PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ ESCOLA DE SAÚDE E BIOCIÊNCIAS CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO DENTÍSTICA

FABIANE BORGES DE LIZ

EFEITO DO PRÉ-TRATAMENTO TÉRMICO NA CONTRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE UMA RESINA COMPOSTA MICROHÍBRIDA POR MEIO DE ANÁLISE DE VÍDEO-IMAGEM

CURITIBA 2012

FABIANE BORGES DE LIZ

EFEITO DO PRÉ-TRATAMENTO TÉRMICO NA CONTRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE UMA RESINA COMPOSTA MICROHÍBRIDA POR MEIO DE ANÁLISE DE VÍDEO-IMAGEM

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

Orientadora: Prof^a. Dr^a Evelise Machado de Souza

CURITIBA 2012 O papel do professor ou treinador deve ser o de incentivar o aprendizado intrínseco, incentivar a motivação. A motivação extrínseca dificilmente produzirá um aluno capaz de superar o professor, mas a motivação intrínseca frequentemente produzirá um aluno que ultrapassará o Mestre.

Monty Roberts.

Dedicatória,

Dedico esta Tese:

A Deus, nosso pai maior! Com seu infinito amor, sempre esteve ao meu lado como pai, protetor, professor e amigo no aprendizado desta vida!

Agradecimentos Especiais,

À minha irmã Magaly, pelo carinho e reconhecimento!

À minha irmã **Roberta**, por ter sido mãe, irmã, amiga! O carinho incondicional, a dedicação aos amigos, o caráter invejável e a capacidade de amar o próximo, faz dela um ser humano extremamente especial! Muito obrigada por ser minha amiga e irmã de coração! Tu foi um grande presente que o Doutorado me deu!

Ao Professor **Sérgio Vieira**, pela confiança depositada, pelo carinho e pela oportunidade de ter trabalhado em conjunto com sua equipe. O meu profundo e sincero agradecimento! Tenho certeza de que tu não imagina o papel de anjo que tu teve em minha vida! Isso será refletido sempre em saúde e harmonia para ti e os que tu ama! Um sentimento de amizade que seguirá mesmo com a distância e o tempo! Tu conseguiu mais uma grande amiga para vida toda!

À minha orientadora Professora **Evelise Machado de Souza**, muitíssimo obrigada por ter sido, uma grande orientadora!! Creio que tudo tem um porquê. Trabalhar contigo somente no final desta trajetória foi um aprendizado edificante! Obrigada pelo belo presente de poder aprender contigo! A tua dedicação incessante na pesquisa e empenho no teu trabalho é admirável!Parabéns pela tua carreira!!

Ao meu co-orientador Professor **Sylvio Monteiro Júnior**, meu carinho pela parceria desde a graduação! Agora durante a Tese não foi diferente, sendo o porto seguro no decorrer dos vários meses de laboratório para a execução de todos os testes! Sempre uma palavra de otimismo e de incentivo, além do apoio para que fosse possível realizá-los! Muito obrigada pela amizade e carinho sempre!

Ao corpo docente da Pós-graduação aqui representados pelos Professores, **Rui Fernando Mazur, Rodrigo Rached e Edvaldo Antonio Rosa** que são excelentes mestres! Vocês passam para os alunos a empolgação e o gosto pelo ensino! Impossível não ficar ouvindo os ensinamentos de vocês ou passar por vocês sem ter vontade de conversar e trocar idéias!!

Ao meu grandioso Professor de Estatística, **Sérgio Ignácio**! Que honra ter te conhecido!!! Tu não foi apenas com quem consegui aprender estatística, mas sim um Mestre exemplar, um ser humano fantástico que tem sensibilidade de perceber além do que todo mundo vê!Muito obrigada por ter sido sua aluna e ser sua amiga!

Aos meus grandes amigos e Professores **Izo Milton Zani e Orlando Tanaka!** Por toda motivação, admiração, incentivo, confiabilidade que depositaram em minha pessoa!A

recíproca é totalmente verdadeira! Nossos Mestres não apenas científicos, mas de como ser um excelente Professor!Seres humanos admiráveis!!

Aos meus grandes parceiros Mary Heck, Marcos Kenzo, Acir, professor Paulo Soares, professora Neide, professora Marina, Mônica Kina, Juliana Kina, professor Élito Araújo, professor Guilherme Carpena Lopes, professor Luiz Henrique Maikot Prates, professor Marcelo Carvalho Chain, Valda Zani e Fabiano Iório. Cada um de vocês são parte integrante das pesquisas que realizei, pois foram amigos colaborando para que fosse possível realizá-las!

À ex-funcionária do Departamento de Odontologia da UFSC, **Renata Caldeira de Andrada,** que por inúmeras vezes não mediu esforços para que eu pudesse trabalhar nos finais de semana e feriados no Laboratório de Pesquisa da Odontologia.

Aos meus grandes amigos, **Andrea Freire e Fernando Osternak** pela parceria, cumplicidade e grande amizade!Saudade da nossa sala, srrsrsr!

Aos meus anjos e amigos Michelle Koeche, Alberto Ramos, Margarethe Franke, Professor Izo Milton Zani, Rogério Ramos, Kátia Rosana Campos, Lauro Cunha, Eliezer, Ana Paula, Lauro Araki e Juan Ramirez, Capitão Américo, Coronel Frauzemir Lopes, e Lúcia Ávila! Eu não poderia deixar de citá-los, pois sempre foi visível em seus olhos e audível a torcida de vocês, o orgulho por mim e a motivação que me davam!! Adoro vocês!

À Santa Catarina Noschang dos Santos, in memorian! A cadeira na primeira fila, neste momento da Defesa da Tese, deixei reservada para ti, como tu me pediu!A impressão que eu tinha é que tu é que iria defender esta Tese!Também Te Amo!

Ao **General de Divisão, Terra Amaral e Coronel Carlos Alberto!** Sem o reconhecimento e o empenho dos Senhores não seria possível concluir este curso!Muitíssimo obrigada pela consideração e carinho!

Aos meus colegas de Pós-graduação aqui representados por, João Luiz, Luciane, Fernando Gambus, Magda, Saulo, Ivana, Maristela, Luís Felipe, Lucí, Juliana Martin, Vladja.

Aos funcionários da PUC, aqui representados pela Neide, Manolo, Gisele, Rosana, Silvana, Cleomar e Djamir, por todo o apoio e carinho!

A TODOS que contribuíram de uma forma ou de outra na produção desta Tese, o meu mais sincero agradecimento!

SUMÁRIO

| 1. | ARTIGO EM PORTUGUÊS | |
|-----------|-----------------------------------|----|
| 1.1 | Página Título | 1 |
| 1.2 | 2. Relevância Clínica e Resumo | |
| 1.3 | 3. Introdução | 4 |
| 1.4 | A. Materiais e Métodos | 7 |
| 1.5 | 5. Resultados | 10 |
| 1.6 | 5. Discussão | 13 |
| 1.7 | 7. Conclusão | |
| 1.8 | 3. Referências | |
| 1.9 | 9. Agradecimentos | |
| 2. 2.1 | ARTIGO EM INGLÊS | |
| 2.2 | 2. Clinical Relevance and Summary | 29 |
| 2.3 | 3. Introduction | |
| 2.4 | I. Materials and Methods | |
| 2.5 | 5. Results | 36 |
| 2.6 | 5. Discussion | |

| 2.7. Conclusions | 45 |
|---------------------|----|
| 2.8. References | 46 |
| 2.9. Acknolegements | 52 |

| 3. A | NEXOS | ••••• |
|------|--|-------|
| 3.1. | Anexo 1 - Resumos da Literatura utilizada na Discussão | 53 |
| 3.2. | Anexo 2 – Normas da Revista – Operative Dentistry | 64 |
| 3.3. | Anexo 3 – Ilustrações de Materiais e Métodos | 69 |
| 3.4. | Anexo 4 – Tabelas da Análise Estatística | 75 |

1. ARTIGO EM PORTUGUÊS

1.1. Página Título

Efeito do pré-tratamento térmico na contração volumétrica de uma resina composta microhíbrida por meio da análise de vídeo-imagem

Fabiane Borges de Liz, DDS, MSD
Pontifícia Universidade Católica do Paraná
Programa de Pós-Graduação em Odontologia
R. Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho
Curitiba – Paraná – Brasil
80215-901
Tel: + 41 3271-1637; Fax: + 41 3271-1405
E-mail: fabiliz7@hotmail.com

Evelise Machado de Souza, DDS, MSD, PhD (autor correspondente)

Professora Titular da Pontifícia Universidade Católica do Paraná Programa de Pós-Graduação em Odontologia R. Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho Curitiba – Paraná – Brasil 80215-901 Tel: + 41 3271-2511; Fax: + 41 3271-1405 E-mail: evesouza@yahoo.com

Sylvio Monteiro Júnior, DDS, MSD, PhD

Professor da Universidade Federal de Santa Catarina Centro de Ciências da Saúde - CCS Campus Universitário – Trindade Florianópolis - Santa Catarina - Brasil Tel: + 55 48 3721-9880 ; Fax: + 55 48 3721- 9880 E-mail: <u>sylviomj@gmail.com</u>

Rodrigo Nunes Rached, DDS, MSD, PhD

Programa de Pós-Graduação em Odontologia R. Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho Florianópolis – Santa Catarina – Brasil 80215-901 Tel: + 41 3271-2511; Fax: + 41 3271-1405 E-mail: <u>ronura@gmail.com</u>

Rui Fernando Mazur, DDS, MSD, PhD Programa de Pós-Graduação em Odontologia R. Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho Florianópolis – Santa Catarina – Brasil 80215-901 Tel: + 41 3271-2511; Fax: + 41 3271-1405 E-mail: ruimazur@gmail.com

Janaína Bertoncelo de Almeida, DDS, MSD, PhD

Clínica Privada R. Comendador Araújo, 143, sala 14, Centro Curitiba – Paraná – Brasil 80420-000 Tel: + 55 41 3224-6688 E-mail: janainabertoncelo@gmail.com

1.2. Relevância Clínica e Resumo

RELEVÂNCIA CLÍNICA:

O pré-tratamento térmico com 60°C reduz a contração volumétrica da resina composta, particularmente quando fotoativada com uma unidade de LED com irradiância elevada.

RESUMO

O objetivo deste estudo in vitro foi avaliar por meio de vídeo imagem a contração volumétrica de uma resina composta microhíbrida fotoativada com luz halógena e LED (diodo emissor de luz) após o pré-tratamento térmico com temperaturas de 4°C, 37°C e 60°C. As bisnagas de resina composta (Charisma, Heraeus Kulzer, Hanau, Alemanha) foram armazenadas a 4°C em refrigerador, 37°C e 60°C em estufa, previamente aos experimentos. Para cada temperatura, vinte espécimes foram construídos no formato de semi-esferas que foram posicionadas em um aparelho de vídeo imagem Acuvol (BISCO Inc., Schaumburg, IL, EUA) para a leitura de contração de polimerização. Um tempo de 3 minutos foi aguardado para o escoamento da resina. A imagem inicial do espécime foi tomada e digitalizada pelo software, resultando em uma linha pontilhada, delimitando o perímetro do espécime. Após a fotoativação com luz halógena (n=10) ou LED (n=10), outra linha pontilhada foi registrada no perímetro do espécime. A contração volumétrica do espécime foi medida por 5, 15, 30 e 60 s após o final da fotoativação, que foi realizada por 20 s. A contração volumétrica foi determinada calculando-se a diferença entre a linha virtual pontilhada inicial e a linha pontilhada final na mesma imagem para cada período de tempo. Os dados de contração foram submetidos a ANOVA a três critérios e ao Teste de Tukey HSD (a=5%). Na temperatura de 60°C, a contração foi significantemente menor do que a 4°C e 37°C, somente quando a ativação foi realizada com LED (p<0,05). A contração volumétrica aumentou com o tempo, com diferenças significativas entre 60s e os tempos de 5s e 15s (p<0,05). A temperatura de prétratamento afetou a contração volumétrica apenas quando a resina composta foi fotoativada com LED. A contração volumétrica aumentou gradativamente durante o período de 60s após a fotoativação.

Palavras-chave: resina composta, contração de polimerização, temperatura, unidades de fotoativação.

1.3. INTRODUÇÃO

Embora um alto grau de polimerização seja desejável, com a conversão máxima de monômeros, quanto maior o grau de conversão, maior a contração de polimerização em materiais resinosos.¹ Porém, esta contração volumétrica pode gerar um estresse residual, aumentando a possibilidade de ocorrer infiltração na interface denterestauração e propagação de trincas de esmalte.¹

Muitos métodos têm sido empregados para avaliar a contração de polimerização, seja por meio de medidas de contato, como no caso do método do dilatômetro de mercúrio,² do disco aderido³, da contração linear⁴ e do extensômetro,⁵ quanto por meio de medidas livres de contato, como o escaneamento por laser,⁶ a técnica de imagem por micro-tomógrafo em 3D⁷ e a técnica de vídeo imagem por comparação.⁸⁻¹⁰ A medida da contração volumétrica sem contato por meio de vídeo imagem proporciona várias vantagens em relação aos métodos por contato. Nele o espécime se encontra em meio seco e, além disso, não é preciso medir a densidade e a massa do espécime. Com esta técnica as dimensões externas do espécime são registradas continuamente, determinando mudanças na forma durante o processo de polimerização, o que permite a obtenção da média da contração do material.⁸

A contração volumétrica de resinas compostas híbridas tem sido reportada com valores em torno de 2% a 3% em volume.¹¹ Inúmeros fatores podem afetar a contração dos materiais resinosos, como o conteúdo de carga do compósito,¹² a estrutura química da matriz e da carga,¹³ configuração cavitária,¹⁴ conversão de monômeros¹⁵ e a temperatura.⁹

No início da década de 2000, foi introduzido no mercado um dispositivo de aquecimento para materiais resinosos que submete o material às temperaturas de 37°C, 54°C e 60°C, para o uso com unidoses.¹⁶ A utilização do pré-tratamento térmico teria por objetivo aperfeiçoar as características da resina composta e de suas propriedades. O pré-aquecimento reduz a viscosidade do material, além de melhorar a adaptação à cavidade restauradora, aumentar o grau de conversão e aperfeiçoar as propriedades mecânicas da resina composta.¹⁷ Porém, os relatos na literatura sobre o efeito do aquecimento prévio de materiais resinosos são controversos. Enquanto alguns estudos reportaram que a elevação da temperatura promove o aumento na contração da resina composta,^{9,18} outros apontaram que o pré-aquecimento pode melhorar propriedades como a dureza,¹⁹ a resistência flexural,²⁰ o módulo de elasticidade,²⁰ o grau de conversão²¹, a adaptação e o selamento marginal ^{22,23} de resinas compostas.

As resinas compostas são frequentemente armazenadas em refrigerador, por recomendação dos fabricantes, para prolongar a vida útil do material. Poucos estudos investigaram a influência do resfriamento sobre as propriedades das resinas compostas.^{18,21} Um estudo verificou que o uso de *inserts* de resina composta prépolimerizados e resfriados em restaurações de Classe V pode ter estendido a fase prégel da reação de polimerização, reduzindo a contração de polimerização, representada pela menor microinfiltração neste grupo.¹⁸ Em outro estudo, quando a resina foi polimerizada à temperatura de 3°C, a mobilidade do sistema foi aparentemente tão restrita que a taxa máxima foi atingida com menos de 10% de conversão, enquanto a conversão final ficou limitada a valores menores do que 35%.²¹ Neste estudo, o autor sugere que a resina composta seja retirada do refrigerador e mantida em temperatura ambiente antes de ser usada na cavidade bucal.²¹ Portanto, ainda são necessários estudos

Além da reação exotérmica que ocorre durante a reação de polimerização, as resinas compostas estão sujeitas ao aumento da temperatura durante a polimerização, devido ao calor gerado na ponta da fonte ativadora. Este aumento pode estar relacionado ao tipo de fonte ativadora,²⁴ tempo de exposição,²⁵ irradiância e comprimento de onda,¹⁸ distância da ponta²⁶ e espessura do material.²⁵ Com uma faixa de comprimento de onda entre 400 nm e 540 nm, a luz halógena é compatível com o pico de absorção do fotoiniciador mais comumente usado, a canforoquinona, localizado em 468nm.²⁷ Já os LEDs apresentam o espectro de emissão de comprimento de onda mais estreito, entre 440 nm e 490 nm.²⁸ Além do tipo, a irradiância da unidade fotoativadora também é considerado um fator fundamental para a efetividade de polimerização das resinas compostas.²⁸ Contudo, uma alta irradiância promove uma conversão rápida dos monômeros, produzindo alta contração de polimerização na fase pós-gel, levando a altos valores de estresse de contração.¹ Desta forma, torna-se fundamental a comparação entre diferentes unidades de fotoativação comumente utilizadas, como as baseadas em luz halógena e LEDs (diodos emissores de luz), além do possível efeito do pré-tratamento térmico nos compósitos.

O objetivo deste estudo foi avaliar a contração volumétrica de uma resina composta microhíbrida fotoativada por unidades de luz halógena e LED, após o prétratamento térmico em temperaturas de 4°C, 37°C e 60°C.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para este estudo foi usada a resina composta híbrida Charisma (Heraeus Kulzer *GmbH*, Hanau, Alemanha), na cor A2. Este compósito apresenta matriz orgânica composta de Bis-GMA e TEGDMA e carga inorgânica composta por vidro de bário alumínio fluoretado (0,02-2 μ m) e sílica altamente dispersa (0,02 – 0,07 μ m), com 64% por volume.

Sessenta espécimes de resina composta foram confeccionados, sendo vinte para cada temperatura de pré-tratamento (4°C, 37°C e 60°C). Metade dos espécimes foram fotoativados com unidade fotoativadora de luz halógena (Optilux VCL 501, Demetron/Kerr, Danbury, CT, EUA) e a outra metade com unidade fotoativadora de LED (Elipar Free Light 2, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA). Durante os testes, foi feita a verificação da intensidade de luz das unidades de fotoativação por meio de radiômetros específicos para cada uma das unidades, a cada cinco espécimes.

As temperaturas de 37°C e 60°C foram obtidas com o armazenamento das bisnagas de resina composta em estufa e para a obtenção da temperatura de 4°C, as bisnagas foram mantidas em refrigerador. Um multímetro digital (DT-838 IMPAC, Butantã, SP, Brasil) foi utilizado para conferir a temperatura das resinas compostas durante todo o experimento.

Os testes de contração foram realizados em uma sala com temperatura controlada de 22°C \pm 1°C. O operador, calibrado previamente, retirava com o auxílio da espátula de inserção uma quantidade de resina composta diretamente da bisnaga, com aproximadamente 0,05 g e 3 mm de diâmetro, resultando em uma esfera com volume de 12 µL \pm 1.

A contração volumétrica do compósito foi medida utilizando-se o equipamento Acuvol (BISCO Inc., Schaumburg, IL, EUA), que age por meio de um mecanismo de vídeo-imagem operando no modo de visualização simples (*Single view*). Cada porção de resina composta foi posicionada no pedestal da máquina e, após conferido o volume da amostra no monitor do computador, aguardavam-se 3 minutos para o escoamento do material.⁹ Após o tempo de escoamento, uma imagem inicial do espécime foi obtida e posteriormente digitalizada pelo *software*, registrando seu perímetro por meio de uma linha pontilhada virtual. Essa imagem inicial foi armazenada no programa como volume inicial da amostra (baseline). Em seguida, os espécimes de resina composta foram fotoativados com aparelho de luz halógena (Optilux VCL 501, Demetron/Kerr, Danbury, CT, USA) com irradiância de 600 mW/cm² ou LED (Elipar Free Light 2, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) com irradiância de 1200 mW/cm², durante o tempo de 20 segundos. Um dispositivo metálico acoplado à ponta do fotoativador permitiu a padronização da distância e da angulação entre a fonte de luz e a superfície do espécime em 1 mm e a 90°.

Após a fotoativação, outra linha pontilhada virtual foi utilizada como guia para contornar o perímetro do volume final apresentado pelo espécime. Uma vez que as linhas estavam representadas na mesma imagem, foi possível visualizar a contração do material por meio da diferença entre a linha virtual pontilhada inicial e a linha pontilhada final. Uma câmera de vídeo (Sony XC75-X) com uma lente macro-45 mm, localizada no interior do equipamento a uma distância de 10 cm do espécime, realizou a filmagem dos espécimes em tempo real. A câmera se encontrava conectada a um computador com um *software* específico (MIOD Detection Technologies), no qual foram determinados os valores de contração volumétrica do material, em porcentagem, a partir da captura e digitalização das imagens antes e após a fotoativação. O percentual

de contração volumétrica foi calculado de forma automatizada pelo *software* no modo *Shrinkage* (contração), a cada segundo, até o tempo de 60 segundos após a fotopoativação.

Os valores de contração de polimerização nos tempos de 5, 15, 30 e 60 segundos após a fotoativação foram registrados, tabulados e submetidos aos testes de Normalidade de Kolmogorov-Smirnov e de Homogeneidade de Variâncias de Lèvene. A Análise de Variâncias a três critérios (ANOVA) e o teste de comparações múltiplas de Tukey HSD foram utilizados com nível de significância de 5%.

1.4. RESULTADOS

Os resultados de contração volumétrica em todas as condições experimentais estão apresentados na Tabela 1 e na Figura 1. A Análise de Variâncias demonstrou diferenças significantes entre as temperaturas e entre os tempos, e interação significante entre unidades de fotoativação e temperaturas (p<0,05). Porém, não foram detectadas diferenças estatísticas entre os aparelhos fotoativadores e nas demais interações (p>0,05).

Com ambas as unidades de ativação, ao longo dos 60 segundos de avaliação, a contração volumétrica apresentou um aumento gradativo em cada temperatura, com diferenças estatisticamente significantes entre 5 s e 30 s, entre 5 s e 60 s, assim como entre 15 s e 60 s (p<0,05).

Os espécimes que receberam polimerização com luz halógena apresentaram contração volumétrica semelhante com todas as temperaturas avaliadas, para cada tempo isoladamente (p>0,05). Com a temperatura de 4°C, a contração volumétrica foi semelhante entre os tempos de 5 s e 15 s, e também entre 15 s e 30 s (p>0,05). Ainda a 4°C, no tempo de 60 s, a contração foi significantemente maior do que nos demais tempos avaliados (p<0,05). Já nas temperaturas de 37°C e 60°C, a contração volumétrica foi semelhante nos tempos de 5 s e 15 s, e também entre 15 s e 30 s (p>0,05). Porém, não foram encontradas diferenças significantes entre os tempos de 30 s e 60 s (p>0,05).

Nos grupos que receberam polimerização com LED não houve diferença entre as temperaturas de 4°C e 37°C (p>0,05), ambas significantemente superiores à temperatura de 60°C, em todos os tempos avaliados (p<0,05). A contração volumétrica da resina composta submetida à temperatura de 4°C foi significativamente maior no tempo de 60 s do que nos tempos de 5 s, 15 s e 30 s (p<0,05). Ainda sob 4°C, a contração aos 30 s foi significantemente diferente dos demais tempos de avaliação (p<0,05). Quando

submetida à temperatura de 37°C, a contração volumétrica foi semelhante nos tempos de 5 s e 15 s, e entre 15 s e 30 s (p>0,05). Ainda sob 37°C, aos 60 s, a contração foi significativamente maior do que nos demais tempos (p<0,05). Na temperatura de 60°C, a contração volumétrica foi semelhante para os tempos de 5 s e 15 s (p>0,05). Ainda a 60°C, aos 15 segundos, a contração foi estatisticamente similar ao tempo de 30 s, que por sua vez apresentou valores de contração semelhantes ao tempo de 60 s (p>0,05).

É interessante ressaltar que não houve diferença significativa entre a contração volumétrica da resina composta polimerizada com luz halógena e após pré-tratamento com 37°C e 60°C e polimerizada com LED após pré-tratamento com 60°C (p>0,05).

Tabela 1: Valores médios (desvios-padrão) de contração volumétrica (%) após prétratamento com diferentes temperaturas e fotoativação com luz halógena e LED.

| Tempo | Luz Halógena | | | LED | | |
|-------|--------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| (s) | 4°C | 37°C | 60°C | 4°C | 37°C | 60°C |
| 5 | 2,32 (0,08) | 2,22 (0,08) | 2,18 (0,07) | 2,28 (0,22) | 2,26 (0,09) | 2,05 (0,11) |
| | Aa | Aab | Aab | Aa | Aa | Ab |
| 15 | 2,49 (0,09) | 2,37 (0,08) | 2,34 (0,10) | 2,43 (0,17) | 2,42 (0,09) | 2,21 (0,11) |
| | ABa | ABab | ABab | Aa | ABa | ABb |
| 30 | 2,66 (0,09) | 2,52 (0,01) | 2,49 (0,13) | 2,64 (0,18) | 2,62 (0,11) | 2,40 (0,13) |
| | Ba | BCab | BCab | Ba | Ba | BCb |
| 60 | 2,86 (0,11) | 2,72 (0,08) | 2,67 (0,15) | 2,86 (0,17) | 2,85 (0,12) | 2,59 (0,15) |
| | Ca | Cab | Cab | Ca | Ca | Cb |

Grupos conectados pelas mesmas letras minúsculas não apresentam diferenças significantes no mesmo tempo de exposição (linha). Grupos conectados pelas mesmas letras maiúsculas não apresentam diferenças significantes na mesma temperatura (coluna) (p>0,05).



Figura 1: Representação gráfica da contração volumétrica (%) da resina composta em função do tempo (s) após pré-tratamento térmico e fotoativação com unidades fotopolimerizadoras de luz halógena (QTH) e LED.

1.6. DISCUSSÃO

A cinética de polimerização dos monômeros multifuncionais encontrados nas resinas compostas é um processo complexo que exibe várias fases. No início da reação de polimerização o compósito apresenta-se pouco viscoso e com disponibilidade de radicais livres para se ligarem à cadeia polimérica. Esta fase é chamada de autoaceleração. Com o decorrer da reação de polimerização, a mobilidade dos radicais é reduzida e o sistema se torna mais viscoso devido ao encapsulamento dos monômeros residuais na massa de polímero, o que impossibilita a movimentação dos grupamentos metacrilatos remanescentes.²⁹ Porém, este processo pode ser afetado por muitos fatores, como a taxa de produção de radicais,^{30,31} a quantidade ou concentração do monômero,³¹ a densidade de potência do fotoativador incidente no material restaurador³², temperatura,^{31,32} a mudança na viscosidade do sistema³² e o tempo de exposição à irradiação.33 Estas mudanças de viscosidade do sistema estão intimamente relacionadas às mudanças de temperatura antes e durante a reação de polimerização de monômeros multifuncionais à base de dimetacrilatos.³⁴ Um estudo prévio³⁵ verificou que a reação de polimerização à temperatura ambiente ou temperatura bucal é auto-limitante, principalmente devido ao aumento na viscosidade do sistema e à diminuição na mobilidade das espécies reativas, impostas pela rápida formação de uma rede polimérica com alta densidade de ligações cruzadas. Diante disso, a mudança na viscosidade parece ser um dos fatores que mais exerce influência sobre a contração volumétrica do material.

Sharp et al.⁹ observaram a contração volumétrica de várias resinas compostas até 300 segundos após a fotoativação, mas a contração permaneceu constante a partir dos 60 segundos. Em outro estudo,³⁶ quando a contração volumétrica foi avaliada após 5, 15

e 30 minutos, não houve diferença entre os tempos para as várias resinas comerciais avaliadas. No presente estudo, a análise da contração volumétrica foi realizada após o pré-tratamento da resina composta sob 4°C, 37°C e 60°C em tempos de 5 a 60 segundos após a fotoativação.

A reprodução em laboratório das condições clínicas de um processo restaurador foi realizada por meio da manutenção da temperatura em $22^{\circ}C \pm 1^{\circ}C$, já que na maioria das vezes esta é a temperatura ambiente dos consultórios odontológicos. As bisnagas de resina composta foram resfriadas em refrigerador, conforme recomendação dos fabricantes para o seu armazenamento. Para o aquecimento, uma estufa foi utilizada para simular o uso de um dispositivo para aquecimento de materiais resinosos disponível comercialmente.^{10, 21} Adicionalmente, um dos aspectos clínicos da técnica restauradora que exerce grande influência na temperatura da cavidade é a presença do isolamento absoluto com dique de borracha. Plasmans et al.³⁷ observaram que quando o isolamento absoluto é usado na técnica restauradora, a temperatura ao redor da área de trabalho reduz àquela do ambiente. Além disso, a temperatura intra-bucal pode também depender da localização do dente a ser restaurado, da respiração do paciente e do uso do isolamento absoluto.¹⁷ Sabe-se que a temperatura da estrutura dental em torno da restauração oscila entre a temperatura corporal (37°C) e a temperatura ambiente (23°C), ficando em torno de 30°C.³⁸

No presente estudo, os resultados demonstraram não haver diferença entre as temperaturas de 4°C, 37°C e 60°C em cada um dos tempos avaliados após a polimerização com luz halógena. Estes resultados corroboram com os de um estudo recente, em que não foram encontradas diferenças significativas na contração quando a resina composta foi mantida na temperatura ambiente e pré-aquecida a 68°C usando luz halógena.³⁹ A contração volumétrica com o uso de LED também se mostrou

semelhante quando a resina composta foi submetida a temperaturas de 4°C e 37°C. A justificativa para este comportamento pode estar baseada no fato da esfera do compósito ter recebido calor do meio ambiente quando em 4°C e ter perdido calor para o meio quando em 37°C e 60°C durante a execução do teste, já que a temperatura da sala foi mantida em 22°C. Este resultado está de acordo com os estudos de grau de conversão^{21, 32} e resistência flexural⁴⁰ em que a temperatura do compósito foi influenciada pela temperatura do meio.

O tempo decorrido para o preparo do espécime, desde a remoção da porção de resina da bisnaga aquecida até a inserção no pedestal do aparelho, por volta de 20 s, assim como o tempo de 3 minutos para o escoamento do material e a fotoativação, durante 20 s, totalizou quase 4 min. No estudo prévio realizado por Fróes-Salgado et al.,⁴⁰ o tempo necessário para remover o compósito da bisnaga aquecida, preencher e acomodá-lo na cavidade foi de cerca de 2 minutos. Este tempo pode ser suficiente para reduzir a temperatura do material em torno de 50%,²¹ podendo atingir o nível da temperatura ambiente e equiparando assim os índices de contração volumétrica, independentemente da temperatura prévia utilizada no tratamento térmico.

A semelhança da contração volumétrica entre as três temperaturas com a luz halógena pode ser atribuída também à temperatura emitida pela ponta da unidade fotoativadora. A temperatura da ponta do aparelho de luz halógena foi verificada previamente e mostrou um aumento gradativo de 31°C até 46°C em 20 segundos. Este calor pode ter elevado a temperatura prévia do espécime resfriado a 4°C e do submetido a 37°C. Porém, a mudança de temperatura na resina composta submetida ao pré-tratamento térmico com 60°C pode ter sido menor ou insignificante. Esta troca térmica pode ter contribuído para um equilíbrio entre as temperaturas dos espécimes promovendo uma taxa de contração volumétrica semelhante para todos os pré-

tratamentos. Já a temperatura gerada na ponta do aparelho de LED utilizado foi de 31°C até 40°C em 20 segundos, mostrando menor temperatura final neste aparelho. Quando a resina composta foi pré-aquecida a 60°C e ativada com LED, a contração volumétrica foi menor do que com os tratamentos de 4°C e 37°C, mas similar à contração encontrada com 37°C e 60°C após polimerização com luz halógena. Uma vez que a temperatura da ponta está relacionada à irradiância do equipamento, é importante salientar que, neste estudo, o equipamento de luz halógena apresentava irradiância de 600 mW/cm² e o LED, 1200 mW/cm². Mesmo com esta diferença marcante entre as irradiâncias, a temperatura na ponta dos aparelhos de fotoativação não foi tão discrepante. Um estudo recente não encontrou diferença na dureza e na contração linear de uma resina composta híbrida comparando um LED de 1000 mW/cm² de irradiância e uma unidade de luz halógena de 800 mW/cm².⁴¹

Quando a contração volumétrica da resina composta foi avaliada após um resfriamento a 4°C, o compósito apresentou no decorrer do tempo avaliado valores crescentes de contração com ambas as unidades de fotoativação. O compósito foi removido do refrigerador a 4°C, porém, até o momento do término do teste, recebeu calor do ambiente que estava a 22°C. Desta forma, provavelmente, a viscosidade do compósito diminuiu à medida que foi recebendo calor da sala, conduzindo a um aumento na contração volumétrica.

Com todas as temperaturas avaliadas no presente estudo, a contração volumétrica da resina composta ativada tanto com luz halógena quanto com LED, apresentou uma tendência de aumento gradual até 60 segundos. Este resultado é corroborado por um estudo que avaliou a contração de polimerização com temperaturas de 23°C e 37°C de quatro compósitos em até 60 minutos, demonstrando valores crescentes com o decorrer do tempo.⁴²Este crescimento gradual no decorrer do tempo

pode ser explicado por um aumento da taxa de reação de polimerização em função do tempo, que caracteriza a fase de auto-aceleração da cinética de polimerização.²⁹

Um estudo prévio²¹ demonstrou que, após 2 minutos da remoção do dispositivo de aquecimento, 50% do calor é perdido para o meio e, após 5 minutos, quase 90%. Isto também aconteceu quando a resina composta foi removida do refrigerador.²¹ Portanto, pode-se sugerir que, no presente estudo, entre o tempo de acomodação da resina composta e o início da leitura da contração volumétrica, a temperatura da resina composta já estava em equilíbrio com a temperatura ambiente. Lohbauer et al.⁴³ relataram um aumento da densidade da resina polimerizada quando resfriada de 68°C para 37°C, levando a uma redução da contração volumétrica de 2,92% para 2,17%.

No presente estudo, o pré-aquecimento a 60°C e fotoativação com LED resultou em uma contração volumétrica significativamente menor do que o pré-tratamento térmico com 4°C e 37°C. Uma justificativa para este resultado pode ser o fato de que as bisnagas de resina composta foram pré-aquecidas a 60°C por um maior número de ciclos. Daronch et al.²¹ observaram que é possível colocar a resina composta em unidose no aquecedor e mantê-la a 59,3°C por, pelo menos, 10 ciclos de aquecimento e resfriamento, sem prejuízo na conversão dos monômeros. O número maior de ciclos empregado pode ter levado à volatilização dos componentes de baixo peso molecular da resina composta, como os fotoiniciadores⁴⁴ e alguns monômeros⁴⁵, bem como a degradação dos fotoiniciadores,⁴⁵ comprometendo assim a reação de polimerização e levando a uma menor contração volumétrica da resina composta. Tem sido observado que o efeito do tratamento térmico confirma a existência de uma pré-polimerização antes da fotoativação. ^{29,44,45} Isto pode interferir no sistema, inicialmente pelo consumo dos dimetacrilatos, o qual diminui a taxa inicial de polimerização, e secundariamente pela contração do material, o qual reduz o seu volume inicial livre e, portanto, a conversão resultante.²⁹

Os efeitos da temperatura sobre o comportamento das resinas compostas dependem das condições utilizadas, como o tipo de avaliação da contração de polimerização, a modo de aquecimento e resfriamento, as condições ambientais, a composição do material, a estrutura do monômero, o tipo de unidade fotoativadora, entre outros fatores. Uma vez que o efeito da temperatura ainda não é totalmente compreendido e devido a contradições na literatura, estudos adicionais devem ser realizados para elucidar melhor este tema.

1.7. CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo pode-se concluir que:

- O pré-tratamento térmico não influenciou a contração volumétrica da resina composta quando polimerizada com luz halógena;
- A contração volumétrica da resina composta foi semelhante, independente da unidade fotoativadora;
- A resina composta fotoativada com LED apresentou contração volumétrica menor quando pré-aquecida a 60°C;
- A contração volumétrica da resina composta aumentou gradativamente no período de 60 segundos, independente da fonte ativadora.

1.8. REFERÊNCIAS

Tantbirojn D, Versluis A, Pintado MR, DeLong R & Douglas WT (2004) Tooth deformation patterns in molars after composite restoration *Dental Materials* 20(6) 535-42.

2- Gee, AJ & Davidson CL (1981) A modified dilatometer for continuous recording of volumetric polymerization shrinkage of composite restorative materials *Journal of Dentistry* **9(1)** 36-42.

3- Watts DC & Cash AJ (1991) Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light-cured materials: methods development *Dental Materials* **7(4)** 281-7.

4- Gee AF, Feilzer AJ & Davidson CL (1993) True linear polymerization shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer *Dental Materials* **9**(1) 11-4.

5- Sakaguchi RL, Sasik CT, Bunczak MA & Douglas WH (1991) Strain gauge method for measuring polymerization contraction of composite restoratives *Journal of Dentistry* 19(5) 312-6.

6- Fano V, Oralli I, Pizzi S & Bonanini M (1997) Polymerization shrinkage of microfilled composites determined by laser beam scanning *Biomaterials* **18(6)** 467-70.

7- Chiang Y, Rösch P, Dabanoglu A & Lin C (2010) Polymerization composite shrinkage evaluation with 3D deformation analysis from μCT images *Dental Materials* **26(3)** 223-231.

8- Tiba A, Charlton DG, Vandewalle KS & Cohen ME (2005) Volumetric polymerization shrinkage of resin composites under simulated intraoral temperature and humidity conditions *Operative Dentistry* **30(6)** 696-701.

9- Sharp LJ, Choi IB, Lee TE, Sy A & Suh BI (2003) Volumetric shrinkage of composites using video-imaging *Journal of Dentistry* **31**(2) 97-103.

10- Walter R, Swift EJ Jr, Sheikh h & Ferracane JL (2009) Effects of temperature on composite resin shrinkage *Quintessence international* **40(10)** 843-847.

11- Weinmann W, Thalacker C & Guggenberger R (2005) Siloranes in dental composites. *Dentals Materials* **21(1)** 68-74.

12- Mucci V, Arenas G, Duchowicz R, Cook W & Vallo C (2009) Influence of thermal expansion on shrinkage during photopolymerization of dental resins based on bis-GMA/TEGDMA *Dental Materials* **25(1)** 103-114.

13- Clifford SS, Roman-Alicea K, Tantbirojn D & Versluis A (2009) Post-gel shrinkage with different modes of LED and halogen light curing units *Quintessence International*40(3) 203-214.

14- Feilzer AL, De Gee AJ & Davidson CL (1987) Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restauration *Journal Dental Research* **66(11)** 1636-1639.

15- Silikas N, Eliades G & Watts DC (2000) Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain *Dental Materials* **16(4)** 292-296.

16- Friedman J. (2001) Heating assembly for pre-heating dental materials. US patent 6236020.

17- Trujillo M, Newman SM & Stansbury JW (2004) Use of near-IR to monitor the influence of external heating on dental composite photopolymerization *Dental Materials* **20(8)** 766-77.

18- De La Torre-Moreno FJ, Rosales-Leal JI & Bravo M (2003) Effect of cooled composite inserts in the sealing ability of resin composite restorations placed at intraoral temperatures: an in vitro study *Operative Dentistry* **28(3)** 297-302.

19- Lucey S, Lynch CD, Ray NJ, Burque FM & A. Hannigan (2010) Effect of preheating on the viscosity and mirohardness of a resin composite *Journal Oral Rehabilitation* **37(4)** 278-282.

20- Uctasli MB, Arisu HD, Lasilla LVJ & Valittu PK (2008) Effect of preheating on the mechanical properties of resin composites *European Journal of Dentistry* **2(10)** 263-268.

21- Daronch M, Rueggeberg FA, Moss L & Góes MF (2006) Clinically relevant issues related to preheating composites *Journal Esthetic Restorative Dentistry* **18(6)** 340-351.

22- Wagner WC, Asku MN, Neme AL, Linger JB, Pink FE & Walker S (2008) Effect of pre-heating resin composite on restoration microleakage *Operative Dentistry* 33(1) 72-78.

23- Deb S, Di Silvio L, Mackler HE & Millar BJ (2011) Pre-warming of dental composites *Dental Materials* 27(4) e51-9.

24- Aravamudhan K, Floyd CJE, Rakowski D, Flaim G, Dickens SH, Eichmiller FC & Fan PL (2006) Light-emitting diode curing light irradiance and polymerization of resinbased composite *Journal American Dental Association* **137**(**7**) 213-223.

25- Lloyd CH, Joshi A & McGlynn E (1986) Temperature rises produced by light sources and composites during curing *DentalMaterials* **2(4)** 170-174.

26- Shortall AC & Harrington E (1998) Temperature rise during polymerization of light-activated resin composites *Journal Oral Rehabilitation* **25**(**12**) 908-913.

27- Stansburry JW (2000) Curing dental resins and composites by photopolymerization *Journal Esthetic Dentistry* **12(6)** 300-308.

28- Unterbrink GJ & Muessner R (1995) Inflence of light intensity on two restorative systems *Journal of Dentistry* **23(3)** 183-189.

29- Andrzejewska E (2001) Photoinitiated polymerization of multifunctional monomers Polymer **46(2)** 88-99.

30- Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW & Lu H & Bowman CN (2001) The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dental Materials* **17(6)** 504-511.

31- Nie J, Lindén LA, Rabek JF, Fouassier JP, Morlet-savary F, Scigalski F, Wrzynski A & Andrzejewska EA (1998) A reappraisal of the photopolymerization kinetics of triethyleneglycol dimethacrylate initiated by camphorquinone-n, n-dimethyl-p-toluidine for dental purposes *Acta Polymerica* **49(4) 1**45-161

32- Lovell LG, Newman SM & Bowman CN (1999) The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins *Journal Dental Research* **78(8)** 1469-1476.

33- Lovell LG, Newman SM, Donaldson MM & Bowman CN (2003) The effect of light on double bond conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. Primary cyclization in the polymerization of bis-gma and teg-dma: a modeling approach to understanding the cure of dental resins *Dental Materials* **19(6)** 458-465. 34- Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G (2002) Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylated-based dental resins *Biomaterials* **23(8)** 1819-1829.

35- Ferracane JL (1985) Correlation between hardness and degree of conversion during the setting of unfilled dental restorative resins *Dental Materials* **1**(**1**) 11-4.

36- Kleverlaan CJ & Feilzer AJ (2005) Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. *Dentals Materials* **21(12)** 1150-7.

37- Plasmans PJ, Creugers NH, Hermsen RJ & Vrijhoef MM (1994) Intraoral humidity during operative procedures *Journal of Dentistry* **22(2)** 89-91.

38- Brown AC & Goldberg MP (1966) Surface temperature and temperature gradients of human teeth in situ *Archives of Oral Biology* **11**(**10**) 973-982.

39- Tantbirojn D, Chongvisal S, Augustson DG & Versluis A (2011) Hardness and postgel shrinkage of preheated composites *Quintessence International* **42(3)** 51-59.

40- Fróes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Franci C, Reis A & Loguercio AD (2010) Composite pre-heating: Effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties *Dental Materials* **26(9)** 908-914.

41- Rahiotis C, Patsouri K, Silikas N & Kakaboura A (2010) Curing efficiency of highintensity light-emitting diode (LED) devices *Journal of Oral Science* **52(2)** 187-195.

42- Watts DC & Hindi AAI (1999) Intrinsic "soft-start" polymerization shrinkage in an acrylate-based resin-composite *Dental Materials* **15(1)** 39-45.

43- Lobhauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A & Eliades G (2009) The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage *Dental Materials* **25(4)** 514-519.

44- Scherzer T & Decker U (2000) The effect of temperature on the kinetics of diacrylate photopolymerizations studied by real-time ftir spectroscopy *Polymer* 41(21)
7681-90.

45- Broer DJ & Mol GN (1990) Temperature effects on the kinetics of photoinitiated polymerization of dimethacrylates *Polymer* **32(4)** 690-695.

1.9. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Heraus Kulzer GmbH, Hanau, Alemanha, pela doação da resina composta, e a 3M ESPE, St Paul, MN, EUA, pelo empréstimo da unidade fotoativadora de LED.

2. ARTIGO EM INGLÊS

2.1. Title Page

Effect of thermal pre-treatment on the volumetric shrinkage of hybrid composite resin by video-imaging analysis

Fabiane Borges de Liz, DDS, MSD Pontifícia Universidade Católica do Paraná Programa de Pós-Graduação em Odontologia R.Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho Curitiba – Paraná – Brasil 80215-901 Tel: + 41 3271-1637; Fax: + 41 3271-1405 E-mail: <u>fabiliz7@hotmail.com</u>

Evelise Machado de Souza, DDS, MSD, PhD (autor correspondente) Professora Titular da Pontifícia Universidade Católica do Paraná Programa de Pós-Graduação em Odontologia R.Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho Curitiba – Paraná – Brasil 80215-901 Tel: + 41 3271-2511; Fax: + 41 3271-1405 E-mail: evesouza@yahoo.com

Sylvio Monteiro Júnior, DDS, MSD, PhD Professor da Universidade Federal de Santa Catarina

Centro de Ciências da Saúde - CCS Campus Universitário – Trindade Florianópolis - Santa Catarina - Brazil Tel: + 55 48 3721- 9880 ; Fax: + 55 48 3721- 9880 E-mail: <u>sylviomj@gmail.com</u>

Rodrigo Nunes Rached, DDS, MSD, PhD Programa de Pós-Graduação em Odontologia R.Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho Florianópolis – Santa Catarina – Brasil 80215-901 Tel: + 41 3271-2511; Fax: + 41 3271-1405 E-mail: <u>ronura@gmail.com</u>

Rui Fernando Mazur, DDS, MSD, PhD

Programa de Pós-Graduação em Odontologia R.Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho Florianópolis – Santa Catarina – Brasil 80215-901 Tel: + 41 3271-2511; Fax: + 41 3271-1405 E-mail: ruimazur@gmail.com

Janaína Bertoncelo de Almeida, DDS, MSD, PhD

Clínica Privada R. Comendador Araújo, 143, sala 14, Centro Curitiba – Paraná – Brazil 80420-000 Tel: + 55 41 3224-6688 E-mail: janainabertoncelo@gmail.com
2.2. Clinical Relevance and summary

CLINICAL RELEVANCE:

The preheated treatment with 60°C reduces the shrinkage of the composite, particularly when polymerized with a high irradiance LED unit.

SUMMARY

The aim of this study was to evaluate *in vitro* by means of a video-imaging technique the volumetric shrinkage of a microhybrid resin composite light-cured with halogen and LED (Light Emitting Diode) after to thermal pre-treatment of 4°C, 37°C and 60°C. The syringes of resin composite (Charisma, Heraeus Kulzer) were stored at 4°C in a refrigerator, at 37° C and 60° C in an oven prior to the experiments. For each temperature, twenty specimens were constructed in the shape of semi-spheres that were placed in a device of video imaging (Acuvol, BISCO Inc.) to record the polymerization shrinkage. A time of 3 minutes was allowed for the composite resin flow and stabilization. The baseline image of the specimen was taken and scanned by the software resulting in a dotted line that defined the initial profile of the specimen. After a 20 s light curing with halogen light (n = 10) or LED (n = 10) curing units, another dotted line was recorded resulting in the final profile of the specimen. The volumetric shrinkage of the specimen was measured for 5, 15, 30 and 60 s after the end of the light curing. The volumetric shrinkage was determined by calculating the difference between the initial and the final virtual dotted lines on the same image, for each period of time. The data were analyzed by three-way ANOVA and Tukey's HSD test ($\alpha = 5\%$). At the temperature of 60°C, the shrinkage was significantly lower than at 4°C and 37° C, but only when the light curing was performed with LED (p < 0.05). The volumetric shrinkage increased over the time, but significant differences were found between 60 s and 5s (p < 0.05). The temperature used during pretreatment affected the volumetric shrinkage only when the resin composite was light-cured with LED. The volumetric shrinkage gradually increased during 60 s after the light curing.

Keywords: resin composite, polymerization shrinkage, temperature, light curing unit.

2.3. INTRODUCTION

Although a high degree of polymerization is desirable with the maximum conversion of monomers, the greater the degree of conversion, the higher the polymerization shrinkage of a resin-based material is.¹ However this shrinkage can create a residual stress, increasing the susceptibility for leakage in the interface tooth-restoration and propagation of cracks in enamel.¹

Many methods have been used to evaluate the polymerization shrinkage, either by contact measurement as in the method of mercury dilatometer,² bonded disc,³ linear shrinkage⁴ and the extensometer or strain gauge,⁵ or by non-contact shrinkage measurements, as the laser scanning,⁶ the 3D micro-scanning⁷ and the technique by video image comparison⁸⁻¹⁰. The methods for measuring non-contact volumetric shrinkage by means of video image provide several advantages over the methods by contact. In the latter, the sample is in a dry environment, besides the fact that it is not necessary to measure the density and mass of the specimen. In this method the external dimensions of the specimen are recorded continuously, determining changes in the shape during the polymerization process and thus the average shrinkage of the material can be obtained.⁸

Hybrid resin composites have been reported to shrink 2% to 3% in volume.¹¹ Several factors can affect the shrinkage of resin-based materials such as filler content,¹² the chemical structure of the matrix and the filler,¹³ cavity configuration,¹⁴ monomer conversion¹⁵ and temperature.⁹ In the early 2000, a heating device for resin materials was launched into the marketed. The manufacturer claimed that the device could submit the material disposed in compule to temperatures of 37°C, 54°C and 60°C.¹⁶ The use of thermal pretreatment would have the intention to improve the manipulative characteristics of the resin composite as well as its properties.¹⁶ According to a previous study, preheating reduces the viscosity, improves the adaptation in the cavity walls, increases the degree of conversion and improves the mechanical properties of the composite resin.¹⁷ However, reports in the literature on the effect of preheating of resin materials are controversial. While some studies have demonstrated that high temperatures increases contraction of the resin composite,^{9,18} other studies showed that preheating can improve properties such as hardness,¹⁹ flexural strength,²⁰ elastic modulus,²⁰ degree of conversion,²¹ improve adaptation and sealed interfaces^{22,23} of composites.

Resin composites are often stored in a refrigerator to extend the storage time of the material as recommended by the manufacturers. A few studies have investigated the influence of cooling on the properties of resin composites.^{18,21} One study found that the use of inserts of refrigerated and pre-polymerized composite in Class V restorations may have extended the pre-gel polymerization reaction, reducing the polymerization shrinkage.¹⁸ While in another study, when the resin was polymerized at a temperature of 3° C, the mobility of the system was apparently so restricted that the maximum rate was achieved with less than 10% conversion, while the final conversion was limited to values lower than 35%.²¹ In this study, the author suggests that the resin composite might be removed from the refrigerator and kept at ambient temperature before being used in the oral cavity.²¹ Therefore, further studies are needed to clarify the behavior of resin composites when refrigerated.

In addition to the exothermic reaction, which occurs during the polymerization reaction, composites are subjected to increased temperature during the polymerization due to the heat located at the tip of the light-curing unit. This temperature increase may be related to the type of light curing unit,²⁴ exposure time,²⁵ irradiance and wavelength,¹⁸ distance from the tip,²⁶ and material thickness.²⁵ With a wavelength range between 400 nm and 540 nm, halogen light is compatible with the absorption peak of the photoinitiator most commonly used in resin-based materials, camphorquinone, located at 468 nm.²⁷ Differently, Light-emitting Diodes (LED) show an emission spectrum of narrower wavelength, between 440 nm and 490 nm.²⁸ Besides the type, the irradiance of the curing unit is also considered a key factor in the effectiveness of polymerization of resin composites.²⁹ However, a high irradiance promotes rapid conversion of monomers producing high polymerization shrinkage in the post-gel phase, leading to high values of shrinkage stress.¹ Thus, the comparison among different light curing units is essential, such as those based on halogen light and LED, beyond possible effect thermal pretreatment in composites.

This aim of this study was to evaluate the volumetric shrinkage of a microhybrid resin composite cured by halogen and LED light curing units after a thermal pretreatment at 4°C, 37°C and 60°C.

2.4. MATERIALS AND METHODS

A hybrid composite was used in the study (Charisma, shade A2, Heraeus Kulzer *Gmb*H, Hanau, Germany). This composite has an organic matrix with Bis-GMA and TEGDMA and barium aluminum fluoride glass ($0.02-2\mu m$) and highly dispersed silica (from 0.02 to 0.07 µm) inorganic filler at 64% per volume.

Sixty specimens were build with the resin composite, twenty for each temperature of pretreatment (4°C, 37°C and 60°C). Half of the specimens were light cured with a halogen light-curing unit (Optilux VCL 501, Demetron/Kerr, Danbury, CT) and the other half with a LED light-curing unit (Elipar Free Light 2, 3M ESPE, St. Paul, MN). The light irradiance of the light-curing units was checked by a proper radiometer at every of light-curing units, at every five specimens, during the experiment.

The resin composite syringes were stored in an incubator at 37°C and 60°C, and in a refrigerator to obtain the temperature of 4°C. A digital multimeter (DT-838 IMPAC, Butantã, SP, Brazil) was used to check the temperature of the resin composite throughout the study.

The shrinkage measurements were performed in a room at $22^{\circ}C \pm 1^{\circ}C$. The operator was previously calibrated regarding the amount of composite that should be the same for all of the specimens. Approximately 0.05 g and 3 mm in diameter of resin composite was taken from the syringe with a composite instrument, resulting in a sphere $12 \pm 1 \mu l$ in volume.

The shrinkage of the composite was measured using Acuvol (BISCO Inc., Schaumburg, IL), which works as a video-imaging device set at "single view" mode. Each portion of resin composite was placed on the pedestal device and later the volume of the specimen was checked on a computer screen. The specimen was allowed to flow for three minutes.⁸ After the resting time, an initial image of the specimen was obtained and then digitized by the software, recording its profile by a virtual dotted line. This initial image was stored in the program as the initial volume of the sample (baseline). Then the specimens were light cured with a halogen light-curing unit (Optilux VCL 501, Demetron / Kerr, Danbury, CT) with a 600 mW/cm² irradiance or with a LED light-curing unit (Elipar Free Light 2, 3M ESPE, St. Paul, MN) with a 1200 mW/cm² irradiation for 20 seconds. A metallic device supported the tip of the light-curing unit allowing the standardization of a 1 mm distance and 90° angulation between the light and the specimen surface.

After light curing, another virtual dotted line was used as a guide to outline the profile of the specimen determining the final volume. As both lines were represented in the same image, it was possible to calculate the shrinkage by the difference between the initial virtual dotted line and the final one. A video camera (Sony XC75-X) with a macro-45 mm lens, placed in the device at a 10 cm distance from the specimen recorded the specimens' shrinkage in real time. The camera was connected to a computer software (MIOD Detection Technologies), in which the volumetric shrinkage values were determined as percentages from the captured images before and after light curing. The percentage of volumetric shrinkage was automatically recorded by the software in the "shrinkage mode" every second, until 60 seconds after light curing.

The mean values of volumetric polymerization shrinkage for each time (5, 15, 30 and 60 s) after light curing were recorded, tabulated and subjected to Kolmogorov-Smirnov and Levene's Homogeneity of Variance tests. Following, a three-way analysis of variance (ANOVA) and Tukey's HSD were used at a 5% significance level.

2.5. RESULTS

The results of volumetric shrinkage in all experimental conditions are presented in Table 1 and Figure 1. The analysis of variance showed significant differences between the temperatures and between the times, and significant interaction between light curing units and temperatures (p < 0.05). However, no statistically significant differences were detected between the light curing units and other interactions (p > 0.05).

The volumetric shrinkage exhibited a gradual increase at each temperature for both light curing units, over 60 s, with statistically significant differences between 5 s and 30 s, between 5 s and 60 s between 15s and 60s (p < 0.05).

The specimens cured with halogen light presented volumetric shrinkage similar at all temperatures, for each time separately (p > 0.05). At 4°C, the volumetric shrinkage was similar at 5 s and 15 s, and between 15 s and 30 s (p > 0.05). Still in 4°C, in time 60 s, the shrinkage was significantly higher than at the other evaluated times (p < 0.05). At 37°C and 60°C, the volumetric shrinkage was similar at 5 s and 15 s, and between 15 s and 30 s (p > 0.05). However, no significant differences were observed between 30 s and 60 s (p > 0.05).

In the groups cured with LED, there were found no differences between the polymerization shrinkage at the temperatures of 4°C and 37°C (p > 0.05), both significantly higher than at 60°C, in every evaluated time (p < 0.05). The volumetric shrinkage of the resin composite subjected to 4°C was significantly higher at 60 s (p < 0.05), followed by 30 s, both significantly different from the other evaluated times (p < 0.05). When subjected to temperature of 37°C, the volumetric shrinkage was similar at 5 s and 15 s, and between 15 s and 30 s (p > 0.05). Still in 37°C at 60 s, the shrinkage

was significantly higher than at the other times (p < 0.05). At the temperature of 60° C, the volumetric shrinkage was similar at 5 s and 15 s (p> 0.05). Still in 60°C at 15 seconds, the shrinkage was statistically similar to 30 s, which in turn was similar to the shrinkage at 60 s (p > 0.05).

It is interesting to note that there was no significant difference between volumetric shrinkage of the resin composite cured with halogen light after thermal pretreatment with 37°C and 60°C and cured with LED after thermal pretreatment at the temperature of 60°C (p > 0.05).

| Time (s) | QTH | | | LED | | |
|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| | 4°C | 37°C | 60°C | 4°C | 37°C | 60°C |
| 5 | 2,32 (0,08) | 2,22 (0,08) | 2,18 (0,07) | 2,28 (0,22) | 2,26 (0,09) | 2,05 (0,11) |
| | Aa | Aab | Aab | Aa | Aa | Ab |
| 15 | 2,49 (0,09) | 2,37 (0,08) | 2,34 (0,10) | 2,43 (0,17) | 2,42 (0,09) | 2,21 (0,11) |
| | ABa | ABab | ABab | Aa | ABa | ABb |
| 30 | 2,66 (0,09) | 2,52 (0,01) | 2,49 (0,13) | 2,64 (0,18) | 2,62 (0,11) | 2,40 (0,13) |
| | Ba | BCab | BCab | Ba | Ba | BCb |
| 60 | 2,86 (0,11) | 2,72 (0,08) | 2,67 (0,15) | 2,86 (0,17) | 2,85 (0,12) | 2,59 (0,15) |
| | Ca | Cab | Cab | Ca | Ca | Cb |

Table 1: Mean (standard deviation) of volumetric shrinkage (%) of a composite subjected to different pretreatment temperatures and curing lights.

Groups connected along a row by the same lowercase letter and along a column by the same uppercase letter are not statistically

different (p>0.05).



Figure 1: Volumetric shrinkage (%) of a resin composite as a function of time (s) after thermal pretreatment and light curing with QTH and LED.

2.6. DISCUSSION

The polymerization kinetics of the multifunctional monomers found in the resin composite is a complex process that presents many stages. At the beginning of the polymerization reaction the composite is less viscous and has available free radicals to connect to the polymer chain. This stage is called the auto-acceleration. During the reaction the mobility of the radicals is reduced and the system becomes more viscous due to the encapsulation of residual monomers in the mass of the polymer, which inhibit the movement of the remaining methacrylate groups.²⁹ However, this process can be affected by many factors such as the rate of radical production,^{30,31} the amount or concentration of the monomer,³¹ the power density of the curing light unit,³² the temperature,^{31,32} the change in the system viscosity,³² and the exposure time.³³ These changes in the viscosity of the system are closely related to the temperature change before and during the polymerization reaction of multifunctional monomers.³⁴ A previous study³⁵ demonstrated that the polymerization reaction at room temperature or body temperature is self-limiting, mainly due to the increase of the system viscosity and the decrease in mobility of reactive species imposed by the rapid formation of a highly cross-linked polymeric network. Therefore, the change in the viscosity seems to be one of the main factors that influence on the volumetric shrinkage of the composite.

Sharp et al.⁹ observed the volumetric shrinkage of different resin composites up to 300 s after light curing and reported that the shrinkage remained constant after 60 s. In another study,³⁶ when the volumetric shrinkage was evaluated after 5, 15 and 30 min, there were found no differences between the times for the commercial resin composites evaluated. In the present study, the analysis of the volumetric shrinkage was performed after pre-treatment of the resin composite at 4°C, 37°C and 60°C at 5 s to 60 s after light curing.

The reproduction *in vitro* of the clinical conditions found in a restorative procedure were carried out by keeping the room temperature at 22°C, since in most cases this is the room temperature of the dentist's office. The syringes of the resin composite were cooled in a refrigerator according to the manufacturer's recommendation for storage. For the heating, an incubator was used to simulate the use of a device, which is available in the market, to heat composites.^{10,21} Additionally, one of the clinical aspects that greatly influences the temperature of the tooth cavity is the presence of rubber dam isolation. Plasmans et al.³⁷ observed that when the rubber dam is used, the temperature around the cavity reduces to that of the room temperature. Furthermore, the intra-oral temperature can also depend upon the location of the tooth to be restored, the patient's type of breathing and the application of a rubber dam.¹⁷ It is known that the tooth temperature is around 30°C surrounding a restoration, oscillating between the body temperature (37°C) and the room temperature (23°C).³⁸

In the present study, it was observed that there was no difference between the temperatures of 4°C, 37°C and 60°C in each of the times evaluated after halogen curing. These results corroborate with those of a recent study, in which there were no significant differences in the shrinkage when the resin composite was kept at ambient room temperature and pre-heated at 68°C using halogen curing.³⁹ The volumetric shrinkage using LED was also similar when the resin composite was subjected to temperatures of 4°C and 37°C. This outcome may be explained based on the fact that the composite sphere received heat from the ambient room when at 4°C and lost heat to the environment when at 37°C and 60°C during the experiment, since the temperature of the room was kept at 22°C. The influence of room temperature was proved to influence other properties like degree conversion^{21,32} and flexural strength.⁴⁰

The time elapsed for the preparation of specimen since the removal of the composite portion from the heated syringe until the insertion to the pedestal, approximately 20 s, as well as the time for the material flow, 3 min, and the light curing during 20 s, totalized 4 min. In a previous study carried out by Fróes-Salgado et al.,⁴⁰ the time needed to remove the composite from the heated syringe, cavity filling and material accommodation was reported around 2 min. This amount of time could be enough to the temperature decrease of the composite in about 50%²¹ and probably to reach the room temperature and thus equalize the rates of volumetric shrinkage, regardless the temperature used in the thermal pre-treatment.

The similarity of the volumetric shrinkage among the three temperatures with the halogen light curing can also be due to the temperature emitted by the tip of the light curing unit. The temperature of halogen light tip was checked previously and showed a gradual increase from 31°C to 46°C in 20 s. This heat may have led to an increase of the previous temperature of the specimen cooled at 4°C and of that one subjected to 37°C. However, the temperature change in the resin composite subjected to thermal pretreatment at 60°C could have been minimal or insignificant. This heat transfer may have contributed for the equilibrium between the temperatures of the specimens promoting a similar rate of volumetric shrinkage for all pre-treatment temperatures. On the other hand, the temperature generated at the LED curing unit tip increased from 31°C to 40°C in 20 s, showing lower final temperature. When the resin composite was pre-heated at 60°C and activated with LED, the volumetric shrinkage was lower than the pretreatment with 4°C and 37°C, but similar to the shrinkage found at 37°C and 60°C after polymerization with the halogen light. Once the tip temperature is related to irradiance of the light curing unit, it is important to note that, in this study, the halogen light curing device showed irradiance of 600 mW/cm^2 and the LED, 1200 mW/cm^2 . Even with this

marked difference between irradiances, the temperature at the tip of the light curing units was not so discrepant. A recent study found no difference in hardness and linear shrinkage of a hybrid resin composite when cured with a 1000 mW/cm² LED and a halogen light with an irradiance of 800 mW/cm².⁴¹

When the resin composite volumetric shrinkage was evaluated after cooling at 4°C, the composite showed increasing amounts of shrinkage after curing with both lights. The composite was removed from the refrigerator at 4°C. However, up to the time of the completion of the experiment, the material received heat from the ambient that was at 22°C. Thus, probably, the viscosity of the composite dropped fast while it was receiving heat from the room, leading to an increase in the volumetric shrinkage.

After pretreatment with all the temperatures evaluated in the present study, the volumetric shrinkage of the resin composite using both halogen and LED light curing units gradually increased up to 60 s. This result is confirmed by a study that evaluated the polymerization shrinkage at temperatures of 23°C and 37°C of four composites up to 60 min, demonstrating increased values with time.⁴² This gradual rise over time can be explained by an increase in polymerization reaction rate as a function of time, which characterizes the self-acceleration of the polymerization kinetics.²⁹

A previous study²¹ showed that there was a large heat loss in a short time, when the thermal pre-treatment technique is used. The authors²¹ reported that after 2 min from the removal of the heating device, 50% of the heat was lost to the environment and that after 5 min, almost 90%. This also happened when the resin composite was taken out from the refrigerator.²¹ Therefore, it may be suggested that in the present study, after light curing and the beginning of the volumetric shrinkage measurements, the temperature of the resin composite was in equilibrium with the room temperature. According to Lohbauer et al.,⁴³ the volumetric shrinkage increases the density of the polymerized specimen and decreases volumetric shrinkage from 2.92% to 2.17% with cooling from 68°C to 37°C.

In the present study, pre-heating at 60°C and light curing with LED resulted in a volumetric shrinkage significantly lower than the thermal pre-treatment at 4°C and 37°C. One reason for this result may be the fact that the syringes of resin composite were pre-heated at 60°C for a greater number of cycles. Daronch et al.²¹ observed that it is possible to heat the resin composite in compule in the heating device and keep it at 59.3°C for at least 10 cycles of heating and cooling without any damage to the conversion of monomers. The great number of cycles used here might have led to the volatilization of low molecular weight components of the resin composite, such as photoinitiators⁴⁴ and some monomers.⁴⁵ Beyond that, there might be degradation of photoinitiators,⁴⁵ damaging the polymerization reaction and leading to lower volumetric shrinkage of the resin composite. The effect of thermal treatment confirms the existence of a pre-polymerization prior to the polymerization itself.^{29,44,45} This can interfere in the system, initially by dimethacrylate consumption, which decreases the initial polymerization rate, and secondarily by the shrinkage of the material, which reduces its initial free volume, and therefore, the final conversion.

The effects of temperature on the composite resins behavior depend on the conditions used, such as the method of evaluation of the polymerization shrinkage, the heating and cooling mode, the environmental conditions, the material composition, the monomer structure, the type of polymerization unit, among other factors. Since the effect of the temperature is not yet fully understood and due to some inconsistencies on the available literature, further studies should be carried out to better elucidate this topic.

2.7. CONCLUSIONS

Under the conditions of this *in vitro* study it was concluded that:

- thermal pre-treatment had no influence on the volumetric shrinkage of the resin composite when activated with halogen light;
- volumetric shrinkage of resin composite was similar for both of the light curing units evaluated;
- volumetric shrinkage of resin composite cured with LED was lower when pre-heated at 60°C;
- volumetric shrinkage of resin composite increased gradually within 60 s, irrespectively of the light curing unit.

2.8. REFERENCES

Tantbirojn D, Versluis A, Pintado MR, DeLong R & Douglas WT (2004) Tooth deformation patterns in molars after composite restoration *Dental Materials* 20(6) 535-42.

2- Gee, AJ & Davidson CL (1981) A modified dilatometer for continuous recording of volumetric polymerization shrinkage of composite restorative materials *Journal of Dentistry* **9(1)** 36-42.

3- Watts DC & Cash AJ (1991) Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light-cured materials: methods development *Dental Materials* **7(4)** 281-7.

4- Gee AF, Feilzer AJ & Davidson CL (1993) True linear polymerization shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer *Dental Materials* **9**(1) 11-4.

5- Sakaguchi RL, Sasik CT, Bunczak MA & Douglas WH (1991) Strain gauge method for measuring polymerization contraction of composite restoratives *Journal of Dentistry* 19(5) 312-6.

6- Fano V, Oralli I, Pizzi S & Bonanini M (1997) Polymerization shrinkage of microfilled composites determined by laser beam scanning *Biomaterials* **18(6)** 467-70.

7- Chiang Y, Rösch P, Dabanoglu A & Lin C (2010) Polymerization composite shrinkage evaluation with 3D deformation analysis from μCT images *Dental Materials* **26(3)** 223-231.

8- Tiba A, Charlton DG, Vandewalle KS & Cohen ME (2005) Volumetric polymerization shrinkage of resin composites under simulated intraoral temperature and humidity conditions *Operative Dentistry* **30(6)** 696-701.

9- Sharp LJ, Choi IB, Lee TE, Sy A & Suh BI (2003) Volumetric shrinkage of composites using video-imaging *Journal of Dentistry* **31**(2) 97-103.

10- Walter R, Swift EJ Jr, Sheikh h & Ferracane JL (2009) Effects of temperature on composite resin shrinkage *Quintessence international* **40(10)** 843-847.

11- Weinmann W, Thalacker C & Guggenberger R (2005) Siloranes in dental composites. *Dentals Materials* **21(1)** 68-74.

12- Mucci V, Arenas G, Duchowicz R, Cook W & Vallo C (2009) Influence of thermal expansion on shrinkage during photopolymerization of dental resins based on bis-GMA/TEGDMA *Dental Materials* **25(1)** 103-114.

13- Clifford SS, Roman-Alicea K, Tantbirojn D & Versluis A (2009) Post-gel shrinkage with different modes of LED and halogen light curing units *Quintessence International*40(3) 203-214.

14- Feilzer AL, De Gee AJ & Davidson CL (1987) Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restauration *Journal Dental Research* **66(11)** 1636-1639.

15- Silikas N, Eliades G & Watts DC (2000) Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain *Dental Materials* **16(4)** 292-296.

16- Friedman J. (2001) Heating assembly for pre-heating dental materials. US patent 6236020.

17- Trujillo M, Newman SM & Stansbury JW (2004) Use of near-IR to monitor the influence of external heating on dental composite photopolymerization *Dental Materials* **20(8)** 766-77.

18- De La Torre-Moreno FJ, Rosales-Leal JI & Bravo M (2003) Effect of cooled composite inserts in the sealing ability of resin composite restorations placed at intraoral temperatures: an in vitro study *Operative Dentistry* **28(3)** 297-302.

19- Lucey S, Lynch CD, Ray NJ, Burque FM & A. Hannigan (2010) Effect of preheating on the viscosity and mirohardness of a resin composite *Journal Oral Rehabilitation* **37(4)** 278-282.

20- Uctasli MB, Arisu HD, Lasilla LVJ & Valittu PK (2008) Effect of preheating on the mechanical properties of resin composites *European Journal of Dentistry* **2(10)** 263-268.

21- Daronch M, Rueggeberg FA, Moss L & Góes MF (2006) Clinically relevant issues related to preheating composites *Journal Esthetic Restorative Dentistry* **18(6)** 340-351.

22- Wagner WC, Asku MN, Neme AL, Linger JB, Pink FE & Walker S (2008) Effect of pre-heating resin composite on restoration microleakage *Operative Dentistry* 33(1) 72-78.

23- Deb S, Di Silvio L, Mackler HE & Millar BJ (2011) Pre-warming of dental composites *Dental Materials* **27(4)** e51-9.

24- Aravamudhan K, Floyd CJE, Rakowski D, Flaim G, Dickens SH, Eichmiller FC & Fan PL (2006) Light-emitting diode curing light irradiance and polymerization of resinbased composite *Journal American Dental Association* **137**(**7**) 213-223.

25- Lloyd CH, Joshi A & McGlynn E (1986) Temperature rises produced by light sources and composites during curing *DentalMaterials* **2(4)** 170-174.

26- Shortall AC & Harrington E (1998) Temperature rise during polymerization of light-activated resin composites *Journal Oral Rehabilitation* **25**(**12**) 908-913.

27- Stansburry JW (2000) Curing dental resins and composites by photopolymerization *Journal Esthetic Dentistry* **12(6)** 300-308.

28- Unterbrink GJ & Muessner R (1995) Inflence of light intensity on two restorative systems *Journal of Dentistry* **23(3)** 183-189.

29- Andrzejewska E (2001) Photoinitiated polymerization of multifunctional monomers Polymer **46(2)** 88-99.

30- Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW & Lu H & Bowman CN (2001) The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dental Materials* **17(6)** 504-511.

31- Nie J, Lindén LA, Rabek JF, Fouassier JP, Morlet-savary F, Scigalski F, Wrzynski A & Andrzejewska EA (1998) A reappraisal of the photopolymerization kinetics of triethyleneglycol dimethacrylate initiated by camphorquinone-n, n-dimethyl-p-toluidine for dental purposes *Acta Polymerica* **49(4) 1**45-161

32- Lovell LG, Newman SM & Bowman CN (1999) The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins *Journal Dental Research* **78(8)** 1469-1476.

33- Lovell LG, Newman SM, Donaldson MM & Bowman CN (2003) The effect of light on double bond conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. Primary cyclization in the polymerization of bis-gma and teg-dma: a modeling approach to understanding the cure of dental resins *Dental Materials* **19(6)** 458-465. 34- Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G (2002) Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylated-based dental resins *Biomaterials* **23(8)** 1819-1829.

35- Ferracane JL (1985) Correlation between hardness and degree of conversion during the setting of unfilled dental restorative resins *Dental Materials* **1**(**1**) 11-4.

36- Kleverlaan CJ & Feilzer AJ (2005) Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. *Dentals Materials* **21(12)** 1150-7.

37- Plasmans PJ, Creugers NH, Hermsen RJ & Vrijhoef MM (1994) Intraoral humidity during operative procedures *Journal of Dentistry* **22(2)** 89-91.

38- Brown AC & Goldberg MP (1966) Surface temperature and temperature gradients of human teeth in situ *Archives of Oral Biology* **11**(**10**) 973-982.

39- Tantbirojn D, Chongvisal S, Augustson DG & Versluis A (2011) Hardness and postgel shrinkage of preheated composites *Quintessence International* **42(3)** 51-59.

40- Fróes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Franci C, Reis A & Loguercio AD (2010) Composite pre-heating: Effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties *Dental Materials* **26(9)** 908-914.

41- Rahiotis C, Patsouri K, Silikas N & Kakaboura A (2010) Curing efficiency of highintensity light-emitting diode (LED) devices *Journal of Oral Science* **52(2)** 187-195.

42- Watts DC & Hindi AAI (1999) Intrinsic "soft-start" polymerization shrinkage in an acrylate-based resin-composite *Dental Materials* **15(1)** 39-45.

43- Lobhauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A & Eliades G (2009) The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage *Dental Materials* **25(4)** 514-519.

44- Scherzer T & Decker U (2000) The effect of temperature on the kinetics of diacrylate photopolymerizations studied by real-time ftir spectroscopy *Polymer* 41(21)
7681-90.

45- Broer DJ & Mol GN (1990) Temperature effects on the kinetics of photoinitiated polymerization of dimethacrylates *Polymer* **32(4)** 690-695.

2.9. ACKNOLEGEMENTS

The authors thank very much for your help: Heraus Kulzer by donation of resin composite and 3M ESPE by loan of light curing unit LED.

3. ANEXOS

3.1. ANEXO 1 - RESUMOS DA LITERATURA UTILIZADA NA DISCUSSÃO

29. Andrzejewska E (2001) Photoinitiated polymerization of multifunctional monomers Polymer 46(2) 88-99.

Esta revisão apresenta os resultados de estudos relativos à cinética de polimerização. A ênfase principal é dada ao coeficiente de propagação e a determinação do mecanismo do processo de terminação. Para enfatizar as características da cinética de fotopolimerização, uma comparação com a cinética de polimerização linear foi feita. Além disso, o artigo descreve a influência de vários fatores, tanto químicos quanto físicos (por exemplo, monômeros, estrutura, composição do sistema, oxigênio, temperatura) na formação da rede polimérica. Os efeitos dos grupamentos amina, éter e sulfetos presentes nos aditivos ou introduzidos nas moléculas de monômeros também foram discutidos.

30. Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW & Lu H & Bowman CN (2001) The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. Dental Materials 17(6) 504-511.

Lovell e colaboradores investigaram o efeito da taxa de polimerização nas propriedades mecânicas de uma resina composta (75/25% em peso de Bis-GMA/TEGDMA), variando a temperatura de polimerização e a irradiância de luz. A taxa de polimerização e a conversão final dos mesmos espécimes usados subsequencialmente para os testes mecânicos foram monitorados por espectroscopia de infra-vermelho(near-IR). A temperatura de transição vítrea e o módulo de elasticidade foram determinados em função da temperatura por meio de análise mecânica dinâmica (DMA). Este estudo mostra que o sistema de dimetacrilato tem um encadeamento altamente cruzado, como o BIS-GMA/TEGDMA, e exibem uma estrutura de cadeia similar e propriedades em função do grau de conversão independente do método de fotoativação e da taxa de polimerização.

31. Nie J, Lindén LA, Rabek JF, Fouassier JP, Morlet-savary F, Scigalski F, Wrzynski A & Andrzejewska EA (1998) A reappraisal of the photopolymerization kinetics of triethyleneglycol dimethacrylate initiated by camphorquinone-n, ndimethyl-p-toluidine for dental purposes Acta Polymerica 49(4) 145-161

Este trabalho descreve as características da polimerização do trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDM) quando ativado através da canforoquinona (CQ) somente e na presença de *N*, *N*-dimetil-*p*-toluideno (DMT) em atmosfera de O₂ e de nitogênio (N₂). A taxa de polimerização (R_P), a conversão das duplas ligações (p), conversão de monômeros (p_m), temperatura e diferentes concentrações de CQ e DMT foram medidas e analisadas. A segunda R_P máxima foi encontrada para a polimerização de TEGDM na presença de CQ (sem DMT) em N₂ e na presença de CQ + DMT em O₂. A formação da segunda R_P máxima foi explicada pela diferença na mobilidade dos radicais monoméricos de iniciação da matriz polimérica como um processo de polimerização. Os estudos foto-físicos permitiram uma avaliação mais detalhada do papel dos estágios excitados da CQ e da DMT no processo de polimerização por fotoativação.

32. Lovell LG, Newman SM, Bowman CN. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. J Dent Res. 1999;78(8)1469-76.

Os autores avaliaram o efeito da intensidade da luz, da temperatura e da composição do co-monômero na polimerização de resinas compostas. Para isto foi usada a calorimetria escaneada diferencial (DSC), monitorando o grau de polimerização em diferentes condições experimentais. Foi encontrado que o máximo valor de polimerização foi afetado significantemente pela irradiância da luz e a temperatura de polimerização afetou a conversão. Quando a composição variou, a viscosidade do sistema teve papel importante na polimerização. Misturas de 50% em peso para 75% em peso de BisGMA obtiveram o maior grau de polimerização. Os autores sugeriram que o TEGDMA é um excelente diluente, pois aumenta a mobilidade do sistema, entretanto o BisGMA é responsável pela alta reatividade. Baseados na composição, os autores concluíram que o Bis GMA controla os mecanismos e a cinética de polimerização.

33. Lovell LG, Newman SM, Donaldson MM & Bowman CN (2003) The effect of light on double bond conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. Primary cyclization in the polymerization of bis-gma and teg-dma: a modeling approach to understanding the cure of dental resins Dental Materials 19(6) 458-465.

Duas fontes de luz visível (halógena e plasma de xênon) com uma grande diferença de irradiância (200 e 1800 mw/cm²),ambas com faixa espectral similares, foram usadas para examinar a conversão e a resistência flexural de uma resina composta experimental com 75/25 % em peso de Bis-GMA/ TEGDMA. Os mesmos espécimes usados para o teste de resistência flexural foram usados para o teste de grau de conversão espectroscopi de IR), ambos realizados imediatamente depois da exposição à luz e após o armazenamento. Os espécimes irradiados com plasma de xenônio exibiram maior grau de conversão, causado pela combinação dos efeitos térmicos e foto. Porém, tanto a resistência flexural quanto o grau de conversão não foram afetados pela irradiância das unidades fotoatvadoras.

34. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light cured dimethacrylate based dental resins. Biomaterials. 2002;23(8) 1819-29.

Avaliaram o efeito da estrutura química no grau de conversão de resinas compostas fotoativadas. Neste estudo, a temperatura ambiente de fotoativação do BisGMA, BisEMA, UDMA e TEGDMA, foram monitoradas por espectrofotometria de Fourier. As amostras foram irradiadas por 10, 20, 30, 40, 60, 80, 120, 180 e 240 segundos. Também foi avaliada a temperatura de transição vítrea (Tg), por meio de calorimetria DSC. O UDMA apresentou grande grau de conversão, devido à reação causada pelo grupamento -NH-, que aumenta a mobilidade do radical. O máximo grau de conversão do UDMA e BisGMA foi maior que o do TEGDMA e BisGMA. O TEGDMA apresentou maior efeito plastificador no BisGMA que no UDMA e BisEMA, como resposta do efeito de sinergia de polimerização observado na mistura **BisGMA/TEGDMA**.

54

35. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting of unfilled dental restorative resins (1985) Dental Materials 1(1) 11-4.

Neste estudo foi determinada a correlação entre a microdureza Knoop e o grau de conversão. O grau de conversão foi analisado por meio de espectroscopia de IR em resinas compostas sem partículas de carga. Os tempos em que a dureza e a conversão máximas foram atingidas também foram determinados. Neste estudo, foram usadas três marcas comerciais de resina composta. No tempo de 24, foi observado um grau máximo de conversão da resina composta Porém, não houve aumento desta conversão no tempo de 48. Tanto a dureza quanto o grau de conversão apresentaram um crescimento linear de 10 minutos à 6 horas. Ao final deste estudo foi observada uma grande correlação entre o grau de conversão e a dureza.

9. Sharp LJ, Choi IB, LEE TE, Sy A & Suh BI (2003) Volumetric shrinkage of composites using video-imaging Journal of Dentistry 31(2) 97-103.

Neste estudo, foram descritas e validadas as medidas de contração volumétrica com aparelho de vídeo-imagem. Seis compósitos experimentais e comerciais foram testados. A contração volumétrica foi medida usando o método de reconstrução volumétrica, único e múltiplo, e também por meio de dilatômetro de mercúrio. Todos os compósitos foram fotoativados com luz halógena por 40 segundos, com intensidade de 500mW/cm². Ao final dos testes não foi observado diferença entre o método de reconstrução volumétrica único e múltiplo. Houve diferença na contração volumétrica por vídeo imagem e por dilatômetro de mercúrio em 3 dos 6 compósitos avaliados.

36. Kleverlaan CJ & Feilzer AJ (2005) Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. Dentals Materials. 21(12) 1150-7.

Neste estudo foi verificada a relação entre a contração, o estresse de contração, o módulo de elasticidade e a viscosidade de várias resinas compostas: microparticuladas, micro-híbridas, condensáveis e *flow*. A contração volumétrica foi avaliada por meio de dilatômetro de mercúrio e o estresse de contração e o módulo de elasticidade foram determinados pela média da análise da força de estresse nos tempos de 5, 15 e 30

minutos. A contração e o estresse de contração aumentaram para todas as resinas em todos os tempos. O estresse de contração das resinas compostas variou de 3,3 a 23,5 MPa em 30 minutos. Para resinas compostas não *flow* o estresse de contração foi de 8,4 a 23,5 MPa. Entre as resinas *flow* os valores mais baixos foram de 3,3 MPa e de 16,0MPa. O módulo de elasticidade variou de 1,2 GPa a 3,8GPa. Uma relação direta foi verificada entre a rapidez da reação de polimerização, o rápido crescimento do módulo de elasticidade e o consequente alto estresse de contração.

10. Walter R, Swift EJ Jr, Sheikh h & Ferracane JL (2009) Effects of temperature on composite resin shrinkage Quintessence international. 40(10) 843-847.

O objetivo deste estudo foi estudar a contração de polimerização de uma resina composta microparticulada submetida à diferentes temperaturas. Os autores utilizaram um método de análise por imagem para verificar a contração de polimerização. Os autores testaram as seguintes temperaturas de pré-polimerização: 4°C, 20°C (controle), 37°C, 54°C, 68°C. A contração foi verificada a cada intervalo de 1 minuto por 10 minutos após o início da fotoativação. Os resultados mostraram variação de contração de 0,2% a 4,7%. A 37°C a contração foi similar em 20°C (controle). Aquecer a 54-68°C aumentou a contração da resina composta. A contração da resina refrigerada foi significantemente menor que a do controle em 20°C. A análise de regressão mostrou forte correlação entre a temperatura e a contração volumétrica, quanto maior a temperatura, maior a contração.

21. Daronch M, Rueggeberg FA, Moss L & Góes MF (2006) Clinically relevant issues related to preheating composites Journal Esthetic *Restorative Dentistry* 18(6) 340-351.

A proposta deste estudo foi examinar os efeitos do uso de um dispositivo de aquecimento de resina composta e esclarecer a sua aplicabilidade. Foram observados o tempo para alcançar a temperatura determinada, a temperatura máxima obtida pelo compósito, a mudança de temperatura, o tempo seqüencial e a oscilação da temperatura usando o Calset nas temperaturas de 54°C e 60°C. A mudança de temperatura do compósito armazenado no refrigerador até atingir a temperatura ambiente e a perda da

temperatura do compósito na transferência da unidade de aquecimento e inserção no preparo cavitário também foi medida. O efeito do repetitivo aquecimento e resfriamento, bem como o aquecimento por tempo prolongado na conversão dos monômeros do compósito foi medido e comparado com o compósito não aquecido e com o material na temperatura ambiente (controle). Como resultado deste estudo foi observado que a temperatura do compósito após a remoção do dispositivo caiu em torno de 50% em 2 minutos. O aquecimento da unidose inserida na seringa apresentou temperatura mais alta do que a unidose isoladamente e exigiu menos tempo para inserir na cavidade. O grau de conversão não foi afetado por ciclos repetidos e prolongados de pré-aquecimento e resfriamento da resina composta. O aquecimento do compósito na seringa dispensadora promoveu temperaturas mais altas do que o aquecimento dos compósitos em unidoses.

37. Plasmans PJ, Creugers NH, Hermsen RJ & Vrijhoef MM (1994) Intraoral humidity during operative procedures Journal of Dentistry 22(2) 89-91.

O objetivo deste estudo foi investigar a umidade relativa na boca dos pacientes durante os procedimentos restauradores. Os fatores que podem ter influência na umidade relativa são a localização, o tipo de respiração (bucal ou respiração nasal), a umidade do dente e o uso de dique de borracha. Tanto umidade relativa quanto à influência da temperatura, a quantidade absoluta de vapor de água no ar (umidade absoluta) a temperatura da cavidade oral foram registradas. Seis diferentes situações operatórias foram testadas. As medidas foram feitas em 10 pacientes por um único operador. Sem o dique de borracha a umidade relativa do ar ficou em torno de 78-90% e a temperatura é na escala de 26-29°C. A umidade relativa intra-oral não dependem da respiração bucal ou nasal e da umidade do dente antes da medição. Foi demonstrado que a umidade relativa do ambiente. A umidade relativa intra-oral não pode ser controlada efetivamente sem o uso do dique de borracha.

17. Trujillo M, Newman SM, Stansbury JW. Use of near-IR to monitor the influence external heating on dental composite photopolymerization (2004) Dent Mater. 20(8)766-77.

Determinaram o efeito do aquecimento externo na cinética de polimerização de resinas compostas fotoativadas. Para isto foi usada a espectrofotometria por infravermelho em espectro próximo (near-IR). O aquecimento utilizou temperaturas entre 23°C e 70°C. Várias unidades fotoativadoras, diferindo no espectro e na densidade de energia foram comparadas para as diferentes temperaturas. Como resultado os autores obtiveram sucesso no aumento de grau de conversão com temperatura de 54°C, comparado com a temperatura ambiente de 23°C. Ao contrário dos materiais polimerizados em temperatura ambiente, os submetidos ao aumento de temperatura não resultaram em uma pós-polimerização evidente.

38. Brown AC & Goldberg MP (1966) Surface temperature and temperature gradients of human teeth in situ Arch Oral Biol 11(10) 973-982.

A temperatura da superfície e a temperatura dos dentes anteriores superiores foram medidas em quarenta pacientes. Os dentes foram isolados com um lençol de borracha e um termopar foi usado para medir a temperatura. A temperatura média dos dentes avaliados foi de 30°C. A temperatura da superfície reduziu na direção da região anterior. A superfície palatal de cada dente foi cerca de 0,4°C mais quente que a superfície vestibular. Não houve diferença significativa entre a temperatura de dentes vitais e dentes não-vitais. A partir das medições da superfície e das medidas de temperatura foi concluído que, a condução passiva dos tecidos periodontais é a maior fonte de calor, as quais determinam a temperatura de superfície.

39- Tantbirojn D, Chongvisal S, Augustson DG & Versluis A (2011) Hardness and postgel shrinkage of preheated composites *Quintessence International* 42(3) 51-59.

O objetivo deste estudo foi determinar o efeito do pré-aquecimento nas propriedades mecânicas, o desenvolvimento de estresse de contração residual bem como o efeito da redução da duração de fotoativação. O efeito do pré-aquecimento nas propriedades

mecânicas de uma resina composta foi determinado neste estudo através da microdureza de topo e base.O potencial estresse de contração foi determinado medindo a contração pós-gel usando o método *strain gauge*. Uma resina composta híbrida e uma resina de nanopartículas foram avaliadas na temperatura ambiente e aquecidas à 68°C. A fotoativação foi feita usando luz halógena com irradiância de 570mW/cm². A redução da duração da fotoativação reduziu significativamente a dureza tanto do topo quanto na base, bem como a contração pós-gel. O pré-aquecimento das resinas compostas aumentou significativamente a dureza de topo quando comparadas com a temperatura ambiente, mas não afetou negativamente a contração pós-gel.

40. Fróes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Franci C, Reis A & Loguercio AD (2010) Composite pré-heating: Effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties Dental Materials 26(9) 908-914.

Neste estudo foi avaliado o efeito da temperatura aplicada previamente à polimerização e a densidade de energia na adaptação marginal (MA), no grau de conversão (DC), na resistência flexural (FS) e na densidade de ligações cruzadas (PCL) de uma resina composta microhíbrida (Filtek Z350, 3M/ESPE). Para MA, cavidades de Classe V foram preparadas em 40 incisivos bovinos. O sistema adesivo Adper Single Bond 2 (3M/ESPE) foi utilizado. Antes de ser inserida nas cavidades, a resina composta foi armazenada a 25°C ou pré-aquecida a 68°C no aparelho CalsetTM (AdDent Inc., Danbury, CT, USA). A resina composta foi polimerizada por 20 s ou 40 s com densidade de energia de 12 ou 24 J/cm², respectivamente. O percentual de fendas foi analisado por meio de microscopia eletrônica de varredura (SEM) e o grau de conversão foi obtido com espectroscopia de Raman. A resistência flexural foi medida em um aparelho de três pontos. A dureza Knoop foi determinada após o armazenamento em água por 24h e imersão em etanol 100% por 24h para calcular o PCL. Os autores verificaram que as resinas compostas pré-aquecidas obtiveram melhor adaptação marginal que as em temperatura do ambiente. Um maior número de fendas foi observado na parede axial, independente da densidade de energia utilizada. O préaquecimento e a densidade de energia não afetaram o grau de conversão, a resistência flexural e o PCL. Os autores concluíram que o pré-aquecimento da resina composta antes da fotoativação não alterou as propriedades mecânicas e a conversão monomérica, mas aumentou a adaptação marginal da resina composta às paredes cavitárias.

41- Rahiotis C, Patsouri K, Silikas N & Kakaboura A (2010) Curing efficiency of high-intensity light-emitting diode (LED) devices Journal of Oral Science 52(2) 187-195.

O objetivo deste estudo foi avaliar as unidades de LED comparando as suas características de performânce com as unidades de halógena, usando parâmetros relacionados com a polimerização. O percentual de ligações carbônicas que não reagiram, a microdureza de superfície, a profundidade de cura, a microdureza relativa, a porcentagem de contração linear e o percentual de contração parede-parede foi determinado. Uma resina composta híbrida foi usada para os testes. Não houve diferença estatística entre os LEDs no percentual residual de ligações carbônicas bem como na contração linear. Não houve diferença estatística significativa entre os LEDs em profundidade na contração volumétrica parede-parede. A unidade halógena teve o mais baixo valor de contração parede-parede em ambas profundidades. Além disso, este estudo mostrou que um mínimo aumento da irradiância não aumentou em um aumento na performance das unidades de fotoativação. A unidade halógena que teve a mais baixa intensidade de luz resultou em melhor adaptação que os LEDs de alta in tensidade.

42. Watts DC & Hindi AAI (1999) Intrinsic "soft-start" polymerization shrinkage in an acrylate-based resin-composite Dental Materials 15(1) 39-45.

Neste estudo a cinética de polimerização de compósitos à base de acrilato foi comparada com a cinética de polimerização de compósitos à base de dimetacrilato. A força de contração de 4 resinas compostas foram avaliadas em um período de tempo de 60 min. O material foi avaliado com um regime de irradiação padrão e também com dois outros níveis de irradiação(alto e baixo). As avaliações foram feitas nas temperaturas de 23°C e 37° C. A diferença observada na média de contração entre os dois regimes de fotoativação nos primeiros 0,2 min. foi significativa para a resina Charisma. Depois de 5 min. e de 20 min. não houve diferença estatística na média de contração entre os dois regimes de fotoativação. Para as demais resinas compostas,

60

houve um aumento na contração como resultado da mudança da temperatura de 23°C para 37°C. Os autores recomendaram o uso de regimes de irradiação de baixa para alta, permitindo a conversão dos monômeros e uma menor contração.

43- Lobhauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A & Eliades G (2009) The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage Dental Materials 25(4) 514-519.

O objetivo deste estudo foi avaliar a conversão de monômero, a contração de polimerização e o perfil da temperatura da resina composta dentro da cavidade depois de diferentes procedimentos de pré-aquecimento e intervalos de armazenagem. Uma única resina composta foi avaliada cinco minutos após a fotoativação e 24 horas depois também. As temperaturas de pré-aquecimento da resina composta foram 10°C, 23°C, 39°C e 68°C. As bisnagas de resina composta foram aquecidas em estufa e resfriadas em refrigerador. A medida da contração de polimerização ocorreu através dos princípios de Arquimedes de flutuação. O pré-aquecimento da resina composta não aumentou o grau de conversão ao longo do tempo. Não houve aumento significativo imediatamente, bem como no final da avaliação do grau de conversão, quando a resina foi pré-aquecida a 68°C comparada com 54°C e39°C. A contração mais baixa foi de 1,81% para resina resfriada a 10°C depois de 5 minutos. O valor mais alto de contração foi de 2,85% com a temperatura de 68°C depois de 5 minutos.

44- Scherzer T & Decker U (1999) Kinetic investigations on the UV-induced photopolymerization of a diacrylate by time-resolved FTIR spectroscopy: the influence of photoinitiator concentration, light intensity and temperature Radiation Physics and Chemistry 55(21) 615-619.

Este estudo descreveu uma série de experimentos em tempo real através da espectroscopia FTIR-ATR durante as quais vários parâmetros cinéticos como taxa de polimerização, viscosidade do material e monômeros residuais insaturados foram determinados em função de temperaturas entre 25°C e 160°C. Um comportamento diferente foi observado nas temperaturas abaixo e acima de 90°C. Nos diacrilatos, a taxa de polimerização aumentou com a temperatura devido à queda da viscosidade, enquanto

no TPGDA a taxa de polimerização aumentou um pouco ou até foi independente da temperatura dependendo do fotoiniciador usado. Os autores relatam que se a polimerização ocorre em altas temperaturas, podem ocorrer efeitos térmicos como a evaporação de reagentes, a degradação térmica de monômeros, de polímeros, de fotoiniciadores ou mesmo a iniciação térmica da fotopolimerização, influenciando na reação de polimerização.

45- Broer DJ & Mol GN (1990) Temperature effects on the kinetics of photoinitiated polymerization of dimethacrylates Polymer 32(4) 690-695.

Este estudo avaliou a fotopolimerização de dimetacrilatos até temperaturas de 200°C, examinando a degradação térmica dos monômeros, polímeros e fotoiniciadores, bem como a evaporação de monômeros e fotoiniciadores. Três compósitos foram avaliados. O compósito 1 é um acrilato e tem uma viscosidade baixa e baixa volatilidade em altas temperaturas. O compósito 2 tem alta viscosidade, enquanto compósito 3 corresponde ao compósito 1, porém com grupamentos de metacrilato na composição. A taxa de polimerização dos dimetacrilatos aumentou com a temperatura até 160°C, acima desta temperatura a polimerização diminuiu. Abaixo de 90°C a taxa de polimerização aumentou com a temperatura. Entre 90°C e 145°C ocorreu uma diminuição da taxa de polimerização com o aumento da temperatura para os diacrilatos. Dentre as causas para a diminuição desta polimerização podem ser apontadas a evaporação de monômeros ou fotoiniciadores, a degradação térmica dos fotoiniciadores e o início da reação térmica sem a presença de luz.

3.2. ANEXO 2 - NORMAS DA REVISTA OPERATIVE DENTISTRY

INSTRUCTIONS TO AUTHORS

New Instructions as of 1 September 2011

ATTENTION ALL AUTHORS - As of 9 Aug 2011, all submitted manuscripts will be subject to the possibility of e-publication only. Starting with Issue 1 of Volume 37 (2012) we will be assigning 3-5 articles to each issue that will be published exclusively at our online journal. These e-pub articles will be paginated with an "e" prefix and will carry a fully citable doi number. If you are not

interested in the possibility of having your paper published only electronically, please do not submit your manuscript to us. Your authorization to allow us to e-publish will help us to publish manuscripts even faster than we have in the past. Our goal is to have a manuscript through the review process (submission to acceptance) in 2 months and from acceptance to publication within 2 months. Please feel free to send any questions about this policy to <u>editor@jopdent.org</u>.

Operative Dentistry requires electronic submission of all manuscripts. All submissions must be sent to Operative Dentistry using the <u>Allen Track upload site</u>. Your manuscript will only be considered officially submitted after it has been approved through our initial quality control check, and any problems have been fixed. You will have 6 days from when you start the process to submit and approve the manuscript. After the 6 day limit, if you have not finished the submission, your submission will be removed from the server. You are still able to submit the manuscript, but you must start from the beginning. Be prepared to submit the following manuscript files in your upload:

- A Laboratory or Clinical Research Manuscript file must include:
 - o a title
 - a running (short) title
 - o a clinical relevance statement
 - a concise summary (abstract)
 - o introduction, methods & materials, results, discussion and conclusion
 - references (see Below)
 - The manuscript **MUST NOT** include any:
 - identifying information such as:
 - Authors
 - Acknowledgements
 - Correspondence information
 - Figures
 - Graphs
 - Tables
- An acknowledgement, disclaimer and/or recognition of support (if applicable) must in a separate file and uploaded as supplemental material.
- All figures, illustrations, graphs and tables must also be provided as individual files. These should be high resolution images, which are used by the editor in the actual typesetting of your manuscript. Please refer to the instructions below for acceptable formats.

• All other manuscript types use this template, with the appropriate changes as listed below.

Complete the online form which includes complete author information and select the files you would like to send to Operative Dentistry. Manuscripts that do not meet our formatting and data requirements listed below will be sent back to the corresponding author for correction.

GENERAL INFORMATION

- All materials submitted for publication must be submitted exclusively to Operative Dentistry.
- The editor reserves the right to make literary corrections.
- Currently, color will be provided at no cost to the author if the editor deems it essential to the manuscript. However, we reserve the right to convert to gray scale if color does not contribute significantly to the quality and/or information content of the paper.
- The author(s) retain(s) the right to formally withdraw the paper from consideration and/or publication if they disagree with editorial decisions.
- International authors whose native language is not English must have their work reviewed by a native English speaker prior to submission.
- Spelling must conform to the American Heritage Dictionary of the English Language, and SI units for scientific measurement are preferred.
- While we do not currently have limitations on the length of manuscripts, we expect papers to be concise; Authors are also encouraged to be selective in their use of figures and tables, using only those that contribute significantly to the understanding of the research.
- Acknowledgement of receipt is sent automatically. If you do not receive such an acknowledgement, please contact us at <u>editor@jopdent.org</u> rather than resending your paper.
- **IMPORTANT:** Please add our e-mail address to your address book on your server to prevent transmission problems from spam and other filters. Also make sure that your server will accept larger file sizes. This is particularly important since we send page-proofs for review and correction as .pdf files.

REQUIREMENTS

• FOR ALL MANUSCRIPTS

1. **CORRESPONDING AUTHOR** must provide a WORKING / VALID e-mail address which will be used for all communication with the journal.

NOTE: Corresponding authors MUST update their profile if their e-mail or postal address changes. If we cannot contact authors within seven days, their manuscript will be removed from our publication queue.

- 2. AUTHOR INFORMATION must include:
 - full name of all authors
 - complete mailing address for each author
 - degrees (e.g. DDS, DMD, PhD)

- affiliation (e.g. Department of Dental Materials, School of Dentistry, University of Michigan)
- 3. **MENTION OF COMMERCIAL PRODUCTS/EQUIPMENT** must include:
 - full name of product
 - full name of manufacturer
 - city, state and/or country of manufacturer
- MANUSCRIPTS AND TABLES must be provided as Word files. Please limit size of tables to no more than one US letter sized page. (8 ¹/₂ " x 11")
- 5. **ILLUSTRATIONS, GRAPHS AND FIGURES** must be provided as TIFF or JPEG files with the following parameters
 - line art (and tables that are submitted as a graphic) must be sized at approximately 5" x 7" and have a resolution of 1200 dpi.
 - gray scale/black & white figures must have a minimum size of 3.5" x 5", and a maximum size of 5" x 7" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.
 - color figures must have a minimum size of 2.5" x 3.5", and a maximum size of 3.5" x 5" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.
 - color photographs must be sized at approximately 3.5" x 5" and have a resolution of 300 dpi.

• OTHER MANUSCRIPT TYPES

- 1. CLINICAL TECHNIQUE/CASE STUDY MANUSCRIPTS must include:
 - a running (short) title
 - purpose
 - description of technique
 - list of materials used
 - potential problems
 - summary of advantages and disadvantages
 - references (see below)

2. LITERATURE AND BOOK REVIEW MANUSCRIPTS must include:

- a running (short) title
- a clinical relevance statement based on the conclusions of the review
- conclusions based on the literature review...without this, the review is just an exercise
- references (see below)
• FOR REFERENCES

REFERENCES must be numbered (superscripted numbers) consecutively as they appear in the text and, where applicable, they should appear after punctuation.

The reference list should be arranged in numeric sequence at the end of the manuscript and should include:

- 1. Author(s) last name(s) and initial (ALL AUTHORS must be listed) followed by the date of publication in parentheses.
- 2. Full article title.
- 3. Full journal name in italics (no abbreviations), volume and issue numbers and first and last page numbers complete (i.e. 163-168 NOT attenuated 163-68).
- 4. Abstracts should be avoided when possible but, if used, must include the above plus the abstract number and page number.
- 5. Book chapters must include chapter title, book title in italics, editors' names (if appropriate), name of publisher and publishing address.
- 6. Websites may be used as references, but must include the date (day, month and year) accessed for the information.
- 7. Papers in the course of publication should only be entered in the references if they have been accepted for publication by a journal and then given in the standard manner with "In press" following the journal name.
- 8. **DO NOT** include unpublished data or personal communications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date.

9. References that contain Crossref.org's DOIs (Digital Object Identifiers) should always be displayed at the end of the reference as permanent URLs. the prefix http://dx.doi.org/ can be appended to the listed DOI to create this URL.

IE http://dx.doi.org/10.1006/jmbi.1995.0238

EXAMPLES OF REFERENCE STYLE

- Journal article: two authors Evans DB & Neme AM (1999) Shear bond strength of composite resin and amalgam adhesive systems to dentin *American Journal of Dentistry* **12(1)** 19-25.
- Journal article: multiple authors Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH & Robinson SJ (1997) Current concepts on adhesion to dentin *Critical Review of Oral and Biological Medicine* 8(3) 306-335.
- Journal article: special issue/supplement Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P & Vanherle G (2001) Adhesives and cements to promote preservation dentistry *Operative Dentistry* (**Supplement 6**) 119-144.
- Abstract: Yoshida Y, Van Meerbeek B, Okazaki M, Shintani H & Suzuki K (2003)

Comparative study on adhesive performance of functional monomers *Journal of Dental Research* **82(Special Issue B)** Abstract #0051 p B-19.

- Corporate publication: ISO-Standards (1997) ISO 4287 Geometrical Product Specifications Surface texture: Profile method – Terms, definitions and surface texture parameters *Geneve: International Organization for Standardization* 1st edition 1-25.
- Book: single author Mount GJ (1990) *An Atlas of Glass-ionomer Cements* Martin Duntz Ltd, London.
- Book: two authors Nakabayashi N & Pashley DH (1998) *Hybridization of Dental Hard Tissues* Quintessence Publishing, Tokyo.
- Book: chapter Hilton TJ (1996) Direct posterior composite restorations In: Schwarts RS, Summitt JB, Robbins JW (eds) *Fundamentals of Operative Dentistry* Quintessence, Chicago 207-228.
- Website: single author Carlson L (2003) Web site evolution; Retrieved online July 23, 2003 from: <u>http://www.d.umn.edu/~lcarlson/cms/evolution.html</u>
- Website: corporate publication National Association of Social Workers (2000) NASW Practice research survey 2000. NASW Practice Research Network, 1. 3. Retrieved online September 8, 2003 from: <u>http://www.socialworkers.org/naswprn/default</u>
- Website: Online Early/Pre-published/Epub ahead of print/p>p*

Smith, JR, Brown, AB. 15 Year follow-up on At-home Tray Bleaching, A Case Study. Journal of Oral Traditions. Prepublished Sep 20, 2010. doi: 10.1177/01234-67891-3456 *these references must have some form of permanent reference such as a doi in order to be used in this form - otherwise, please reference as listed under "Website: single Author"

• Journal Article with DOI: SA Feierabend, J Matt & B Klaiber (2011) A Comparison of Conventional and New Rubber Dam Systems in Dental Practice. *Operative Dentistry* **36(3)** 243-250, <u>http://dx.doi.org/10.2341/09-283-C</u>

3.3. ANEXO 3 – ILUSTRAÇÕES DE MATERIAIS E MÉTODOS



Figura 1 - Resina composta híbrida Charisma (Heraeus Kulzer).



Figura 2 - Optilux VCL 501 (Demetron/Kerr, Danbury, CT, EUA).



Figura 3 - Elipar Free Light 2 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA).



Figura 4 - Multímetro digital (DT-838 IMPAC, Butantã, SP, Brasil).



Figura 5 – Aferição da temperatura da resina composta com o termopar do multímetro digital.

Figura 6 – Equipamento Acuvol (BISCO Inc., Schaumburg, IL, EUA) com 4 LEDs e pedestal no interior da câmara de leitura da contração volumétrica.

Figura 7 – Pedestal (P) para inserção da esfera de resina composta no interior do equipamento para medida da contração volumétrica (Acuvol, BISCO Inc., Schaumburg, IL, EUA).

Figura 8 - Remoção da esfera da resina composta da bisnaga para ser levada ao pedestal do aparelho (Acuvol Acuvol, BISCO Inc., Schaumburg, IL, EUA).

Figura 9 – Pedestal (P) no interior do equipamento para medida da contração volumétrica (Acuvol, BISCO Inc., Schaumburg, IL, EUA) com a esfera (e) de resina composta inserida.

Figura 10 – Unidade de fotoativação de LED posicionada com o auxílio de um dispositivo metálico para padronização da distância entre a ponta da unidade e o espécime.

Figura 11 - Espécime de resina composta durante a fotoativação no interior do equipamento para medida da contração volumétrica (Acuvol, BISCO Inc., Schaumburg, IL, EUA).

Figura 12 - Ilustração da contração volumétrica que ocorre no espécime de resina composta antes e após a fotoativação, calculada por meio da diferença entre a linha virtual inicial (verde) e a linha virtual final (azul)

3.4. ANEXO 4 – TABELAS DA ANÁLISE ESTATÍSTICA

Teste de

| | Aparelho x Temp. | | | | | | |
|---------------|------------------|-----------------------|----|---------|--|--|--|
| Normalidade | x Tempo | Kolmogorov-Smirnov(a) | | | | | |
| | | Estatística | df | Valor p | | | |
| Contração (%) | QTH/4C/5 seg. | 0,187745498 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/4C/30 seg. | 0,162757642 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/4C/15 seg. | 0,157490986 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/4C/60 seg. | 0,214614858 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/37C/5 seg. | 0,175371157 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/37C/15 seg. | 0,191848196 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/37C/30 seg. | 0,194881617 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/37C/60 seg. | 0,191524993 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/60C/5 seg. | 0,161558391 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/60C/15 seg. | 0,188918549 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/60C/30 seg. | 0,20002256 | 10 | 0,20000 | | | |
| | QTH/60C/60 seg. | 0,177858241 | 10 | 0,20000 | | | |
| | LED/4C/5 seg. | 0,107152515 | 10 | 0,20000 | | | |
| | LED/4C/15 seg. | 0,147234785 | 10 | 0,20000 | | | |
| | LED/4C/30 seg. | 0,177013664 | 10 | 0,20000 | | | |
| | LED/4C/60 seg. | 0,266844591 | 10 | 0,04202 | | | |
| | LED/37C/5 seg. | 0,183278325 | 10 | 0,20000 | | | |
| | LED/37C/15 seg. | 0,22363775 | 10 | 0,16983 | | | |
| | LED/37C/30 seg. | 0,260929965 | 10 | 0,05217 | | | |
| | LED/37C/60 seg. | 0,260995648 | 10 | 0,05205 | | | |
| | LED/60C/5 seg. | 0,199599486 | 10 | 0,20000 | | | |
| | LED/60C/15 seg. | 0,15480944 | 10 | 0,20000 | | | |
| | LED/60C/30 seg. | 0,223724835 | 10 | 0,16943 | | | |
| | LED/60C/60 seg. | 0,144233008 | 10 | 0,20000 | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |

| Teste de | Estatística | | | | |
|---------------|------------------|-------------|-----|-----|---------|
| Homogeneidade | de Variância | Levene | df1 | df2 | Valor p |
| Contração (%) | Baseado na Média | 1,733755955 | 23 | 216 | 0,02346 |

| Ν | Média | Desvio | Erro | 95% Média do Confiança | Intervalo de |
|-----|-----------------|---------------------------------|---|---|---|
| | | Padrão | Padrão | Limite Inf. | Limite Sup. |
| 120 | 2,49 | | 0,02 | 2,45 | 2,53 |
| 120 | 2,47 | 0,22 | 0,03 | 2,42 | 2,52 |
| | | 0,28 | | | |
| | N 120 120 | N Média 120 2,49 120 2,47 | N Média Desvio Padrão 120 2,49 120 2,47 0,22 0,28 | N Média Desvio Erro Padrão Padrão 120 2,49 0,02 120 2,47 0,22 0,03 0,28 | N Média Desvio Erro Confiança Padrão Padrão Limite Inf. 120 2,49 0,02 2,45 120 2,47 0,22 0,03 2,42 0,28 0,28 0,28 0,28 |

Descritivos

Contração (%)

| Ν | N Média Desvio | | Erro | 95% Média do Intervalo de Confiança | |
|----|---------------------|--------------------------|---|--|---|
| | | Padrão | Padrão | Limite Inf. | Limite Sup. |
| 80 | 2,57 | | 0,03 | 2,51 | 2,62 |
| 80 | 2,50 | 0,26 | 0,03 | 2,45 | 2,55 |
| 80 | 2,36 | 0,23 | 0,03 | 2,31 | 2,42 |
| | | 0,23 | | | |
| | N 80 80 80 | NMédia802,57802,50802,36 | N Média Desvio Padrão 80 2,57 80 2,50 0,26 80 2,36 0,23 0,23 | N Média Desvio Padrão Erro Padrão 80 2,57 0,03 80 2,50 0,26 0,03 80 2,36 0,23 0,03 0,23 0,23 0,23 0,23 | N Média Desvio Erro Confiança Padrão Padrão Limite Inf. 80 2,57 0,03 2,51 80 2,50 0,26 0,03 2,45 80 2,36 0,23 0,03 2,31 |

Descritivos Contração (%)

| | Ν | N Média Desvio | | Erro | 95% Média do Intervalo de Confiança | |
|---------|----|----------------|--------|--------|--|-------------|
| | | | Padrão | Padrão | Limite Inf. | Limite Sup. |
| 5 seg. | 60 | 2,22 | | 0,02 | 2,18 | 2,25 |
| 15 seg. | 60 | 2,38 | 0,15 | 0,02 | 2,34 | 2,41 |
| 30 seg. | 60 | 2,55 | 0,14 | 0,02 | 2,51 | 2,59 |
| 60 seg. | 60 | 2,76 | 0,15 | 0,02 | 2,71 | 2,80 |
| | | | 0,17 | | | |

Descritivos

| Contração (| %) |
|-------------|----|
|-------------|----|

| Contração (70) | N | N Média Des | | Erro | 95% Média do Intervalo de Confianca | |
|----------------|----|-------------|--------|--------|--|-------------|
| | | | Padrão | Padrão | Limite Inf. | Limite Sup. |
| QTH/4C | 40 | 2,58 | | 0,04 | 2,51 | 2,65 |
| QTH/37C | 40 | 2,46 | 0,22 | 0,03 | 2,39 | 2,52 |
| QTh/60C | 40 | 2,42 | 0,20 | 0,03 | 2,35 | 2,49 |
| LED/4C | 40 | 2,55 | 0,21 | 0,05 | 2,46 | 2,64 |
| LED/37C | 40 | 2,54 | 0,29 | 0,04 | 2,46 | 2,62 |
| LED/60C | 40 | 2,31 | 0,25 | 0,04 | 2,23 | 2,39 |
| | | | 0,24 | | | |

Descritivos Contração (%)

| Contração | (%) |
|-----------|-----|
|-----------|-----|

| 001111ação (78) | | | | | | |
|-----------------|----|-----------------|--------|--------|---------------------------|--------------|
| | Ν | Média Desvio Er | | Erro | 95% Média do Confiança | Intervalo de |
| | | | Padrão | Padrão | Limite Inf. | Limite Sup. |
| QTH/5 seg. | 30 | 2,24 | | 0,02 | 2,20 | 2,27 |
| QTH/15 seg. | 30 | 2,40 | 0,10 | 0,02 | 2,36 | 2,44 |
| QTH/30 seg. | 30 | 2,56 | 0,11 | 0,02 | 2,51 | 2,60 |
| QTH/60 seg. | 30 | 2,75 | 0,13 | 0,03 | 2,70 | 2,80 |
| LED/5 seg. | 30 | 2,19 | 0,14 | 0,03 | 2,13 | 2,26 |
| LED/15 seg. | 30 | 2,35 | 0,18 | 0,03 | 2,29 | 2,41 |
| LED/30 seg. | 30 | 2,55 | 0,16 | 0,03 | 2,49 | 2,62 |
| LED/60 seg. | 30 | 2,76 | 0,18 | 0,03 | 2,69 | 2,84 |
| | | | 0,19 | | | |

Descritivos Contração (%)

| Comração (%) | | | | | | |
|--------------|----|-------|--------|--------|---------------------------|--------------|
| | Ν | Média | Desvio | Erro | 95% Média do Confiança | Intervalo de |
| | | | Padrão | Padrão | Limite Inf. | Limite Sup. |
| 4C/5 seg. | 20 | 2,30 | | 0,04 | 2,22 | 2,37 |
| 4C/15 seg. | 20 | 2,46 | 0,16 | 0,03 | 2,40 | 2,52 |
| 4C/30 seg. | 20 | 2,65 | 0,13 | 0,03 | 2,59 | 2,72 |
| 4C/60 seg. | 20 | 2,86 | 0,14 | 0,03 | 2,79 | 2,93 |
| 37C/5 seg. | 20 | 2,24 | 0,14 | 0,02 | 2,20 | 2,28 |
| 37C/15 seg. | 20 | 2,39 | 0,09 | 0,02 | 2,35 | 2,44 |
| 37C/30 seg. | 20 | 2,57 | 0,09 | 0,03 | 2,52 | 2,62 |
| 37C/60 seg. | 20 | 2,78 | 0,11 | 0,03 | 2,73 | 2,84 |
| 60C/5 seg. | 20 | 2,11 | 0,12 | 0,03 | 2,06 | 2,17 |
| 60C/15 seg. | 20 | 2,27 | 0,11 | 0,03 | 2,22 | 2,33 |
| 60C/30 seg. | 20 | 2,44 | 0,12 | 0,03 | 2,38 | 2,50 |
| 60C/60 seg. | 20 | 2,63 | 0,13 | 0,03 | 2,56 | 2,70 |
| | | | 0,15 | | | |

Descritivos

Contração (%)

| 3 () | | | | | 95% Média do Intervalo de | |
|-----------------|----|-------|--------|--------|---------------------------|-------------|
| | N | Média | Desvio | Erro | Confiança | |
| | | | Padrão | Padrão | Limite Inf. | Limite Sup. |
| QTH/4C/5 seg. | 10 | 2,32 | | 0,03 | 2,26 | 2,38 |
| QTH/4C/15 seg. | 10 | 2,49 | 0,08 | 0,03 | 2,43 | 2,55 |
| QTH/4C/30 seg. | 10 | 2,66 | 0,09 | 0,03 | 2,60 | 2,72 |
| QTH/4C/60 seg. | 10 | 2,86 | 0,09 | 0,04 | 2,78 | 2,95 |
| QTH/37C/5 seg. | 10 | 2,22 | 0,11 | 0,03 | 2,16 | 2,28 |
| QTH/37C/15 seg. | 10 | 2,37 | 0,08 | 0,02 | 2,31 | 2,42 |
| QTH/37C/30 seg. | 10 | 2,52 | 0,08 | 0,03 | 2,45 | 2,59 |
| QTH/37C/60 seg. | 10 | 2,72 | 0,10 | 0,02 | 2,66 | 2,77 |
| QTH/60C/5 seg. | 10 | 2,18 | 0,08 | 0,02 | 2,13 | 2,23 |
| QTH/60C/15 seg. | 10 | 2,34 | 0,07 | 0,03 | 2,27 | 2,40 |
| QTH/60C/30 seg. | 10 | 2,49 | 0,10 | 0,04 | 2,40 | 2,58 |
| QTH/60C/60 seg. | 10 | 2,67 | 0,13 | 0,05 | 2,56 | 2,78 |
| LED/4C/5 seg. | 10 | 2,28 | 0,15 | 0,07 | 2,12 | 2,44 |
| LED/4C/15 seg. | 10 | 2,43 | 0,22 | 0,05 | 2,31 | 2,55 |
| LED/4C/30 seg. | 10 | 2,64 | 0,17 | 0,06 | 2,51 | 2,77 |
| LED/4C/60 seg. | 10 | 2,86 | 0,18 | 0,05 | 2,74 | 2,98 |
| LED/37C/5 seg. | 10 | 2,26 | 0,17 | 0,03 | 2,19 | 2,33 |
| LED/37C/15 seg. | 10 | 2,42 | 0,09 | 0,03 | 2,35 | 2,49 |
| LED/37C/30 seg. | 10 | 2,62 | 0,09 | 0,04 | 2,54 | 2,70 |
| LED/37C/60 seg. | 10 | 2,85 | 0,11 | 0,04 | 2,77 | 2,93 |
| LED/60C/5 seg. | 10 | 2,05 | 0,12 | 0,04 | 1,97 | 2,12 |
| LED/60C/15 seg. | 10 | 2,21 | 0,11 | 0,04 | 2,13 | 2,29 |
| LED/60C/30 seg. | 10 | 2,40 | 0,11 | 0,04 | 2,30 | 2,49 |
| LED/60C/60 seg. | 10 | 2,59 | 0,13 | 0,05 | 2,48 | 2,69 |
| | | | 0,15 | | | |

| Testes entre | | | | | | | |
|-------------------|-----------------|----|-----|-------------|-----------|---------|----------|
| Efeitos | Subjetivos | | | | | | |
| Variáveis | Dependentes: | | | | | | |
| Contração (%) | | | | | | | |
| | Soma dos | | | Quadrado | | | |
| Fonte | Quadrados T III | gl | | médio | F | Valor p | Poder(a) |
| Aparelho | 0,0228735 | | 1 | | 1,5086434 | 0,22068 | 0,23124 |
| Temperatura | 1,7000492 | | 2 | 0,022874 | 56,064087 | 0,00000 | 1,00000 |
| Tempo | 9,7713307 | | 3 | 0,850025 | 214,82544 | 0,00000 | 1,00000 |
| Apar.*Temper. | 0,3686407 | | 2 | 3,257110 | 12,157003 | 0,00001 | 0,99524 |
| Apar.*Tempo | 0,0419149 | | 3 | 0,184320 | 0,9215111 | 0,43124 | 0,25084 |
| Temper*Tempo | 0,0180577 | | 6 | 0,013972 | 0,1985014 | 0,97695 | 0,10129 |
| Apar*Temper*Tempo | 0,0044810 | | 6 | 0,003010 | 0,049258 | 0,99951 | 0,06146 |
| Erro | 3,2749185 | | 216 | 0,000746833 | | | |
| Total | 15,2022663 | | 239 | 0,01516166 | | | |
| a | alfa = ,05 | | | | | | |

| Tukev HSD | | Valor p |
|--------------------|----------------------|----------|
| Halógena/4C/5 seg. | Halógena/4C/15 seg. | 0,23251 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,97583 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/37C/30 seg. | 0,05014 |
| | Halógena/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/5 seg. | 0,71264 |
| | Halógena/60C/15 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 0,25374 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/5 seq. | 1,00000 |
| | LED/4C/15 seq. | 0,94062 |
| | LED/4C/30 seq. | 0,00000 |
| | LED/4C/60 seq. | 0,00000 |
| | LED/37C/5 seg. | 0,99999 |
| | LED/37C/15 seq. | 0,97142 |
| | LED/37C/30 seq. | 0,00003 |
| | LED/37C/60 seq. | 0,00000 |
| | LED/60C/5 seq. | 0,00038 |
| | LED/60C/15 seq. | 0,95479 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,99935 |
| | LED/60C/60 seg. | 0,00048 |
| Halógena/4C/15 | C | 0,23251 |
| seg. | Halógena/4C/5 seg. | |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0,25381 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,00034 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 0,86457 |
| | Halógena/37C/30 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/37C/60 seg. | 0,01103 |
| | Halógena/60C/5 seg. | 0,00002 |
| | Halógena/60C/15 seg. | 0,44896 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,17004 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,02702 |
| | LED/4C/15 seg. | 0,99999 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,45781 |
| | LED/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/5 seg. | 0,008/2 |
| | LED/37C/15 seg. | 0,99990 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,76383 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg. | 0,00021 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,98982 |
| | LED/60C/60 seg. | 0,98504 |
| Halogena/4C/30 | Lalágona /40/E === | 0,00000 |
| seg. | naiogena/40/5 seg. | 0 05001 |
| | Halogena/40/15 seg. | U,2030 I |

| | Halógena/4C/60 seg. | 0,04723 |
|----------------|------------------------|---------|
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 0,00008 |
| | Halógena/37C/30 seg | 0.65681 |
| | Halógena/37C/60 seg | 1 00000 |
| | Halógona/60C/5 cog | 0,00000 |
| | Halogena/600/3 Seg. | 0,00000 |
| | Halogena/60C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/60C/30 seg. | 0,23258 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 1,00000 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/15 seg. | 0,00839 |
| | LED/4C/30 seg. | 1,00000 |
| | LED/4C/60 seq. | 0,05919 |
| | LED/37C/5 seq | 0.00000 |
| | LED/37C/15 seq | 0 00497 |
| | LED/27C/20 cog | 1 00000 |
| | LED/37C/30 seg. | 0 10554 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,10554 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,00073 |
| | LED/60C/60 seg. | 0,99978 |
| Halógena/4C/60 | | 0,00000 |
| seg. | Halógena/4C/5 seg. | |
| | Halógena/4C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0,04723 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/60 seg | 0,54982 |
| | Halógena/60C/5 seg | 0.00000 |
| | Halógena/60C/15 seg | 0,00000 |
| | Halógona/60C/30 sog | 0,00000 |
| | | 0,00000 |
| | Halogena/60C/60 seg. | 0,07929 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,01697 |
| | LED/4C/60 seg. | 1,00000 |
| | LED/37C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,00365 |
| | LED/37C/60 seg. | 1,00000 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seq. | 0,00000 |
| | LED/60C/30 seg | 0.00000 |
| | | 0.00028 |
| Halógena/37C/5 | EED/000/00 30g. | 0.97583 |
| seq. | Halógena/4C/5 seg. | 0,07000 |
| 009. | Halógena/4C/15 seg | 0.00034 |
| | Halógena/4C/30 seg | 0,00000 |
| | Halógona/ $4C/60$ seg. | 0,00000 |
| | Halógono/270/15 com | 0.46021 |
| | | 0,40901 |
| | | 0,00002 |
| | Halogena/3/C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/5 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/60C/15 seg. | 0,87754 |

| | Halógena/60C/30 seg. | 0,00041 |
|-----------------|----------------------|---------|
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/5 seq. | 0,99999 |
| | LED/4C/15 seq. | 0,02891 |
| | LED/4C/30 seq. | 0,00000 |
| | LED/4C/60 seq. | 0,00000 |
| | LED/37C/5 seq. | 1,00000 |
| | LED/37C/15 seq. | 0.04520 |
| | LED/37C/30 seg | 0.00000 |
| | LED/37C/60 seg | 0.00000 |
| | LED/60C/5 seq | 0.24557 |
| | LED/60C/15 seg | 1.00000 |
| | LED/60C/30 seg | 0.17056 |
| | | 0,00000 |
| Halógena/37C/15 | EED/000/00 30g. | 1 00000 |
| sea. | Halógena/4C/5 seg. | ., |
| 9 | Halógena/4C/15 seg. | 0,86457 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0.00008 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/5 seg | 0.46931 |
| | Halógena/37C/30 seg | 0.47088 |
| | Halógena/37C/60 seg | 0.00000 |
| | Halógena/60C/5 seg | 0.12605 |
| | Halógena/60C/15 seg | 1 00000 |
| | Halógena/60C/30 seg | 0.88306 |
| | Halógena/60C/60 seg | 0,00003 |
| | LED/4C/5 seg | 0,99271 |
| | LED/40/3 seg. | 0,00271 |
| | LED/4C/30 sog | 0.00032 |
| | LED/4C/50 seg. | 0,00002 |
| | LED/40/00 Seg. | 0.94682 |
| | LED/370/3 seg. | 1 00000 |
| | LED/37C/10 seg. | 0.00188 |
| | | 0,00100 |
| | | 0,00000 |
| | | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg. | 1 00000 |
| | LED/60C/30 seg. | 0.01017 |
| Halágona/27C/20 | LED/60C/60 seg. | 0,01917 |
| | Halógena/4C/5 seg | 0,05014 |
| sog. | Halógena/4C/15 seg | 1 00000 |
| | Halógena/4C/30 seg | 0.65681 |
| | Halógena/4C/60 seg | 0,00000 |
| | Halógona/37C/5 sog | 0,00002 |
| | Halógona/37C/15 sog | 0.47088 |
| | Halógona/37C/60 sog | 0,47000 |
| | Halogena/60C/5 sog | 0,07224 |
| | Halogena/60C/5 Seg. | 0,00000 |
| | Halogena/60C/15 Seg. | 1 00000 |
| | Halógona/60C/60 aco | 0 52521 |
| | | 0,02021 |
| | LED/4C/3 Seg. | 0.00040 |
| | LED/40/10 Seg. | 0,33243 |
| | | 0,00000 |
| | | 0,00000 |
| | LED/37C/5 seg. | 0,00090 |

| | LED/37C/15 seg. | 0,98030 |
|-----------------|------------------------------|---------|
| | LED/37C/30 seg. | 0,98008 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/5 seq. | 0.00000 |
| | LED/60C/15 seq. | 0.00001 |
| | LED/60C/30 seg | 0.82505 |
| | LED/60C/60 seg | 0.99995 |
| Halógena/37C/60 | 22 <i>2</i> ,000,000,000,000 | 0.00000 |
| seq. | Halógena/4C/5 seg. | 0,00000 |
| 0 | Halógena/4C/15 seg. | 0,01103 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,54982 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0.00000 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 0.00000 |
| | Halógena/37C/30 seg | 0.07224 |
| | Halógena/60C/5 seg | 0.00000 |
| | Halógena/60C/15 seg | 0.00000 |
| | Halógena/60C/30 seg | 0.00955 |
| | Halógena/60C/60 seg | 1,00000 |
| | I = D/4C/5 seq | 0,00000 |
| | LED/40/3 Seg. | 0,00010 |
| | LED/4C/10 seg. | 0,99968 |
| | LED/4C/60 cog | 0,60623 |
| | | 0,00020 |
| | | 0,00000 |
| | LED/37C/15 Seg. | 0,00000 |
| | | 0,90001 |
| | | 0,75179 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,00001 |
| Lalágona/GOC/F | LED/60C/60 seg. | 0,77596 |
| | Halágona/AC/5 sog | 0,71264 |
| sey. | Halógona/4C/15 sog | 0 00002 |
| | Halógona/4C/20 sog | 0,00002 |
| | Halógana/4C/60 aog | 0,00000 |
| | Halógena/270/5 aog | 1,00000 |
| | Halogena/37C/5 Seg. | 0 12605 |
| | Halogena/37C/15 seg. | 0,12000 |
| | Halogena/37C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/60C/15 seg. | 0,45875 |
| | Halogena/60C/30 seg. | 0,00002 |
| | Halogena/60C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,99101 |
| | LED/4C/15 seg. | 0,00307 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/60 seg. | |
| | LED/3/C/5 seg. | 0,99951 |
| | LED/3/C/15 seg. | 0,00527 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,67789 |
| | LED/60C/15 seg. | 1,00000 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,02860 |
| | LED/60C/60 seg. | 0,00000 |

| Halógena/60C/15 | | 1,00000 |
|-----------------|----------------------|----------|
| seg. | Halógena/4C/5 seg. | |
| | Halógena/4C/15 seg. | 0,44896 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,87754 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/37C/30 seg. | 0,13156 |
| | Halógena/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/5 seg. | 0,45873 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 0,47845 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/5 seq. | 0,99999 |
| | LED/4C/15 seq. | 0,99232 |
| | LED/4C/30 seq. | 0,00002 |
| | LED/4C/60 seg | 0.00000 |
| | LED/37C/5 seg | 0.99943 |
| | LED/37C/15 seg | 0.99755 |
| | LED/37C/30 seg | 0.00014 |
| | LED/37C/60 seg | 0.00000 |
| | LED/60C/5 seg | 0,00008 |
| | LED/600/15 seg. | 0.81933 |
| | LED/60C/30 seg | 0,99999 |
| | LED/600/60 seg. | 0.00199 |
| Halógena/60C/30 | LLD/000/00 seg. | 0 25374 |
| seq. | Halógena/4C/5 seg. | 0,2007 1 |
| 009. | Halógena/4C/15 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0,23258 |
| | Halógena/4C/60 seg | 0.00000 |
| | Halógena/37C/5 seg | 0.00041 |
| | Halógena/37C/15 seg | 0.88306 |
| | Halógena/37C/30 seg | 1.00000 |
| | Halógena/37C/60 seg | 0.00955 |
| | Halógena/60C/5 seg | 0.00002 |
| | Halógena/60C/15 seg | 0.47845 |
| | Halógena/60C/60 seg | 0.15410 |
| | I ED/4C/5 seq | 0.03079 |
| | L = D/4C/15 seg | 0,99999 |
| | L = D/4C/30 seg | 0 42872 |
| | LED/4C/60 seg | 0.00000 |
| | LED/37C/5 seg | 0.01009 |
| | LED/37C/15 seg | 0.99994 |
| | LED/37C/30 seg | 0.73740 |
| | LED/37C/60 seg | 0,00000 |
| | LED/60C/5 seg | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg | 0,00025 |
| | LED/60C/30 seg | 0.99238 |
| | LED/600/60 seg | 0.98068 |
| Halógena/60C/60 | LLD,000,00 369. | 0.00000 |
| seg. | Halógena/4C/5 sea. | 0,00000 |
| 0 | Halógena/4C/15 seg. | 0,17004 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,07929 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 0,00003 |
| | | , |

| | Halógena/37C/30 seg. | 0,52521 |
|----------------|----------------------|---------|
| | Halógena/37C/60 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 0,15410 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/15 seg. | 0,00436 |
| | LED/4C/30 seg. | 1,00000 |
| | LED/4C/60 seg. | 0,09765 |
| | LED/37C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/15 seg. | 0,00252 |
| | LED/37C/30 seg. | 1,00000 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,16560 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,00034 |
| | LED/60C/60 seg. | 0,99858 |
| LED/4C/5 seg. | Halógena/4C/5 seg. | 1,00000 |
| 0 | Halógena/4C/15 seg. | 0,02702 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,99999 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 0,99271 |
| | Halógena/37C/30 seg. | 0,00336 |
| | Halógena/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/5 seg. | 0,99101 |
| | Halógena/60C/15 seg. | 0,99999 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 0,03079 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/15 seg. | 0,47461 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/5 seg. | 1,00000 |
| | LED/37C/15 seg. | 0,58059 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,00856 |
| | LED/60C/15 seg. | 0,99995 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,88565 |
| | LED/60C/60 seg. | 0,00001 |
| LED/4C/15 seg. | Halógena/4C/5 seg. | 0,94062 |
| | Halógena/4C/15 seg. | 0,99999 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0,00839 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,02891 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 0,99999 |
| | Halógena/37C/30 seg. | 0,99243 |
| | Halógena/37C/60 seg. | 0,00010 |
| | Halógena/60C/5 seg. | 0,00307 |
| | Halógena/60C/15 seg. | 0,99232 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 0,99999 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,00436 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,47461 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,02506 |
| | - | |

| | LED/4C/60 seg. | 0,00000 |
|----------------|----------------------|---------|
| | LED/37C/5 seg. | 0,25968 |
| | LED/37C/15 seg. | 1,00000 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,09024 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/5 seq. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seq. | 0,01979 |
| | LED/60C/30 seq. | 1,00000 |
| | LED/60C/60 seq. | 0,38128 |
| LED/4C/30 seq. | Halógena/4C/5 seg. | 0,00000 |
| / . e/ee eeg. | Halógena/4C/15 seg. | 0,45781 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/4C/60 seg | 0.01697 |
| | Halógena/37C/5 seg | 0.00000 |
| | Halógena/37C/15 seg | 0.00032 |
| | Halógena/37C/30 seg | 0.85585 |
| | Halógena/37C/60 seg | 0,99968 |
| | Halógena/60C/5 seg | 0,00000 |
| | Halógona/60C/15 sog | 0,00002 |
| | Halógona/60C/20 sog | 0.42872 |
| | Halógona/60C/60 sog | 1 00000 |
| | | 0,00000 |
| | | 0,00000 |
| | LED/4C/15 Seg. | 0,02300 |
| | LED/40/60 seg. | 0,02100 |
| | LED/37C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/15 seg. | 1,00000 |
| | LED/37C/30 seg. | 0.04000 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,04220 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,00262 |
| | LED/60C/60 seg. | 1,00000 |
| LED/4C/60 seg. | Halogena/4C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/4C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0,05919 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/60 seg. | 0,60623 |
| | Halógena/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,09765 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,02186 |
| | LED/37C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,00486 |
| | LED/37C/60 seg. | 1,00000 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,00000 |

| | | 0.00038 |
|--------------------------|----------------------|---------|
| | Halágona/4C/5 sog | 0 99999 |
| LLD/3/0/3 Sey. | Halógona/4C/15 cog | 0.00872 |
| | Halógona/4C/15 seg. | 0,00072 |
| | | 0,00000 |
| | Halogena/4C/60 seg. | 1,00000 |
| | Halogena/37C/5 seg. | 1,00000 |
| | Halogena/37C/15 seg. | 0,94662 |
| | Halogena/37C/30 seg. | 0,00090 |
| | Halogena/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/60C/5 seg. | 0,99951 |
| | Halogena/60C/15 seg. | 0,99943 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 0,01009 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/5 seg. | 1,00000 |
| | LED/4C/15 seg. | 0,25968 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/15 seg. | 0,34461 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,02655 |
| | LED/60C/15 seg. | 1,00000 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,69414 |
| | LED/60C/60 seq. | 0,00000 |
| LED/37C/15 seq. | Halógena/4C/5 seg. | 0,97142 |
| 22 <i>2</i> /0/0/10/00g. | Halógena/4C/15 seg | 0.99990 |
| | Halógena/4C/30 seg | 0.00497 |
| | Halógena/4C/60 seg | 0,00000 |
| | Halógona/37C/5 sog | 0.04520 |
| | Halógona/27C/15 cog | 1 00000 |
| | Halógono/27C/20 oog | 0.98030 |
| | Halógona/27C/60 aog | 0,00005 |
| | | 0,00000 |
| | | 0,00327 |
| | | 0,99733 |
| | Halogena/60C/30 seg. | 0,99994 |
| | Halogena/60C/60 seg. | 0,00252 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,58059 |
| | LED/4C/15 seg. | 1,00000 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,01555 |
| | LED/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/5 seg. | 0,34461 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,06021 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg. | 0,03154 |
| | LED/60C/30 seg. | 1,00000 |
| | LED/60C/60 seg. | 0,29114 |
| LED/37C/30 seg. | Halógena/4C/5 seg. | 0,00003 |
| - | Halógena/4C/15 seg. | 0,76383 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,00365 |
| | Halógena/37C/5 seq. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 0,00188 |
| | Halógena/37C/30 seg. | 0,98008 |
| | | , - |

| | Halógena/37C/60 seg. | 0,98681 |
|-----------------|----------------------|---------|
| | Halógena/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/15 seg. | 0,00014 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 0,73740 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 1,00000 |
| | LED/4C/5 seq. | 0.00000 |
| | LED/4C/15 seq | 0.09024 |
| | LED/4C/30 seq | 1.00000 |
| | LED/4C/60 seq | 0.00486 |
| | LED/37C/5 seq | 0.00000 |
| | LED/37C/15 seg | 0.06021 |
| | LED/37C/60 seg | 0.01032 |
| | LED/60C/5 seg | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seq. | 0,00000 |
| | LED/60C/30 sog | 0.01260 |
| | | 1 00000 |
| | LED/00C/00 Seg. | 0,00000 |
| LED/370/00 seg. | Halogena/4C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/4C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/4C/30 seg. | 1 00000 |
| | Halogena/4C/60 seg. | 1,00000 |
| | Halogena/37C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/37C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/37C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/37C/60 seg. | 0,75179 |
| | Halogena/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | Halogena/60C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,16560 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,04228 |
| | LED/4C/60 seg. | 1,00000 |
| | LED/37C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,01032 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/60 seg. | 0,00091 |
| LED/60C/5 seg. | Halógena/4C/5 seg. | 0,00038 |
| | Halógena/4C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,24557 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/30 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/60C/5 seg. | 0,67789 |
| | Halógena/60C/15 seg. | 0,00008 |
| | Halógena/60C/30 seg | 0,00000 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/5 sea. | 0,00856 |
| | LED/4C/15 sea | 0,00000 |
| | LED/4C/30 sea. | 0,00000 |
| | | |

| | LED/4C/60 seg. | 0,00000 |
|-----------------|----------------------|---------|
| | LED/37C/5 seg. | 0,02655 |
| | LED/37C/15 seq. | 0,00000 |
| | LED/37C/30 seq. | 0,00000 |
| | LED/37C/60 seq. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 seg | 0.31113 |
| | LED/60C/30 seg | 0.00000 |
| | LED/60C/60 seq | 0.00000 |
| LED/60C/15 sea | Halógena/4C/5 seg | 0.95479 |
| LLD/000/10 00g. | Halógena/4C/15 seg | 0.00021 |
| | Halógena/4C/30 seg | 0,00000 |
| | Halógena/4C/60 seg | 0,00000 |
| | Halógona/37C/5 sog | 1,00000 |
| | Halógona/27C/15 cog | 0 38775 |
| | Halógana/27C/20 ag | 0,0001 |
| | Halogena/37C/S0 seg. | 0,00001 |
| | Halogena/37C/60 seg. | 1,00000 |
| | Halogena/60C/5 seg. | 1,00000 |
| | Halogena/60C/15 seg. | 0,01933 |
| | Halogena/60C/30 seg. | 0,00025 |
| | Halogena/60C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,99995 |
| | LED/4C/15 seg. | 0,01979 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,00000 |
| | LED/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/5 seg. | 1,00000 |
| | LED/37C/15 seg. | 0,03154 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/60C/5 seg. | 0,31113 |
| | LED/60C/30 seg. | 0,12814 |
| | LED/60C/60 seg. | 0,00000 |
| LED/60C/30 seg. | Halógena/4C/5 seg. | 0,99935 |
| | Halógena/4C/15 seg. | 0,98982 |
| | Halógena/4C/30 seg. | 0,00073 |
| | Halógena/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | Halógena/37C/5 seg. | 0,17056 |
| | Halógena/37C/15 seg. | 1,00000 |
| | Halógena/37C/30 seg. | 0,82505 |
| | Halógena/37C/60 seg. | 0,00001 |
| | Halógena/60C/5 seg. | 0,02860 |
| | Halógena/60C/15 seg. | 0,99999 |
| | Halógena/60C/30 seg. | 0,99238 |
| | Halógena/60C/60 seg. | 0,00034 |
| | LED/4C/5 seg. | 0,88565 |
| | LED/4C/15 seg. | 1,00000 |
| | LED/4C/30 seg. | 0,00262 |
| | LED/4C/60 seg. | 0,00000 |
| | LED/37C/5 seg. | 0,69414 |
| | LED/37C/15 seg. | 1,00000 |
| | LED/37C/30 seg. | 0,01260 |
| | LED/37C/60 sea. | 0,00000 |
| | LED/60C/5 sea. | 0,00000 |
| | LED/60C/15 sea. | 0,12814 |
| | LED/60C/60 seg. | 0,09126 |
| | <u> </u> | |

| LED/60C/60 seg. | Halógena/4C/5 seg. Halógena/4C/15 seg. Halógena/4C/30 seg. Halógena/4C/60 seg. Halógena/37C/5 seg. Halógena/37C/15 seg. Halógena/37C/30 seg. Halógena/60C/5 seg. Halógena/60C/15 seg. Halógena/60C/15 seg. Halógena/60C/60 seg. LED/4C/5 seg. LED/4C/15 seg. LED/4C/15 seg. LED/4C/60 seg. LED/37C/15 seg. | 0,00048 0,98504 0,99978 0,00028 0,00000 0,01917 0,99995 0,77598 0,00000 0,00199 0,98068 0,99858 0,00001 0,38128 1,00000 0,00038 0,00000 0,29114 1,00000 0,00091 0,00000 |
|-----------------|---|---|
| | LED/60C/15 seg. LED/60C/30 seg. | <mark>0,00000</mark> 0,09126 |
| | - 3 | |