

**PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ**  
**PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO**  
**CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**  
**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO EM DENTÍSTICA**

**FERNANDO HENRIQUE RUPPEL OSTERNACK**

**EFEITO DO PRÉ-AQUECIMENTO E DA PRÉ-REFRIGERAÇÃO**  
**NA DUREZA E CONTRAÇÃO DE UM COMPÓSITO**  
**FOTOATIVADO COM LUZ HALÓGENA E LED**

**Curitiba**  
**2011**

**FERNANDO HENRIQUE RUPPEL OSTERNACK**

**EFEITO DO PRÉ-AQUECIMENTO E DA PRÉ-REFRIGERAÇÃO  
NA DUREZA E CONTRAÇÃO DE UM COMPÓSITO  
FOTOATIVADO COM LUZ HALÓGENA E LED**

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 em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Rui Fernando Mazur

**Curitiba  
2011**

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

O85e 2011	<p>Osternack, Fernando Henrique Ruppel Efeito do pré-aquecimento e da pré-refrigeração na dureza e contração de um compósito fotoativado com luz halógena e LED / Fernando Henrique Ruppel Osternack ; orientador, Rui Fernando Mazur. – 2011.</p> <p>55 f : il. ; 30 cm.</p> <p>Tese (doutorado) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2011. Bibliografia: f. 55.</p> <p>1. Resinas compostas. 2. Materiais dentários. 3. Compósitos poliméricos. 4. Cura luminosa de adesivos dentários. 5. LED. 6. Odontologia. I. Mazur, Rui Fernando. II. Pontifícia Universidade Católica do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.</p> <p>CDD 20. ed. – 617.6</p>
--------------	--



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

## TERMO DE APROVAÇÃO

**FERNANDO HENRIQUE RUPPEL OSTERNACK**

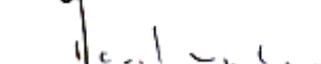
**EFEITO DO PRÉ-AQUECIMENTO E DA PRÉ-REFRIGERAÇÃO NA DUREZA E NA  
CONTRAÇÃO DE UMA RESINA COMPOSTA UTILIZANDO QTH E LED**

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

Orientador (a):



Prof. Dr. Rui Fernando Mazur  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR



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



Prof.ª Dr.ª Aline Cristina B. Rodrigues Johann  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR



Prof.ª Dr.ª Gisele Maria Correr Nolasco  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia Clínica, UP



Prof. Dr. Edson Alves de Campos  
Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, FOA-UNESP

Curitiba, 29 de abril de 2011.

## DEDICATÓRIA

Ao meu pai *Claudio Henrique* e à minha mãe *Suzete*. Nada seria possível sem o amor incondicional de vocês. Dedico à vocês toda a prosperidade que tive e que ainda terei, tudo o que vivi e aprendi seria impossível sem que tivesse sido conduzido por vocês. Obrigado pela compreensão nos momentos de ausência e por sempre ter encontrado uma palavra de sabedoria e conforto nos momentos em que precisei. Fico grato de hoje ser parte da imagem e semelhança de vocês e de ter aprendido valores que me fazem ser quem sou.

Ao meu irmão *Thiago*. Obrigado pela grande amizade e oportunidade de crescermos juntos e compartilhar belos momentos da vida.

À minha namorada *Liz Dayana*. Obrigado por ter te conhecido, por todo apoio que sempre tive de você e por estar compartilhando com você os melhores momentos de minha vida. Também agradeço à sua família, *Antonio Carlos, Sônia, Carlos e Mariah*, por sempre terem apoiado os meus desafios.

Aos meus avós. *Oswaldo* (in memorian) e *Mercedes Carlos* (in memorian) e *Aryette*. Obrigado por todos os ensinamentos recebidos e pelo carinho e grande orgulho transmitidos sempre.

À minha bisavó *Assuncion* (in memorian) pelas longas conversas e profundos ensinamentos morais. Sempre valorizou os meus estudos e incentivou a prosperidade.

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

A Professora Doutora **Janaína Bertoncelo de Almeida**, por ter me orientado durante grande parte desta trajetória e transmitido grande conhecimento, fundamental para minha formação docente.

Ao Professor Doutor **Danilo Biazzetto de Menezes Caldas**, pela contribuição em orientações neste trabalho e pelos ensinamentos durante a formação docente.

**Muito Obrigado!**

## AGRADECIMENTOS

Ao Professor Doutor **Sérgio Vieira**, por ter oportunizado o Mestrado e o Doutorado.

A Professora Doutora **Evelise Machado de Souza**, por ter sido preceptora em vários momentos de minha formação profissional, e por ter estimulado a curiosidade científica.

Ao Professor Doutor **Rui Fernando Mazur**, por ter acompanhado cuidadosamente a minha trajetória científica e este trabalho.

Ao Professor Doutor **Rodrigo Nunes Rached**, pelos ensinamentos e pela preocupação com meu desenvolvimento no Mestrado e Doutorado.

Ao Professor Doutor **Odilon Guariza Filho**, pela grande contribuição que teve neste trabalho e pela convivência durante o Mestrado e Doutorado.

Ao Professor Doutor **Paulo César Soares Júnior**, pela extensa contribuição durante toda a trajetória de pós-graduação.

Ao Professor Doutor **Sérgio Aparecido Ignácio**, pela grande colaboração neste trabalho e pelo aprendizado da estatística.

Aos colegas da Universidade Positivo, representados pela coordenadora do curso de Odontologia **Maria da Graça Kfoury Lopes**, agradeço pela amizade e incentivo para conclusão deste trabalho.

A colega de Graduação, Mestrado e Doutorado **Juliana Maria Habith Martin Donikian**, pela amizade e conhecimentos transmitidos durante minha formação acadêmica.

Aos colegas de Mestrado e Doutorado, **Andréia Freire de Vasconcelos, Carolina Ferreira, Desirée Machado, Fabiane Borges de Liz, João Luiz Neves Pereira, Lucí Regina Panka Archegas, Luciane Grochoski Rezende, Marcos Kenzo Takahashi, Vladja Torno**. Agradeço todo o respeito, a amizade, o carinho e os conhecimentos que me foram transmitidos durante esta jornada.

A secretária **Neide Borges de Reis**, pelo carinho e eficiência com que sempre me atendeu.

A todas as pessoas que de alguma forma colaboraram com minha formação profissional.

## EPÍGRAFE

“Há pessoas que desejam saber só por saber, e isso é curiosidade; outras, para alcançarem fama, e isso é vaidade; outras, para enriquecerem com a sua ciência, e isso é um negócio torpe; outras, para serem edificadas, e isso é prudência; outras, para edificarem os outros, e isso é caridade”

**Santo Agostinho**

## SUMÁRIO

<b>ARTIGO EM PORTUGUÊS</b> .....	1
<b>PÁGINA TÍTULO</b> .....	1
<b>RELEVÂNCIA CLÍNICA</b> .....	2
<b>RESUMO</b> .....	2
<b>INTRODUÇÃO</b> .....	3
<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	5
<b>Dureza Knoop</b> .....	7
<b>Fendas de Contração</b> .....	7
<b>Temperatura da Ponta das Unidades Fotoativadoras</b> .....	8
<b>Análises Estatísticas</b> .....	8
<b>RESULTADOS</b> .....	9
<b>Resultados de Dureza Knoop</b> .....	9
<b>Resultados de Fenda de Contração</b> .....	10
<b>Resultados da Temperatura da Ponta das Unidades Fotoativadoras</b> .....	11
<b>DISCUSSÃO</b> .....	12
<b>CONCLUSÕES</b> .....	16
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	17
<b>ARTIGO EM INGLÊS</b> .....	21
<b>TITLE PAGE</b> .....	21
<b>CLINICAL RELEVANCE</b> .....	22
<b>ABSTRACT</b> .....	22
<b>INTRODUCTION</b> .....	23

<b>METHODS AND MATERIALS</b> .....	24
<b>Knoop Hardness</b> .....	26
<b>Shrinkage Gap Formation</b> .....	27
<b>Temperature on the tip of the devices</b> .....	27
<b>Statistical Analysis</b> .....	28
<b>RESULTS</b> .....	28
<b>Knoop Hardness Results</b> .....	28
<b>Results of the Shrinkage Gap Formation</b> .....	29
<b>Results of the Temperature on the tip of the devices</b> .....	30
<b>DISCUSSION</b> .....	31
<b>CONCLUSIONS</b> .....	35
<b>ANEXOS</b> .....	36
<b>Anexo 1 - Resumos dos artigos da discussão</b> .....	36
<b>Anexo 2 - Materiais e Métodos (Figuras adicionais)</b> .....	47
<b>Anexo 3 – Resultados (Gráficos adicionais)</b> .....	50
<b>Anexo 4 - Normas da Revista Operative Dentistry</b> .....	51

## **ARTIGO EM PORTUGUÊS**

### **PÁGINA TÍTULO**

#### **EFEITO DO PRÉ-AQUECIMENTO E DA PRÉ-REFRIGERAÇÃO NA DUREZA E CONTRAÇÃO DE UM COMPÓSITO FOTOATIVADO COM LUZ HALÓGENA E LED**

#### **TÍTULO CURTO: DUREZA E CONTRAÇÃO DE UMA RESINA COMPOSTA EM DIFERENTES TEMPERATURAS**

Osternack FHR<sup>1</sup>, Mazur RF<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Fernando Henrique Ruppel Osternack

Mestre em Odontologia – Área de concentração em Dentística - Pontifícia Universidade Católica do Paraná (PUCPR)

Aluno do Programa de Pós-Graduação em Odontologia - Área de Concentração em Dentística - Pontifícia Universidade Católica do Paraná (PUCPR)

<sup>2</sup> Rui Fernando Mazur

Professor Adjunto, Programa de Pós-Graduação da Pontifícia Universidade Católica do Paraná (PUCPR)

Endereço do autor para correspondência:

Rua Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho – Curitiba – Paraná – Brasil

CEP: 80215-901, Telefone: +55 (41) 3271-1637

E-mail: [ruimazur@gmail.com](mailto:ruimazur@gmail.com)

Palavras-chave: Resina composta; pré-refrigeração; pré-aquecimento; dureza; contração de polimerização; LED; luz halógena.

## RELEVÂNCIA CLÍNICA

O pré-aquecimento de compósitos, associado ao uso de uma fonte de luz halógena pode gerar mais contração de polimerização. É importante conhecer as características das fontes de luz utilizadas, pois também influenciam na dureza do material, podendo interferir na longevidade da restauração.

## RESUMO

Os objetivos deste estudo foram avaliar *in vitro* a dureza e a contração de uma resina composta híbrida pré-refrigerada ou pré-aquecida, fotoativados com aparelhos de luz halógena (QTH) e diodo emissor de luz (LED). Adicionalmente, a temperatura da ponta dos aparelhos também foi investigada. Espécimes de resina composta Charisma<sup>®</sup> foram confeccionados sob às temperaturas de 4°C, 37°C e 60°C (n=20) previamente à fotoativação, que foi realizada com os aparelhos Optilux 501 VCL e Elipar Freelight 2 por 20 segundos. Os espécimes permaneceram por 48 horas à 37°C em condição de alta umidade na ausência de luz. O teste de dureza Knoop foi realizado com carga de 50gf por 10 segundos e a medida da fenda de contração foi realizada em microscópio óptico. Os dados foram submetidos à ANOVA e teste de Games-Howell ( $\alpha=0,05$ ). Houve diferença significativa para dureza entre LED (30,48) e QTH (29,40) e entre topo (31,52) e base (28,35) ( $p<0,05$ ). As temperaturas prévias a fotoativação não influenciaram a dureza ( $p>0,05$ ). Nas temperaturas de 4°C e 37°C, a base fotoativada por QTH apresentou menores valores de dureza ( $p<0,05$ ). Houve diferença significativa para fenda de contração ( $p=0,000$ ) entre QTH (29,57) e LED (25,21) e entre topo (25,06) e base (29,72) ( $p<0,05$ ). A contração com QTH em 60°C foi maior que 4°C no topo e que 37°C na base. A temperatura média emitida pela ponta de QTH foi de 40,24°C e do LED de 37,88°C. Concluiu-se que a temperatura prévia à fotoativação não influenciou na dureza, entretanto influenciou na contração. A pré-refrigeração das resinas compostas e a utilização de LED pode ser benéfica para o uso clínico destes materiais.

Palavras-chave: Resinas compostas; aquecimento; refrigeração; dureza; contração; fotopolimerização.

## INTRODUÇÃO

A resistência mecânica das resinas compostas, é determinante para a longevidade das restaurações. Por isto, cuidados com a contração de polimerização devem ser adotados para minimizar a formação de fendas na interface dente/restauração, o que gera infiltrações marginais e perda precoce da restauração.<sup>1</sup>

Para a avaliação do comportamento mecânico do material, o teste de dureza Knoop tem sido comumente utilizado.<sup>2-8</sup> O teste de dureza tem sido capaz de analisar em diferentes resinas compostas a profundidade de cura do material<sup>2, 9</sup> e a estimativa de ligações cruzadas no polímero.<sup>10, 11</sup> Dentre os vários métodos para verificação da contração de polimerização, está a análise de fendas entre o material resinoso e um anel metálico.<sup>12</sup>

Dentre os inúmeros fatores que podem influenciar a dureza e a contração de polimerização da resina composta, parece ser relevante que a pré-refrigeração, o pré-aquecimento e o uso de diferentes fontes de luz para fotoativação podem interferir nestes componentes.<sup>6, 13-16</sup>

Com relação à temperatura do material previamente à fotoativação, o pré-aquecimento têm sido aplicado para melhorar as propriedades mecânicas e o grau de conversão de materiais resinosos.<sup>10, 14, 17, 18</sup> As resinas compostas pré-aquecidas apresentaram maior adaptação marginal em comparação com o material aplicado na temperatura do ambiente.<sup>10</sup> Já a refrigeração previamente à fotoativação não gerou diferenças de dureza de resinas compostas após a polimerização.<sup>6</sup> Ainda, verificou-se que seria possível que a pré-refrigeração da resina composta diminuísse a contração, presumidamente pelo fato do espécime se encontrar em estado contraído quando refrigerado e expandir conforme aquece, mascarando a contração.<sup>16</sup>

Outro fator importante é a fonte luminosa, onde se destaca a unidade de luz halógena (QTH) e os diodos emissores de luz (LED). A QTH é composta por um filamento de tungstênio o qual emite luz visível e grande quantidade de radiação infravermelha. Sendo assim, é utilizado um filtro que seleciona apenas o comprimento de onda necessário para a ativação do fotoiniciador das resinas

compostas. Estes aparelhos necessitam de um ventilador para minimizar as elevadas temperaturas geradas em seu interior. O LED emite luz através da voltagem aplicada em um sistema semicondutor com nitrito de gálio. Neste caso, a luz emitida apresenta comprimento de onda específico, controlado pela composição química do semicondutor. Contudo, o comprimento de onda<sup>19</sup> e o calor gerados durante a polimerização<sup>8, 20, 21</sup> parecem ser diferenças significativas entre a QTH e o LED.

Adicionalmente, como a elevação da temperatura da resina composta pode acelerar a conversão dos monômeros,<sup>17</sup> tanto o pré-aquecimento, quanto a temperatura emitida pela ponta do aparelho fotoativador podem induzir ao aumento rápido na tenacidade do material, causando maior estresse de contração.<sup>22</sup> Ainda, apesar de haver investigações sobre a temperatura prévia à fotoativação e sobre as diferentes fontes de luz, tais estudos estabilizaram a temperatura durante a fotoativação,<sup>14, 17, 23</sup> o que é pouco condizente com uma situação clínica. Outros trabalhos aplicaram somente a luz halógena entre as variáveis.<sup>16, 17</sup>

Desta forma, ainda são necessários novos testes para avaliar o efeito da temperatura prévia de resinas compostas na dureza e fenda de contração, levando em consideração a necessidade da aplicação desta resina composta em superfície com temperatura próxima à corpórea. Também não está clara a influência das unidades de QTH e LED sobre a resina composta pré-aquecida ou pré-refrigerada.

Este estudo investigou a dureza e a contração de uma resina composta híbrida pré-refrigerada ou pré-aquecida, utilizando aparelhos de luz halógena (QTH) e diodo emissor de luz (LED). Adicionalmente, a temperatura da ponta dos aparelhos também foi investigada. As hipóteses nulas avaliadas foram: H<sub>0</sub> – não haverá diminuição da dureza ou menor geração de fenda de contração quando variar-se a temperatura do compósito previamente à fotoativação; H<sub>01</sub> – não haverá diferenças entre dureza e fenda de contração quando forem utilizados os aparelhos de luz halógena ou LED.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Cento e vinte espécimes da resina composta Charisma® (Heraeus-Kulzer) foram confeccionados nas temperaturas de 4°C, 37°C e 60°C (n=20) e foram fotoativados por uma unidade de luz halógena (QTH) e por um diodo emissor de luz (LED) por 20 segundos.

A unidade de QTH utilizada foi Optilux VCL 501 (Demetron/Kerr, Danbury, Connecticut) e a unidade de LED foi Elipar FreeLight 2 (3M ESPE, Saint Paul, Minnessota). As respectivas irradiâncias foram aferidas pelo radiômetro acoplado ao aparelho Optilux 501 (Tabela 1).

**Tabela 1 – Fontes luminosas, fabricante, diâmetro da ponta, irradiância, tempo de aplicação, densidade de energia emitida.**

	Marca (Fabricante)	Diâmetro da ponta (mm)	Irradiância (mW/cm <sup>2</sup> )	Tempo de aplicação (s)	Densidade de energia (J/cm <sup>2</sup> )
QTH	Optilux VCL 501 (Demetron/Kerr, Danbury, Connecticut)	11	800	20	16
LED	Elipar FreeLight 2 (3M ESPE, Saint Paul, Minnessota)	8	1200	20	24

As matrizes utilizadas, uma para cada espécime, foram confeccionadas em latão em forma de anéis metálicos com 12 mm de diâmetro externo, 7 mm de diâmetro interno e 2 mm de altura.

Para simular a temperatura oral (37°C) foi utilizada uma plataforma aquecida (TE 0851, Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil). Esta temperatura foi verificada com auxílio do multímetro digital (DT – 838, Impac, São Paulo, SP, Brasil). Sobre a plataforma aquecida foi colocada uma placa de vidro de 7 mm de espessura e uma lâmina de vidro de 1 mm de espessura que serviu como base para as matrizes.

A resina composta foi inserida na matriz com o auxílio da espátula metálica (Goldstein Flexi-Thin 2, Hu Friedy, Chicago, Illinois). O tempo total da inserção desde a remoção do material da bisnaga até a inserção da resina composta na matriz foi de 40 segundos. Outra lâmina de vidro com 1 mm de espessura foi colocada no topo do conjunto. Foi então realizada a fotoativação por 20 segundos, indicados pelo fabricante da resina composta utilizada, com os aparelhos QTH e LED divididos em grupos distintos.

Todos os espécimes foram confeccionados em sala com temperatura e umidade controladas e padronizadas respectivamente em  $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  e  $50\% \pm 10\%$ . A temperatura da pasta de resina composta no interior da bisnaga foi aferida com auxílio do multímetro digital antes e após a inserção na matriz.

Para a obtenção da temperatura da resina composta de  $4^{\circ}\text{C}$  foi utilizado um refrigerador (Cônsul CRC08, Cônsul, Joinville, SC, Brasil). Foram colocadas seis bisnagas de resina composta no refrigerador por um tempo mínimo de 30 minutos para estabilização da temperatura refrigerada. Logo após o término da fotoativação, a bisnaga foi devolvida ao refrigerador e foi substituída por outra com a temperatura estabilizada para confecção do outro espécime.

Para a obtenção da temperatura da resina composta de  $37^{\circ}\text{C}$  foram utilizadas as bisnagas de resina composta acondicionadas em temperatura do ambiente ( $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ). A resina composta foi retirada da bisnaga e inserida no interior da matriz estabilizada em  $37^{\circ}\text{C}$ . A resina composta foi fotoativada após alcançar os  $37^{\circ}\text{C}$ , para isto foram necessários aproximados 40 segundos utilizados para a inserção do material resinoso no interior da matriz.

Para obtenção da temperatura da resina composta de  $60^{\circ}\text{C}$  foi utilizado um aparelho de aquecimento por água (TE 054 mag, Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil). As bisnagas foram devidamente protegidas por invólucro plástico impermeável previamente a sua inserção no aparelho. A bisnaga de resina composta permaneceu imersa em água por um tempo de 15 minutos para obtenção da temperatura de  $60^{\circ}\text{C}$ .

Todos os espécimes foram armazenados em ambiente de alta umidade por 48 horas em estufa à 37°C. Após este período foram realizados os testes de dureza Knoop e o de fenda de contração.

### **Dureza Knoop**

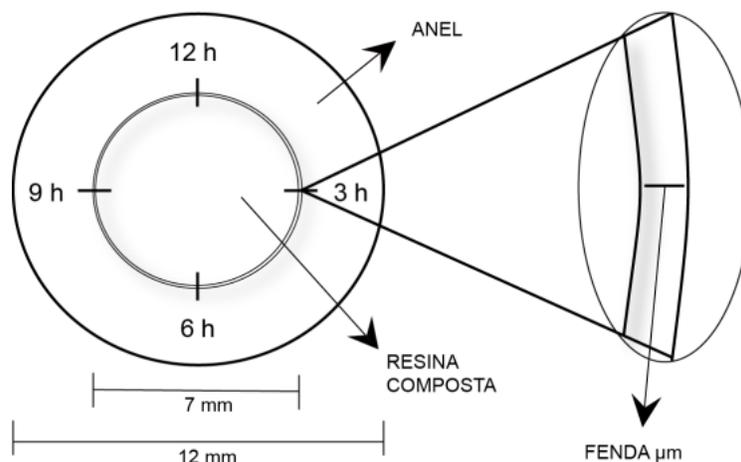
Para o teste de dureza Knoop foi utilizado um microdurômetro (HMV 2, Shimadzu Corporation, Tóquio, Japão) com carga de 50 gf aplicada por 10 segundos.

Foram realizadas 5 indentações no topo e 5 indentações na base para cada espécime. A distância entre cada indentação foi de pelo menos quatro diagonais maiores, para evitar que áreas de deformação plástica produzidas por indentações vizinhas alterassem os valores de dureza. Foi realizada a média dos 5 valores para o topo e 5 valores para a base (n=20).

### **Fendas de Contração**

Após verificação da dureza Knoop, os espécimes foram lixados no topo e na base com lixas d'água de granulações 500, 600 e 1200 respectivamente, para remover os excessos de resina composta sobre a interface da resina composta com o anel.

A análise de formação de fendas de contração foi realizada em 4 pontos do anel (3h, 6h, 9h e 12h) (Figura 1) com auxílio do microscópio óptico (BX60 F5, Olympus Optical LTDA, Tóquio, Japão) com magnificação de 20 X e do programa de análise de imagens (OMNIMET Express, Buehler LTDA, Lake Bluff, Illinois). Foi realizada a média dos quatro valores em micrometros tanto para o topo como para a base (n=20) de acordo com Obici & outros.<sup>12</sup>



**Figura 1 – Medição da fenda de contração em micrometros.**

Os testes de dureza e fenda de contração propiciaram a avaliação do efeito das diferentes temperaturas durante a fotoativação e das diferentes fontes de luz.

### **Temperatura da Ponta das Unidades Fotoativadoras**

Para a verificação da temperatura emitida pela ponta dos aparelhos fotoativadores, foi utilizado o multímetro digital e uma câmera filmadora digital (Nikon D90, Nikon Corporation, Tóquio, Japão). A ponta do multímetro foi colocada em contato com o centro da ponta do aparelho fotoativador e a câmera filmadora foi posicionada focalizando a tela do multímetro digital. Foram realizadas 10 filmagens da tela do multímetro durante os 20 segundos de acionamento das unidades de QTH e LED, sendo 5 filmagens para cada unidade fotoativadora. Em cada filmagem foram verificadas as temperaturas nos tempos de 2, 5, 10, 15 e 20 segundos. Foram feitas as médias de temperatura em cada um dos tempos verificados e foi feita a média geral para ambas as fontes de luz.

### **Análises estatísticas**

Os valores de dureza Knoop e fenda de contração foram submetidos ao teste de Kolmogorov-Smirnov para verificação de normalidade na distribuição, à Análise de Variância (ANOVA) a três critérios de classificação modelo fatorial completo, ao teste de Games-Howell ( $\alpha=0,05$ ) e ao teste de correlação de Pearson.

## RESULTADOS

### Resultados de Dureza Knoop

Os resultados de ANOVA mostraram haver diferenças significantes ( $p=0,000$ ) para dureza entre QTH (29,40) e LED (30,48), independente da temperatura prévia à fotoativação e do local de verificação (base ou topo). Também houveram diferenças significantes ( $p=0,002$ ) entre topo (31,52) e base (28,35), independente da fonte de luz e da temperatura. Entre as temperaturas da resina composta de 4°C, 37°C e 60°C não houveram diferenças significantes ( $p=0,054$ ), independente da fonte de luz e do local de verificação (base ou topo).

Conforme o teste de Games-Howell (tabela 2), na temperatura de 4°C a base fotoativada por QTH apresentou os menores valores na comparação em coluna ( $p<0,05$ ). Na temperatura de 37°C a base fotoativada por QTH apresentou os menores valores na comparação em coluna ( $p<0,05$ ). Na temperatura de 60°C o topo fotoativado por QTH apresentou os maiores valores na comparação em coluna ( $p<0,05$ ).

**Tabela 2 - Valores médios de Dureza Knoop (KHN) e desvio padrão (DP) para resina composta Charisma®, fotoativada por luz halógena (QTH) e diodo emissor de luz (LED), em diferentes temperaturas, nas superfícies de topo e base.**

	4°C	37°C	60°C
QTH - topo	32,47 (2,58) Aa	31,95 (2,23) Aa	33,55 (2,03) Aa
QTH - base	25,68 (1,97) Ab	25,79 (2,22) Ab	26,93 (4,60) Ac
LED - topo	30,31 (2,48) Aa	29,65 (2,04) Aa	31,18 (1,85) Ab
LED - base	32,57 (2,48) Aa	29,97 (2,78) Aa	29,18 (3,63) Abc

Médias seguidas pela mesma letra maiúscula em linha e minúscula em coluna não indicam diferença estatística significativa em um intervalo de confiança de 95% (Games-Howell,  $p>0,05$ ).

### Resultados de Fenda de Contração

Os resultados de ANOVA mostraram haver diferenças significantes para fenda de contração ( $p=0,000$ ) entre QTH (29,57) e LED (25,21), independente da temperatura prévia à fotoativação e do local de verificação (base ou topo). Também houveram diferenças significantes ( $p=0,000$ ) entre topo (25,06) e base (29,72), independente da fonte de luz e da temperatura. Entre as temperaturas da resina composta de 4°C, 37°C e 60°C houveram diferenças significantes de contração ( $p=0,000$ ), independente da fonte de luz e do local (base ou topo)..

Conforme o teste de Games-Howell (tabela 3), na temperatura de 4°C a base do LED apresentou menor contração na comparação em coluna ( $p<0,05$ ). Na temperatura de 37°C a base do LED também apresentou menor contração na comparação em coluna ( $p<0,05$ ). Em 60°C o topo fotoativado pelo LED apresentou os menores valores de contração na comparação em coluna ( $p<0,05$ ). Na comparação em linha, a temperatura de 60°C apresentou mais contração comparada com a temperatura de 37°C no topo da QTH ( $p<0,05$ ). Ainda na comparação em linha, a temperatura de 60°C apresentou mais contração comparada com a temperatura de 4°C na base da QTH ( $p<0,05$ ).

**Tabela 3 - Valores médios de fenda de contração ( $\mu\text{m}$ ) e desvio padrão (DP) para a resina composta Charisma<sup>®</sup> fotoativada por luz halógena (QTH) e diodo emissor de luz (LED), em diferentes temperaturas, nas superfícies de topo e base.**

	4°C	37°C	60°C
QTH - topo	29,34 (10,07) ABab	25,16 (8,83) Bab	36,11 (9,51) Aa
QTH - base	24,73 (4,08) Bb	27,45 (6,25) ABa	34,65 (9,30) Aa
LED - topo	17,33 (6,02) Ac	18,88 (7,97) Ab	23,57 (6,89) Ab
LED - base	30,77 (4,08) Aa	29,66 (7,50) Aa	31,08 (6,67) Aa

Médias seguidas pela mesma letra maiúscula em linha e minúscula em coluna não indicam diferença estatística significativa em um intervalo de confiança de 95% (Games-Howell,  $p>0,05$ ).

A análise de Pearson mostrou não haver correlação entre dureza e contração ( $r = 0,0040$ )  $p=0,95$ .

## Resultados da Temperatura da Ponta das Unidades Fotoativadoras

As figuras 2 e 3 mostram a temperatura média em grau Celsius emitida pela ponta dos aparelhos nos tempos de 2, 5, 10, 15 e 20 segundos. A temperatura média encontrada entre 2 segundos e 20 segundos foi de 40,24°C na unidade QTH e de 37,88°C na unidade LED.

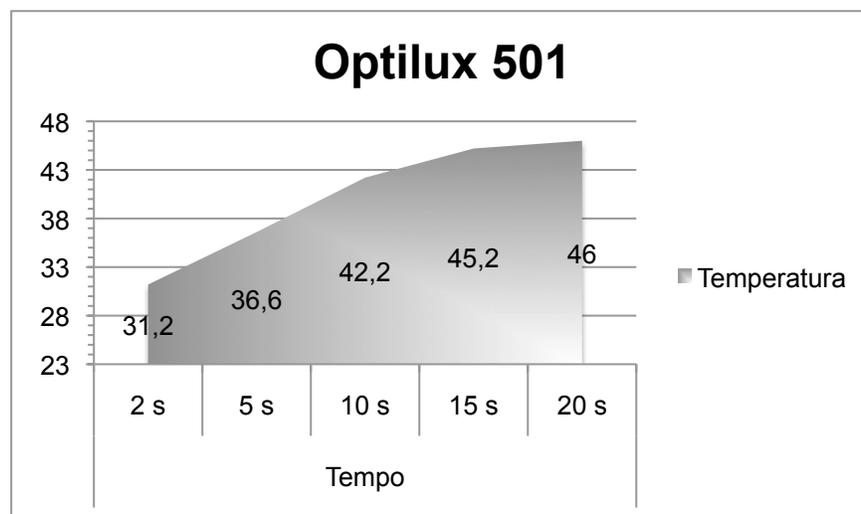


Figura 2 – Gráfico dos valores médios da temperatura da ponta do aparelho Optilux 501 em grau Celsius.

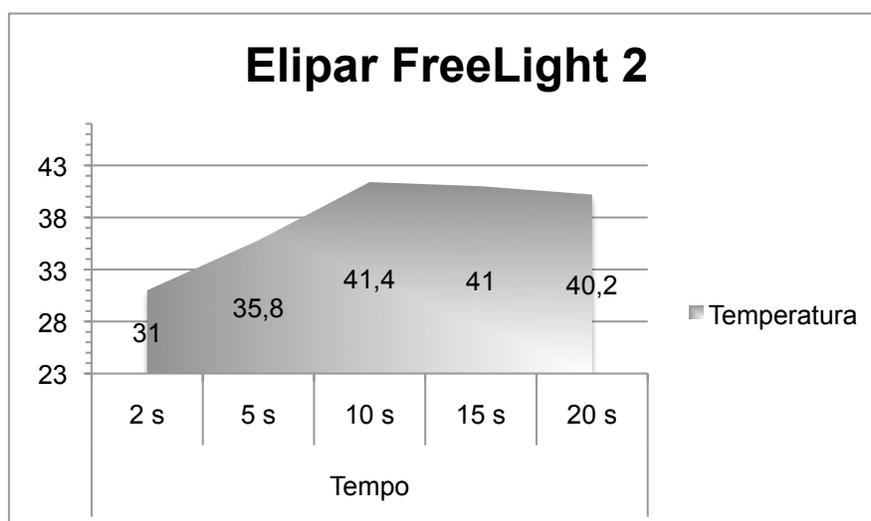


Figura 3 – Gráfico dos valores médios da temperatura da ponta do aparelho Elipar FreeLight 2 em grau Celsius.

## DISCUSSÃO

Este estudo mostrou que a dureza não foi afetada pela pré-refrigeração ou pelo pré-aquecimento. No entanto, a literatura mostra que quanto maior a temperatura da resina composta previamente à fotoativação, maior será a dureza e o grau de conversão imediatamente após a polimerização.<sup>6, 24</sup> A viscosidade da resina composta diminui com o pré-aquecimento, proporcionando maior mobilidade dos radicais livres e aumento a frequência de colisão dos grupos não reativos.<sup>24</sup> Desta forma, quando a resina composta for pré-aquecida, a polimerização ocorrerá mais rapidamente.<sup>17</sup> Porém, o aumento da temperatura não contribui significativamente para o aumento da dureza após a polimerização da resina composta.<sup>6</sup>

Adicionalmente, quanto maior for a temperatura de pré-aquecimento da resina composta, maior será o estresse residual imediatamente acumulado, chegando a aumentar em 50% da temperatura do ambiente em relação a temperatura de 60°C.<sup>25</sup> Como este estresse é uma forma de energia concentrada em toda camada do material, uma vez que a restauração de resina composta seja colocada em função, há diminuição da resistência ao desgaste e aumento das falhas adesivas.<sup>26</sup> Quando o teste de dureza é realizado imediatamente após a fotoativação, pode ocorrer a aferição deste estresse, resultando em maior dureza.<sup>6</sup> Passado o período de 48 horas de pós-polimerização, este estresse provavelmente seja liberado e não seja mais aferido no teste de dureza.

Outro fator a ser observado é o processo de estabilização da temperatura durante a fotoativação. Apesar do presente estudo ter padronizado rigorosamente a temperatura da resina composta antes da fotoativação, o tempo para a acomodação da resina composta ao sistema de anéis (40 s) e o tempo necessário para a conclusão da fotoativação (20 s), podem ter gerado uma diminuição da temperatura para o teste à 60°C e um aumento da temperatura para o teste à 4°C. Adicionalmente, a temperatura da base dos espécimes à 37°C e a temperatura da ponta do aparelho fotoativador podem ter facilitado o aumento da temperatura da resina composta refrigerada. Desta forma, a diferença real entre as temperaturas

no momento em que foi iniciada a fotoativação pode não ter sido significativa para exercer influência sobre a dureza.

Em relação a comparação entre base e topo, houve diferenças significantes quando a resina composta foi fotoativada pela unidade QTH. A unidade de QTH apresentou maiores valores da temperatura da ponta em todos os tempos observados até os 20 segundos, onde ocorreu a temperatura máxima de 46°C. Este calor pode ter ajudado a acelerar a polimerização da superfície do topo por ter facilitado a cinética de polimerização.<sup>24</sup> Entretanto, a base dos espécimes polimerizada pela unidade QTH pode não ter recebido toda esta energia, fundamentalmente por que a rápida formação de ligações cruzadas na camada superficial inibe a transmissão da luz para as camadas mais internas da massa.<sup>27</sup> Porém, a luz halógena pode ter gerado maior perda de energia através dos 2 mm da camada de resina composta, justamente por propiciar uma polimerização mais rápida no topo.

Como não houve diferença na dureza entre a base e o topo das resinas compostas fotoativadas pela unidade LED, verificou-se distinção deste aparelho em relação à luz halógena. A temperatura da ponta do LED (máxima de 4,6°C abaixo da QTH) pode ter resultado em uma polimerização superficial mais lenta pelo fato de gerar menos calor e apresentar menor mobilidade dos monômeros nesta superfície.<sup>24</sup> A base fotoativada pelo LED pode ter recebido energia luminosa efetiva por mais tempo, possivelmente por ter apresentado uma polimerização mais lenta no topo, não tendo impedido a correta dissipação da luz através dos 2 mm do espécime nos momentos iniciais da fotoativação.<sup>27</sup>

As unidades QTH e LED utilizadas neste estudo apresentaram irradiâncias diferentes podendo interferir na dureza da base. Estudos prévios indicaram que quanto maior a densidade de energia, melhor será a profundidade de polimerização.<sup>3, 27</sup> Neste estudo, após 20 segundos de fotoativação a QTH com 800 mW/cm<sup>2</sup> gerou uma densidade de energia para a resina composta de 16 J/cm<sup>2</sup> enquanto que o LED com 1200 mW/cm<sup>2</sup> gerou 24 J/cm<sup>2</sup>. Contudo, não seria correto atribuir diferenças de dureza somente pela diferença de irradiância pois pode-se considerar que a espessura do material e o tempo de aplicação da luz

são as variáveis mais importantes, enquanto que o material e a irradiância são menos importantes.<sup>28</sup> Como no presente estudo foram padronizadas a espessura e o tempo de aplicação da luz, o comprimento de onda pode ser considerado outro fator importante. O comprimento de onda do LED, é mais estreito em relação ao da luz halógena e com pico de emissão em  $\approx 468\text{nm}$ .<sup>29</sup> O espectro curto do LED parece ser melhor para a absorção da canforoquinona quando comparado com o espectro amplo da luz halógena, o que fundamenta a maior profundidade de polimerização do LED em relação à luz halógena.<sup>30-32</sup>

Neste estudo, a contração de polimerização foi sensivelmente afetada pelas diferentes temperaturas de pré-polimerização, sendo que o pré-aquecimento gerou maior contração independente do aparelho fotoativador utilizado. Walter & outros<sup>16</sup> afirmaram que o pré-aquecimento de uma resina composta microparticulada aumentou a contração volumétrica. Outro estudo fez o pré-aquecimento de uma resina composta à  $54^{\circ}\text{C}$ , inseriu o material em uma cavidade de Classe II e fotoativou imediatamente ou com uma espera de 15 segundos, obtendo resultados favoráveis de adaptação marginal somente quando o material foi pré-aquecido e fotoativado imediatamente.<sup>10</sup> Provavelmente, a resina composta pré-aquecida, por ficar menos viscosa, aumente sua capacidade de adaptação apesar de gerar mais contração. Neste estudo, os 40 segundos necessários para inserir a resina composta na matriz podem ter minimizado a capacidade de melhor adaptação da resina composta pré-aquecida.

De acordo com o presente estudo, somente a QTH gerou maior contração em  $60^{\circ}\text{C}$ . Em relação à temperatura corpórea de  $37^{\circ}\text{C}$ , ocorre a contração de volume da massa de resina composta aquecida e expansão de volume da massa refrigerada.<sup>33</sup> Com o uso da QTH e a geração de uma temperatura na ponta do aparelho maior que a corpórea simulada de  $37^{\circ}\text{C}$ , parece haver uma maior efetividade do pré-aquecimento, impedindo que ocorra grande perda de temperatura da resina composta pré-aquecida, podendo haver uma associação com o calor produzido pela unidade QTH.

A unidade de LED não gerou diferenças de contração entre as temperaturas testadas, tanto no topo, quanto na base. As diferenças de contração

geralmente achadas nas temperaturas testadas em estudos prévios foram verificadas quando se usa a luz halógena,<sup>16, 17</sup> ou quando se estabiliza a temperatura previamente à polimerização.<sup>23</sup> O calor gerado pela luz halógena, pode ter resultado em uma modificação significativa na dinâmica da conversão de monômeros durante o processo de fotoativação pela transmissão de temperatura ao espécime,<sup>14</sup> o que não ocorreu com o LED em tamanha intensidade. A temperatura média gerada na ponta deste aparelho foi de 37,88°C, muito próxima da temperatura corpórea simulada em 37°C. Possivelmente, com o LED não tenha ocorrido grande ação da temperatura da ponta do aparelho com a resina composta quando comparado com a QTH.

Somente foram encontradas diferenças de contração entre topo e base nos espécimes fotoativados pela unidade LED. O topo fotoativado pelo LED contraiu menos que a base, o que deveria ser esperado também para os espécimes fotoativados por luz halógena, conforme resultados prévios e de acordo com a teoria de que o compósito contrai livremente das áreas profundas para a região superficial.<sup>12, 34, 35</sup> É provável que a temperatura de emissão do aparelho de luz halógena utilizado tenha aumentado a contração no topo dos espécimes por gerar uma polimerização mais rápida, o que pode ter diminuído a fase pré-gel e pode ter feito com que a contração no topo fosse semelhante à da base. Outro fator importante foram os menores valores de contração encontrados no topo dos espécimes polimerizados pelo LED, o que sugere capacidade de gerar adequada dureza sem prejudicar a contração do material com este aparelho.

De acordo com as limitações deste estudo, seria corretamente indicada a associação da pré-refrigeração de resinas compostas e o uso de LED, no intuito de minimizar a contração sem interferir na dureza do material. Particularmente em relação à resina composta refrigerada, há aparente dificuldade de inserção do material pelo aumento da viscosidade.<sup>16</sup> Porém, sendo empregada a técnica incremental de inserção em situação clínica, provavelmente haveria diminuição da dificuldade de adaptação, desde que respeitado o tempo médio de 40 segundos para inserção para que haja um aquecimento da resina composta em contato com a estrutura dentária.

## **CONCLUSÕES**

A temperatura prévia à fotoativação não influenciou na dureza, entretanto influenciou na contração. O pré-aquecimento da resina composta em conjunto com a fotoativação por luz halógena gerou mais contração. O LED em conjunto com a pré-refrigeração gerou menos contração e maior dureza. Portanto, a pré-refrigeração das resinas compostas e a utilização de LED pode ser benéfica para o uso clínico destes materiais.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Davidson CL, de Gee AJ & Feilzer A (1984) The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress *J Dent Res* **63(12)** 1396-1399.
2. Bouschlicher MR, Rueggeberg FA & Wilson BM (2004) Correlation of bottom-to-top surface microhardness and conversion ratios for a variety of resin composite compositions *Oper Dent* **29(6)** 698-704.
3. Caldas DB, de Almeida JB, Correr-Sobrinho L, Sinhorette MA & Consani S (2003) Influence of curing tip distance on resin composite Knoop hardness number, using three different light curing units *Oper Dent* **28(3)** 315-320.
4. da Silva EM, Poskus LT & Guimaraes JG (2008) Influence of light-polymerization modes on the degree of conversion and mechanical properties of resin composites: a comparative analysis between a hybrid and a nanofilled composite *Oper Dent* **33(3)** 287-293.
5. Eldiwany M, Powers JM & George LA (1993) Mechanical properties of direct and post-cured composites *Am J Dent* **6(5)** 222-224.
6. Osternack FH, Caldas DB, Rached RN, Vieira S, Platt JA & Almeida JB (2009) Impact of refrigeration on the surface hardness of hybrid and microfilled composite resins *Braz Dent J* **20(1)** 42-47.
7. Rueggeberg FA & Craig RG (1988) Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite *J Dent Res* **67(6)** 932-937.
8. Uhl A, Mills RW & Jandt KD (2003) Photoinitiator dependent composite depth of cure and Knoop hardness with halogen and LED light curing units *Biomaterials* **24(10)** 1787-1795.
9. DeWald JP & Ferracane JL (1987) A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites *J Dent Res* **66(3)** 727-730.
10. Froes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Francci C, Reis A & Loguercio AD (2010) Composite pre-heating: effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties *Dent Mater* **26(9)** 908-914.

11. Schneider LF, Moraes RR, Cavalcante LM, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L & Consani S (2008) Cross-link density evaluation through softening tests: effect of ethanol concentration *Dent Mater* **24(2)** 199-203.
12. Obici AC, Sinhoreti MA, de Goes MF, Consani S & Sobrinho LC (2002) Effect of the photo-activation method on polymerization shrinkage of restorative composites *Oper Dent* **27(2)** 192-198.
13. Clifford SS, Roman-Alicea K, Tantbirojn D & Versluis A (2009) Shrinkage and hardness of dental composites acquired with different curing light sources *Quintessence Int* **40(3)** 203-214.
14. Daronch M, Rueggeberg FA & De Goes MF (2005) Monomer conversion of pre-heated composite *J Dent Res* **84(7)** 663-667.
15. El-Korashy DI (2010) Post-gel shrinkage strain and degree of conversion of preheated resin composite cured using different regimens *Oper Dent* **35(2)** 172-179.
16. Walter R, Swift EJ, Jr., Sheikh H & Ferracane JL (2009) Effects of temperature on composite resin shrinkage *Quintessence Int* **40(10)** 843-847.
17. Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF & Giudici R (2006) Polymerization kinetics of pre-heated composite *J Dent Res* **85(1)** 38-43.
18. Trujillo M, Newman SM & Stansbury JW (2004) Use of near-IR to monitor the influence of external heating on dental composite photopolymerization *Dent Mater* **20(8)** 766-777.
19. Brandt WC, Schneider LF, Frollini E, Correr-Sobrinho L & Sinhoreti MA (2010) Effect of different photo-initiators and light curing units on degree of conversion of composites *Braz Oral Res* **24(3)** 263-270.
20. Aravamudhan K, Floyd CJ, Rakowski D, Flaim G, Dickens SH, Eichmiller FC & Fan PL (2006) Light-emitting diode curing light irradiance and polymerization of resin-based composite *J Am Dent Assoc* **137(2)** 213-223.
21. Yap AU & Soh MS (2003) Thermal emission by different light-curing units *Oper Dent* **28(3)** 260-266.

22. Kinomoto Y, Torii M, Takeshige F & Ebisu S (1999) Comparison of polymerization contraction stresses between self- and light-curing composites *J Dent* **27(5)** 383-389.
23. Venhoven BA, de Gee AJ & Davidson CL (1993) Polymerization contraction and conversion of light-curing BisGMA-based methacrylate resins *Biomaterials* **14(11)** 871-875.
24. Lovell LG, Newman SM & Bowman CN (1999) The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins *J Dent Res* **78(8)** 1469-1476.
25. Prasanna N, Pallavi Reddy Y, Kavitha S & Lakshmi Narayanan L (2007) Degree of conversion and residual stress of preheated and room-temperature composites *Indian J Dent Res* **18(4)** 173-176.
26. Rueggeberg F & Tamareselvy K (1995) Resin cure determination by polymerization shrinkage *Dent Mater* **11(4)** 265-268.
27. Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA & Braga RR (2008) Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system *Dent Mater* **24(9)** 1164-1168.
28. Emami N & Soderholm KJ (2003) How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites *Eur J Oral Sci* **111(6)** 536-542.
29. Wiggins KM, Hartung M, Althoff O, Wastian C & Mitra SB (2004) Curing performance of a new-generation light-emitting diode dental curing unit *J Am Dent Assoc* **135(10)** 1471-1479.
30. Munoz CA, Bond PR, Sy-Munoz J, Tan D & Peterson J (2008) Effect of pre-heating on depth of cure and surface hardness of light-polymerized resin composites *Am J Dent* **21(4)** 215-222.
31. Nomura Y, Teshima W, Tanaka N, Yoshida Y, Nahara Y & Okazaki M (2002) Thermal analysis of dental resins cured with blue light-emitting diodes (LEDs) *J Biomed Mater Res* **63(2)** 209-213.

32. Soh MS, Yap AU, Yu T & Shen ZX (2004) Analysis of the degree of conversion of LED and halogen lights using micro-Raman spectroscopy *Oper Dent* **29(5)** 571-577.
33. Lohbauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A & Eliades G (2009) The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage *Dent Mater* **25(4)** 514-519.
34. Hansen EK (1982) Visible light-cured composite resins: polymerization contraction, contraction pattern and hygroscopic expansion *Scand J Dent Res* **90(4)** 329-335.
35. Versluis A, Tantbirojn D & Douglas WH (1998) Do dental composites always shrink toward the light? *J Dent Res* **77(6)** 1435-1445.

## **ARTIGO EM INGLÊS**

### **TITLE PAGE**

#### **EFFECTS OF PRE-HEATING AND PRE-COOLING ON THE HARDNESS AND SHRINKAGE OF A COMPOSITE RESIN CURED WITH QTH AND LED**

#### **RUNNING TITLE: HARDNESS AND SHRINKAGE OF A COMPOSITE RESIN AT DIFFERENT TEMPERATURES**

Osternack FHR<sup>1</sup>, Mazur RF<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Fernando Henrique Ruppel Osternack

Master of Science in Dentistry – Pontifical Catholic University of Parana (PUCPR)  
Post Graduation Program Student in Dentistry - Pontifical Catholic University of  
Parana (PUCPR)

<sup>2</sup> Rui Fernando Mazur

Adjunct Professor, Post Graduation Program of Pontifical Catholic University of  
Parana (PUCPR)

Correspondent author:

Rua Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho – Curitiba – Parana – Brasil

CEP: 80215-901, Telephone: +55 (41) 3271-1637

E-mail: [ruimazur@gmail.com](mailto:ruimazur@gmail.com)

Key words: Composite resin, pre-cooling, pre-heating, hardness, polymerization  
shrinkage, LED, halogen light.

## CLINICAL RELEVANCE

The pre-heating of composite resins with a halogen light-curing unit can generate more polymerization contraction. It is important to know the features of the light-curing units used, for they impact the hardness of the material, interfering with the restoration longevity.

## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate *in vitro* the hardness and shrinkage of a pre-cooled or pre-heated hybrid composite resin photoactivated by a quartz-tungsten-halogen light (QTH) and light emitting diode (LED) light-curing units. Additionally, the temperature in the tip of the devices was also investigated. Specimens of Charisma<sup>®</sup> resin composite were produced at the temperatures of 4°C, 37°C, and 60°C (n=20) before photoactivation, which was carried out with the Optilux 501 VCL and Elipar Freelight 2 devices for 20 seconds. The specimens remained at 37°C in conditions of high humidity and an absence of light for 48 hours. The Knoop hardness test was carried out with a load of 50 gf for 10 seconds and the measurement of the shrinkage gap formation was carried out using an optical microscope. The data were subjected to ANOVA and to the Games-Howell test ( $\alpha=0.05$ ). There were significant differences for hardness between LED (30,48) and QTH (29,40) and between top (31,52) and bottom (28,35) ( $p<0.05$ ). The temperatures before photoactivation did not influence hardness ( $p<0.05$ ). At the temperatures of 4°C and 37°C, the bottom photoactivated by QTH showed lower hardness values ( $p<0.05$ ). There were significant differences in shrinkage ( $p=0.000$ ) between QTH (29,57) and LED (25,21) and between top (25,06) and bottom (29,72) ( $p<0.05$ ). The shrinkage with QTH at 60°C was larger than at 4°C on the top and 37°C on the bottom. The average temperature emitted by the QTH tip was 40.24°C while the LED was 37.88°C. It was concluded that pre-cooling or pre-heating did not influence hardness; however, it did influence shrinkage. The pre-cooling of resin composites and the use of LED can be beneficial for this material's clinical use.

Key words: Composite resins, heating, refrigeration, hardness, contraction, polymerization.

## INTRODUCTION

The mechanical resistance of the composite resins is critical for the longevity of the restorations, attention needs to be paid to the polymerization shrinkage to minimize the gap formation in the tooth/restoration interface, which causes marginal infiltrations and early loss of the restoration.<sup>1</sup>

The Knoop hardness test has been commonly used to evaluate the mechanical behavior of dental materials.<sup>2-8</sup> Through hardness tests, it is possible to analyze for different composite resins the curing depth of the material<sup>2, 9</sup> and the estimated cross-linking in the polymer.<sup>10, 11</sup> There are many ways to check the polymerization shrinkage, among which is the analysis of shrinkage gap formation between the resinous material and a metallic ring.<sup>12</sup> Among the several factors that may impact the hardness and the polymerization shrinkage of the composite resin are pre-cooling, pre-heating, and the use of different light sources for photoactivation.<sup>6, 13-16</sup>

As for the temperature of the material before photoactivation, pre-heating has been used to improve the resinous materials' mechanical properties and the degree of conversion.<sup>10, 14, 17, 18</sup> Pre-heated composite resins have presented higher marginal adaptation compared to material used at room temperature.<sup>10</sup> Cooling before photoactivation did not create any differences in hardness for the composite resins after polymerization.<sup>6</sup> In addition, it was observed that the pre-cooling of the composite resin might decrease the shrinkage, presumably because the specimen is in a contracted state when cooled and expands as it heats up, masking the contraction.<sup>16</sup>

Another important factor is the light source, where the quartz-tungsten-halogen light (QTH) and light emitting diodes (LED) stand out. The QTH is composed of a tungsten filament, which emits visible light and a great amount of infrared radiation. A filter is necessary to select only the wavelength indicated for the photoinitiator activation of the composite resins. These devices require a fan to minimize the high temperatures that are generated inside it. The LED emits light through the applied voltage in a semiconductor system with gallium nitride. In this

case, the light shows a specific wavelength controlled by the chemical composition of the semiconductor. Nevertheless, the wavelength<sup>19</sup> and the heat generated during polymerization<sup>8, 20, 21</sup> seem to be significant differences between the QTH and the LED.

Additionally, as the increase in the temperature of the composite resin may accelerate the conversion of the monomers,<sup>17</sup> both the pre-heating and the photoactivator unit may induce a fast increase in the material toughness, causing greater shrinkage stress.<sup>22</sup> Still, although the temperature before photoactivation and the different light sources have been investigated, such investigations have stabilized the temperature during photoactivation,<sup>14, 17, 23</sup> which is very unlikely in a clinical situation. Other studies have applied only the halogen light among the variables.<sup>16, 17</sup>

New tests are necessary to evaluate the effect of the previous temperature of composite resins in hardness and shrinkage gap formation, considering the need for the application of this composite resin on a surface with a temperature that is close to body temperature. The impact of the QTH and LED units on pre-heated or pre-cooled composite resin is also unclear.

This study investigated the hardness and shrinkage of a pre-cooled or pre-heated hybrid composite resin using quartz-tungsten-*halogen light* (QTH) and light emitting diode (LED) devices. Additionally, the temperature on the tips of the devices was also investigated. The evaluated null hypotheses were as follows:  $H_0$  – there will be no decrease in hardness or less gap formation when the temperature of the composite before photoactivation is diversified;  $H_{01}$  – there will be no differences between hardness and shrinkage gap formation when a light emitting diode device or LED is used.

## **METHODS AND MATERIALS**

One hundred twenty samples of the composite resin Charisma<sup>®</sup> (Heraeus-Kulzer) were prepared at the temperatures of 4°C, 37°C, and 60°C (n=20) and

photoactivated by a quartz-tungsten-halogen light (QTH) or a light emitting diode (LED) for 20 seconds.

The QTH light-curing unit used was an Optilux VCL 501 (Demetron/Kerr, Danbury, Connecticut), and the LED Light-curing unit used was an Elipar FreeLight 2 (3M ESPE, Saint Paul, Minnesota). The irradiance of the light sources was measured by a radiometer coupled to the Optilux VCL 501 (Table 1).

**Table 1 – Light source brand, manufacturer, tip diameter, irradiance, application time, emitted energy density.**

	Brand (Manufacturer)	Tip diameter (mm)	Irradiance (mW/cm <sup>2</sup> )	Application time (s)	Energy density (J/cm <sup>2</sup> )
QTH	Optilux VCL 501 (Demetron/Kerr, Danbury, Connecticut)	11	800	20	16
LED	Elipar FreeLight 2 (3M ESPE, Saint Paul, Minnesota)	8	1200	20	24

The matrix used – one for each specimen – was made of brass in a metallic ring shape with an external diameter of 12 mm, an internal diameter of 7 mm, and a height of 2 mm.

A heated platform (TE 0851, Tecnal, Piracicaba, SP, Brazil) was used to simulate the oral temperature (37°C). This temperature was checked using a digital multimeter (DT – 838, Impac, São Paulo, SP, Brazil). A 7 mm-thick glass plate and a 1 mm-thick glass slide were placed on the heated platform, which was used as a base for the matrices.

The composite resin was inserted into the mold using a composite filling instrument (Goldstein Flexi-Thin 2, Hu Friedy, Chicago, Illinois). The total insertion time from the material removal from the container to the insertion of the composite resin in the matrix was 40 seconds. Another 1 mm-thick glass slide was placed on top of the assembly. Then the photoactivation was carried out for 20 seconds, as recommended by the resin composite manufacturer, with the QTH and LED devices divided into separate groups. All the samples were made in a room with

controlled temperature and humidity, standardized, respectively, at  $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  and  $50\% \pm 10\%$ .

A refrigerator (Consul CRC08, Consul, Joinville, SC, Brazil) was used to obtain the temperature of  $4^{\circ}\text{C}$  for the composite resin. Six tubes of the composite resin were placed in the refrigerator for a minimum time of 30 minutes for the stabilization of the cooled temperature. Immediately after the photoactivation, the tube was returned to the refrigerator and replaced with another one with the stabilized cooled temperature to make another sample.

To obtain the temperature of  $37^{\circ}\text{C}$  for the composite resin, tubes of composite resin stored at room temperature ( $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) were used. The composite resin was taken from the tube and inserted inside the matrix, stabilized at  $37^{\circ}\text{C}$ . The composite resin was photoactivated after reaching  $37^{\circ}\text{C}$ , and about 40 seconds were necessary for the insertion of the resinous material inside the matrix.

A water bath (TE 054 mag, Tecnal, Piracicaba, SP, Brazil) was used to obtain the temperature of  $60^{\circ}\text{C}$  for the composite resin. The tubes were appropriately protected by a waterproof plastic receptacle before insertion into the matrix. The composite resin tubes remained immersed in water for 15 minutes so that the temperature of  $60^{\circ}\text{C}$  would be reached.

All the samples were stored in a receptacle under high humidity conditions for 48 hours in an oven at  $37^{\circ}\text{C}$ . After this period, the Knoop hardness test and the shrinkage gap formation test were carried out.

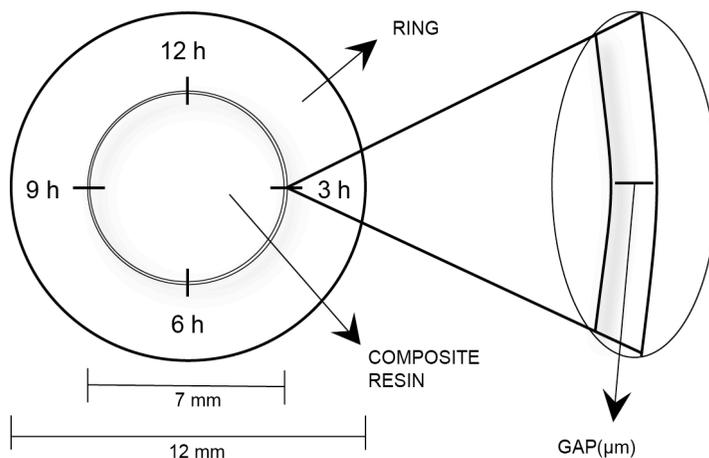
### **Knoop Hardness**

A microdurometer (HMV 2, Shimadzu Corporation, Tokyo, Japan) was used for the Knoop hardness test with an applied load of 50 gf for 10 seconds. Five indentations were made on the top and the bottom of each sample. The distance between each indentation was at least four larger diagonals to prevent the plastic deformation areas produced by neighboring indentations from changing the hardness values. An average was achieved using the 5 values at the top and 5 values at the bottom (n=20).

## Shrinkage Gap Formation

After the Knoop hardness was checked, the samples were polished on the top and bottom with SiC sandpaper with a granulometry of 500, 600, and 1200, respectively, to remove excess composite resin from the interface composite resin/ring.

The shrinkage gap formation analysis was carried out in four spots on the ring (3h, 6h, 9h and 12h) (Figure 1) using a 20X magnification optical microscope (BX60 F5, Olympus Optical LTDA, Tokyo, Japan) and an image analyzer software (OMNIMET Express, Buehler LTDA, Lake Bluff, Illinois). An average of four values in micrometers for both the top and bottom surfaces (n=20) was obtained according to Obici et al.<sup>12</sup>



**Figure 1 – Measurement of the shrinkage gap formation in micrometers.**

The hardness and shrinkage gap formation tests enabled the evaluation of the effect of the different temperatures during photoactivation and the different light sources.

## Temperature on the tips of the devices

A digital multimeter and a digital video camera (Nikon D90, Nikon Corporation, Tokyo, Japan) were used to check the temperature emitted by the tips of the photoactivator devices. The tip of the multimeter was placed in contact with the center of the photoactivator tip and the video camera was positioned where it

focused on the screen of the digital multimeter. Ten videos were made of the multimeter screen during the 20 seconds that the QTH and LED units were activated (5 videos for each photoactivator unit). The temperatures at 2, 5, 10, 15, and 20 seconds were checked in each video. The average of the temperatures was obtained for each time verified and for both light sources.

### **Statistical Analysis**

The Knoop hardness values and the shrinkage gap formation values were subjected to the Kolmogorov-Smirnov test to check the normality in distribution, the full factorial model analysis of variance (ANOVA) with three factors, the Games-Howell ( $\alpha=0.05$ ) test, and the Pearson correlation test.

## **RESULTS**

### **Knoop Hardness Results**

The ANOVA results showed that there are significant differences ( $p=0.000$ ) between QTH (29.40) and LED (30.48), regardless of the temperature prior to photoactivation and locale of verification (bottom or top). There were also significant differences ( $p=0.002$ ) between the top (31.52) and bottom (28.35) regardless of light source and temperature. Among the composite resin temperatures of 4°C, 37°C, and 60°C, there were no significant differences ( $p=0.054$ ) regardless of light source and locale of verification (bottom or top).

As the Games-Howell test (Table 2) indicated, for the temperature of 4°C, the bottom photoactivated by QTH presented the smallest values ( $p<0.05$ ). For the temperature of 37°C, the bottom photoactivated by QTH presented the smallest values ( $p<0.05$ ). For the temperature of 60°C, the top photoactivated by the QTH presented the highest values ( $p<0.05$ ).

Table 2 – Average values for the Knoop hardness number (KHN) and standard deviation (SD) for the Charisma® composite resin, photoactivated by halogen light (QTH) and light emitting diode (LED) at different temperatures on the top and bottom surfaces.

	4C	37C	60C
QTH, top	32.47 (2.58) Aa	31.95 (2.23) Aa	33.55 (2.03) Aa
QTH, bottom	25.68 (1.97) Ab	25.79 (2.22) Ab	26.93 (4.60) Ac
LED, top	30.31 (2.48) Aa	29.65 (2.04) Aa	31.18 (1.85) Ab
LED, bottom	32.57 (2.48) Aa	29.97 (2.78) Aa	29.18 (3.63) Abc

Averages followed by the same capital letter in the line and a small letter in the column do not indicate a significant statistical difference at a trustworthy interval of 95% (Games-Howell,  $p>0.05$ ).

### Results of the Shrinkage Gap Formation

The ANOVA results showed that there were significant differences in the shrinkage gap ( $p=0.000$ ) between QTH (29.57) and LED (25.21) regardless of the temperature prior to photoactivation and locale of verification (bottom or top). There were also significant differences ( $p=0.000$ ) between the top (25.06) and bottom (29.72) regardless of light source and temperature. Among the temperatures for the composite resin of 4°C, 37°C, and 60°C, there were significant differences in shrinkage ( $p=0.000$ ) regardless of light source and locale of verification (bottom or top).

As the Games-Howell test (Table 3) indicated, for the temperature of 4°C, the bottom photoactivated by LED presented the smallest shrinkage ( $p<0.05$ ). For the temperature of 37°C, the bottom photoactivated by LED presented the smallest shrinkage values ( $p<0.05$ ). For the temperature of 60°C, the top photoactivated by the LED presented the smallest shrinkage values ( $p<0.05$ ). The temperature of 60°C presented more shrinkage compared to 37°C at the top with QTH ( $p<0.05$ ), and the temperature of 60°C presented more shrinkage compared to 4°C on the bottom with QTH ( $p<0.05$ ).

Table 3 – Average values for the shrinkage gap formation ( $\mu\text{m}$ ) and standard deviation (SD) for the Charisma composite resin photoactivated by halogen light (QTH) and light emitting diode (LED) in different temperatures on the top and bottom surfaces.

	4C	37C	60C
QTH, top	29.34 (10.07) ABab	25.16 (8.83) Bab	36.11 (9.51) Aa
QTH, bottom	24.73 (4.08) Bb	27.45 (6.25) ABa	34.65 (9.30) Aa
LED, top	17.33 (6.02) Ac	18.88 (7.97) Ab	23.57 (6.89) Ab
LED, bottom	30.77 (4.08) Aa	29.66 (7.50) Aa	31.08 (6.67) Aa

Averages followed by the same capital letter in the line and a small letter in the column do not indicate a significant statistical difference at a trustworthy interval of 95% (Games-Howell,  $p>0.05$ ).

The Pearson's analysis showed that there was no correlation between hardness and shrinkage ( $r = 0.0040$ )  $p=0.95$ .

### Results for the Temperature on the Tips of the Devices

Figures 2 and 3 show the average temperature in Celsius emitted by the tips of the devices at 2, 5, 10, 15, and 20 seconds. The average was  $40.24^{\circ}\text{C}$  on the QTH device and  $37.88^{\circ}\text{C}$  on the LED device.

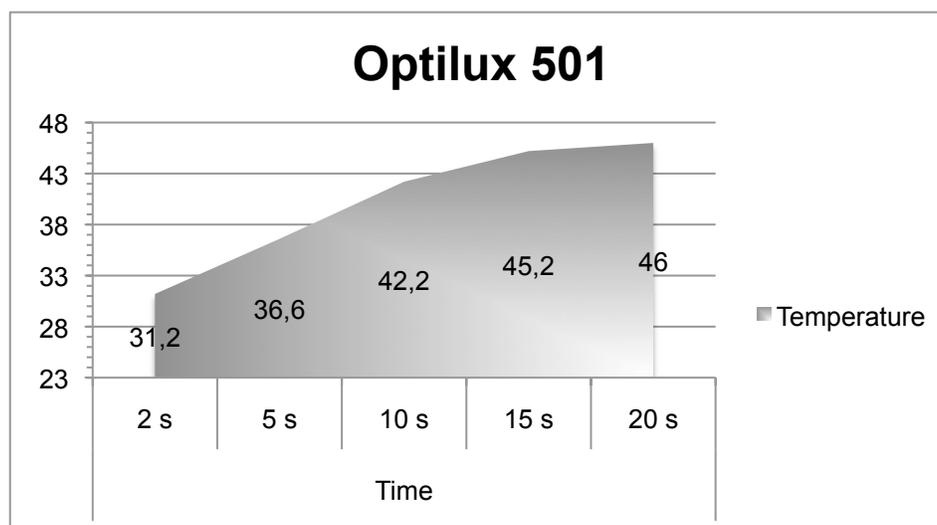


Figure 2 – Average temperature values for the tip of the Optilux 501 device in Celsius.

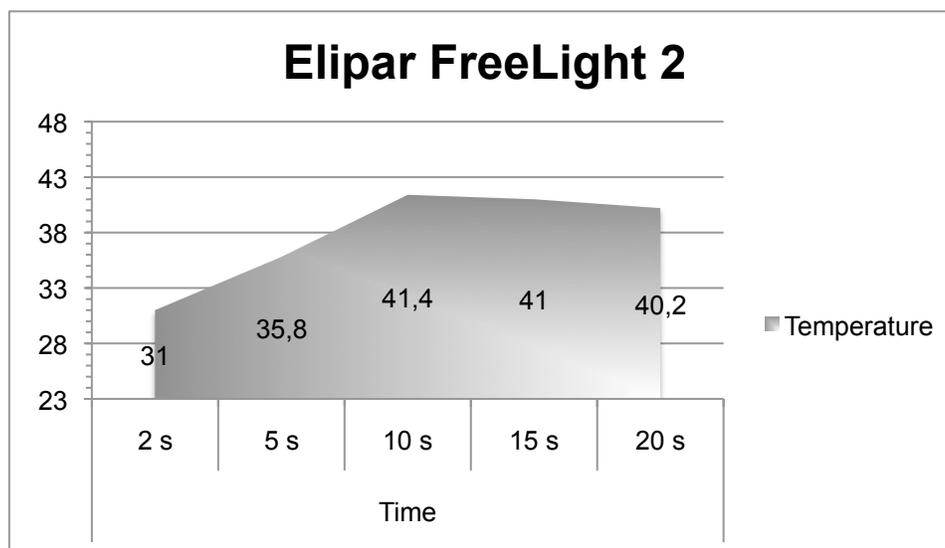


Figure 3 – Average temperature values for the tip of the Elipar FreeLight 2 device in Celsius.

## DISCUSSION

This study showed that pre-cooling or pre-heating did not affect the hardness. However, the literature shows that the higher the composite resin temperature is before photoactivation, the higher the hardness and the degree of conversion are right after polymerization.<sup>6, 24</sup> The viscosity of the composite resin decreases with pre-heating, providing more mobility for the free radicals and an increase in the collision frequency of the non-reactive groups.<sup>24</sup> Thus, when the composite resin is pre-heated, the polymerization will happen faster.<sup>17</sup> However, the temperature increase does not contribute significantly to the increase in hardness after photopolymerization of the composite resin.<sup>6</sup>

Additionally, the higher the pre-heating temperature of the composite resin is, the higher the residual stress immediately accumulated will be, increasing up to 50% of the room temperature in relation to the temperature of 60°C.<sup>25</sup> Because this stress is a form of concentrated energy in the material bulk, once the composite resin restoration is put to work, there is a decrease in wear resistance and an increase in the bonding flaws.<sup>26</sup> When the hardness test is carried out immediately

after photoactivation, this stress can be measured, which results in greater hardness.<sup>6</sup> After a 48-hour post-polymerization period, this stress will probably be released and no longer be measured in the hardness test.

Another factor that should be observed is the temperature stabilization process during photoactivation. Although the composite resin temperature was strictly standardized prior to photoactivation in this study, the adaptation time of the composite resin to the ring system (40s) and the time necessary for the conclusion of the photoactivation (20s) may have generated a temperature decrease for the test at 60°C and a temperature increase for the test at 4°C. Moreover, the bottom temperature of the specimens at 37°C and the temperature on the tip of the photoactivator device may have favored the temperature increase of the cooled composite resin. Thus, the real difference among the temperatures at the time the photoactivation was started may not have been significant in impacting the hardness.

Regarding the comparison between the top and bottom, there were significant differences when the composite resin was photoactivated by the QTH unit. The QTH unit presented higher temperature values in the tip for all times observed up to 20 seconds, where the highest temperature of 46°C was found. This heat may have helped to accelerate the surface polymerization on the top, having facilitated the polymerization kinetics.<sup>24</sup> However, the specimens' base polymerized by the QTH unit may not have received all this energy, mainly because the quick formation of cross-bonding on the superficial layer inhibits the light transmission to the inner layers of the mass.<sup>27</sup> However, the halogen light may have generated a higher loss of energy through the 2 mm of the composite resin layer to provide faster polymerization on the top.

The fact that there were no differences in hardness between the bottom and the top of the composite resin photoactivated by the LED unit verified a distinction between this device and the halogen light. The temperature on the tip of the LED unit (maximum of 4.6°C below the QTH temperature) may have resulted in slower superficial polymerization, generating less heat and presenting less monomer mobility on this surface.<sup>24</sup> The bottom photopolymerized by the LED may have

received effective luminous energy for a longer time, possibly as a result of slower polymerization on top that did not block the correct dissipation of the light through the 2 mm of the specimen in the early moments of photoactivation.<sup>27</sup> The QTH and LED units used in this study presented different irradiances, which may have interfered with the bottom hardness. Previous studies indicated that the higher the energy density is, the better the polymerization depth will be.<sup>3, 27</sup> In this study, after 20 seconds of photoactivation, the QTH with  $800 \text{ mW/cm}^2$  generated an energy density of  $16 \text{ J/cm}^2$  for the composite resin, while the LED with  $1200 \text{ mW/cm}^2$  generated  $24 \text{ J/cm}^2$ . However, it would not be correct to attribute hardness differences only to the irradiance difference because it can be argued that the thickness of the material and the light application period are the most important variables to be considered, while the material and the irradiance are the least important.<sup>28</sup> As the thickness and the light application period were standardized, the wavelength is another important factor. The LED wavelength is narrower than that of the halogen light, and it has an emission peak at  $\approx 468 \text{ nm}$ .<sup>29</sup> The short LED spectrum seems to be better for the absorption of the camphorquinone compared to the wide spectrum of the halogen light, which is the principle underlying the deeper polymerization of the LED compared to that of the halogen light.<sup>30-32</sup>

In this study, the polymerization shrinkage was slightly affected by the different pre-polymerization temperatures, while pre-heating the composite resin at  $60^\circ\text{C}$  generated greater independent shrinkage values with the QTH device. Walter & cols<sup>16</sup> stated that the pre-heating of a microfilled composite resin increased the volumetric shrinkage. In another study, a composite resin was pre-heated to  $54^\circ\text{C}$ , the material was inserted in a Class II cavity, and the photoactivation was carried out immediately or with a 15-second delay. The results obtained were favorable for marginal adaptation only when the material was pre-heated and photoactivated immediately.<sup>10</sup> Probably because the pre-heated composite resin becomes less viscous, its adaptation capacity is increased, though more shrinkage is generated. In this study, the 40 seconds that are needed to insert the composite resin in the matrix may have minimized the adaptation capacity of the pre-heated composite resin.

According to the present study, only the QTH generated greater shrinkage at 60°C. At the body temperature of 37°C, there was volume shrinkage of the heated composite resin mass and expansion of the volume of the cooled mass.<sup>33</sup> Using a QTH and generating a temperature on the tip of the device that is higher than the simulated body temperature of 37°C, there seems to be better efficacy of pre-heating, preventing a large loss of temperature in the pre-heated composite resin, and there may be a relation with the heat produced by the QTH unit.

The LED unit did not generate any differences in shrinkage among the tested temperatures at the top or at the bottom. The differences in shrinkage typically found for the tested temperatures in previous studies were verified when the halogen light was used<sup>16, 17</sup> or when the temperature was stabilized before polymerization<sup>23</sup>. The heat generated by the halogen light may have caused a significant change in the dynamics of the monomer conversion during the photoactivation process through the temperature transmission to the sample,<sup>14</sup> which did not happen to the LED in such a high intensity. The average temperature generated on the tip of this device was 37.88°C, which is very close to the simulated body temperature of 37°C. It is possible that the temperature on the tip of the LED device may not have greatly impacted the composite resin compared to the QTH device.

Shrinkage differences were found only between the top and the bottom in the samples photoactivated by the LED unit. The top photoactivated by the LED suffered less shrinkage than the bottom, which should be expected also for the specimens photoactivated by the halogen light, as previous results have shown and in accordance with the theory that the composite shrinks freely from the deeper areas toward the superficial regions.<sup>12, 34, 35</sup> It is likely that the emission temperature of the halogen light device increased the shrinkage at the top of the samples, generating faster polymerization, which may have decreased the pre-gel phase and caused the shrinkage at the top to be similar to that at the bottom. Another important factor was the smaller shrinkage values found at the top of the specimens polymerized by the LED, which suggests a capacity for generating proper hardness without jeopardizing the shrinkage of the material with this device.

According to the limitations of this study, the association of pre-cooled composite resin and the use of the LED would be correctly indicated in aiming to minimize shrinkage without interfering with the material hardness. Particularly in relation to the cooled composite resin, there is an apparent difficulty in inserting the material due to the increase in viscosity.<sup>16</sup> However, if the incremental technique for insertion in clinical situations were used, it is likely that the adaptation difficulty would decrease, provided that the average time of 40 seconds for insertion were respected for the composite resin to heat when in contact with the dental structure.

## **CONCLUSIONS**

The temperature of the composite prior to curing did not have an influence on hardness; however, it did influence shrinkage. Pre-heating the composite resin in conjunction with the halogen light-curing unit generated more shrinkage. Pre-cooling in conjunction with the use of the LED curing unit caused less shrinkage and greater hardness. Therefore, pre-cooling of the composites and the use of LED curing units can be beneficial in the use of this material.

## ANEXOS

### Anexo 1 – Resumos dos artigos da discussão

6. Osternack & outros em 2009 avaliaram a dureza Knoop das resinas compostas Charisma e Durafill polimerizadas nas temperaturas: do ambiente (23°C); refrigerada (4°C); refrigerada (4°C) com tempo de espera de 15 minutos para fotoativação. Cada corpo de prova foi testado imediatamente após a fotoativação e após 7 dias em umidade 100%. A resina composta Charisma apresentou maiores valores de dureza que a resina composta Durafill. A resina Charisma, quando testada imediatamente após a fotoativação, mostrou maiores valores de dureza nas temperaturas ambiente e refrigerada com tempo de espera de 15 minutos para fotoativação. Após sete dias de armazenamento, as resinas compostas não apresentaram diferenças estatísticas entre as situações de temperatura ambiente e de tempo de remoção do refrigerador. De acordo com as conclusões dos autores, somente a dureza verificada imediatamente após a fotoativação apresenta valores diferente entre as temperaturas testadas; após o período de armazenamento em umidade, há semelhança entre a dureza dos espécimes.

22. Lovell, Newmann & Bowman em 1999 avaliaram o efeito da intensidade da luz, da temperatura e da composição do co-monômero na polimerização de resinas compostas. Para isto foi usada calorimetria escaneada diferencial (DSC), monitorando o grau de polimerização em diferentes condições experimentais. Foi encontrado que o máximo valor de polimerização foi afetado significativamente pela intensidade da luz, e a temperatura de polimerização afetou a conversão no máximo grau. Quando a composição variou, a viscosidade do sistema teve papel importante na polimerização. Misturas de 50% peso para 75% peso de BisGMA tiveram o maior grau de polimerização. Os autores sugerem que o TEGDMA é um excelente diluente, pois aumenta a mobilidade do sistema, entretanto o BisGMA é o responsável pela alta reatividade. Baseados na composição, os autores concluem que o BisGMA controla os mecanismos e a cinética de polimerização.

14. Daronch & outros, em 2006, investigaram os parâmetros da cinética de polimerização no topo e em 2mm de profundidade de uma resina composta comercial em função da temperatura de pré-polimerização e a exposição da luz. A temperatura foi controlada por uma unidade de reflectância total atenuada por diamante, para manter a resina composta (Esthet X) entre 3° e 60°C. a resina composta foi exposta a 5, 10, 20 e 40 segundos por uma luz halógena. Conversão em tempo real, máximo valor de conversão ( $R_p^{máx}$ ), tempo para atingir a  $R_p^{máx}$ , e a conversão na  $R_p^{máx}$  foram calculados por espectrofotometria infravermelha. A resina composta pré-aquecida melhorou o máximo valor de polimerização e também a conversão monomérica (topo significativamente maior que em 2 mm). O momento que a  $R_p^{máx}$  ocorreu, não mudou com a temperatura, mais ocorreu mais cedo no topo que a 2 mm de profundidade. A conversão na  $R_p^{máx}$ , aumentou com a temperatura, permitindo que a reação ocorresse por mais tempo antes da vitrificação do que na temperatura ambiente.

23. Prasana & outros, em 2007, objetivaram determinar o grau de conversão e o estresse residual de uma resina composta (Ceram x cor M1, Dentsply/Caulk, EUA) pré-aquecida à diferentes temperaturas e realizaram a comparação com a resina fotoativada na temperatura do ambiente. Para o aquecimento da resina, foi utilizada uma incubadora que aqueceu a pasta da resina composta em 40°C, 50°C e 60°C por 30 segundos. A resina aquecida foi colocada em anéis de 2mm de espessura por 6mm de diâmetro interno antes de ser fotoativada pelo aparelho diodo emissor de luz (LED) Bluephase C5 (Ivoclar/Vivadent, Lichtenstein), com irradiância de 600mW/cm<sup>2</sup> e comprimento de onda entre 430-490 nm. O grau de conversão e o estresse residual foram analisados utilizando FTIR e difração por raios X respectivamente. Os resultados mostraram um aumento significativo de grau de conversão e estresse residual com o aumento da temperatura.

24. Rueggeberg & Tamaraselvy, em 1995, desenvolveram uma metodologia para mensurar a conversão monomérica de resinas compostas sem o uso de espectrofotometria infravermelha. Os espécimes foram preparados por um copolímero termo-polimerizável de TEGDMA/MMA consistindo de 0, 20, 40, 50, 80 e 100 mol% de TEGDMA. A cura dos espécimes foi determinada pela variação de volume no método da contração, bem como pela espectrofotometria infravermelha. Os resultados mostraram não haver diferença significativa entre os valores de cura da resina comercial usando métodos IR convencional ou os métodos de contração. A cura dos espécimes de TEGDMA/MMA demonstrou uma tendência decrescente de cura com o aumento da proporção de TEGDMA, igualmente a outros resultados relatados na literatura. Os autores concluíram que é possível utilizar o método de avaliação da contração para determinar o grau de cura. Este método representa um procedimento de fácil execução que pode ser usado por todos os investigadores, sem haver necessidade de uso de equipamento específico dispendioso financeiramente.

25. Calheiros & outros, em 2008, avaliaram o grau de conversão (DC), a máxima taxa de conversão ( $R_p^{max}$ ) e o estresse de polimerização (PS) ocorridos em uma resina composta experimental submetida à diferentes densidades de energia (3, 6, 12, 24 ou 48 J/cm<sup>2</sup>) sob constante irradiância de 500 mW/cm<sup>2</sup>. Em todos os testes, os espécimes foram fotoativados utilizando uma unidade de luz halógena (VIP, Bisco Inc., Schaumburg, IL, EUA). Três espécimes foram utilizados para cada condição experimental. Foram encontradas diferenças nos valores de grau de conversão entre topo e base. O grau de conversão aumentou significativamente conforme aumentaram os níveis de energia irradiante, exceto entre 24 e 48 J/cm<sup>2</sup>. Para PS, os valores aumentaram significativamente entre as sucessivas densidades de energia irradiante.  $R_p^{max}$  não variou com exposição irradiante. Para todos os níveis de energia irradiante,  $R_p^{max}$  foi maior no topo em comparação com a base ( $p < 0,05$ ). Os autores concluíram que o aumento da aplicação de energia irradiante levou a significativas diferenças entre DC e PS. No entanto a  $R_p^{max}$  não foi afetada.

3. Caldas & outros, em 2003, avaliaram a influência da distância do aparelho fotopolimerizador à superfície da resina composta e de diferentes aparelhos fotoativadores na dureza Knoop. Foram utilizadas uma unidade de luz halógena convencional (XL 1500), uma luz halógena com polimerização por “soft start” (Elipar Trilight), e um arco de plasma e xenônio (PAC) (Apolo95E). Foi utilizada uma resina composta Z250 polimerizada à distância de 0, 6 e 12 mm. Os resultados mostraram que para o Elipar Trilight a dureza da resina composta diminuiu quando a distância da ponta do aparelho aumentou. O XL 500 resultou em diminuição de dureza quando a profundidade no espécime aumentou. O Apolo 95E causou diminuição na dureza quando a profundidade e distância do aparelho aumentaram. Para os autores a densidade de energia da luz é fundamental para adequada polimerização em profundidade. Principalmente o XL 1500 e o Apolo 95E apresentaram problemas relacionados com a cura em profundidade e a distância da ponta de fotopolimerização em 6 e 12 mm.

26. Emami & Söderholm, em 2003, testaram a hipótese de que o grau de conversão de uma resina composta poderia ter relação com a densidade de energia calculada por  $(s \times mW/cm^2)$  ao invés de somente a irradiância do aparelho fotoativador calculada por  $(mW/cm^2)$ . Duas resinas compostas fotoativáveis foram polimerizadas com três diferentes irradiâncias e diferentes tempos de cura. Os espécimes foram confeccionados com 2, 4 ou 6 mm de profundidade e o grau de conversão foi mensurado com espectrofotometria de Raman no topo e na base. O maior valor de conversão de um dos materiais foi pouco inferior a 60%, quando a conversão do outro material ficou pouco abaixo de 65%. O estudo também fundamenta que há influência da espessura do material, do tempo de irradiância, da composição monomérica do material e do nível da irradiância no grau de conversão ( $p < 0,001$ ). Porém, os autores consideram a espessura do material, seguida do tempo de irradiância, as variáveis mais importantes a serem consideradas para o grau de conversão, enquanto que o nível de irradiância apresenta o menor impacto. Considerando a densidade de energia  $(J/cm^2)$  mais

importante que a irradiância ( $\text{mW}/\text{cm}^2$ ), os autores concluíram que equivalentes valores desta densidade levam a similar conversão entre compósitos com mesma espessura. Com estes achados a hipótese do estudo é confirmada.

27. Wiggins & outros, em 2004, estudaram quatro aparelhos de fotopolimerização: o diodo emissor de luz (LED) Elipar FreeLight 2 (A) gerando  $1.000 \text{ mW}/\text{cm}^2$ , o LED Elipar FreeLight (B) gerando  $400 \text{ mW}/\text{cm}^2$ , a unidade halógena convencional Elipar TriLight (C) gerando  $700 \text{ mW}/\text{cm}^2$  e a unidade halógena de alta intensidade Optilux 501 (D) gerando  $1.500 \text{ mW}/\text{cm}^2$ . Eles determinaram a profundidade de cura (DOC), a adesão e o pico da temperatura de polimerização ( $T_p$ ) de três tipos de resinas compostas fotoativáveis. O tempo de exposição para as unidades de A e D foi metade do tempo utilizado para as unidades de B e C. A densidade de potência da unidade A foi  $1.000 \text{ mW}/\text{cm}^2$ , que foi comparável à da unidade D com ponta turbo. O DOC e a adesão obtidos para as três resinas compostas fotoativadas pelo aparelho A com tempo de exposição de 10 segundos foram equivalentes à unidade D para um tempo de exposição de 10 segundos e às unidades B e C para 20 segundos. As resinas curadas por A tiveram  $T_p$  significativamente menor do que as curadas por D em condições de tempo semelhantes e C com o dobro do tempo de cura.

28. Muñoz & outros, em 2008, avaliaram a profundidade de cura e a dureza das resinas compostas Esthet X e TPH cor A2 nos tempos de fotoativação de 10, 20 e 40 segundos. Foram utilizados os aparelhos Sprectrum 800 (luz halógena) e Smartlite IQ (LED). Os autores também variaram as temperaturas previamente à fotoativação em 21,1, 37,7 e  $60^\circ\text{C}$ . O aparelho Calset<sup>®</sup> foi utilizado para estabilizar as temperaturas e placas de vidro foram aquecidas em estufa para estabilizar as temperaturas (uma placa para cada espécime). Para a profundidade de cura foi calculada a diferença entre a dureza do topo e da base em espécimes de 4x2. Para a dureza Knoop foram utilizados espécimes de 6 mm de altura, a dureza foi então verificada na superfície e, após a inclusão em material termo-polimerizável, os espécimes foram seccionados e a dureza foi verificada também ao longo dos 6

mm (0,5; 1,5; 2,5; 3,5; 4,5; 5,5). A maior diferença percentual foi encontrada no grupo fotoativado pelo LED, entretanto houve maior aumento quando a resina foi pré-aquecida à 60°C. A dureza de superfície se mostrou maior conforme foram aumentados o tempo de fotoativação e a temperatura. O LED promoveu maior dureza em profundidade que a luz halógena.

29. Nomura & outros, em 2002, realizaram uma análise térmica de resinas compostas fotoativadas por diodo emissor de luz (LED) (LUX-O-MAX, Panasonic-Heraeus Dental, Osaka, Japão) gerando irradiância de 100 mW/cm<sup>2</sup>. As características encontradas foram comparadas com as resinas fotoativadas por duas unidades da lâmpada halógena convencional (XL 3000 – 3MESPE, gerando irradiância de 490 mW/cm<sup>2</sup> e Clearlight – Kuraray, gerando irradiância de 416 mW/cm<sup>2</sup>). Os autores realizaram o teste com uma resina composta experimental que consistiu de uma mistura de Bis-GMA e TEGDMA (60:40 em peso), com CQ/DMPT ou CQ/DMAEMA 0,5% em peso. As duas resinas experimentais foram polimerizadas por 40 s. Foi utilizada a calorimetria diferencial de varredura (DSC) para examinar as características térmicas das resinas polimerizadas. A energia de ativação foi calculada a partir dos picos das curvas endotérmicas obtidos quando as amostras foram levadas à três diferentes temperaturas (5, 10 e 15 °C/min) durante o DSC. A energia de ativação calculada para os espécimes fotoativados pelo LED foi mais de 220 kJ/mol; amostras fotoativadas pelas unidades de luz halógena apresentaram energia de ativação de menos de 192 kJ/mol. O número de dureza Knoop (KHN) das amostras também foi medido, e foi maior com as unidades LED azul que com a luz halógena. Os autores concluíram que as resinas odontológicas fotoativadas com LED têm um maior grau de polimerização e apresentam estruturas tridimensionais mais estáveis que as resinas fotoativadas com lâmpadas halógenas. O desempenho superior do LED se deve ao comprimento de onda, coincidente com o da canforoquinona.

30. Soh & outros, em 2004, determinaram o grau de conversão de dois LED (diodos emissores de luz) (Elipar FreeLight [FL], GC e-Luz [EL]), um aparelho de

luz halógena de alta intensidade (Elipar TriLight [TL]) e um aparelho de luz halógena de muito alta intensidade (Astralis 10 [AS]). O grau de conversão destas foi comparado a uma lâmpada halógena convencional (Max [MX] (controle)). Contando com o controle, dez diferentes regimes de luz foram verificados: pulso (EL1), contínuo (FL1, EL2, TL1), turbo (EL3, AS1) e soft-start (FL2, EL4, TL2). As amostras foram compostas de dimensões 3 x 3 x 2 mm e fotoativadas com os 10 diferentes regimes de cura investigados. A Espectroscopia Micro-Raman foi utilizada para determinar o grau de conversão nas superfícies de topo e base da resina composta (Z100, [3M ESPE]), 60 minutos após a fotoativação. Cinco espécimes foram confeccionados para cada modo de cura. Os resultados foram analisados por teste de Scheffe's post-hoc, Análise de Variância amostras independentes, e testes t com nível de significância 0,05. O grau de conversão variou de 55,98 +/- 2,50 - 59,00 +/- 2,76% para a superfície do topo e 51,90 +/- 3,36 - 57,28 +/- 1,56% para a superfície da base. Não houve diferença significativa no grau de conversão entre os 10 regimes de cura quando comparado ao MX (controle). Os autores concluíram que a eficiência de cura de luzes dos aparelhos de LED foi comparável à dos aparelhos halógenos, independentemente do modo de cura.

16. Walter & outros, em 2009, objetivaram 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 polimerização 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% à 4,7%. À 37°C a contração foi similar à 20°C (controle). Aquecer à 54-68°C aumentou a contração. A contração da resina refrigerada foi significativamente menor que o controle. A análise de regressão mostrou forte correlação entre a temperatura e a contração volumétrica.

10. Fróes-Salgado & outros, em 2010, avaliaram o efeito da temperatura aplicada previamente à polimerização e a densidade de energia na adaptação marginal (MA), no grau de conversão (DC), na resistência à flexão (FS) e na ligação cruzada polimérica (PCL) de uma resina composta Filtek Z350 (3M/ESPE). Para MA cavidades Classe V (4x2x2) 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 à 25°C ou pré-aquecidas à 68 °C no aparelho Calset™ (AdDent Inc., Danbury, CT, USA). A resina composta foi polimerizada por 20 ou 40 s com 600mW/cm<sup>2</sup> (12 ou 24 J/cm<sup>2</sup>, respectivamente). O percentual de fendas foi analisado por microscopia eletrônica de varredura (SEM) e o Grau de conversão foi obtido por espectroscopia de Raman. A resistência a flexão foi medida por um aparelho de três pontos. A dureza Knoop foi mensurada após armazenamento em água por 24h e após 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. O maior número de fendas foi observado na parede axial, independente da densidade de energia utilizada. O pré-aquecimento e a densidade de energia não afetam o grau de conversão, a resistência flexural e o PCL. Os autores concluem que o pré-aquecimento da resina composta antes da fotoativação, não altera as propriedades mecânicas e a conversão monomérica, mas aumenta a adaptação marginal nas paredes cavitárias.

31. Lohbauer & outros, em 2009, objetivaram determinar a conversão monomérica e a contração de polimerização de uma resina composta após diferentes procedimentos de pré-aquecimento e intervalos de armazenamento. Para isto utilizaram a resina composta Tetric<sup>®</sup> Evo Ceram na cor A3 usado em seringas individuais. Também criaram um método para verificação da temperatura de dentina durante o teste. Para o teste de grau de conversão os materiais e moldes foram estabilizados e polimerizados em temperaturas de 10±2, 23±2, 39±2, 54±2 e 68±2°C. Espécimes retangulares de 6x4x2mm (n=5) foram

produzidos para serem avaliados por espectrometria infra-vermelha. A contração de polimerização foi avaliada e calculada nas diferentes temperaturas propostas pela técnica de utilização do princípio de Arquimedes. As densidades do material foram verificadas após a cura em dois tempos distintos: 5 minutos e 24 horas. A resina composta pré-aquecida à 68°C aumenta 1,3 °C de temperatura da dentina. A resina refrigerada à 12 °C diminui 2,2 °C de temperatura na dentina. Em 60 segundos, com o início da irradiação, todos os materiais se aproximaram do equilíbrio à 37 °C na base da cavidade. Um aumento de 5 °C (à 10 °C) para 6,8 °C (à 68 °C) foi mensurado durante a cura, alcançando o máximo no final do período de irradiação. Dependendo da temperatura após 5 minutos, a resina composta mostra contração para temperaturas elevadas e expansão para refrigeradas em direção ao nível fisiológico nas primeiras 24 horas. Os autores concluem que antes das 24 horas de armazenamento, o maior grau de conversão foi medido no topo da resina pré-aquecida e houve uma correlação linear entre temperatura e grau de conversão. Após 24 horas (armazenamento à seco) 39, 54 e 68°C mostraram resultados estatisticamente homogêneos, independente da temperatura. Após 24 horas, a base apresentou menor grau de conversão em 10°C.

21. Venhoven & outros, em 1993, investigaram a contração de polimerização e a conversão de resinas de metacrilato fotoativáveis com a formulação de bisfenol-A (2-hidroxipropil) metacrilato (BisGMA) diluída com trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA), metacrilato de metila (MMA), hidroxipropil metacrilato (HPMA) ou metacrilato de 2-etil (EHMA). As medidas de contração foram realizadas com linômetro, um dispositivo simples para determinar a contração linear de polimerização de monômeros líquidos à temperatura ambiente. Os autores concluíram que a contração aumenta com a quantidade de monômeros diluentes. As misturas BisGMA-HPMA mostraram altas conversões à contração moderada.

13. Daronch, Rueggeberg & De Goes, em 2005, investigaram os efeitos da variação da temperatura e duração da exposição da luz, no grau de conversão de uma resina composta comercial. A resina composta Esthet X, cor A2, foi testada nas condições de temperatura de: 3°, 10°, 20°, 22° (controle), 25°, 27°, 30°, 40°, 54° e 60°C. as resinas foram fotoativadas por 5, 10, 20 (controle), e 40 segundos, com o aparelho Optilux 501. o grau de conversão foi medido por espectrofotometria de Fourier. Uma forte correlação positiva foi encontrada entre a temperatura e a conversão dos monômeros. A conversão variou de 31,6% (3°C) a 67,3% (60°C). a duração da exposição da luz, reduziu de 50 a 75% quando a resina composta foi pré-aquecida, dando a mesma ou até maior conversão que no controle (22°C, 20 segundos). As resinas pré-aquecidas antes da fotoativação, apresentaram maior conversão, com tempo de exposição da luz reduzido.

12. Obici & outros, em 2002, avaliaram 7 resinas compostas com diferentes viscosidades. Alta viscosidade: Alert, Surefil, P60. Média viscosidade: Z100; Z250; Definite. Baixa viscosidade: Flow it. Foi utilizado um anel de 7mm de diâmetro interno e 2mm de altura. Três tipos de fotoativação foram utilizados com a lâmpada halógena (XL 1500): a) contínua (500 mW/cm<sup>2</sup> por 40 s); b) dupla intensidade de luz (150 mW/cm<sup>2</sup> por 10 s e 500 mW/cm<sup>2</sup> por 30 s); c) intermitente (450 mW/cm<sup>2</sup> por ½ s e sem luz por ½ s, totalizando 60 s). Somente para a luz intermitente foi utilizado um aparelho experimental (Departamento de Materiais Dentários da Universidade de Odontologia de Piracicaba, Unicamp). Os autores verificaram que a base dos corpos de prova apresentou maiores valores de contração. A luz contínua apresentou maior contração. A resina Flow it, apresentou maiores valores de contração. As resinas compostas Z100 e Definite apresentaram contração intermediária. As resinas compostas Alert, Surefil e P60 apresentaram menor contração. Os autores concluíram com estes resultados que: 1) a contração ocorre em direção ao topo, que é o primeiro à polimerizar; 2) o método contínuo é o que mais gera contração e os outros métodos testados apresentam significativa redução; 3) a baixa viscosidade do compósito influencia

diretamente na contração; 4) diferentes resinas compostas apresentam comportamentos diferentes em relação ao método de fotoativação empregado.

## Anexo 2 - Materiais e Métodos (Figuras adicionais)

Figura 4 – Aparelho de aquecimento por água (TE 054 mag, Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil)



Figura 5 – Plataforma aquecida (TE 0851, Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil)



Figura 6 - Multímetro digital (DT – 838, Impac, São Paulo, SP, Brasil); Resolução: 1°C.



**Figura 7 – Invólucro plástico impermeável para proteção da bisnaga de resina da água.**



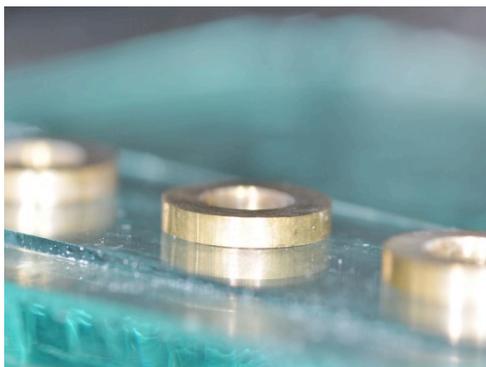
**Figura 8 – Optilux VCL 501 (Demetron/Kerr, Danbury, Connecticut)**



**Figura 9 – Elipar FreeLight 2 (3M ESPE, Saint Paul, Minnessota)**



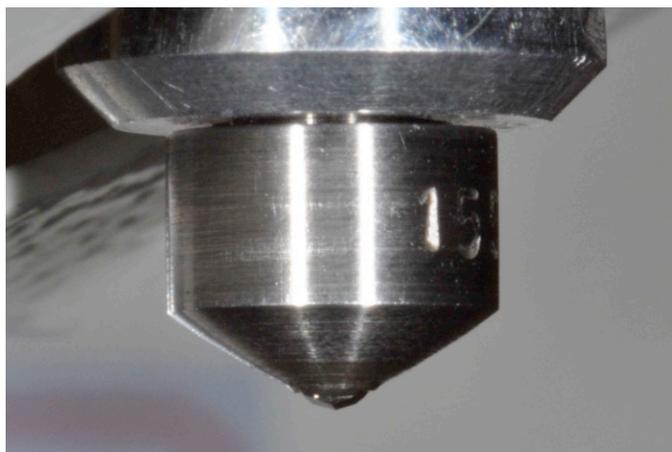
**Figura 10 – Anéis de latão posicionados na placa de vidro estabilizada à 37°C.**



**Figura 11 – Microdurômetro (HMV 2, Shimadzu Corporation, Tóquio, Japão)**



**Figura 12 – Ponta Knoop**

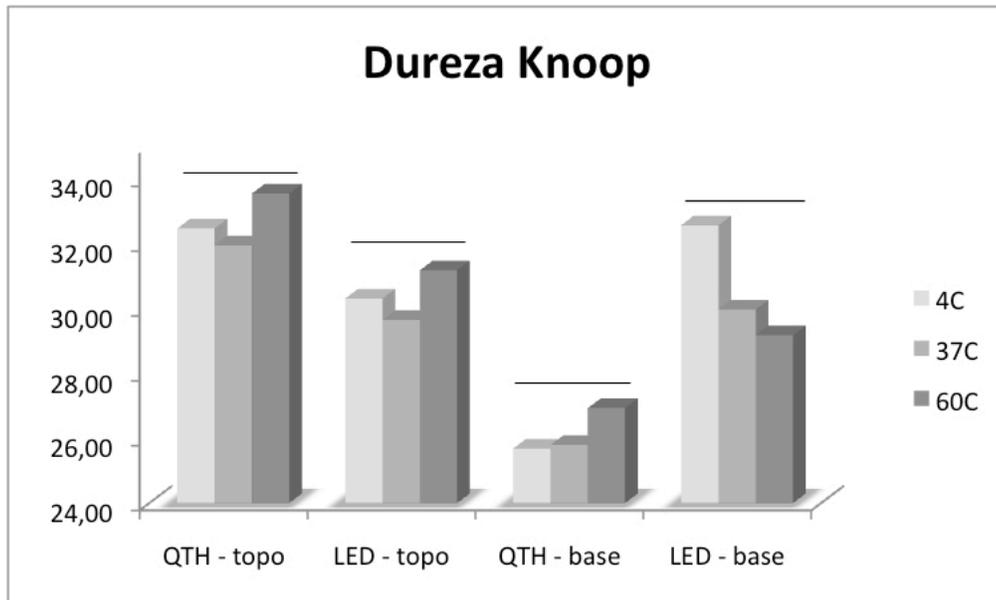


**Figura 12 – Microscópio óptico (BX60 F5, Olympus Optical LTDA, Tóquio, Japão)**

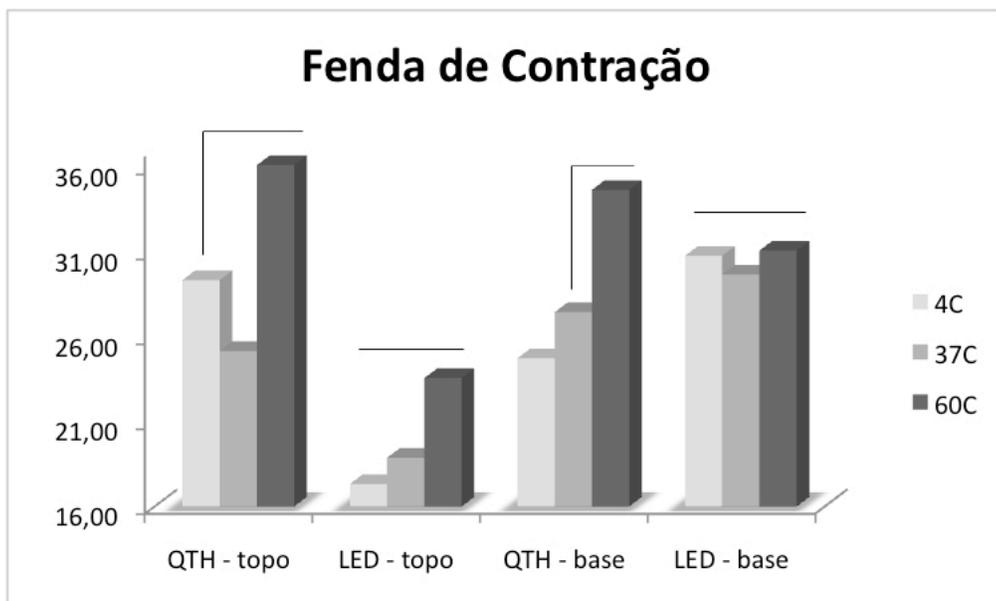


### Anexo 3 - Resultados (Gráficos adicionais)

#### Resultados de Dureza - Games-Howell ( $\alpha=0,05$ )



#### Resultados de Fenda de Contração ( $\mu\text{m}$ ) - Games-Howell ( $\alpha=0,05$ )



## Anexo 4 – Normas da revista Operative Dentistry

# INSTRUCTIONRS TO AUTHORS

New Instructions as of **20 September 2008**

Operative Dentistry requires electronic submission of all manuscripts. All submissions must be sent to Operative Dentistry using the [Allen Track upload site](#). 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:
  - a title
  - a running (short) title
  - a clinical relevance statement
  - a concise summary (abstract)
  - 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 [editor@jopdent.org](mailto:editor@jopdent.org) 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
4. **MANUSCRIPTS AND TABLES** must be provided as Word files. Please limit size of tables to no more than one US letter sized page. (8 ½ " 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.

#### 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:  
<http://www.d.umn.edu/~lcarlson/cms/evolution.html>
- 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:  
<http://www.socialworkers.org/naswprn/default>