocidade constante de 0.5mm/min com uma máquina de teste mecânico. Os resultados foram analizados estatisticamente pela ANOVA a dois critérios e teste de Tukey. O tempo de exposição de 40 segundos com o LED de baixa intensidade foi similar ou mais eficiente que a UF de luz halógena de alta intensidade para as variáveis testadas. O LED aplicado por 20 segundos foi menos eficiente do que 40 segundos.

2) Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato, VS. Effect of power densities and irradiation times on the degree of conversion and temperature increase of a microhybrid dental composite resin. Laser Physics. 2008:18(9):1074-79.

Investigaram o grau de conversão e o aumento da temperatura durante a fotoativação de uma resina composta com uma unidade fotoativadora de LED de última geração com diferentes densidades de potência e diferentes tempos de exposição. As densidades de potência variaram de 50 a 1000mW/cm². Para a análise do grau de conversão, através da técnica de FTIR, os corpos de prova foram fotopolimerizados por 5, 10 e 20 segundos. A variação da temperatura foi obtida com um termopar conectado a um multímetro digital. ANOVA a dois critérios e o teste de Tukey foram utilizados para a análise estatística dos dados obtidos. Os resultados mostraram que o grau de conversão foi influenciado significantemente pelas densidades de potência e com 20 segundos de tempo de exposição gerou um grau de conversão superior. O maior aumento da temperatura ocorreu com o tempo de 20 segundos de irradiação e com densidades de potência mais altas.

<u>37) Obici AC, Sinhoreti MAC, Frollini E, Sobrinho LC, Consani S. Degree of</u> <u>conversion and knoop hardness of Z250 composite using different photo-activation</u> <u>methods. Polymer Testing. 2005;24:814-18.</u>

Avaliaram a dureza Knoop e o grau de conversão através da técnica de FTIR da resina composta Z250 utilizando sete métodos de fotoativação: luz contínua (800mW/cm² – 40 segundos); luz exponencial (0-800mW/cm² – 40 segundos); luz intermitente (2 segundo - 600mW/cm²; 2 segundos sem luz – 80 segundos); luz gradual (10 segundos - 150mW/cm²; 30 segundos - 650mW/cm²); plasma (1320mW/cm² – 3 segundos); LED 1 (100mW/cm² – 40 segundos); LED 2 (350mW/cm² – 40 segundos). Os autores concluíram que não houve diferença estatisticamente significante entre os diferentes modos de fotoativação. A dureza mais superior foi obtida com a luz contínua, seguida da luz gradual, exponencial e LED 2. Para a luz intermitente, não houve diferença comparada a gradual, exponencial, LED 2 e plasma. A dureza obtida com o plasma foi inferior que a luz gradual e exponencial. O LED 1 obteve a dureza estatisticamente mais baixa comparada aos outros métodos.

<u>36) Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during</u> the setting reaction of unfilled dental restorative resins. Dent Mater. 1985 Feb;1(1):11-4.

O autor realizou este estudo com o objetivo de determinar a natureza da correlação entre a dureza Knoop e o grau de conversão de resinas compostas. O grau de conversão foi obtido através da técnica de FTIR. Para as resinas testadas, o aumento da dureza correlacionou bem com o aumento do grau de conversão. Porém, ressaltou que um valor absoluto de dureza não pode ser usado para predizer um valor absoluto para o grau de conversão. E que a dureza de uma resina

composta é muito mais dependente da densidade das ligações cruzadas e da qualidade da cadeia polimérica que se forma durante a reação de polimerização, o que não é equivalente à conversão do material.

<u>13) Atai M, Motevasselian F. Temperature rise and degree of photopolymerization</u> <u>conversion of nanocomposites and conventional dental composites. Clin Oral</u> <u>Investig. 2009 Sep;13(3):309-16.</u>

Conduziram este estudo para comparar o aumento da temperatura e o grau de polimerização entre uma unidade fotopolimerizadora de luz halógena e uma de LED. A variação da temperatura durante a fotopolimerização de duas resinas comerciais (uma híbrida e uma nanoparticulada) foi medida com um termopar e um termômetro digital. Foram utilizadas uma unidade fotopolimerizadora de luz halógena de alta intensidade, uma de luz halógena de baixa intensidade e uma UF de LED. O grau de conversão dos corpos de prova foi medido através da técnica de FTIR. Os resultados foram analizados e comparados utilizando os testes de ANOVA a um critério e o teste de Tukey. Chegaram a conclusão que o tipo da resina composta influenciou no aumento da temperatura e que o grau de conversão da resina nanoparticulada foi o de menor valor.

20) Silva EM, Poskus LT, Guimarães JG, Barcellos AAL, Fellows CE. Influence of light polymerization modes on degree of conversion and crosslink density of dental composites. J Mater Sci: Mater Med. 2008;19(3):1027-32.

Investigaram a influência do modo de polimerização da luz no grau de conversão e na densidade de ligações cruzadas de duas resinas compostas com a mesma matriz polimérica e diferentes tipos de partículas. Os corpos de prova foram fotoativados com uma UF de luz halógena. Dois modos de polimerização foram utilizados: Convencional - 850mW/cm² por 20 s (17 J/cm²) e Gradual – 50 a 1000

mW/cm² por 10s + 1000 mW/cm² por 10 s (≈15.5 J/cm²). O grau de conversão foi obtido pela técnica de Raman e a densidade das ligações cruzadas foi avaliada pela microdureza de Knoop medida no topo e na base dos corpos de prova. Os dados foram analisados pela ANOVA e o teste de Student–Newman–Keuls. Concluíram que o modo Gradual apresentou o menor grau de conversão. As duas resinas apresentaram o mesmo efeito plastificante no topo da superfície.

<u>38) Asmussen E, Peutzfeldt A. Temperature rise induced by some light emitting</u> <u>diode and quartz-tungsten-halogen curing units. Eur J Oral Sci. 2005 Feb;113(1):96-</u> 8.

Mediram o aumento da temperatura induzida por unidades fotoativadoras de LED e de luz halógena. E relacionaram o aumento da temperatura às densidades de potência das UF. Para registrar o aumento da temperatura, um termopar foi inserido no centro do espécime. A densidade de potência das UF foi medida com um radiômetro. Para as UF de LED, a temperatura aumentou com o aumento da densidade de potência. Duas UF de luz halógena tiveram a temperatura aumentada mais que os LEDs de mesma densidade de potência.

39) Kleverlaan CJ, de Gee AJ. Curing efficiency and heat generation of various resin composites cured with high-intensity halogen lights. Eur J Oral Sci. 2004 Feb;112(1):84-8.

Avaliaram a eficiência de cura e a emissão de calor de duas lâmpadas halógenas de alta intensidade (1100mW/cm² e 1000mW/cm²) na fotopolimerização de três resinas compostas. A eficiência de cura foi avaliada pela dureza de Vickers a por medidas da profundidade de cura. A emissão de calor foi medida através de um termopar. Não foi encontradas diferenças estatísticas quanto a eficiência de cura

entre as duas lâmpadas para as três resinas avaliadas. O aumento da temperatura nos compósitos durante a cura foi entre $11,2^{\circ}$ e $16,2^{\circ}$.

<u>40) Schneider LF, Consani S, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MA. Halogen</u> and LED light curing of composite: temperature increase and Knoop hardness. Clin Oral Investig. 2006 Mar;10(1):66-71.

Investigaram o aumento da temperatura e a dureza Knoop do compósito Z250 que foi fotoativado pelo tempo recomendado pelo fabricante e mantendo a densidade de energia constante entre as unidades fotoativadoras. As UF utilizadas foram uma de lâmpada halógena e duas do tipo LED. O aumento da temperatura foi obtido usando um termopar conectado a um termômetro digital. O teste de dureza de Knoop foi aplicado 24 após o armazenamento dos corpos de prova em recipiente escuro, em temperatura ambiente. As leituras foram realizadas no topo, no centro e na base dos espécimes. A análise estatística dos resultados foi realizada com ANOVA a dois critérios e o teste de Tukey. Quando a fotoativação foi realizada pelo tempo recomendado pelo fabricante, a UF de luz halógena produziu a temperatura mais elevada comparada as UF de LEDs. O LED Freelight obteve a menor dureza comparado ao LED UltraBlue e a luz halógena. A padronização da densidade de energia resultou em maior temperatura produzida pelos dois LEDs comparados a luz halógena. Porém, a dureza não teve diferença estatística entre as UF com a densidade de energia padronizada.



Gráfico 1. Valores médios da dureza (GPa) da resina composta avaliada.



Gráfico 2. Valores médios da razão da dureza entre B/T (%) da resina composta avaliada.



Gráfico 3. Valores médios do módulo de elasticidade (GPa) da resina composta avaliada.



Gráfico 4. Valores médios do grau de conversão (%) da resina composta avaliada.



Gráfico 5. Aumento médio da temperatura (graus Celsius) de cada LED experimental.

ANEXO 4 – ESTATÍSTICA

Dureza e Módulo de Elasticidade

Descriptives

Variável	Protótipo	N	Média	Desvio Padrão	Erro Padrão I.C. 95% para a Média			Minimum	Maximum
						L.I.	L.S.		
Dureza (GPa)	Protótipo 1	250	0.590	0.144	0.009	0.572	0.608	0.329	0.791
	Protótipo 2	250	0.742	0.041	0.003	0.736	0.747	0.658	0.840
	Protótipo 3	249	0.638	0.134	0.008	0.622	0.655	0.438	0.828
Módulo de elasticidade (GPa)	Protótipo 1	250	11.173	1.964	0.124	10.928	11.418	7.696	14.070
	Protótipo 2	250	13.458	0.657	0.042	13.376	13.539	12.328	15.118
	Protótipo 3	249	12.239	1.532	0.097	12.048	12.430	9.423	15.255

Test of Homogeneity of Variances				
	Levene Statistic	df1	df2	Valor p
Dureza (GPa)	1178.380486	2	746	0.00000
Módulo de elasticidade (GPa)	744.1930783	2	746	0.00000

Valor p < 0,05 indica que as variâncias são heterogêneas segundo Protótipo

Descriptives									
Variável	Local	N	Média	Desvio Padrão	Erro Padrão	I.C. 95% para	a Média	Minimum	Maximum
						L.I.	L.S.		
Dureza (GPa)	Торо	374	0.754	0.039	0.002	0.751	0.758	0.658	0.840
	Base	375	0.559	0.119	0.006	0.547	0.571	0.329	0.761
Módulo de elasticidade (GPa)	Торо	374	13.555	0.580	0.030	13.496	13.614	12.482	15.255
	Base	375	11.028	1.620	0.084	10.864	11.193	7.696	14.770

Test of Homogeneity of Variances				
	Levene Statistic	df1	df2	Valor p
Dureza (GPa)	713.7710798	1	747	0.00000
Módulo de elasticidade (GPa)	419.8014109	1	747	0.00000
	tratef to a state of a			

Valor p < 0,05 indica que as variâncias são heterogêneas segundo Local

Descriptives									
Variável	Protótipo x Local	N	Média	Desvio Padrão	Erro Padrão	I.C. 95% para a	a Média	Minimum	Maximum
						L.I.	L.S.		
Dureza (GPa)	Protótipo 1 Topo - 452 nm	125	0.731	0.031	0.003	0.725	0.736	0.681	0.791
	Protótipo 1 Base - 452 nm	125	0.448	0.025	0.002	0.444	0.453	0.329	0.506
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	125	0.764	0.045	0.004	0.756	0.772	0.658	0.840
	Protótipo 2 Base - 465 nm	125	0.719	0.018	0.002	0.716	0.723	0.665	0.761
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	124	0.769	0.026	0.002	0.764	0.774	0.706	0.828
	Protótipo 3 Base - 490 nm	125	0.509	0.033	0.003	0.503	0.514	0.438	0.589
Módulo de elasticidade (GPa)	Protótipo 1 Topo - 452 nm	125	13.096	0.371	0.033	13.030	13.161	12.482	14.070
	Protótipo 1 Base - 452 nm	125	9.251	0.392	0.035	9.181	9.320	7.696	10.258
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	125	13.870	0.587	0.052	13.766	13.974	12.511	15.118
	Protótipo 2 Base - 465 nm	125	13.045	0.422	0.038	12.970	13.120	12.328	14.770
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	124	13.701	0.444	0.040	13.622	13.780	12.737	15.255
	Protótipo 3 Base - 490 nm	125	10.789	0.490	0.044	10.702	10.875	9.423	12.011

Test of Homogeneity of Variances				
	Levene Statistic	df1	df2	Valor p
Dureza (GPa)	33.16117068	5	743	0.00000
Módulo de elasticidade (GPa)	10.08296421	5	743	0.00000

Valor p < 0,05 indica que as variâncias são heterogêneas segundo Protótipo x Local

Tests of Between-Subjects Effects							
Dependent Variable: Dureza (GPa)							
Source	Soma de Quadrados	df	Quadrado Médio	F	Valor p	Observed Powe	r(a)
Protótipo	3.004177792	2	1.502088896	1563.134272	0.00000	1.00000	22.22
Local	7.176205299	1	7.176205299	7467.84859	0.00000	1.00000	
Protótipo * Local	2.165305217	2	1.082652609	1126.651959	0.00000	1.00000	
Error	0.713983482	743	0.000960947				
Corrected Total	13.05967179	748	B				

Valor p < 0,05 indica diferença estatisticamente significante entre Protótipo, independente de Local

Valor p < 0,05 indica diferença estatisticamente significante entre Local, independente de Protótipo

Valor p < 0,05 indica que existe interação entre Protótipo e Local, ou seja, os protótipos não se comportaram de forma similar para cada local

Multiple Comparisons						
Dependent Variable: Dureza (GPa)						
Games-Howell						
(I) Protótipo	(J) Protótipo	Média das Diferenças (I-J)	Erro Padrão	Valor p	95% Confidence Interval	
					L.I.	L.S.
Protótipo 1	Protótipo 2	-0.1519	0.0095	0.00000	-0.1743	-0.1295
	Protótipo 3	-0.0486	0.0125	0.00032	-0.0779	-0.0193
Protótipo 2	Protótipo 1	0.1519	0.0095	0.00000	0.1295	0.1743
	Protótipo 3	0.1033	0.0089	0.00000	0.0824	0.1242
Protótipo 3	Protótipo 1	0.0486	0.0125	0.00032	0.0193	0.0779
	Protótipo 2	-0.1033	0.0089	0.00000	-0.1242	-0.0824

Valor p < 0,05 indica diferença estatisticamente significante entre Protótipo, independente de Local





Multiple Comparisons						
Dependent Variable: Dureza (GPa)						
Games-Howell						
		Média das				
(I) Protótipo x Local	(J) Protótipo x Local	Diferenças (I-J)	Erro Padrão	Valor p	95% Confidenc	e Interval
					L.I.	L.S.
Protótipo 1 Topo - 452 nm	Protótipo 1 Base - 452 nm	0.2826	0.0036	0.00000	0.2724	0.2928
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-0.0328	0.0049	0.00000	-0.0469	-0.0186
	Protótipo 2 Base - 465 nm	0.0115	0.0033	0.00631	0.0022	0.0209
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-0.0380	0.0037	0.00000	-0.0485	-0.0275
	Protótipo 3 Base - 490 nm	0.2224	0.0041	0.00000	0.2107	0.2341
Protótipo 1 Base - 452 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-0.2826	0.0036	0.00000	-0.2928	-0.2724
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-0.3154	0.0046	0.00000	-0.3286	-0.3021
	Protótipo 2 Base - 465 nm	-0.2711	0.0027	0.00000	-0.2790	-0.2632
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-0.3206	0.0032	0.00000	-0.3299	-0.3114
	Protótipo 3 Base - 490 nm	-0.0602	0.0037	0.00000	-0.0708	-0.0497
Protótipo 2 Topo - 465 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	0.0328	0.0049	0.00000	0.0186	0.0469
	Protótipo 1 Base - 452 nm	0.3154	0.0046	0.00000	0.3021	0.3286
	Protótipo 2 Base - 465 nm	0.0443	0.0044	0.00000	0.0317	0.0569
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-0.0053	0.0047	0.87221	-0.0188	0.0082
	Protótipo 3 Base - 490 nm	0.2551	0.0050	0.00000	0.2407	0.2696
Protótipo 2 Base - 465 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-0.0115	0.0033	0.00631	-0.0209	-0.0022
	Protótipo 1 Base - 452 nm	0.2711	0.0027	0.00000	0.2632	0.2790
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-0.0443	0.0044	0.00000	-0.0569	-0.0317
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-0.0496	0.0029	0.00000	-0.0578	-0.0413
	Protótipo 3 Base - 490 nm	0.2108	0.0034	0.00000	0.2011	0.2206
Protótipo 3 Topo - 490 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	0.0380	0.0037	0.00000	0.0275	0.0485
	Protótipo 1 Base - 452 nm	0.3206	0.0032	0.00000	0.3114	0.3299
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	0.0053	0.0047	0.87221	-0.0082	0.0188
	Protótipo 2 Base - 465 nm	0.0496	0.0029	0.00000	0.0413	0.0578
	Protótipo 3 Base - 490 nm	0.2604	0.0038	0.00000	0.2495	0.2713
Protótipo 3 Base - 490 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-0.2224	0.0041	0.00000	-0.2341	-0.2107
	Protótipo 1 Base - 452 nm	0.0602	0.0037	0.00000	0.0497	0.0708
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-0.2551	0.0050	0.00000	-0.2696	-0.2407
	Protótipo 2 Base - 465 nm	-0.2108	0.0034	0.00000	-0.2206	-0.2011
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-0.2604	0.0038	0.00000	-0.2713	-0.2495

Valor p < 0,05 indica que existe diferença estatisticamente significante entre Protótipo e Local simultaneamente



Observe no gráfico a presença de interação entre Protótipo e Local, uma vez que para o protótipo 2, a dureza média da base é menor que a de Topo, porém para o Protótipo 1 e 3 a diferença é muito mais acentuada

Tests of Between-Subjects Effects						
Dependent Variable: Módulo de elas	ticidade (GPa)					
Source	Soma de Quadrados	df	Quadrado Médio	F	Valor p	Observed Power(a)
Protótipo	653.2057095	2	326.6028547	1564.74532	0.00000	1.00000
Local	1195.988955	1	1195.988955	5729.950282	0.00000	1.00000
Protótipo * Local	298.9174648	2	149.4587324	716.0526878	0.00000	1.00000
Error	155.083334	743	0.208725887			
Corrected Total	2303.195463	748				

Valor p < 0,05 indica diferença estatisticamente significante entre Protótipo, independente de Local

Valor p < 0,05 indica diferença estatisticamente significante entre Local, independente de Protótipo Valor p < 0,05 indica que existe interação entre Protótipo e Local, ou seja, os protótipos não se comportaram de forma similar p

Multiple Comparisons						
Dependent Variable: Módulo	de elasticidade (GPa)					
Games-Howell						
(I) Protótipo	(J) Protótipo	Média das Diferenças (I-J)	Erro Padrão	Valor p	95% Confidenc	e Interval
					L.I.	L.S.
Protótipo 1	Protótipo 2	-2.2845	0.1310	0.00000	-2.5929	-1.9761
	Protótipo 3	-1.0658	0.1576	0.00000	-1.4364	-0.6952
Protótipo 2	Protótipo 1	2.2845	0.1310	0.00000	1.9761	2.5929
	Protótipo 3	1.2187	0.1056	0.00000	0.9702	1.4673
Protótipo 3	Protótipo 1	1.0658	0.1576	0.00000	0.6952	1.4364
	Protótipo 2	-1.2187	0.1056	0.00000	-1.4673	-0.9702

Valor p < 0,05 indica diferença estatisticamente significante entre Protótipo, independente de Local





Multiple Comparisons						
Dependent Variable: Módulo de	elasticidade (GPa)					
Games-Howell	120					
(I) Protótipo x Local	(J) Protótipo x Local	Média das Diferenças (I-J)	Erro Padrão	Valor p	95% Confidence	e Interval
					L.I.	L.S.
Protótipo 1 Topo - 452 nm	Protótipo 1 Base - 452 nm	3.8450	0.0483	0.00000	3.7063	3.9838
and the second second second	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-0.7744	0.0621	0.00000	-0.9530	-0.5957
	Protótipo 2 Base - 465 nm	0.0504	0.0503	0.91723	-0.0941	0.1949
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-0.6052	0.0519	0.00000	-0.7543	-0.4560
	Protótipo 3 Base - 490 nm	2.3069	0.0550	0.00000	2.1489	2.4650
Protótipo 1 Base - 452 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-3.8450	0.0483	0.00000	-3.9838	-3.7063
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-4.6194	0.0631	0.00000	-4.8009	-4.4379
	Protótipo 2 Base - 465 nm	-3.7947	0.0516	0.00000	-3.9428	-3.6466
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-4.4502	0.0531	0.00000	-4.6028	-4.2976
	Protótipo 3 Base - 490 nm	-1.5381	0.0562	0.00000	-1.6995	-1.3767
Protótipo 2 Topo - 465 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	0.7744	0.0621	0.00000	0.5957	0.9530
	Protótipo 1 Base - 452 nm	4.6194	0.0631	0.00000	4.4379	4.8009
	Protótipo 2 Base - 465 nm	0.8247	0.0647	0.00000	0.6388	1.0106
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	0.1692	0.0659	0.10996	-0.0203	0.3587
	Protótipo 3 Base - 490 nm	3.0813	0.0684	0.00000	2.8848	3.2778
Protótipo 2 Base - 465 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-0.0504	0.0503	0.91723	-0.1949	0.0941
	Protótipo 1 Base - 452 nm	3.7947	0.0516	0.00000	3.6466	3.9428
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-0.8247	0.0647	0.00000	-1.0106	-0.6388
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-0.6555	0.0550	0.00000	-0.8134	-0.4977
	Protótipo 3 Base - 490 nm	2.2566	0.0579	0.00000	2.0903	2.4228
Protótipo 3 Topo - 490 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	0.6052	0.0519	0.00000	0.4560	0.7543
	Protótipo 1 Base - 452 nm	4.4502	0.0531	0.00000	4.2976	4.6028
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-0.1692	0.0659	0.10996	-0.3587	0.0203
	Protótipo 2 Base - 465 nm	0.6555	0.0550	0.00000	0.4977	0.8134
	Protótipo 3 Base - 490 nm	2.9121	0.0593	0.00000	2.7418	3.0824
Protótipo 3 Base - 490 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-2.3069	0.0550	0.00000	-2.4650	-2.1489
	Protótipo 1 Base - 452 nm	1.5381	0.0562	0.00000	1.3767	1.6995
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-3.0813	0.0684	0.00000	-3.2778	-2.8848
	Protótipo 2 Base - 465 nm	-2.2566	0.0579	0.00000	-2.4228	-2.0903
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-2.9121	0.0593	0.00000	-3.0824	-2.7418

Valor p < 0,05 indica que existe diferença estatisticamente significante entre Protótipo e Local simultaneamente



Da mesma forma com relação à variável Dureza, observe no gráfico a presença de interação entre Protótipo e Local, uma vez que para o proto o módulo de elasticidade média da base é menor que a de Topo, porém para o Protótipo 1 e 3 a diferença é muito mais acentuada

Correlations							
		Dureza (GPa)	Módulo de elasticidade				
Dureza (GPa)	Pearson Correlation	1	0.977360573				
	Sig. (2-tailed)		0.00000				
	N	749	749				
Módulo de elasticidade (GPa)	Pearson Correlation	0.977360573	1				
	Sig. (2-tailed)	0.00000					
	N	749	749				
**	Correlation is significant at the 0.01 level (2-tailed).						

Interpretação		
Valor p < 0,05 existe correla	ção estatisticamente diferente de zero	o entre as duas variáveis
0,0 0,3	Fraca	
0,3 0,6	Regular	
0,6 0,9	Forte	
0,9 1,0	Muito forte	

Bioestatística: Princípios e aplicações - Sídia Callegari-Jacques. Artmed. 2003. 256 p.



Razão Dureza Base e Topo

Test of Homogeneity of Va	riance - Razão Base e Topo da Dure	za				
	Levene Statistic	df1		df2	Valor p	V
Based on Mean	33.26205566		2	371		0.00000
Velas a c 0.05 indian euro	·····	la Daskália a				

Valor p < 0,05 indica que as variâncias são Heterogêneas segundo Protótipo

Descriptives								
Razão Base e Topo da Dureza								
	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence	ce Interval for Me	Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
Protótipo 1- 452 nm	125	0.614	0.033	0.003	0.608	0.620	0.463	0.675
Protótipo 2- 465 nm	125	0.945	0.061	0.005	0.934	0.956	0.797	1.106
Protótipo 3- 490 nm	124	0.662	0.042	0.004	0.654	0.669	0.553	0.759

Tests of Between-Subjects Effects							
Dependent Variable: Razão Base e	Topo da Dureza						
Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Valor p	Observed Powe	r(a)
Protótipo	8.009771123	2	4.004885561	1844.785722	0.00000	1.00000	
Error	0.805411992	371	0.002170922				
Corrected Total	8.815183115	373					

Valor p < 0,05 indica que existe diferença estatisticamente significante nos Valores médios da Razão Base e Topo da Dureza segundo Protótipo

Multiple Comparisons						
Dependent Variable: Razão B	ase e Topo da Dureza					
Games-Howell						
(I) Protótipo	(J) Protótipo	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Valor p	95% Confidence	e Interval
					Lower Bound	Upper Bound
Protótipo 1- 452 nm	Protótipo 2- 465 nm	-0.331376	0.006167605	0.00000	-0.345945055	-0.316806945
	Protótipo 3- 490 nm	-0.04807129	0.00476506	0.00000	-0.059311242	-0.036831338
Protótipo 2- 465 nm	Protótipo 1- 452 nm	0.331376	0.006167605	0.00000	0.316806945	0.345945055
	Protótipo 3- 490 nm	0.28330471	0.006605434	0.00000	0.267718149	0.29889127
Protótipo 3- 490 nm	Protótipo 1- 452 nm	0.04807129	0.00476506	0.00000	0.036831338	0.059311242
	Protótipo 2- 465 nm	-0.28330471	0.006605434	0.00000	-0.29889127	-0.267718149

Valor p < 0,05 indica que existe diferença estatisticamente significante nos Valores médios da Razão Base e Topo da Dureza segundo Protótipo



Grau de Conversão

Teste de Normalidade - Grau	de Conversão (%)											
Protétino y Local	Kalmagaray Sa	airpov(a)					Shanira Wil	k				
Prototipo x Local	Statistic	iinov(a)	df		Valor n		Statistic	ĸ	df		Vala	
Destático 1 Tana 152 am	Statistic	000000057	ai	valor p		Statistic 0.02200	0040	ai		valo	0 1490	
Prototipo 1 Topo - 452 mm		2404000007			5 0.2000		0.03302	0212		-	2	0.1400
Prototipo 1 Base - 452 nm	l	1.316429239			5 0.1137		0.81955	6349			0	0.1159
Prototipo 2 Topo - 465 nm	(206384971		ţ	5 0.2000		0.94042	8857			0	0.6690
Protótipo 2 Base - 465 nm	(.237878555		5	5 0.2000		0.96027	8915		-	5	0.8099
Protótipo 3 Topo - 490 nm	(.190758652		5	5	0.2000	0.929234	4108		1	5	0.5912
Protótipo 3 Base - 490 nm	(.282602262		5	5	0.2000	0.930104	4548			5	0.5971
Valor p > 0,05 indica distribui	ção normal da variável C	Grau de Conv	ersão ('	%) em todos os t	tratamento	S						
Test of Homogeneity of Va	riance											
				Levene Statisti	с	df1		df2		1	Valor	р
Grau de Conversão (%)	Based on	Mean		1.7	13867678		5			24	0.16	9761526
Valor p > 0,05 indica que a	as variâncias são hom	nogêneas s	egundo	Protótipo x Lo	cal							
Descriptives												
Grau de Conversão (%)												
	N	Mear	1	Std Deviation	Std Error	Confi	dence Interval fo	or Mea	n	Min	imum	Maximum
				ota: Donation	oto. Enoi	Lowe	r Bound	Upp	per Bound			
Protótipo 1	10		49.162	21.722	6.8	69	33.62	3	64.701		28.570	74.230
Protótipo 2	10		45.723	20.267	6.4	09	31.22	25	60.221		22.040	72.860
Protótipo 3	10		45.150	19.332	6.1	13	31.32	1	58.979		24.050	67.740
Descriptions												
Grau de Cenverção (%)												
	N	Mear	1	Std Deviation	Std Error	Confi	dence Interval fo	or Mea	n	Min	imum	Maximum
	in the second se	incui		ord. Deviation	ota. Entit	Lowe	r Bound	Upr	per Bound			Maximann
Торо	15		65,715	5,600	1.4	46	62.61	4	68.816		58.020	74,230
Base	15		27.641	2.530	0.6	53	26.24	0	29.042		22.040	31.600
Descriptives												
Grau de Conversão (%)	N	Mear	1	Std. Deviation	Std. Error	Confi	dence Interval fo	or Mea	n	Min	imum	Maximum
						Low	er Bound	Up	per Bound			
Prototipo 1 Topo - 452 nm	5		69.408	6.061	2.7	11	61.88	2	/6.934		59.220	/4.230
Prototipo 1 Base - 452 nm	5		28.916	0.360	0.1	61	28.46	9	29.363		28.570	29.340
Prototipo 2 Base 465 nm	5		27 042	0.101	2.7	45	56.73	1	31 610		22 040	31 600
Protótino 3 Topo - 490 nm	5		63 334	2 922	1.0	43	59.70	4	66 962		60 / 30	67 740
Protótipo 3 Base - 490 nm	5		26.966	2.384	1.0	66	24.00	16	29.926		24.050	30.660
Tests of Batween-Subjects Effects												
Dependent Variable: Grau de Conver	rsão (%)											
Source	Type III Sum of Squares	df		Mean Square F		Siq.		Obs	served Powe	er(a)		
Protótipo	94.1706		2	47.08532333	2.7474968	344	0.0842	25	0.49055			
Local	10872.22107		3	1 10872.22107	634.4098	536	0.0000	0	1.00000			
Protótipo * Local	23.16026		2	2 11.58013	0.6757173	365	0.5182	21	0.15021			
Error	411.30084		24	17.137535								
Corrected Total	11 400.8528		29	9								
Valor p > 0,05 indica que não existe	diferença estatisticamente s	ignificante na p	ercentage	em média do Grau de	e Conversão	segundo	Protótipo					

Valor p > 0,05 indica que não existe diferença estatisticamente significante na percentagem india do Grad de Conversão segundo Prototipo Valor p < 0,05 indica que não existe diferença estatisticamente significante na percentagem média do Grad de Conversão segundo Local Valor p > 0,05 indica que não existe diferença estatisticamente significante na interação entre Protótipo e Local



Multiple Comparisons						
Dependent Variable: Grau de Co	onversão (%)					
Tukey HSD						
(I) Protótipo x Local	(J) Protótipo x Local	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Valor p	95% Confidence Interva	1
					Lower Bound	Upper Bound
Protótipo 1 Topo - 452 nm	Protótipo 1 Base - 452 nm	40.492	2.618208166	0.00000	32.39668057	48.58731943
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	5.004	2.618208166	0.41978	-3.091319432	13.09931943
	Protótipo 2 Base - 465 nm	42.366	2.618208166	0.00000	34.27068057	50.46131943
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	6.074	2.618208166	0.22495	-2.021319432	14.16931943
	Protótipo 3 Base - 490 nm	42.442	2.618208166	0.00000	34.34668057	50.53731943
Protótipo 1 Base - 452 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-40.492	2.618208166	0.00000	-48.58731943	-32.39668057
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-35.488	2.618208166	0.00000	-43.58331943	-27.39268057
	Protótipo 2 Base - 465 nm	1.874	2.618208166	0.97812	-6.221319432	9.969319432
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-34.418	2.618208166	0.00000	-42.51331943	-26.32268057
	Protótipo 3 Base - 490 nm	1.95	2.618208166	0.97401	-6.145319432	10.04531943
Protótipo 2 Topo - 465 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-5.004	2.618208166	0.41978	-13.09931943	3.091319432
	Protótipo 1 Base - 452 nm	35.488	2.618208166	0.00000	27.39268057	43.58331943
	Protótipo 2 Base - 465 nm	37.362	2.618208166	0.00000	29.26668057	45.45731943
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	1.07	2.618208166	0.99834	-7.025319432	9.165319432
	Protótipo 3 Base - 490 nm	37.438	2.618208166	0.00000	29.34268057	45.53331943
Protótipo 2 Base - 465 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-42.366	2.618208166	0.00000	-50.46131943	-34.27068057
	Protótipo 1 Base - 452 nm	-1.874	2.618208166	0.97812	-9.969319432	6.221319432
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-37.362	2.618208166	0.00000	-45.45731943	-29.26668057
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-36.292	2.618208166	0.00000	-44.38731943	-28.19668057
	Protótipo 3 Base - 490 nm	0.076	2.618208166	1.00000	-8.019319432	8.171319432
Protótipo 3 Topo - 490 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-6.074	2.618208166	0.22495	-14.16931943	2.021319432
	Protótipo 1 Base - 452 nm	34.418	2.618208166	0.00000	26.32268057	42.51331943
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-1.07	2.618208166	0.99834	-9.165319432	7.025319432
	Protótipo 2 Base - 465 nm	36.292	2.618208166	0.00000	28.19668057	44.38731943
	Protótipo 3 Base - 490 nm	36.368	2.618208166	0.00000	28.27268057	44.46331943
Protótipo 3 Base - 490 nm	Protótipo 1 Topo - 452 nm	-42.442	2.618208166	0.00000	-50.53731943	-34.34668057
•	Protótipo 1 Base - 452 nm	-1.95	2.618208166	0.97401	-10.04531943	6.145319432
	Protótipo 2 Topo - 465 nm	-37.438	2.618208166	0.00000	-45.53331943	-29.34268057
	Protótipo 2 Base - 465 nm	-0.076	2.618208166	1.00000	-8.171319432	8.019319432
	Protótipo 3 Topo - 490 nm	-36.368	2.618208166	0.00000	-44.46331943	-28.27268057
		I				

Valor p < 0,05 indica diferença estatisticamente significante entre tratamento (Protótipo e Local)



Obsertve pelo gráfico que base é sempre menor que topo em todos os protótipos, indicando ausência de interação entre Protótipo e Local Observe ainda que tanto no Topo quanto na Base, os três protótipos não apresentam diferença estatisticamente significante. A diferença ocorre apenas entre Topo e Base.

Temperatura



Valor p > 0,05 indica que não existe diferença estatisticamente significante na variação média de temperatura segundo protótipo



ANEXO 5 – NORMAS PARA PUBLICAÇÃO – Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials

Author Guidelines

For additional tools visit Author Resources - an enhanced suite of online tools for Wiley InterScience journal authors, featuring Article Tracking, E-mail Publication Alerts and Customized Research Tools.

- Copyright Transfer Agreement
- Permission Request Form

Author Guidelines

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 journals 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 ofdevices, liability and legal issues, standards, reviews of different device areas, and clinical applications. Published manuscript 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 addressing 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. Ifyou 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 GetHelp 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 non profit 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 manuer 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 NIHGuide 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 size12 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 is turned off. Please do not deliver files that contain hidden text: for example, do not use your wordprocessor'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 UnitedStates). 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 EndNote. EndNote is a software product that we recommend to our journal authors to help simplify and streamline the research process. Using EndNote'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 EndNote, go online to wileyonlinelibrary.com/jendnotes. Technical Support: If you need assistance using EndNote,

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.CindraAB, Franklin DE, editors. State of the art orthopaedics, vol 3, Hips.NewYork: Wiley; 1988:56–59. *For abstracts:*

Davidson GRH. Total hip replacement: A fifth look. TransABCS1987;22-341–345. *For presentations:*

Goodenough T. Total hip replacement: A sixth look. Presented at the 3rd Annu 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 photographs

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 anticipate that 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, ONG, 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 JPEG sand 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 Rapid Inspector[™] 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 published 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/redir.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.