INFLUÊNCIA DA IRRADIÂNCIA NA DUREZA KNOOP, GRAU DE CONVERSÃO E CONTRAÇÃO DE DIFERENTES COMPÓSITOS

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título de Mestre em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Simonides Consani

PIRACICABA 2011

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

Bibliotecária: Elis Regina Alves dos Santos - CRB-8ª / 8099

F954i	Fugolin, Ana Paula Piovezan. Influência da irradiância na dureza Knoop, grau de conversão e contração de diferentes compósitos / Ana Paula Piovezan Fugolin Piracicaba, SP: [s.n.], 2011.
	Orientador: Simonides Consani. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.
	1. Resinas compostas. 2. Propriedades mecânicas. 3. Propriedades físicas. I. Consani, Simonides. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.
	(eras/fop)

Título em Inglês: Influence of irradiance on Knoop hardness, degree of conversion and shrinkage of the different composites

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Composite resins. 2. Mechanical properties. 3. Physical properties

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Simonides Consani, Ricardo Danil Guiraldo, Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Data da Defesa: 17-02-2011

Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 17 de Fevereiro de 2011, considerou a candidata ANA PAULA PIOVEZAN FUGOLIN aprovada.

Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI

Prof. Dr. RICARDO DANIL GUIRALDO

Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

Dedico este trabalho aos meus pais Ilma e Paulo por todo o investimento e esforços desprendidos à minha educação.

A DEUS, por conceder-me saúde, força e sabedoria para enfrentar todos os obstáculos que se interpuseram para o desenvolvimento de toda a minha formação.

À Mariana, Adriano e meu sobrinho Guilherme, pelos gratos e doces momentos.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador **Prof. Dr. Simonides Consani** pela paciência, carinho e atenção que destinou a mim durante esses anos de iniciação científica e mestrado. Alguém que merece ser admirado não apenas por toda a competência e sabedoria que emprega em seu trabalho, mas pela pessoa humilde e ética que é. Obrigada por tudo!

Ao **Prof. Dr. Mário Alexandre Sinhoreti** da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, pela confecção da análise estatística. Obrigada por todo apoio, prestatividade e atenção, exemplo de conduta como professor e pessoa.

Aos docentes do programa de pós-graduação Profs. Drs. Lourenço Correr Sobrinho, Mário de Góes, Marcelo Gianini, Luis Roberto Marcondes Martins, Regina Maria Rontani Puppin, Rafael Leonardo Xediek Consani, por toda atenção e dedicação durante as discussões e seminários.

Aos meus amigos do mestrado Ariene, Carlos, César, Guilherme, Marcos, Tatiany, Roberta, Ravana, Victor, Isadora e Renata, e aos de doutorado Gislaine, Polliana, Cristina, Ailla, Nádia e Karla, por toda ajuda e atenção.

Ao engenheiro Marcos Blanco Cangiani e à Sra. Selma Aparecida Barbosa Segalla da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba por toda ajuda na execução do trabalho e apoio psicológico durante todo o tempo. Vocês são essenciais.

Aos meus amigos da dentística **Carlos Eduardo, Mayra e Lívia** por toda ajuda. Cada um a sua maneira, vocês foram fundamentais para a execução desse trabalho.

Aos meus amigos **Rafael Furuse**, **Daniela Ramalho**, **Gustavo Prezotto**, **Mayra Mello**, **Marília Antonini**, **Marina Desjardins**, **Tatiane Soave**, **Mariana Carmignani**, **Ana Elisa Soler e Mariana Cogo**, por toda apoio em todas as ocasiões.

V

Algumas pessoas vêem as coisas como são e perguntam: "Por quê?". Sonho com coisas que nunca existiram e pergunto: "Por que não?". (George Bernard Shaw).

RESUMO

O objetivo neste estudo foi investigar a influência de diferentes irradiâncias e de energia emitida pelo fotoativador na dureza Knoop, grau de conversão e contração de polimerização de compósitos odontológicos com diferentes partículas de carga. Anéis de latão de 12 mm de diâmetro externo, 8 mm de diâmetro interno e 2 mm altura foram preenchidos com os compósitos Filtek Supreme XT® (ESPE 3M) e Charisma® (Heraeus Kulzer), ambos na cor A2. O aparelho utilizado foi o LED Bluephase G2 (Ivoclar-Vivadent), com tempo de fotoativação de 20 s e irradiância conforme o protocolo: grupos A e D- 300 mW/cm²; grupos B e E- 650 mW/cm² e grupos C e F- 1200mW/cm², sendo n = 5. Depois da polimerização, cada conjunto (matriz e amostra) foi submetido aos procedimentos de acabamento e polimento com lixas de carboneto de silício. A armazenagem foi em estufa a 37ºC por 24 horas, dispostos em recipiente a seco e no escuro. Após armazenagem, as superfícies de topo e base das amostras foram submetidas ao teste de dureza Knoop em durômetro, onde foram efetuadas 5 penetrações em cada região, com carga de 50 gf por 5 s. As amostras submetidas ao ensaio de dureza Knoop foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura para verificar o nível de adaptação material-matriz. Por meio do programa UTHSCSA *ImageTool* foi mensurada a largura das fendas. Para avaliar o grau de conversão outras amostras foram confeccionadas, as quais foram avaliadas pelo FTIR com ATR. Os dados foram submetidos à ANOVA múltiplos fatores e teste de Tukey (5%). Os resultados mostraram que: A dureza Knoop do Filtek Supreme XT foi significativamente maior que do Charisma, independente do local e irradiância. Independente do material e local, as irradiâncias de 1200 mW/cm² e 650 mW/cm² mostraram valores de dureza estatisticamente similares, sendo ambas significativamente maiores aos de 300 mW/cm². Para Charisma houve diferença estatística significante entre topo e base nas irradiâncias de 300 mW/cm² e 650 mW/cm². No Filtek Supreme XT houve diferença estatística significante entre topo e base somente na irradiância de 300 mW/cm². Independente do local e irradiância, o grau de conversão do Charisma foi estatisticamente maior que do Filtek Supreme XT, exceto na irradiância de 650 mW/cm², onde os valores foram estatisticamente similares. No Charisma, a irradiância de 1200

VII

mW/cm² proporcionou grau de conversão significativamente maior que 300 mW/cm² e 650 mW/cm², ambos similares entre si. No Filtek Supreme XT, a irradiância de 1200 mW/cm² proporcionou valor significativamente maior, 300 W/cm² menor e 650 mW/cm² valor intermediário. Independente da irradiância, para Filtek Supreme XT não houve diferença entre topo e base. Para Charisma, 300 mW/cm² e 650 mW/cm² apresentaram diferença estatística significante entre topo e base, sendo que em 1200 mW/cm² não houve diferença estatística significante. Independente da irradiância, a contração do Charisma foi significativamente maior que do Filtek Supreme XT. Independente do material, a contração promovida pelas irradiâncias foi similar. Os resultados deste estudo mostraram que a irradiância influenciou na dureza Knoop e no grau de conversão, não causando efeito na contração dos compósitos.

Palavras-Chave: irradiância, compósitos, grau de conversão, contração, dureza.

ABSTRACT

The aim of this study was to investigate the influence of both energy and power density (of different levels) emitted by light curing unit in the Knoop hardness. conversion degree and polymerization shrinkage of dental composites with different types of filler particles. Brass rings of 12mm outside diameter, 8mm internal diameter and 2mm height were filled with the composites Filtek Supreme XT® (3M ESPE) and Charisma (Heraeus Kulzer), both color A2. The light curing unit Bluephase G2 LED (Ivoclar-Vivadent) was used for 20s with irradiance according to the protocol; groups A and D - 300 mW/cm², groups B and E - 650 mW/cm² and groups C and F - 1200 mW/cm². After polymerization, the sets (matrix and sample) were finished and polished with silicon carbide sandpaper and stored for 24 hours at 37°C in dark and dry container. After his period the specimens were evaluated for their hardness in an indenter, where top and bottom surfaces were submitted to five penetrations, with a load of 50gf for 5 s. Scanning electron microscopy (SEM) of these samples was carried out to check the gap between composite and matrix and the extent of crack were measured using the program UTHSCSA ImageTool. FTIR with ATR techniques assessed the degree of conversion of new samples. The data were analyzed by multiple factors ANOVA and Tukey test ($p \le 0.05$). In the results Filtek Supreme XT showed hardness values significantly higher than those of Charisma, regardless the location and the irradiance. At irradiances of 1200 mW/cm² and 650 mW/cm² showed hardness values statistically similar and significantly higher at 300 mW/cm², regardless the material and the location. Charisma showed a statistically significant difference between top and bottom in the irradiances 300 mW/cm² and 650 mW/cm². Filtek Supreme XT showed significant difference between top and bottom only in the irradiance of 300 mW/cm². The results for degree of conversion showed that, regardless the location and irradiance, Charisma had statistically higher values than Filtek Supreme XT, except for the irradiance of 650 mW/cm², where the values of the composites were statistically similar. At the power density of 1200 mW/cm², Charisma achieved values significantly higher than 650 mW/cm² and 300 mW/cm². At the power density of 1200 mW/cm² Filtek Supreme XT showed the highest conversion values, while at 300 mW/cm² showed the

IX

lowest values, and at 650 mW/cm² intermediate values were found. Regardless the irradiance, Filtek Supreme XT showed no difference between top and bottom. Charisma, at 300 mW/cm² and at 650 mW/cm² showed statistically significant difference between top and bottom, and at 1200 mW/cm² the difference was not statistically significant. Charisma showed significantly higher values of contraction than Filtek Supreme XT, regardless the irradiance. Regardless the material, no statistical difference was found for values of contraction for the evaluated irradiances. The findings of this study showed that the power density influenced the hardness and the degree of conversion, but not the contraction.

Key words: power density, dental composites, conversion degree, shrinkage, hardness.

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	1	
2.	REVISÃO DE LITERATURA		
	2.1 Resinas Compostas	4	
	2.2 Processo de fotoativação e aparelhos fotoativadores	7	
	2.3 Fatores que afetam a fotoativação	15	
	2.4 Dureza, grau de conversão e contração e suas relações com irradiância e de energia e com aparelhos fotoativadores	22	
3.	PROPOSIÇÃO	38	
4.	MATERIAIS E MÉTODO	39	
	4.1 Mensuração da irradiância e do espectro de luz do aparelho fotoativador	40	
	4.2 Condições de fotoativação e confecção do espaçador	43	
	4.3 Confecção das matrizes	45	
	4.4 Confecção das amostras	47	
	4.5 Ensaio de dureza Knoop	51	
	4.6 Análise da contração de polimerização	52	
	4.7 Ensaio de grau de conversão	54	
	4.8 Análise estatística	56	
5.	RESULTADOS		
	5.1 Dureza Knoop	57	
	5.2 Grau de Conversão	61	
	5.3 Contração de polimerização	66	

6. DISCUSSÃO

6.1 Dureza Knoop	 68
6.2 Grau de conversão	 70
6.3 Contração de polimerização	 72
7. CONCLUSÃO	 75
REFERÊNCIAS	 77
ANEXOS	 83

Os compósitos restauradores foram introduzidos no mercado odontológico em meados de 1960, como uma alternativa estética para a restauração de dentes anteriores (Peutzfeldt, 1997). As primeiras resinas compostas disponíveis no mercado eram ativadas quimicamente isto é, passavam de pequenas moléculas monoméricas para grandes cadeias ou redes poliméricas, por meio da geração de radicais livres provenientes da interação entre o peróxido de benzoíla e a amina terciária, quebrando as ligações duplas de carbono do monômero, permitindo a polimerização (Peutzfeldt, 1997; Anusavice, 2005). Esses compósitos eram considerados como restauradores provisórios, porque as propriedades desse material proporcionavam reduzida longevidade clínica (Denehy, 2009; Vasudeva, 2009).

Em 1973, surgiram os primeiros compósitos fotoativados, evolução que proporcionou melhores propriedades mecânicas ao material e permitiu ao cirurgião dentista postergar o início da polimerização, devido ao fato de a geração de radicais livres ficar vinculada à interação entre a luz e o fotoiniciador (Reis & Loguercio, 2007). Entretanto, a polimerização do compósito passou a depender completamente da ativação pela energia luminosa (Caughman & Rueggeberg, 1995).

Os primeiros aparelhos fotoativadores que surgiram no mercado foram os que emitiam luz ultravioleta. Devido o perigo que esses fotoativadores representavam à visão do cirurgião dentista e do paciente, e também pelas deficientes qualidades das propriedades mecânicas do compósito resultante foram desenvolvidos os aparelhos de lâmpada halógena (Busato *et al.,* 2007).

As lâmpadas halógenas utilizam um bulbo gerador de luz branca que consiste de um filamento de tungstênio num ambiente de gases halógenos. A luz branca produzida passa por um filtro, que seleciona a emissão da luz azul com comprimento de onda entre 400 e 500 nm. Esses aparelhos foram utilizados em larga escala devido à oferta de boa relação custo x benefício. Porém, nos últimos anos com a popularização dos diodos emissores de luz (LEDs), a utilização dos fotoativadores com lâmpada halógena tem se reduzido drasticamente (Jimènez-Planas *et al.,* 2008).

Os LEDs foram utilizados na Odontologia pela primeira vez em 1995 para fotoativação de materiais resinosos (Bispo, 2007). Diodos emitem luz com estreito comprimento de onda (em torno de 470 nm), não havendo necessidade de filtros para selecioná-la. Além de oferecer maior durabilidade que os aparelhos de luz halógena, proporcionam potência constante (Busato *et al.,* 2007; Franco *et al.,* 2007; Jimènez-Planas *et al.,* 2008; Pires-de-Souza *et al.,* 2009). Recentemente foram desenvolvidos os LEDs de alta potência, oferecendo irradiância similar ou até mesmo superior às lâmpadas halógenas (Pires-de-Souza *et al.,* 2009).

Entretanto, estudos têm sugerido que vários outros fatores associados ao compósito e à fotoativação estão relacionados com a cinética da polimerização dos compósitos. Esses fatores relacionados ao compósito são citados como: cor (Guiraldo *et al.*, 2009, Jeong *et al.*, 2009), translucidez, peso molecular dos monômeros (Vandewalle *et al.*, 2005; Calheiros *et al.*, 2006; Calheiros *et al.*, 2007) e tamanho, forma e tipo de partícula de carga (Turssi *et al.*, 2005; Leprince *et al.*, 2010; Hubbezoglu *et al.*, 2007; Amirouche-Korichi *et al.*, 2009). Quanto à fotoativação, a irradiância, o espectro e tempo de fotoativação são apontados também como possíveis influenciadores (Caughman & Rueggeberg, 1995; Leonard *et al.*, 2002; Price *et al.*, 2003, Vandewalle *et al.*, 2004; Jimènez-Planas *et al.*, 2008, Guiraldo *et al.*, 2009).

Independente do tipo de aparelho utilizado tem sido sugerido que a irradiância, assim como a dose de energia estão relacionadas às propriedades dos compósitos (Caughman & Rueggeberg, 1995; Busato *et al.*, 2007; Jimènez-Planas *et al.*, 2008). Acredita-se que quanto maior a intensidade de luz mais fótons seriam gerados e, portanto, maior quantidade de moléculas fotoiniciadoras seria sensibilizada, propiciando formação de grandes quantidades de radicais livres disponíveis à polimerização (Vandewalle *et al.*, 2005). Em contrapartida, baixas irradiâncias e de energia têm sido associadas à reduzidas taxas de polimerização e, portanto, propriedades mecânicas deficientes dos compósitos (Witzel *et al.*, 2005).

A polimerização insuficiente do compósito pode afetar negativamente as propriedades físicas, reduzir a resistência da união, aumentar o desgaste e a degradação marginal. Além disso, pode aumentar a lixiviação de monômeros residuais diminuindo a biocompatibilidade, contribuir para o desenvolvimento de cáries

recorrentes, fraturas da restauração e defeitos marginais que são as principais razões da falha das restaurações de compósitos (Beun *et al.,* 2007; Price *et al.,* 2010).

Dessa forma, mesmo havendo trabalhos na literatura que procuram vincular irradiância às diversas propriedades dos compósitos, ainda não está totalmente elucidada a relação entre irradiância e grau de conversão, dureza Knoop e contração de polimerização. Além disso, a maioria dos trabalhos utiliza irradiâncias acima do valor mínimo de 300 mW/cm² recomendado pela ISO/TS 10650, sendo que é encontrada em clinicas odontológicas porcentagem considerável de aparelhos fotoativadores que operam com irradiâncias inferiores à recomendada (Guiraldo *et al.*, 2008). Conseqüentemente, esse fato gera dúvidas se esse valor de irradiância seria realmente capaz de fotoativar adequadamente todo o volume do incremento de compósito e conduzir à polimerização adequada.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Resinas compostas.

PEUTZFELDT (1997) revisando a literatura sobre os compósitos odontológicos destaca os principais monômeros utilizados, assim como as principais deficiências e vantagens. As primeiras resinas compostas foram introduzidas no mercado em 1960 e eram utilizadas para dentes anteriores. Essas resinas eram fornecidas em duas pastas e apresentavam polimerização química. Na década de 1990, o principal monômero utilizado na formulação das resinas passou a ser o BisGMA e derivados. Apesar do grande avanço ao longo dos anos, problemas como resistência inadeguada sob atrição mastigatória e infiltração marginal devido à contração de polimerização são ainda citados para os compósitos. Esses problemas estão intimamente relacionados ao tipo de monômero utilizado na composição da resina. A utilização de flúor junto à molécula de monômero tem sido sugerida a fim de atenuar os efeitos das fendas marginais provocadas pela contração de polimerização. Contudo, o problema crucial tem sido o desenvolvimento de resinas com baixa contração ou sem contração, envolvendo a utilização de monômeros com abertura de anéis ou monômeros ciclopolimerizáveis. A utilização de aditivos, com suposta função de agente da cadeia de transmissão, a fim de se formular sistemas monoméricos com maior grau de conversão das duplas ligações de metacrilato e melhores propriedades mecânicas também é citada. Embora as resinas compostas tenham sido desenvolvidas para restaurações estéticas em dentes anteriores e a durabilidade dessas restaurações não seja tão longa, avanços nos sistemas monoméricos podem melhorar a longevidade das resinas compostas assim como expandir as indicações, podendo se tornar boa alternativa para o amálgama de prata, especialmente em cavidades extensas.

DENEHY (2009) fez um breve resumo sobre a evolução dos compósitos, citado que no passado as resinas eram vistas como materiais restauradores provisórios devido à longevidade clínica reduzida, porém, hoje são consideradas como material de eleição, até mesmo para substituir o amálgama de prata. A mais de quarenta anos,

quando as primeiras resinas compostas foram lançadas no mercado, tratava-se de um material autopolimerizável, com partículas de carga consideravelmente grandes e com cores e opacidades bastante limitadas. Essas características tornavam o material pouco resistente ao desgaste, susceptível a descoloração e pigmentação. Avanços como a polimerização por luz, primeiramente através da ultravioleta, possibilitou o controle do tempo de polimerização com tempo suficiente para esculpir e adaptar as margens. O tamanho da carga reduziu significativamente, o que resultou em maior resistência ao desgaste e propriedades estéticas mais satisfatórias. As propriedades físicas também foram aprimoradas a partir da incorporação de partículas de vários tamanhos, resultando nos compósitos híbridos. A utilização de condicionamento ácido também foi um avanco na utilização das resinas, assim como nos sistemas adesivos. Fatores inerentes aos hábitos dos pacientes e a disciplina técnica do cirurgião-dentista na execução do procedimento restaurador são apontados como decisivos à longevidade clínica. Quanto às expectativas futuras acredita-se na redução ou até anulação da contração de polimerização, no desenvolvimento de materiais auto-adesivos eficazes em condições hidrofílicas, manutenção do polimento por longos períodos de tempo e simplificação da técnica levando a maior longevidade. A conclusão foi que as resinas compostas representam o menor serviço estético que os cirurgiões-dentistas podem oferecer aos pacientes, e com as pesquisas em desenvolvimento e os avanços programados, o futuro das resinas ainda será mais brilhante.

VASUDEVA (2009) publicou uma revisão de literatura sobre os sistemas de monômeros de compósitos odontológicos e as perspectivas futuras. O autor cita a composição básica das resinas compostas e a influência no desempenho do material, sendo que algumas propriedades estão relacionadas à carga e ao agente de união e outras à matriz resinosa. Relacionados à carga e aos agentes de união estão propriedades como resistência, rigidez, resistência à abrasão e coeficiente de expansão térmica. Porém, mesmo que as propriedades mecânicas estejam altamente influenciadas pela carga e pelo agente de união, a matriz orgânica desempenha papel significativo na resistência, rigidez e resistência à abrasão. Já, estabilidade de cor e a tendência ao amaciamento estão relacionadas à matriz resinosa. Existem propriedades como contração de polimerização e sorção de água que dependem tanto da carga como

da matriz. Quanto ao desenvolvimento das resinas compostas ao longo dos anos é ressaltado que estes estão focados nos mecanismos de iniciação e na tecnologia da carga, entretanto, os monômeros praticamente não mudaram ao longo dos anos; sendo que a maioria dos compósitos ainda hoje apresenta BisGMA ou variações dele. De maneira geral, os monômeros utilizados na odontologia são líquidos e durante a polimerização passam a sólidos. Entre os vários sistemas de monômeros utilizados estão: resinas de metil-metacrilato, resinas epóxica, resinas de BisGMA, sistemas monoméricos eutéticos e resinas de uretano dimetacrilato. Avanços estão sendo feitos em relação aos monômeros, dentre eles: monômeros sem contração, sistemas monoméricos hidrofóbicos, anticariogênicos e antimicrobianos, e, de alta resistência e alta conversão. Muitas melhorias foram alcançadas nas propriedades desses materiais, principalmente através da mudanca nas partículas de carga. Porém, os problemas atuais desses materiais não podem ser resolvidos a menos que melhorias sejam feitas na matriz. Recentemente notáveis melhorias vêm sendo feitas nos monômeros e resultados promissores estão sendo alcançados, reduzindo ou até mesmo eliminando a contração de polimerização, por exemplo. Investigações sobre monômeros que liberam flúor e clorexidina. Os compósitos com liberação de flúor apresentam propriedades mecânicas limitadas. O uso de MDPB, clorexidina e copolímeros de fluoreto têm sido combinados com sistemas de matriz melhorando as propriedades mecânicas e, em poucos anos, serão possíveis compósitos odontológicos com efeitos antimicrobianos e alta resistência. O grau de conversão também foi aumentado acrescentando propanol e diacetil, agentes capazes de aumentar a intensidade de ligações cruzadas, aumentando a resistência ao desgaste.

LEPRINCE *et al.* (2010) estudaram as características morfológicas das partículas de carga dos novos tipos de compósitos de baixa contração e analisaram as propriedades mecânicas. Foram testados oito compósitos, dos quais dois eram experimentais. Foram eles: Tetric Evo Ceram (Ivoclar-vivandet), Synergy D6 (Coltène-Whaledent), Admira (Voco), Grandio (Voco), Filtek Supreme XT (3M ESPE), Filtek Supreme XT Silorane (3M ESPE) e os compósitos experimentais V34930 e V 35694 ambos da Voco. A caracterização das partículas inorgânicas incluiu: estudo da morfologia da carga através de análise no microscópio eletrônico de varredura a fim de

se estudar a morfologia e o tamanho das partículas de carga; mensuração da quantidade em massa através de análise termogravimétrica; verificação das propriedades mecânicas: módulo dinâmico e estático, resistência flexural e microdureza Vickres; e, finalmente, análise da eficiência de polimerização utilizando um aparelho halógeno por 40 segundos e um LED de terceira geração por 20 segundos. Os resultados encontrados em relação à morfologia da carga mostraram que com exceção do compósito Filtek Supreme XT que contém partículas de carga de formato esférico e agregados esféricos de diversos tamanhos, os demais compósitos apresentaram partículas de formato irregular. Quanto ao tamanho das partículas de carga, os compósitos podem ser divididos em dois grupos; V34960 e V35694, Admira e Tetric Evo Ceram que apresentaram partículas de carga homogêneas com média de tamanho inferior a 1,0 µm. Os compósitos Grandio, Filtek Supreme XT Silorane e Synergy D6 apresentaram pouco homogeneidade e continham cargas de tamanho menor que 1,0 µm e partículas maiores que 1,0 µm. Os compósitos experimentais e Grandio exibiram conteúdo de carga significativamente maior que os demais compósitos, com valores que variaram de 84,3 a 86,7 wt% em comparação com 75,5 e 70,5 wt%, respectivamente. Grandio e V34930 apresentaram valores significativamente menores para módulo dinâmico e estático e a resistência à flexão foi similar entre os compósitos. A microdureza Vickers do compósito V34930 e do Grandio apresentou os maiores valores sendo estatisticamente significativos. A análise da eficiência de polimerização mostrou de maneira geral similaridade entre os compósitos analisados e as fontes de luz utilizadas. Foi sugerido que V35694 e Filtek Supreme XT Silorane exibem propriedades comparáveis aos compósitos convencionais à base de metacrilato, embora o tipo e a localização da cavidade devem orientar clinicamente a escolha do material. O Grandio e V34930 podem ser favorecidos sob alta carga oclusal. As tecnologias alternativas podem ser escolhidas para pequenas cavidades, considerando que a resistência mecânica é menor e o potencial para a geração de estresse é maior.

2.2 Processo de fotoativação e aparelhos fotoativadores.

LEONARD *et al.* (2002) compararam a eficiência de 4 aparelhos fotoativadores, sendo três do tipo LED *(light-emitting diode)* e um do tipo halógeno de quartzo

tungstênio, através de teste de dureza Knoop. Também foram mensuradas as irradiâncias de cada aparelho, assim como os espectros de emissão de cada LED foram comparados com o do aparelho halógeno nos intervalos de espectro de 380-520 nm e 450-500 nm. Para tanto, foram confeccionados espécimes de resina composta Z-100 (3M ESPE Dental Products) e Silux Plus (3M ESPE Dental Products) com 2.0 mm de altura por 8,0 mm de diâmetro. Após 24 horas de armazenagem, os espécimes foram submetidos ao teste de dureza Knoop e a relação dureza Knoop base/topo foi calculada, sendo que o valor de 80% nessa relação foi considerado com indicador de polimerização satisfatória. Para mensurar a irradiância utilizou-se medidor a laser (Molectron Power Max 500 D com sonda PM10. Molectron Detector) e a emissão espectral foi determinada com telefotômetro/colorímetro espectral (PR-650 SpectraColorimeter, Photo Research, Inc.). Os resultados foram: 95% do espectro de emissão do VersaLux, 87% do LumaCure e 84% do ZAP LED estavam na faixa de comprimento de onda de 450-500 nm. Para o Optilux 401[™] somente 56% do espectro de emissão estavam concentrados nessa faixa. Porém, a irradiância entre 450 e 500 nm foi ao menos quatro vezes maior para o aparelho halógeno em comparação aos LEDs. Os aparelhos do tipo LED requereram de 39 a 61 segundos para fotopolimerizar 2,0 mm de espessura da resina composta híbrida e de 83 a 131 segundos para polimerizar adeguadamente a resina composta microhíbrida. O aparelho de lâmpada halógena requereu somente 21 e 42 segundos para fotopolimerizar adequadamente das resinas compostas híbrida e microhíbrida, respectivamente. Os LEDs de primeira geração reguereram tempos de exposição significativamente mais longos que o aparelho de luz halógena, para que fosse alcançada polimerização adeguada tanto da resina composta híbrida como da microhíbrida.

YOON *et al.*, (2002) avaliaram a eficácia da polimerização de aparelhos fotoativadores, comparando um aparelho do tipo LED , um arco de plasma e um de lâmpada halógena. A dose de energia foi padronizada, havendo variações no tempo de exposição e na intensidade da luz. Foi mensurado o grau de conversão de três diferentes compósitos através de espectroscopia de infravermelho transformada de Fourier – FTIR. Os resultados mostraram que o grau de conversão foi significativamente influenciado pelo tipo de compósito, profundidade da superfície, aparelho fotoativador e

nível de energia. Quando a mesma dose de energia foi utilizada, não houve diferença no grau de conversão entre os três aparelhos fotoativadores. Quando a dose de energia foi duplicada, não houve diferença de grau de conversão até 2,0 mm da superfície, mas em 3,0 mm de profundidade houve aumento significante.

PRICE et al. (2003) compararam a eficiência entre os aparelhos fotoativadores de luz halógena, LEDs e arco de plasma. Os valores de dureza Knoop se correlacionam com os valores de conversão verificados em espectroscopia infravermelha. Foram utilizados cinco compósitos (Filtek Z-250, Solitaire 2, Prodigy Condensable, Pyramid Dentin e Pyramid Enamel). De acordo com as instruções do fabricante, a luz do arco de plasma foi utilizada por 3 s, e a lâmpada halógena de alta intensidade por 5 segundos. Os outros aparelhos de lâmpada halógena e os LEDs foram utilizados por 40 segundos. As amostras foram irradiadas a 2 e 9 mm de distância da ponta do aparelho fotopolimerizador. A dureza Knoop foi medida na base e na superfície dos compósitos após 15 minutos e novamente após 24 horas. Os dois LEDs não conseguiram polimerizar a cor neutra do compósito Pyramid Enamel em 40 segundos. À medida que a distância entre a ponta do fotopolimerizador e o espécime aumentava a diminuição na dureza não foi similar entre as diferentes combinações luz e compósitos. As seis diferentes combinações luz/ponta promoveram diferentes efeitos na dureza dos cinco compósitos; nenhum dos LEDs utilizados neste estudo foi capaz de polimerizar adequadamente os compósitos; os aparelhos de luz halógena promoveram maior dureza dos compósitos; e, quando a distância entre os compósitos e as pontas dos fotoativadores aumentava, o efeito na dureza não foi o mesmo para todas as combinações luz/ponta. Não foi possível predizer o desempenho dos aparelhos quando a ponta está a 9,0 mm utilizando a mesma irradiância guando a ponta está a 2,0 mm de distância.

ASMUSSEN & PEUTZFELDT (2005) avaliaram o aumento da temperatura induzido por alguns aparelhos halógenos e de LED a fim de constatar o risco de perigo térmico para a polpa. Uma marca de aparelho halógeno convencional e duas de alta intensidade, e dez marcas de LEDs foram avaliadas. O calor gerado pelas unidades de fotoativação foi estimado pela mensuração do aumento da temperatura na superfície de

um cilindro de resina composta (Tetric Ceram, Ivoclar) e, a irradiância, através de um radiômetro. Para os LEDs o aumento da irradiância foi acompanhado por aumento na temperatura, de maneira estatisticamente significante. Quanto aos aparelhos de luz halógena, dois dos três apresentaram maior aumento de temperatura que os LEDs de mesma irradiância. Trabalhos prévios que afirmavam os LEDs induzirem menor aumento de temperatura que os aparelhos de luz halógena foram contestados.

VANDEWALLE et al. (2005) avaliaram o efeito da dispersão de luz de aparelhos halógenos e LEDs durante a polimerização de compósitos. Foram analisados cinco aparelhos do tipo LED, sendo eles SmartLite IQ (Dentsply), LEDemetron (SDS / Kerr), FLASHlite 1001 (Discus Dental), UltraLume LED 5 (Ultradent) e Allegro (Den-Mat); e um aparelho halógeno convencional, o Optilux 501 (SDS / Kerr). As dimensões dos espécimes eram 8,0 mm de diâmetro por 2,0 mm de espessura; e os compósitos utilizados foram Z-100 (3M ESPE) e A-110 (3M ESPE). O tempo de exposição foi de 5 segundos e as distâncias entre a ponta do aparelho e a superfície do compósito foram de 1 e 5 mm. Após 10 minutos de espera, os espécimes foram submetidos à espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR) para avaliação do grau de conversão da base e do topo dos espécimes. Os resultados mostraram diferencas significativas entre os aparelhos fotoativadores e as distâncias em relação ao grau de conversão. Na distância de 1,0 mm, Optilux 501 e FLASHlite 1001 promoveram maior grau de conversão no compósito Z-100 em comparação com as demais unidades fotoativadoras. Em 5,0 mm de distância, SmartLite IQ, FLASHlite 1001, LEDemetron e UltraLume LED 5 promoveram valores significativamente maiores no grau de conversão do compósito Z-100; entretanto, LEDmetron e SmartLite IQ promoveram valores significativamente maiores. UltraLume LED 5, Allegro e Optilux 501 apresentaram redução significativa nas médias de grau de conversão guando a distância variou de 1,0 mm para 5,0 mm, nos dois compósitos. A última geração de LEDs promoveu valores de grau de conversão igual ou melhor que o alcançado pelo aparelho halógeno numa distância de 5,0 mm. A dispersão da luz teve um papel predominante no grau de conversão das resinas compostas. Para aumentar e eficiência, as pontas dos aparelhos devem ser mantidas o mais próximo possível ao compósito durante os procedimentos de fotoativação.

WATTS (2005) abordou a relação existente em compósitos fotoativados entre as reações que formam a rede de polímeros, juntamente com suas cinéticas, e a resultante da transmissão de tensão no comportamento micromecânico. Foram calculados o número de fótons e a energia e comparados a um modelo de sistema monômerocompósito. Foram computadorizadas as distribuições da luz no interior do material em diversas profundidades e consideradas as consegüências das hipóteses de estado estacionário em modelos de cinética de conversão, assim como as taxas de tensão de contração. Os resultados da influência da transmissão da tensão nas propriedades se mostraram em função da complexa cinética da reação de polimerização, que envolve o transporte de fótons, absorção dos fotoiniciadores, possibilidade dos radicais livres estarem no estado não estacionacionário nas ligações cruzadas, colapso do volume livre e desenvolvimento de uma cadeia elástica de estrutura não homogênea, viscoelasticidade e efeitos de envelhecimento. A conclusão apresentada pelo autor foi a de que os pesquisadores devem estar conscientes da complexidade desses sistemas, de modo que possam controlar adequadamente as variáveis experimentais e desenvolver modelos e hipóteses mais sofisticados para validação experimental.

BUSATO *et al.* (2007) fizeram revisão da literatura sobre os métodos de fotopolimerização das resinas compostas. Os autores descreveram a evolução das resinas compostas, desde as quimicamente ativadas até a introdução das primeiras resinas fotoativadas, que proporcionaram facilidade de uso pelo profissional e resultados estéticos satisfatórios aos pacientes, mas, que também, trouxeram consigo os problemas inerentes a ativação. O surgimento e desenvolvimento de diversos aparelhos e técnicas de fotoativação também foi assunto abordado, enfatizando o surgimento dos aparelhos halógenos, que foram criados para substituir os aparelhos de luz ultravioleta que representavam perigo para a saúde dos olhos tanto do dentista como do paciente e possuíam profundidade limitada de polimerização. Os aparelhos halógenos se popularizaram pelo baixo custo e alta eficiência. Surgiram também os aparelhos de arco de plasma e o de laser de argônio, que mesmo trazendo algumas vantagens, não conseguiram superar a relação custo x benefício dos aparelhos halógenos. Foram desenvolvidos então os Diodos Emissores de Luz, os LEDs que estão sendo cada vez

mais utilizados. Os métodos de fotoativação também são mencionados e questionados quanto suas reais vantagens ao que diz respeito à minimização da contração e maximização da polimerização. Os aparelhos halógenos mostraram-se mais eficazes na fotopolimerização; o arco de plasma e o laser de argônio mesmo sendo capazes de reduzir o tempo de exposição, não se popularizaram junto aos cirurgiões dentistas devido ao maior custo e a possibilidade de gerar altas tensões de contração de polimerização em função da alta intensidade de luz. Os LEDs foram considerados ineficazes na polimerização dos materiais restaurados que contém canforoquinona como fotoiniciador. A *pulse-delay* foi considerada uma das técnicas mais indicadas, considerando que prolonga a fase pré-gel, permitindo melhor escoamento e diminuído as tensões da resina.

BISPO (2007) escreveu uma revisão de literatura sobre os LEDs, com o objetivo de explicar as principais vantagens. Foi destacada a evolução dos LEDs que apresentavam baixa irradiância quando lançados (entre 50 e 300 mW/cm²) e com espectro de luz estreito (entre 450 e 470 nm), ideal para fotoativar compósitos que contém canforoquinona como fotoiniciador. São também feitas sucessivas comparações entre os LEDs e os lasers de argônio. O autor conclui que a nova geração de LEDs mostra resultado similar ou superior em relação às lâmpadas halógenas convencionais, quando se considera a relação custo x benefício; destaca que é de responsabilidade dos formadores de opinião conscientizar os clínicos sobre a importância do comprimento de onda da luz emitida pelos aparelhos fotoativadores na polimerização dos materiais restauradores em detrimento à intensidade emitida pelo aparelho; e, que as opiniões que não consideram a física do processo de fotoativação dos materiais resinosos têm desacreditado e desabilitado o avanço da tecnologia LED.

JIMÈNEZ-PLANAS *et al.* (2008) fizeram uma revisão de literatura sobre o desenvolvimento de aparelhos fotoativadores. Os autores citaram e descreveram alguns fatores que interferem na quantidade de luz que atinge os compósitos; dentre eles estão intensidade da fonte de luz, tempo de exposição, distância entre a fonte de luz e o compósito, profundidade de polimerização e presença de elementos entre a ponta do aparelho e o compósito. São descritos ainda todos os tipos de aparelhos fotoativadores

disponíveis no mercado. As desvantagens atribuídas a lâmpadas halógenas são: baixa intensidade, produção de altas temperaturas, perda da potência da lâmpada necessitando constante manutenção. A produção de radiação ultravioleta, desempenho energético baixo e alto custo dos aparelhos de arcos de plasma são considerados desvantagens. Já os aparelhos a laser têm grande intensidade e comprimentos de onda bastante restritos, não necessitando de filtros como os halógenos e arcos de plasma; porém, são bastante caros. Os LEDs não geram altas temperaturas, não precisam de filtros e ventiladores, não necessitam de monitoramento e manutenção constantes. As seguintes conclusões foram emitidas; o fotoativador mais confiável para fotopolimerizar resinas compostas é a lâmpada halógena de alta intensidade, com dispositivo que permita programar técnicas como *pulse-delay* ou *soft-start;* quando outro tipo de fotoativador for utilizado é necessário que seja avaliada a compatibilidade com o compósito; os fabricantes de unidades fotopolimerizadoras devem se concentrar no desenvolvimento da tecnologia de LED; e, futuras pesquisas são necessárias para identificar a técnica de fotoativação mais confiável.

GUIRALDO *et al.* (2008) analisaram a irradiância e o espectro de luz de diversos aparelhos fotoativadores presentes em cinquenta consultórios odontológicos da cidade de Piracicaba. Foram selecionados dez consultórios de cada nível econômico (níveis A, B e C, consultórios de convênios e consultórios públicos). Para a execução do trabalho foram utilizados um potenciômetro acoplado a um microprocessador, e um espectrofotômetro ligado a um computador. Depois de obtidos os valores de potência, foram calculadas as irradiâncias através da divisão entre potência e área de emissão (π . r²). Os resultados mostram que na região de 400-515 nm, o nível A apresentou 30% de fotoativadores abaixo de 300 mW/cm²; o nível B e clínicas de convênios apresentaram 50%. O nível C registrou 40%, e serviço público mostrou 20%. Na região 190-400 nm não foi verificado fotoativadores fora da norma, em nenhum nível. Para a região acima de 515 nm, o nível A mostrou 20% e os níveis B e C registraram 10% dos fotoativadores acima de 50 mW/cm². A conclusão foi que em todos os níveis, a irradiância dos fotoativadores não estava de acordo com o recomendado pela ISO/TS: 10650.

PRICE et al. (2010) utilizaram o mapeamento de microdureza Knoop para comparar a eficiência de LED, aparelhos halógenos de guartzo tungstênio e arco de plasma. Foram selecionados sete aparelhos fotoativadores; o arco de plasma Sapphire (Den-Mat) com tempo de exposição de 5 segundos, o aparelho halógeno Optilux 501 (Kerr) com tempo de exposição de 20 segundos, e os LEDs Bluephase 16i (Ivoclar-Vivadent) e LEDemetron II (Kerr) por 5 segundos, Allegro (Den-Mat), SmartLite IQ (Dentsply) e UltraLume 5 (Ultradent) com tempo de exposição de 10 segundos. Os compósitos utilizados foram: Tetric EvoCeram (Ivoclar-Vivadent), 4 Seasons (Ivoclarvivadent), Filtek Z-250 (3M ESPE), Vit-I-esence (Ultradent) e Solitaire (Ultradent Hereaus Kulzer). Além das diferentes unidades fotoativadoras a variável distância entre o compósito e a ponta do aparelho fotoativador foi avaliada, sendo analisadas as distâncias de 0 mm, 4 mm e 8 mm assim como a variação da irradiância e de energia nessas condições. Os espécimes foram submetidos ao mapeamento para averiguação da microdureza Knoop. Os resultados obtidos mostraram que o arco de plasma com comprimento de onda mais amplo e maior irradiância, promoveu dureza superior às demais unidades fotoativadoras. Considerando a capacidade da luz de fotoativar os cinco compósitos testados, do mais eficiente para o menos eficiente foram: Sapphire, Optilux 501, Allegro, UltraLume-5, SmartLite IQ, LEDemetron II e Bluephase 16i. O Sapphire produziu maior dureza tanto em 4 mm como em 8 mm de distância entre a ponta da aparelho e o espécime; e, os valores de microdureza Knoop mostraram diferencas significativas entre os cinco compósitos, sendo que a resina Filtek Z-250 foi que obteve o maior valor e a Solitaire o menor.

PRICE *et al.* (2010) examinaram a uniformidade da irradiância e a distribuição de varias unidades fotoativadoras, bem como o efeito de diversas pontas. Cinco diferentes aparelhos foram selecionados para o estudo, sendo o arco de plasma Sapphire (Dent-Mat), o aparelho halógeno Optilux 501 (Kerr), e os LEDs FLASHLite (Discus Dental) e Bluephase 16i (Ivoclar-Vivadent) com duas diferentes pontas (turbo 13/8 mm e standard 13/13 mm). A potência e a irradiância foram mensuradas convencionalmente utilizando duas diferentes termopilhas calibradas e dois medidores. Foram feitas cinco leituras em ordem aleatória para cada aparelho e para cada detector. Para calcular o diâmetro das pontas dos aparelhos utilizou-se um paquímetro. Os valores de irradiância foram

determinados através *de* laser que captura o perfil do feixe de luz, sendo capaz de fornecer a intensidade. A distribuição da irradiância também foi estudada, assim como a o efeito de diferentes pontas acopladas ao mesmo aparelho. A distribuição espacial da irradiância das unidades fotoativadoras não foi universalmente simétrica e nem distribuída uniformemente distribuídas através da ponta dos aparelhos. Diferenças significativas nas potências emitidas foram encontradas entre as unidades fotoativadoras. Mudanças da ponta *standard* para a turbo aumentou a irradiância, mas reduziu significativamente a homogeneidade, reduzindo a potência total emitida, e a área da ponta óptica em 60%. Usando diferentes pontas em uma mesma unidade fotoativadora a potência de saída será significativamente afetada, assim como os valores de irradiância e a homogeneidade do feixe. Para todas as unidades fotoativadoras, o valor calculado de irradiância usando o método convencional não representou a distribuição da irradiância ao longo de toda a ponta dos aparelhos.

2.3 Fatores que afetam a fotoativação

FERRACANE & GREENER (1986) estudaram o efeito de diferentes formulações com diferentes concentrações de diluentes, tipo e concentração dos catalisadores e modo de fotoativação, no grau de conversão e nas propriedades mecânicas de resinas compostas para restaurações. As propriedades estudadas foram: resistência à tração diametral, resistência compressiva, dureza, resistência à flexão e módulo flexural e propriedades mecânicas dinâmicas. O grau de conversão foi avaliado através de espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR). Os resultados das propriedades foram correlacionados ao de grau de conversão. Foi possível estabelecer correlação entre o aumento nas propriedades mecânicas e maior grau de conversão. O grau de conversão foi aumentado a partir da incorporação de maiores concentrações de diluentes e menores concentrações de inibidores nas formulações das resinas. As propriedades sob temperatura ambiente foram semelhantemente melhoradas a partir da incorporação de menores concentrações de inibidor, mas não foram reforçadas por maiores concentrações de diluentes. As propriedades mecânicas verificadas em temperatura bucal e em maiores temperaturas elucidaram possíveis diferenças na microestrutura das resinas, assim como na qualidade de ligações cruzadas. A

temperatura de transição vítrea foi menor em resinas com menor grau de conversão, sugerindo que essas resinas podem ser mais instáveis em temperatura similares à da cavidade bucal, quando comparadas às resinas com maior grau de conversão. As propriedades analisadas se correlacionaram com o grau de conversão das resinas ensaiadas.

CHUNG & GREENER (1990) analisaram a correlação entre grau de conversão, concentração das partículas de carga e propriedades mecânicas de sete diferentes compósitos. O grau de conversão foi analisado através de espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR). Foram mensuradas as porcentagens de carga, assim como a fração em peso e em volume. O grau de conversão dos compósitos variou de 43,5 a 73,8%. O peso de carga dos compósitos oscilou entre 66,4 e 85,2% e a fração em volume entre 58,2 e 74,2%. As médias dos valores de resistência à compressão e resistência à tração diametral variaram entre 242,3 e 324,7 MPa e de 39,8 a 62,6 MPa, respectivamente. Os números de dureza Knoop ficaram entre 41,8 e 81,9 KNH. Correlações significativas foram observadas entre a fração de volume de carga e a resistência à tração diametral, e entre a fração de volume de carga e a dureza Knoop. Não foram encontradas correlações entre grau de conversão e gualguer uma das propriedades mecânicas. Por causa da correlação positiva entre a fração de volume de carga e a resistência à tração diametral, e entre a fração de volume de carga e a dureza Knoop, pode-se concluir que a concentração de carga desempenha um papel proeminente na determinação das propriedades dos compósitos.

CAUGHMAN & RUEGGEBERG (1995) revisaram a literatura a fim de estabelecer diretrizes clínicas para fotopolimerização de restaurações de resinas com o objetivo de promover condições ideais. Os autores abordam sobre a intensidade dos aparelhos fotoativadores e avaliam que a maior parte dos aparelhos fotoativadores apresenta irradiância adequada para polimerizar adequadamente até 2,0 mm de profundidade. A deficiência no desempenho clínico de aparelhos também é destacada, sendo que ao longo dos anos os aparelhos podem diminuir de 45% a 100% da intensidade inicial, havendo correlação negativa entre intensidade e aumento da idade dos aparelhos. Um dos fatores que conduz à diminuição da irradiância é o distanciamento entre a ponta do

aparelho fotoativador e a resina. O tempo de exposição também é considerado uma das variáveis mais importantes que rege o processo de fotopolimerização. O tempo de 60 segundos foi considerado como ideal, sendo que a utilização de 80 segundos não trouxe melhoria significativa nas propriedades das resinas. As partículas de carga tendem a promover a dispersão da luz, e os pigmentos tendem a absorver a luz que passa através da restauração. As partículas de carga menores (de 0,01 a 1 µm) são mais prováveis de promover a dispersão da luz, porque são similares ao comprimento de onda emitida pelos aparelhos fotoativadores. A irradiância, o tempo de exposição e o material restaurador afetam significativamente o processo de fotoativação e devem ser analisados criteriosamente durante o procedimento clínico para alcançar a polimerização adequada e, dessa forma, a maximização das propriedades físicas e biológicas da restauração.

BEUN et al. (2005) investigaram a relação entre o conteúdo inorgânico e as propriedades mecânicas de nove diferentes compósitos, sendo três nanoparticulados (Filtek Supreme XT, Grandio e Grandio Flow), dois microhíbridos (A 110 e Durafill VS) e quatro híbridos universais (Point-4, Tetric Ceram, Venus e Z-100). Utilizaram-se dois aparelhos de fotoativação, sendo um de lâmpada halógena e o outro de diodo emissor de luz. Inicialmente foram analisadas a porcentagem em peso e a morfologia das partículas de carga de cada compósito. As propriedades mecânicas estudadas foram: módulo de elasticidade, resistência à flexão e dureza Vickers. O grau de conversão foi determinado através de espectroscopia Raman também a fim de comparar a eficiência aparelhos fotoativadores. Os resultados mostraram que os compósitos dos nanoparticulados apresentaram valores maiores de módulo de elasticidade em relação os compósitos híbridos e microhíbridos, exceção feita apenas para o compósito Z-100. Os compósitos microhíbridos apresentaram de longe, as menores propriedades mecânicas. Em relação à resistência á flexão, ela não apareceu como um fator discriminador no estudo. Quanto ao aparelho fotoativador, os espécimes fotoativados com o aparelho de lâmpada halógena apresentaram valores de grau de conversão significantes maiores em relação aos espécimes fotoativados com o aparelho do tipo LED. A conclusão obtida foi a de que os compósitos nanoparticulados apresentaram propriedades mecânicas tão boas quanto às dos compósitos híbridos universais,

podendo ser utilizados para procedimentos restauradores em dentes anteriores e posteriores.

TURSSI *et al.* (2005) avaliaram o efeito de diferentes combinações de forma e tamanho de partículas de carga no grau de conversão e desgaste de resinas compostas.Foram avaliados doze tipos de compósitos experimentais, com tamanhos de carga variando de 100 a 1500 nm, diferentes proporções e de formato esférico ou irregular. Os espécimes confeccionados no tamanho de 5,0 mm de largura, 12,0 mm de comprimento e 2,5 mm de espessura foram fotoativados com aparelho de luz halógena e armazenados por 24 horas em água deionizada a 37°C. Após o período de armazenam os espécimes foram submetidos a teste de resistência ao desgaste em máquina simulando desgaste na boca, e teste de grau de conversão utilizando espectroscopia infravermelha transforma de Fourier (FTIR). O tamanho assim como o formato das partículas de carga teve efeito significativo na resistência ao desgaste e no grau de conversão dos espécimes. Em tamanhos específicos e combinações, a presença de pequenas partículas de carga, sendo esféricas ou irregulares, pode auxiliar na melhora da resistência ao desgaste, sem, contudo, comprometer o grau de conversão monomérica.

AMIROUCHE-KORICHI *et al.* (2009) avaliaram os efeitos das proporções de monômeros e partículas de carga altamente radiopacas no grau de conversão e na tensão de contração. Foram formulados compósitos experimentais variando a proporção BisGMA-TEGDMA em 50:50, 75:25 e 25:75; como fotoiniciador 0.5 wt% de canforoquinona e 0.5 wt% de DMAEMA foram adicionados na mistura. Partículas de carga foram adicionas, em diversas proporções e com diversos radiopacificadores (La₂O₃, BaO, BaSO₄, ZrO₂, e SrO). O grau de conversão foi analisado através de espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR) e a tensão de contração através da técnica dos discos aderidos. A dose de energia aplicada para fotoativação dos compósitos foi constante. O grau de conversão e a tensão de contração diminuíram significativamente com o aumento da quantidade das partículas opacas, mas esta diminuição não foi significativa. Contudo, estas duas propriedades estão fortemente relacionadas à concentração de monômero da matriz orgânica. Os resultados também

mostraram correlação linear entre estresse de contração e grau de conversão. A natureza e o volume das partículas de carga opacas dos compósitos experimentais não afetaram significativamente o grau de conversão e a tensão de contração. Entretanto, o estudo confirmou a importância da viscosidade no sistema e o comportamento de contração dos monômeros dimetacrilatos estudados. A relação direta entre grau de conversão e conversão e tensão de contração foi também confirmada.

GUIRALDO et al. (2009) investigaram a influência da cor dos compósitos na transmissão da energia luminosa, dureza e intensidade de ligações cruzadas. Foi utilizado o compósito Filtek Z-250 (3M ESPE) nas cores A1, A2, A3, A3,5 e A4 e a unidade de fotoativação halógena XL2500 (3M ESPE) com 900 mW/cm² de irradiância. Os espécimes confeccionados com as diferentes cores da resina foram submetidos a teste de transmissão de energia luminosa e dureza Knoop, de topo e base, após 24 horas da confecção dos espécimes e após 24 horas de armazenamento em etanol absoluto, a fim de se verificar a intensidade de ligações cruzadas através da diferença entre a dureza inicial e a dureza final após o armazenamento em etanol. Houve diferença estatística entre todas as cores do compósito em relação irradiância de luz que passou através deles, sendo que a maior irradiância de luz passou através do compósito A1 (408 mW/cm²) e a menor no de cor A4 (324 mW/cm²). Em relação à diferença de dureza Knoop entre topo e base, o maior valor encontrado foi para A4 (20,56%) estatisticamente similar a A3,5 (20,14%), e ambos estatisticamente maiores que A3 (14,08%), este maior que A2 (11,65%), que foi maior que A1 (9,06%). Não houve diferenças estatisticamente significativas na analise de intensidade de ligações cruzadas. A transmissão da energia luminosa através do compósito e a dureza foram influenciadas pela cor, o que não ocorreu para a intensidade de ligações cruzadas.

JEONG *et al.* (2009) estudaram a influência das cores dos compósitos na microdureza, contração de polimerização e na alteração de cor dos compósitos odontológicos. Foram selecionadas duas marcas comerciais de compósitos para serem utilizados no estudo; sendo elas Filtek Z-250 (nas cores A3, A3,5, B3 E C3) e Solitaire 2 (nas cores A3, A3,5, B3 E B4). Após a confecção e fotoativação, os espécimes foram submetidos a testes de refletância e absorção, microdureza, contração de polimerização

e à mensuração da alteração de cor. A refletância e a absorção dos dois compósitos mostraram curvas de distribuição similares, independentemente da cores dos compósitos, apesar da cor A3,5 da Z-250 e a A3 da Solitaire 2 exibirem a menor e a maior distribuição. Similarmente, para coeficiente de atenuação e microdureza, os menores/maiores valores foram encontrados por A3,5 da Z-250 e A3 da Solitaire 2. Quanto à contração de polimerização não foram encontradas diferenças significativas entre as diferentes cores da Z-250. Os espécimes de Z-250 apresentaram apenas leve mudança de cor após imersão em água destilada por 10 dias, exceto para as cores A3 e A3,5. Numa mesma marca comercial, independentemente da cor, existe semelhante distribuição da refletância; não foi possível correlacionar diferenca na core e coeficiente de atenuação da incidência de fótons. Todavia, visto que a cor A3,5 da Z-250 e a cor A3 da Solitaire 2 apresentaram à maior e a menor distribuição de absorção, respectivamente, seus valores de microdureza foram o menor е maior. correspondentemente dentro de seus respectivas marcas. Na alteração de cor, uma leve descoloração foi observada para ambos os compósitos, independentemente da cor. As cores dos compósitos possuem efeito mínimo na microdureza, contração de polimerização e alteração de cor.

PIRES-DE-SOUZA *et al.*, (2009) compararam a tensão proveniente da contração de polimerização de compósitos microhíbridos, microhíbridos e híbridos fotoativados com um aparelho de lâmpada halógena e outro do tipo LED. Para o ensaio foram utilizadas hastes de vidro, que em uma das superfícies foram jateadas com óxido de alumínio e revestidas com uma camada de sistema adesivo. As hastes de vidro foram dispostas verticalmente, em pares, em uma máquina de ensaio universal. Entre as hastes os compósitos foram aplicados. Um extensômetro foi acoplado ao sistema. Metade dos compósitos foram fotoativados com o aparelho de luz halógena e a outra metade com o aparelho do tipo LED. A contração foi mensurada logo após a fotoativação e após 10 minutos. Os resultados mostraram que o estresse de contração de todos os compósitos foi maior em 10 minutos que imediatamente após a fotoativação, independentemente do aparelho fotoativador. Os compósitos microhíbridos mostraram valores menores de tensão de contração e microhíbridos o tipo de aparelho fotoativador

não influenciou o estresse de contração. A conclusão apresentada foi a de que a composição dos compósitos é um fator fortemente influenciador no estresse de contração.

SATTERTHWAITE et al., (2009) analisaram o efeito das variações do tamanho e do formato das partículas de carga na cinética da contração de polimerização de compósitos. Os compósitos foram classificados de acordo com o tamanho de suas partículas de carga que, por sua vez, foram classificadas em esféricas ou irregulares. Para a determinação da cinética contração-tensão utilizou-se o método do disco aderido. Todos os espécimes foram irradiados com 600 mW/cm² por 40 segundos a 23ºC, e as análises realizadas após 1 hora. Os resultados apresentados mostraram que os formato compósitos com partículas de carga de esférico apresentaram aproximadamente 2,66% de contração-tensão, enquanto que nos compósitos com partículas de carga de formato irregular esse valor foi de 2,89%; havendo diferença estatística significante entre esses valores. Para ambos os formatos de partículas de carga houve tendência em valores mais altos de contração-tensão guando o tamanho das partículas de carga diminuiu. Para partículas de carga de formato irregular, a regressão linear apresentou alta correlação. A conclusão apresentada pelos autores foi a de que o formato e o tamanho das partículas de carga influem significativamente na contração dos compósitos.

MIYAZAKI (2010) em seu estudo caracterizou termicamente compósitos restauradores, fotoativados pelo método contínuo e pulse-delay, através de termogravimetria e calorimetria. Foram também avaliados grau de conversão, resistência à flexão e dureza Knoop em diferentes tempos de armazenagem. Os resultados apontaram quem para grau de conversão houve diferença estatística entre os materiais, sendo que Point 4 apresentou o maior valor e Filtek Supreme XT o menor. Quanto ao método de fotoativação, o método contínuo apresentou valores de grau de conversão significantes maiores aos apresentados utilizando pulse delay. Os tratamentos térmicos não afetaram o grau de conversão, e quanto ao tempo de armazenagem, em 1 hora e imediatamente os valores foram significantes menores em relação a 6 e 24 horas. Quanto à resistência à flexão houve diferença estatística significante entre os materiais,

sendo que Z 250 apresentou os maiores valores. Considerando a influência dos tratamentos térmicos, 170°C apresentou valores significantes superiores a 100°C. Quanto ao tempo de armazenagem, imediato apresentou os menos valores significantes. Em relação à dureza Knoop, Filtek Supreme XT fotoativada com o método contínuo apresentou os maiores valores significantes. Os tratamentos térmicos também afetaram significativamente, sendo que em 170°C os valores foram superiores aos em 100°C. Os valores encontrados no topo foram superiores significativamente aos encontrados na base e o tempo de armazenagem também influenciou, sendo os maiores valores de dureza obtidos em 24 horas. A conclusão apresentada pela autora foi de que os tratamentos térmicos foram capazes de aumentar as propriedades.

2.4 Dureza, grau de conversão e contração e suas relações com irradiância e de energia e com aparelhos fotoativadores

RUEGGEBERG & CRAIG (1988) estudaram a correlação dos parâmetros utilizados para estimar a conversão monomérica em compósitos fotoativados, objetivando desenvolver um teste no gual fosse possível controlar e mensurar o grau de conversão de compósitos com carga; determinar e comparar a sensibilidade dos testes de dureza Knoop, sorção de água, solubilidade da resina e conversão monomérica de espécimes feitos com diferentes espessuras; e, avaliar a capacidade dos testes de dureza Knoop, sorção de água e solubilidade da resina para predizer a extensão da conversão monomérica. Os espécimes foram confeccionados com a resina fotoativada P-30 (3M Company, St. Paul, MN) variando a espessura das camadas de resina interpostas. Cada camada foi exposta por 90 segundos em uma unidade fotoativadora Dentacolor XS (Kulzer Co.). O fato de não ter sido realizado procedimentos de acabamento e polimento permitiu que não houvesse perda de massa de resina e que ainda, o calor gerado durante esses procedimentos não aumentasse o grau de conversão monomérica. Após a confecção, as amostras foram submetidas a testes de sorção de água, solubilidade, dureza Knoop e espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR). FTIR e dureza Knoop foram igualmente sensíveis às diferenças de fotoativação das amostras e melhores que o teste de solubilidade. O teste de sorção obteve os piores resultados, não sendo, portanto, recomendado para avaliar o

grau de conversão. O melhor teste para predizer o grau de conversão é a dureza Knoop, que mais se correlacionou com o FTIR.

UNTERBRINK & MUESSNER (1995) investigaram a influência da utilização de alta intensidade de luz na fotoativação dos compósitos na contração de polimerização, módulo de flexão, dureza Vickers e adaptação marginal em cavidades. Nesse estudo foram utilizados dois compósitos e duas intensidades de luz. Os resultados mostraram que a variação na intensidade da luz não afetou significativamente a contração de polimerização em profundidade de até 4,5 mm para ambos compósitos. Foram encontradas diferenças significativas no módulo de flexão em ambos os materiais, sendo que somente um compósito apresentou influência da intensidade de luz na resistência à flexão. A formação de fendas marginais aumentou à medida que a intensidade da luz também foi aumentada. Dessa forma, os autores concluíram que é clinicamente relevante a espessura da camada de compósito e que a polimerização de compósitos com alto intensidade de luz pode ser significantemente desvantajosa devido ao aumento do estresse de contração ocasionado.

DAVIDSON-KABAN *et al.* (1997) avaliaram a influência da intensidade da luz e do tempo de irradiação na eficácia da polimerização de dois tipos de compósitos (três microhíbridos e um híbrido) com várias cores e, o efeito da redução da intensidade de luz na continuidade parede a parede da restauração. As irradiâncias utilizadas foram 175 e 700 mW/cm² e os tempos de fotoativação 10 e 60 segundos. Foram analisadas contração de polimerização, dureza e adaptação nas restaurações nas cavidades. Os resultados obtidos mostraram que a menor intensidade de luz diminuiu a taxa de polimerização, mas não reduziu a conversão quando o tempo de exposição de 60 segundos foi utilizado. A aplicação de alta intensidade de luz causou aumento da separação entre a restauração e a estrutura do dente. A conclusão apresentada pelos autores foi a de que levando em consideração a obtenção de melhor grau de conversão e adaptação, o tempo de irradiação parece desempenhar papel mais importante que a intensidade da luz, e que a utilização de altas intensidades de luz não conduz necessariamente a ótima qualidade de polimerização.

HALVORSON et al. (2002) analisaram a correlação entre extensão da polimerização e a dose de energia aplicada durante o processo de fotopolimerização, através da análise de grau de conversão. Para a fotoativação foi utilizado aparelho halógeno e tempo de exposição constante de 30 segundos, diminuindo-se progressivamente a intensidade. O grau de conversão foi mensurado através de espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR) em dois momentos, 5 minutos e 24 horas após a fotoativação. As amostras de duas das resinas foram fotoativadas em várias intensidades e diferentes tempos de exposição, de modo que as combinações resultassem em dose de energia constante. Levando-se em consideração o grau de conversão x dose de energia aplicada, diminuição gradual no grau de conversão foi descrita quando a dose de energia também diminuiu abruptamente. Similares graus de conversão foram obtidos guando os compósitos foram expostos às doses de energia iguais, evidenciando a relação recíproca entre irradiância e tempo de exposição. Para os testes feitos após 24 horas, similaridade estatística foi notada para a maior parte das combinações de tempo de exposição e dose de energia. Existe relação recíproca entre tempo de exposição e irradiância acrescentando significância ao estudo da conversão em função do total de energia aplicada. Esta relação estabelece o perfil da polimerização com correlação universal entre tempo e exposição e irradiância.

CALHEIROS *et al.* (2004) estudaram a relação entre o grau de conversão e a tensão de contração em diferentes compósitos utilizando diversas doses de energia. Para o teste de a tensão de contração, 2,0 mm de espessura de cada um dos compósitos (Filtek Z-250, Filtek Supreme XT, A-110, Tetric Ceram e Heliomolar) foi aplicado entre dois bastões de vidro de 5,0 mm de diâmetro e, montados em tensilômetro. O grau de conversão foi determinado através de espectroscopia infravermelha fotoacústica em espécimes que apresentassem geometria e dimensões similares e submetidos a condições idênticas de fotoativação. Os espécimes foram expostos a diversas doses de energia (4,5 ; 13,5 ; 27,0 ; 54,0 e 108,0 J/cm²) por diversos tempos de exposição. Tanto a tensão de contração assim como o grau de conversão foram registrados 10 minutos após o inicio dos procedimentos de fotoativação. A tensão de contração a interação entre compósito e dose de energia foi significativa; à medida que a dose de energia aumentou os valores de estresse de contração também
aumentaram. O grau de conversão do compósito Tetric Ceram apresentou a maior média. Os demais compósitos apresentaram médias similares de grau de conversão, independente da dose de energia fornecida. Acima de 27J/cm² não houve aumento significativo do grau de conversão, o que pode ser atribuído a natureza auto-limitante da polimerização. A utilização de altas doses de energia aumenta significativamente a tensão de contração sem, contudo, aumentar significativamente o grau de conversão.

SAKAGUCHI et al. (2004) avaliaram a relação entre dose de energia e as taxas de força de contração. Para a mensuração das taxas de força de contração, as amostras foram colocadas entre uma placa de vidro e uma haste metálica e um dispositivo elétrico foi então acoplado. Foi avaliada a tensão contração sob seis níveis de irradiância; 100 mW/cm² por 60 segundos, totalizando 6 J/cm² de dose de energia, 200 mW/cm² por 60 segundos, totalizando 12 J/cm², 300 mW/cm² por 60 segundos, totalizando 18 J/cm², 400 mW/cm² totalizando 24 J/cm², 500 mW/cm² totalizando 30 J/cm², 600 mW/cm² por 60 segundos, totalizando 36 J/cm² e, finalmente, a técnica de *pulse-delay* foi utilizada irradiando as amostras por 2 segundos com 300 mW/cm², esperando 5 minutos de intervalo e, irradiando por 10 segundos com 600 mW/cm², somando 6,6 J/cm² de dose de energia. O compósito utilizado por experimental que continha BisGMA e TEGDMA na razão 1:1, 67% em peso de carga hibrida não silanizada e 5% em peso de sílica coloidal. Os métodos *pulse-delay* e 200 mW/cm² não diferiram significativamente entre si, bem como 300 e 400 mW/cm². Os demais grupos diferiram significativamente entre si e em relação aos pulse-delay e 200 mW/cm² e de 300 mW/cm² e 400 mW/cm². A taxa de tensão de contração de polimerização foi linearmente relacionada com a irradiância.

VANDEWALLE *et al.* (2004) verificaram os efeitos da dose de energia nas propriedades e integridade marginal do compósito Z-250 (3M ESPE, St Paul). O compósito foi colocado na cavidade em incrementos ou em único bloco em preparos tipo classe II realizados em terceiros molares humanos extraídos. Foram determinados seis protocolos de fotoativação; 400 mW/cm² por 10 segundos, 600 mW/cm² por 10 segundos, 400 mW/cm² por 20 segundos, 600 mW/cm² por 20 segundos. As restaurações foram ainda submetidas à ciclagem térmica e de fadiga. Após esses

procedimentos, as restaurações foram submetidas a testes de integridade marginal através de análise visual e teste de microinfiltração, dureza Knoop e grau de conversão monomérica através de espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR). Para se avaliar as propriedades mecânicas, foram selecionados espécimes que obtiveram similares valores de dureza Knoop. A dose de energia afetou significativamente a integridade marginal, como foi observado no teste de inspeção visual, mas não no de microinfiltração. A água teve significativo efeito de dissolução na integridade marginal quando houve baixo grau de conversão e baixa dose de energia (400 mW/cm² por 10 segundos) foi utilizada. A dose de energia não afetou significativamente a microinfiltração, contudo, teve efeito significativo nos defeitos marginais; não houve efeito global da tensão termo-mecânica nos defeitos marginais e na microinfiltração; a água teve efeito significativo nas restaurações com grau de conversão muito baixo, levando a defeitos que mostraram ser resultado da dissolução do compósito; e, a irradiância de 600 mW/cm² (24 J/cm²) foi condição mínima para se alcançar 80% de grau de conversão ou 73% de dureza Knoop máxima.

ASMUSSEN & PEUTZFELDT (2005) avaliaram a relação entre contração de polimerização de uma resina composta (Tetric Ceram, Ivoclar Vivadent) e a irradiância. Foi utilizado aparelho fotopolimerizador de luz halógena que teve a irradiância variada de 50 a 1000 mW/cm². O tempo de exposição variou de 4 a 320 segundos. As combinações das várias irradiâncias e dos tempos de exposição resultaram em três doses de energia; 4, 8 e 16 J/cm². A distribuição do espectro de luz do aparelho também foi verificada utilizando um espectrofotômetro, e a eficácia de cada irradiância, foi calculada levando em conta o comprimento de onda especifico capaz de sensibilizar a canforoquinona, fotoiniciador contido no compósito utilizado no experimento. Para mensurar a contração do compósito o método de deflexão do disco foi utilizado, porém em uma versão modificada. A contração de polimerização aumentou significativamente à medida que os níveis de dose de energia recebidos pelo compósito aumentaram e, para cada nível de dose de energia, a contração diminuiu significativamente com o aumento da dose de energia. A contração de polimerização, em um mesmo nível de dose de energia, diminuiu com o aumento nas taxas de polimerização.

CHEN *et al.* (2005) analisaram a possibilidade de construir um modelo de foto migração para calcular a quantidade de radiação exposta (irradiância *versus* tempo) em compósitos dentais e, para relacionar a radiação exposta com a extensão da polimerização, a partir da utilização de modelos de cinética de polimerização. Os espécimes foram confeccionados com o compósito Z-100 (3M ESPE) e fotoativados com um aparelho de luz halógena. Foram analisados grau de conversão, dureza Knoop, propriedades ópticas e a distribuição da radiação nos espécimes. Os resultados obtidos mostraram que os coeficientes de absorção e dispersão do compósito não polimerizado foram maiores em relação ao compósito polimerizado com comprimentos de onda entre 420 e 520 nm. Foi encontrada correlação entre a distribuição da radiação, dureza Knoop e grau de conversão. Foi constado também que a extensão da irradiação foi aprofundada e amplificada em compósito com menor coeficiente de dispersão e absorção.

CORRER et al. (2005) estudaram o efeito do aumento da dose de energia na dureza Knoop de compósitos fotoativados com aparelho halógeno de quartzo tungstênio, LED ou arco de plasma. Foram utilizados dentes bovinos para confecção de cavidades com 3.0 mm de diâmetro por 3.0 mm de profundidade. Para a restauração foram utilizados os compósitos Filtek Z-250 (3M ESPE) e Esthet-X (Dentisply/Caulk) em um único incremento. Na fotoativação, várias condições foram testadas; aparelho halógeno com irradiância de 700 mW/cm² por 20, 30 e 40 segundos, LED de 440 mW/cm² por 20, 30 e 40 segundos e, finalmente, arco de plasma com 1700 mW/cm² por 3, 4.5 e 6 segundos. A armazenagem foi de 24 horas em temperatura de 37°C. Após esse período, as restaurações foram submetidas ao ensaio de dureza Knoop, analisando a superfície, 1.0 e 2.0 mm de profundidade. Independentemente da fonte de fotoativação, o compósito Filtek Z-250 apresentou dureza Knoop estatisticamente superior a Esthet-X. O arco de plasma apresentou valor de dureza significativamente menor que o aparelho halógeno e o LED. O aumento da dureza Knoop aumentou à medida que a dose de energia aumentou com o aumento do tempo de exposição para LED e para o arco de plasma. Diferenças estatísticas não foram encontradas para o aparelho halógeno quando o tempo de exposição foi aumentado. Os valores de dureza Knoop diminuíram

com o aumento da profundidade. O aumento da dose de energia produziu compósitos com maiores médias de dureza Knoop usando LED e arco de plasma.

NEO et al., (2005) estudaram a utilização de vários regimes de fotoativação com padronização da dose de energia na eficiência da polimerização do compósito fotoativado Z-100 (3M ESPE). Foram utilizados cinco métodos de fotoativação: pulse delay, pulse cure, soft-start, turbo e controle. Para avaliação da eficácia da polimerização foi mensurada a dureza Knoop no topo e na base dos espécimes, imediatamente e um dia após a fotoativação. Os resultados obtidos mostraram que a dureza Knoop no topo após a fotoativação com Controle foi significante menor que pulse delay. Um dia após a fotoativação, a dureza Knoop obtida com Controle foi significante menor que pulse delay, soft-start e turbo. Não houve diferença significativa na dureza Knoop da base entre os diferentes métodos de fotoativação avaliados imediatamente após a fotoativação. Um dia após a fotoativação, os valores de dureza Knoop obtidos para a base em Controle foram significativamente menores que soft-start e turbo. Independentemente dos métodos de fotoativação, os valores de topo e base em um dia após a fotoativação foram significantemente maiores que agueles obtidos imediatamente. Não houve diferença significativa nas médias de dureza observadas entre os diferentes métodos imediatamente e um dia depois. A eficiência da polimerização na base dos compositivos pode ter sido aumentada pelos métodos softstart e turbo.

PEUTZFELDT & ASMUSSEN (2005) estudaram a relação entre grau de conversão, resistência à flexão e módulo de flexão de resinas compostas polimerizadas em diferentes doses de energia e com diversas combinações de irradiância e tempo de exposição. Espécimes de resina composta Tetric Ceram (Ivoclar Vivadent) foram fotoativados com aparelho halógeno. Dezoito combinações de irradiância e tempo de exposição foram feitas, sendo utilizadas irradiâncias que variaram de 50 a 1000 mW/cm², e tempos de exposição de 4 a 320 segundos; resultando em doses de energia de 4, 8 ou 16 J/cm². O grau de conversão foi mensurado através de espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR), e a resistência à flexão e o módulo de flexão foram realizadas em máquina de ensaio universal (Instron Universal Testing

Machine) com 3 pontos de suporte e velocidade de 1,0 mm/min. O aumento da dose de energia levou ao aumento do grau de conversão, assim como da resistência à flexão e do módulo de flexão. Para cada dose de energia, o grau de conversão diminuiu com o aumento da irradiância. Resistência à flexão e módulo de flexão alcançaram valores máximo em irradiância intermediária. A combinação de tempo de exposição e irradiância teve efeito significativo. Dessa forma, quando se tenta compensar irradiâncias superestimadas, diminuindo o tempo exposição, os valores de grau de conversão e de propriedades mecânicas diminuem. Quando se tenta compensar irradiâncias subestimadas aumentando o tempo de exposição, os valores de grau de conversão e de propriedades mecânicas ficam ainda maiores, levando ao desequilíbrio o efeito de baixa intensidade de ligações cruzadas nas propriedades flexurais.

WITZEL et al. (2005) avaliaram o efeito do método de fotoativação no grau de conversão, resistência à flexão, módulo de flexão, dureza Knoop e tensão de contração, submetendo os espécimes confeccionados com resina composta Filtek Z-250 (3M ESPE) e adesivo Scotchbond Multi-Purpose Plus (3M ESPE), à degradação em água e álcool. Os métodos de fotoativação foram: alta intensidade (600 mW/cm² por 40 segundos), baixa intensidade (200 mW/cm² por 120 segundos) e pulse-delay (600 mW/cm² por 1 segundo, 3 minutos de espera e 600 mW/cm² por 39 segundos). A dureza Knoop foi mensurada através de dez identações, grau de conversão por Espectroscopia FT-Raman, resistência à flexão e módulo de flexão através de ensaio em máguina universal de testes e, à flexão de contração por meio de teste mecânico. O grau de conversão do compósito não foi afetado pela fotoativação. O grau de conversão do adesivo foi estatisticamente maior usando 600 mW/cm² por 40 segundos, em comparação com os outros métodos que não diferiram entre si. A fotoativação não influenciou as propriedades do compósito, independentemente do meio de armazenagem. Após a armazenagem em etanol a resistência à flexão foi menor em espécimes irradiados com baixa intensidade. O método pulse-delay foi capaz de reduzir significativamente a tensão de contração. O método de fotoativação não afetou as propriedades do compósito, assim como a degradação pelo etanol. O mesmo, porém, não ocorreu com o adesivo, no qual o grau de conversão foi menor quanto se utilizou baixa intensidade e o método pulse-delay, enquanto a resistência à flexão após o

armazenamento em etanol foi reduzida quando baixa intensidade foi utilizada para fotoativação. O método *pulse-delay* reduziu significativamente a tensão de contração.

CALHEIROS et al. (2006) analisaram a influência da dose de energia na contração, grau de conversão e propriedades mecânicas de compósitos. Foram utilizados dois compósitos; Filtek Z-250 (3M ESPE) e Heliomolar (Ivoclar- Vivadent), fotoativados com constante irradiância (600 mW/cm²), mas com diferentes tempos de exposição, totalizando quatro diferentes doses de energia (6, 12, 24 e 36 J/cm²). Após armazenagem por 24 horas a 37ºC, os espécimes foram submetidos a ensaio de dureza Knoop, teste de grau de conversa através de espectroscopia infravermelha fotoacústica (PAS-IR), a tensão de contração foi mensurado através de uma haste de vidro de 5,0 mm de diâmetro acoplada, junto com duas outras hastes, a uma máguina de ensaio universal; e a resistência à flexão e o módulo de flexão foram determinadas através de ensaio mecânico com três pontos de apóio. Os dois compósitos se comportaram de maneira diferente quanto à tensão de contração; Filtek Z-250 quando exposto a 6 J/cm² obteve menores valores de tensão em comparação com as outras doses de energia que, por suas vezes, apresentaram valores estatisticamente semelhantes entre si. Para Heliomolar, aumentando a dose de energia, aumentou-se também à tensão de contração, exceto para doses de energia de 24 e 36 J/cm² que apresentaram valores estatisticamente semelhantes. Após 24 horas de armazenagem, não foram registradas diferenças estatísticas para grau de conversão e o módulo de flexão entre os compósitos. Em relação à resistência a flexão, para Filtek Z-250 os valores foram significativamente menores em 6 J/cm² em comparação com 24 e 36 J/cm². Para Heliomolar não houve diferença estatisticamente significativa entre os valores de dose de energia em relação à resistência à flexão. A dureza Knoop do Filtek Z-250 apresentou diferença entre os níveis de dose de energia, exceto para 12 e 24 J/cm² que apresentaram valores estatisticamente similares. A dureza Knoop do Heliomolar aumentou significativamente à medida que a dose de energia aumentava, exceto para 24 e 36 J/cm² que apresentaram valores estatisticamente semelhantes entre si. A dose de energia de 12 J/cm² seria suficiente para aumentar a resistência à flexão, módulo de flexão e grau de conversão e diminuir a tensão de contração, para ambos compósitos. A dureza Knoop superficial pode ser beneficiada com doses de energia entre 24 e 36

J/cm², dependendo do compósito. Enquanto o grau de conversão, módulo de flexão e resistência a flexão (somente para Heliomolar) não variaram significativamente entre 6 e 36 J/cm², os valores de tensão de contração variaram. Os clínicos devem evitar superexposição dos compósitos à fotoativação. Outras variáveis como microdureza e grau de conversão das amostras e resistência a degradação mecânica precisam ser avaliados antes que baixas doses de energia possam ser recomendadas com segurança para o uso clínico.

HUBBEZOGLU et al. (2007) avaliaram a microdureza dos compósitos Filtek Supreme XT (3M ESPE), Durafill VS (Heraeus Kulzer), Gradia Direct (GC Comporation) e Solitaire 2 (Heraeus Kulzer), polimerizados por aparelhos halógeno (Heliolux DLX), LED (Ultralight PB-070) e arco de plasma (Apollo 95E Elite). Os aparelhos operaram com diferentes irradiâncias, tempos de exposição e doses de energia. Tanto a superfície como a base dos espécimes foram submetidas à análise da microdureza Vickers. Para avaliar o tamanho e a distribuição das partículas de carga, um exemplar de 1,0 mm de espessura por 4,0 mm de diâmetro de cada resina composta foi preparado para o teste de microdureza e fotoativados com aparelho LED e, posteriormente, levados para análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os compósitos fotoativados com lâmpada halógena ou com LED resultaram em maiores valores de microdureza, embora isso pudesse depender do tipo de compósito. O arco de plasma utilizado de acordo com as instruções do fabricante resultou nos menores valores de microdureza para todos os materiais. O compósito nanoparticulado (Filtek Supreme XT) apresentou os maiores valores de microdureza em todos os regimes de fotoativação. O Filtek Supreme XT (nanoparticulado) apresentou os maiores valores de microdureza, seguido por Solitaire 2 (híbrido), independentemente da unidade de fotoativação utilizada; o efeito das unidades de fotoativação na microdureza foi material dependente; arco de plasma utilizado segundo as instruções do fabricante obteve os menores valores de microdureza em todos os compósitos; e, os valores de microdureza na base foram menores que os encontrados na superfície para todos os compósitos, independentemente da unidade de fotoativação utilizada.

CALHEIROS et al. (2007) avaliaram o grau de conversão e as propriedades mecânicas (dureza Knoop, resistência à flexão e módulo de flexão), de um compósitos experimental contendo BisGMA: TEGDMA, em função da dose de energia aplicada. Para a fotoativação foi utilizado aparelho halógeno (VIP Junior, Bisco) com irradiância de 500 mW/cm², por diversos tempos de exposição (6, 12, 24, 48 e 96 segundos), resultando em 5 diversas doses de energia (3, 6, 12, 24 e 48 J/cm²). O grau de conversão foi determinado através de espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR), a resistência à flexão e o módulo de flexão através de ensaio mecânico em máguina de ensaio universal e, dureza Knoop, através de micro-identações. O grau de conversão do topo não foi estatisticamente diferente entre as doses de energia de 6 e 12 J/cm² e entre 24 e 48 J/cm². O grau de conversão da base, o módulo de flexão e a dureza Knoop do topo apresentaram diferenças estatisticamente significantes entre todos os níveis de dose de energia. A resistência à flexão não variou entre 12 e 24 J/cm² e entre 24 e 48 J/cm². Dureza Knoop da base em 3 e 6 J/cm² foi similar. Durezas Knoop de topo e base foram diferentes até 12 J/cm². Analises de regressão mostraram a dose de energia acima de 12 J/cm² como variável independente em região plana. A dureza Knoop aumentou exponencialmente no topo e linearmente na base em função do grau de conversão. O módulo de flexão e a resistência à flexão aumentaram guase que linearmente com o grau de conversão da base acima de 55%. O grau de conversão e as propriedades mecânicas aumentaram com a dose de energia. Módulo de flexão, dureza Knoop (topo e base), grau de conversão na superfície não irradiada apresentaram aumento estatisticamente significante entre 24 e 48 J/cm². O grau de conversão na superfície irradiada e a resistência à flexão não foram influenciados pelas doses de energia acima de 24 J/cm². A dose de energia de 24 J/cm² foi à mínima necessária para se obter homogeneidade de polimerização entre os espécimes com 2,0 mm de espessura.

FRANCO *et al.* (2007) avaliaram o efeito de diferentes unidades fotoativadoras (uma halógena; Curing Light 2500 CL- 3M ESPE), e duas LED (Dabi Atlante e Ultrablue), com diferentes irradiâncias e tempos de exposição (20, 40 e 60 segundos), na resistência à tração e microdureza Knoop, do compósito Filtek Z-250 (3M ESPE). Os espécimes com formato de cone foram submetidos ao teste de resistência à tração até

fratura, em máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/ minuto e célula de carga de 50 kgf. Outros espécimes, de mesmo formato e dimensões, foram confeccionados para o ensaio de dureza Knoop. A microdureza foi determinada na base dos espécimes. Houve similaridade na resistência à tração com tempos de exposição de 20 e 40 segundos e alta resistência à tração quando 60 segundos de fotoativação foram utilizados. As lâmpadas halógenas proporcionaram resultados maiores quando comparadas aos aparelhos LED. Para todas as unidades, a variação do tempo de exposição não afetou a microdureza do compósito. Baixas irradiâncias necessitam de longos tempos de exposição para que se promova efeito similar ao obtido com aparelhos de alta irradiância. Não houve diferença significativa entre a resistência à tração quando 20 ou 40 segundos de tempo de exposição foram utilizados, os aparelhos com alta irradiância mostraram melhores resultados. O aparelho halógeno apresentou melhores resultados que os aparelhos LED utilizados neste estudo.

RESTON *et al.* (2008) avaliaram a microdureza Vickers da resina composta (Filtek Z-250, 3M ESPE) polimerizada com aparelho de luz halógena (Visilux 2 – 3M), LED de primeira geração (Optilight Plus – Gnatus) ou de terceira geração (Radii – SDI). A irradiância dos aparelhos foi verificada com radiômetro e constatou-se que o aparelho halógeno apresentava 400 mW/cm², o LED de primeira geração aproximadamente 100 mW/cm² e o LED de terceira geração cerca de 650 mW/cm². Após 7 dias de armazenagem, tanto o topo como a base das amostras foram submetidas ao teste de dureza Vickers. O LED de primeira geração apresentou valor significativamente menor de dureza de topo e base, em relação aos outros aparelhos que apresentaram resultados estatisticamente similares entre si. Não existe diferença significativa na microdureza entre as fontes de luz halógena (Visilux 2) e LED de terceira geração (Radii-SDI); existe diferença estatisticamente significativa entre as fontes de luz halógena e LED de terceira geração em relação ao LED de primeira geração; e , entre os LEDs estudos, o Radii apresentou os maiores valores de microdureza tanto na base como no topo.

GUIRALDO *et al.* (2009) avaliaram o efeito de um aparelho halógeno de quartzo tungstênio (XL 2500, 3M ESPE) com 700 mW/cm² de irradiância e de um arco de plasma (Apollo 95E, DMD) com 1400 mW/cm² de irradiância, na dureza Knoop e na alteração de temperatura durante a polimerização de compósitos (Filtek Z-250 e Esthet X, ambos na cor A3). O aumento da temperatura foi mensurado através de termopar conectado ao termômetro digital, e a dureza através de ensaio de dureza Knoop. Para ambos os compósitos, não houve diferença significativa nas durezas de superfície; entretanto, o arco de plasma promoveu valores de dureza Knoop na base dos espécimes, significativamente menores. As médias do aumento de temperatura não mostraram diferenças estatisticamente significativas. A padronização da irradiância mostrou não influenciar significativamente o aumento de temperatura dos compósitos, contudo, mostrou afetar significativamente a dureza Knoop.

GERDOLLE et al. (2009) estudaram a influência do modo de fotoativação com LED na cinética da contração de polimerização e no grau de conversão de três compósitos comercialmente disponíveis (Admira (Voco), Filtek Supreme XT P60 e Filtek Supreme XT Flow (ambos 3M ESPE)). O aparelho de fotopolimerização utilizado foi o LED Elipar Freelight 2 (3M ESPE) com 1000 mW/cm² de irradiância, em três métodos de fotoativação: luz contínua por 20 segundos, luz contínua por 40 segundos e modo exponencial (5 segundos de ativação e 15 segundos com irradiância máxima). Para avaliar a cinética da contração de polimerização foi utilizado o método slided glass. O grau de conversão foi avaliado através de espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR). P60 apresentou significativamente a menor contração, enguanto Filtek Supreme XT Flow a maior, conforme os métodos de fotoativação avaliados. Os métodos de exposição contínua, 20 e 40 segundos não mostraram nenhuma diferença na contração ou no grau de conversão. O método exponencial causou retardamento significativo na velocidade de contração e maior contração final. Não foram encontradas diferenças no grau de conversão entre os três métodos, independentemente do material. O uso de um material de baixa viscosidade em combinação com um material com grande quantidade de carga, polimerizados através de um aparelho do topo LED utilizando o modo exponencial de fotoativação, promove grau de conversão satisfatório e parece ser clinicamente útil.

FRÓES-SALGADO et al. (2009) pesquisaram o efeito da distância da ponta do aparelho fotoativador (3.0 ou 7.0 mm) e de diferentes métodos de fotoativação no grau de conversão e na microinfiltração de um compósito. Foram utilizados três métodos de fotoativação: 600 mW/cm² por 40 segundos, 400 mW/cm² por 60 segundos e 200 mW/cm² por 20 segundos acrescidos de 500 mW/cm² por 40 segundos. O compósito de eleição foi Esthet-X (Dentsply Caulk). Para a avaliação do grau de conversão, espécimes cilíndricos de 2,0 mm de altura e 5,0 mm de diâmetro foram confeccionados e submetidos à análise de espectroscopia FT-Raman tanto a base, como a superfície. Para o teste de microinfiltração foram utilizados incisivos bovinos com preparos tipo classe V. O sistema adesivo Prime & Bond NT (Dentsply Caulk) foi aplicado e a restauração foi feita em um incremento. Após os procedimentos restauradores, os dentes foram seccionados e submetidos à análise de microinfiltração utilizando nitrato de prata. O fator distância foi significativo somente no topo do compósito para o teste de grau de conversão. O grau de conversão foi estatisticamente menor para 7,0 mm em comparação aos grupos de 0 e 3 mm de distância. Nenhum dos fatores influenciou significativamente os resultados na base dos compósitos. O método soft-start produziu índices menores de microinfiltração em comparação aos métodos contínuos, principalmente quanto associados à distância de 7,0 mm. Com exceção os espécimes irradiados com 400 mW/cm² que não demonstraram variações nos valores nas distâncias testadas, maior microinfiltração foi observada para pequenas distâncias da ponta do aparelho fotoativador. O método soft-start reduziu a microinfiltração guando o distanciamento da ponta do aparelho fotopolimerizador promove menor nível de irradiância, que pode ocasionar discreta redução no grau de conversão.

VOLTARELLI *et al.* (2009) pesquisaram o efeito de diferentes unidades fotoativadoras, sendo uma de lâmpada halógena (Optilux 501, Demetron/Kerr), outra do tipo LED (Freelight Elipar 2, 3M ESPE), um laser de argônio (AccuCure 3000, LaserMed) e um arco de plasma de xenônio (Apollo 95E Elite, DMD); e de procedimentos de envelhecimento (ciclagem mecânica, termociclagem e armazenamento), na microdureza Knoop do compósito Filtek Z-250 (3M ESPE). Os espécimes confeccionados com 2,0 mm de espessura foram submetidos ao teste de microdureza Knoop realizados na superfície e na base, antes e depois dos procedimentos de envelhecimento. A dureza da

superfície e da base antes do envelhecimento dos espécimes fotoativados como arco de plasma apresentaram polimerização reduzida em comparação com os fotoativados com o aparelho de lâmpada halógena. Após termociclagem, o arco de plasma e o laser de argônio demonstraram polimerização reduzida em comparação com o LED e o aparelho halógeno. A ciclagem mecânica + terminociclagem + armazenamento e somente o armazenamento afetaram os valores de microdureza Knoop com todas as unidades de fotoativação. Quanto à base, não puderam ser observadas diferenças entre os procedimentos de envelhecimento para o arco de plasma. De todas as unidades fotoativadoras, o arco de plasma promoveu gualidade reduzida, e o envelhecimento piorou a dureza dos polímeros. Antes do envelhecimento, os compósitos fotoativados com arco de plasma tiveram dureza Knoop inferior tanto no topo como na base, em relação aos fotoativados com as demais unidades; o envelhecimento que envolveu armazenamento dos espécimes (ciclagem mecânica + termociclagem + armazenamento e armazenamento, somente) resultou em diminuição significativa dos valores de microdureza Knoop; e, na base dos espécimes, o envelhecimento foi prejudicial para os espécimes fotoativados com arco de plasma.

CERVEIRA *et al.* (2010) estudaram a influencia de unidades fotoativadoras no grau de conversão e na dureza Knoop de uma resina utilizada para fixação de dispositivos ortodônticos. Para a execução do trabalho duas unidades fotoativadoras foram utilizadas, uma de lâmpada halógena (Curing Light XL 3000, 3M Unitek) e outra LED (Orholux, 3M Unitek). Os tempos de exposição foram para o aparelho halógeno 10, 20 e 30 segundos e para o LED 5, 10 e 15 segundos. A resina selecionada foi a Transbond XT (3M Unitek). Os espécimes confeccionados eram de formato cilíndrico com 10,0 mm de diâmetro externo, 8,0 mm de diâmetro interno e 1,5 mm de espessura. O ensaio de dureza Knoop foi feito através de microidentações realizadas na base dos espécimes. Para avaliação do grau de conversão foi usada espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR) com refletância atenuada totalmente (ATR). Maior valor de dureza Knoop foi obtido com lâmpada halógena em 30 segundos (25,19 KNH) e 20 segundos (24,01 KNH) e o LED por 5 segundos (19,96 KNH), que não diferiram estatisticamente entre si. A luz halógena aplicada por 10 segundos não diferiu estatisticamente dos valores com lâmpada halógena por 20 segundos e de todos os

grupos de LED (5, 10 ou 15 segundos). Em relação ao, Não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas para o grau de conversão em todos os grupos, exceto para o LED aplicado por 5 segundos que resultou no menor grau de conversão e diferiu estatisticamente dos demais grupos. A dureza Knoop do compósito Transbond XT fotoativado com LED por 15 segundos foi similar à fotoativação com aparelho de lâmpada halógena por 10, 20 ou 30 segundos; o grau de conversão foi similar quando a fotoativação foi feita por LED ou por lâmpada halógena; e, a utilização de LEDs é capaz de reduzir eficientemente em cerca de 50% o tempo de exposição recomendado para os aparelhos de lâmpadas halógenas.

3. PROPOSIÇÃO

O objetivo neste estudo foi analisar a influência de diferentes irradiâncias e doses de energia emitidas pelo fotoativador na dureza Knoop, grau de conversão e contração de polimerização de compósitos odontológicos com diferentes partículas de carga.

4. MATERIAIS E MÉTODO

Os materiais, composição básica, fabricante e lote estão descritos no Quadro 1. **Quadro 1:** Materiais utilizados no estudo.

Compósito	Composição básica	Fabricante	Lote
Charisma	Monômeros: BisGMA e TEGDMA, 68:32 em massa. Carga: vidro de bário alumínio fluoretado (0,02-2 μm), dióxido de silício altamente disperso (0,02- 0,07 μm). Representa aproximadamente 78% em peso da resina composta. Cor: A3	Heraeus Kulzer – Hanau, Alemanha.	010318
Filtek Supreme XT	Monômeros:BisGMA,BisEMA, TEGDMA e UDMA.Carga:sílicananoparticulada (5-75 nm) enanoaglomeradosdezircônia e sílica (0.6-1.4μm).Representaaproximadamente78,5%em peso da resinacomposta.	3M ESPE, USA.	9FC

4.1 Mensuração da irradiância e do espectro de luz do aparelho fotoativador.

Antes dos procedimentos para confecção das amostras, a irradiância do aparelho e o espectro de luz emitido pelo fotoativador Bluephase G2 (Ivoclar-Vivadent, Amherst, NY) (Figura 1) foram avaliados.



Figura 1: Aparelho fotoativador Bluephase G2.

Para a mensuração da irradiância, o diâmetro da ponta do aparelho fotoativador foi medido com paquímetro digital (Mitutoyo, Tóquio, Japão) (Figura 2-A), a fim de determinar a área estabelecida para emissão de energia (cm²), por meio da fórmula*:*

Área =
$$π.r^2$$

Onde, π é a constante 3,1416 e r^2 corresponde ao raio do círculo da ponta do aparelho elevado à potência dois.

A potência (mW) foi verificada por meio de potenciômetro (Ophir 10A-V2-SH; Ophir Optronics, Har – Hotzvim, Jerusalém, Israel) (Figura 2-B) acoplado ao microprocessador (NOVA; Ophir Optronics, Har – Hotzvim, Jerusalém, Israel) (Figura 2-C e 2-D). Utilizando esses dados foi possível determinar a irradiância por meio da fórmula:

Irradiância (mW/cm²) = Potência (mW) / Área (cm²).



Figura 2- A: Paquímetro digital Mitutoyo, **B:** Potenciômetro Ophir 10A-V2-SH, **C:** Microprocessador NOVA, **D:** Avaliação da potência do aparelho fotoativador Bluephase.

Os dados obtidos estão listados no Quadro 2.

Quadro 2: Valores da irradiância para cada modo de ativação.

Modo de fotoativação	Diâmetro da ponta (cm)	Área de Emissão (cm²)	Potência (mW)	Irradiância (mW/cm²)
High	1,0	0,7854	1601,75	1258
Low	1,0	0,7854	836,50	657

Para análise da distribuição do espectro da luz emitida pelo aparelho fotoativador foi utilizado espectrômetro (USB 2000; Ocean Optics, Dunedin, FL, 34698, EUA), com corretor cossenoidal conectado ao computador. Os valores de irradiância (mW/cm²) e dos espectros emitidos foram transferidos para o programa Origin 6.1 (OriginLab Corp. Northampton, MA 01060, EUA) para obter, por meio de cálculos integrais da área, os valores da irradiância, na região do espectro entre 400 e 515 nm, onde está a zona de absorção da maior parte dos fotoiniciadores encontrados nos compósitos.

As análises da irradiância e do espectro de luz foram necessárias para verificar as condições técnicas do aparelho. Foi possível, então, estabelecer os valores de irradiância para cada faixa de comprimento de onda, e garantir que haveria interação adequada entre os compósitos selecionados para o estudo e a luz emitida pelo aparelho.



Figura 3: Gráfico comprimento de onda *versus* irradiância do aparelho Bluephase para alta (1200 mW/cm²), média (650 mW/cm²) e baixa irradiância (300 mW/cm²).

4.2 Condições de fotoativação e confecção do espaçador.

As condições de fotoativação estabelecidas no trabalho estão listadas no Quadro 3.

Quadro 3: Condições de fotoativação utilizadas no estudo.

Intensidade	Irradiância (mW/cm²)	Tempo de exposição (segundos)	Dose de energia (J/cm²)
Baixa	300	20	6
Média (Low)*	657	20	13
Alta (High)	1258	20	25

O modo de fotoativação "low" do aparelho foi considerado no estudo como intensidade média.

Visando a obter intensidade de 300 mW/cm² foi necessário confeccionar um espaçador para se interpor entre a ponta do aparelho fotoativador e a superfície do compósito ser fotoativado.

O modo de ativação do aparelho Bluephase foi ajustado para operar na capacidade *low,* correspondendo a 657 mW/cm². A área de emissão da ponta do aparelho foi determinada em 0,7854 cm². Com base nessas condições, o espaçador foi confeccionado com uma barra cilíndrica de Teflon de 1,27 cm de diâmetro externo por 0,8 cm de diâmetro interno, inicialmente dimensionado com 5,0 cm de comprimento.

No procedimento de confecção do espaçador, a barra de teflon foi progressivamente cortada até que a interposição dele, entre a ponta do aparelho e a superfície do potenciômetro, resultasse na obtenção da irradiância de 315 mW/cm².

4.3 Confecção das matrizes.

As matrizes (Figura 4) foram confeccionadas com uma barra maciça de latão com diâmetro de 12,27 cm (DE).



Figura 4 – Matrizes de latão utilizadas no estudo.

Um orifício interno de 8,0 mm de diâmetro (DI) foi confeccionado no centro geométrico da barra (Figura 5-A). Posteriormente, a barra foi cortada em seções com espessura de 2,0 mm (Figura 5-B), obtendo 60 matrizes.



Figura 5 – Dimensões das matrizes; A: *DI* = diâmetro interno, *DE* = diâmetro externo; B: *A*= altura.

Após a confecção, as matrizes foram submetidas ao acabamento interno com borracha abrasiva, acoplada ao mandril da peça reta do micromotor (Kavo, Joinville, SC), funcionando em baixa velocidade de rotação. O acabamento interno foi realizado para promover superfície lisa, sem irregularidades que pudessem imbricar a resina, interferindo na resultante da tensão de contração de polimerização e dificultando a visualização de fenda.

As matrizes receberam identificações para estabelecer o lado da superfície e da base das amostras. A base foi identificada com algarismos romanos (I, II, III, IV e V) e a superfície com algarismos arábicos (1, 2, 3, 4 e 5), marcados com grafite (Figura 6).



Figura 6 – A: superfície da matriz; B: base da matriz.

4.4 Confecção das amostras.

Duas marcas de compósitos comercialmente disponíveis no mercado foram selecionadas para o trabalho: Charisma (Heraeus Kulzer) e Filtek Supreme XT (3M ESPE) (Figura 7- A e B).





Figura 7 – A: compósito Charisma e B: compósito Filtek Supreme XT.

Os grupos experimentais estão listados no Quadro 4.

Quadro 4: Grupos experimentais.

Grupos	Compósitos	Irradiância	Número de espécimes
Α	Filtek Supreme XT	Baixa	5
В	Filtek Supreme XT	Média	5
С	Filtek Supreme XT	Alta	5
D	Charisma	Baixa	5
E	Charisma	Média	5
F	Charisma	Alta	5

As matrizes foram posicionadas sobre uma placa de vidro revestida com uma tira de poliéster (Figura 8-A). O compósito foi inserido em incremento único e acomodado de maneira que preenchesse toda a matriz (Figura 8-B). Outra tira de poliéster foi colocada sobre a superfície da matriz (Figura 8-C) e uma lamínula de vidro acomodada sobre a

tira matriz (Figura 8-D), para possibilitar que as superfícies das amostras ficassem planas.

A fotoativação foi realizada de acordo com o protocolo de cada grupo, sendo que o espaçador (Figura 8-E) foi utilizado nos grupos A e D para obter intensidade de 300 mW/cm². Nos outros grupos B, C, E e F, a ponta do fotoativador foi posicionada em contato com a lamínula de vidro (Figura 8-F). O aspecto final da amostra finalizada está ilustrado na Figura 8-G.











Figura 8 – Seqüência de confecção das amostras.

Cada conjunto (matriz e amostra) foi colocado em recipiente escuro, fechado e a seco, e previamente identificado até completar 5 amostras por grupo. Em seguida, o acabamento e polimento manuais foram realizados com lixas de carboneto de silício de granulação decrescente (400, 600 e 1200), refrigeradas com água destilada. Após a utilização de cada lixa, as amostras eram lavadas com água destilada e as marcações de topo e base, que eventualmente saiam, eram refeitas. Após esse procedimento, as amostras eram lavadas em água destilada, secas com papel absorvente, colocadas nos respectivos recipientes (Figura 9) e armazenadas em estufa a 37°C por 24 horas.



Figura 9: Recipientes onde as amostras foram armazenadas.

4.5 Ensaio de dureza Knoop.

Depois da armazenagem, as amostras foram submetidas ao teste de microdureza Knoop em durômetro Shimadzu (modelo HMV-S, Japão) (Figura 10). Foram realizadas cinco penetrações por superfície (topo e base), com carga de 50 gf por 5 segundos.



Figura 10: Durômetro Shimadzu.

As penetrações foram realizadas uma no centro e as demais em pontos equidistantes e próximos a borda (Figura 11).



Figura 11: Esquema do posicionamento das penetrações.

4.6 Análise da formação de fenda causada pela contração de polimerização.

As mesmas amostras submetidas ao ensaio de dureza Knoop foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura (MEV JEOL, JSM – 5600 LV, Tóquio, Japão) para verificação da fenda entre material e matriz.

O microscópio foi calibrado para operar em baixo vácuo, sinal *Shadow*, entre 15 e 17 de quilovoltagem, aumento de 1000 vezes e distância de trabalho padronizada. Na matriz metálica foram marcados quatro pontos (Figura 12), para padronizar a análise da fenda. As marcações foram feitas também em grafite para que pudessem ser visualizadas.



Figura 12: Esquema das áreas analisadas para avaliação das fendas.

Foram feitas duas tomadas de imagens para cada ponto, totalizando oito por amostra. As imagens selecionadas foram carregadas no programa UTHSCSA *ImageTool* para Windows versão 3.0 (Desenvolvido por: Don Wilcox, Brent Dove, Doss McDavid e David Greer – The University of Texas Health Science Center in San Antonio) (Figura 13), que auxiliou na mensuração da extensão das fendas.



Figura 13: Fotomicrografia da fenda obtido no Programa ImageTool.

Para cada imagem da fenda foram realizadas três medidas (Figura 14), sendo uma no centro e as demais nas extremidades. A média aritmética obtida foi considerada o tamanho da fenda para aquele determinado ponto e a média aritmética dos quatro pontos representou o tamanho médio da fenda para a amostra.



Figura 14: Esquema das medidas feitas para cada ponto, onde *M1, M2* e *M3* representam os locais onde foram mensuradas as extensões da fenda. A média aritmética entre *M1, M2* e *M3* representa o valor médio da fenda para o ponto A.

4.7 Ensaio de grau de conversão.

Para análise do grau de conversão, trinta amostras foram confeccionadas da mesma forma que as utilizados no ensaio de dureza Knoop e de contração de polimerização. Após esse procedimento, as amostras eram lavadas em água destilada, secas com papel absorvente, colocadas nos respectivos recipientes e armazenadas em estufa a 37ºC por 24 horas.

Após esse período, as amostras foram analisadas em espectrômetro de raios infravermelhos transformado de Fourier - FTIR (Spectrum 100 Optica; Perkin Elmer, MA, USA) (Figura 15), com elemento de refletância total atenuada acoplado (ATR), com cristal horizontal de Seleneto de Zinco (Pike Technologies, Madison, WI, USA) funcionando como substrato ativo para os raios infravermelhos.

Antes do posicionamento da amostra sobre o cristal, o programa Spectrum versão 6.3.1 (Perkin Elmer, 2007) foi acionado no microcomputador acoplado ao espectrômetro para visualização e análise dos gráficos.

Antes de cada análise foi feito o *background* padronizado em 3 *scans*. Concluída essa etapa, a amostra foi posicionada sobre o cristal, a força foi ajustada para 90 N e o número de *scans* ajustado em 16. Para análise do grau de conversão utilizou-se a faixa de comprimento de onda entre 1589,90 - 1659,06 cm⁻¹.

Antes da mensuração das amostras propriamente dita, um incremento de cada resina não polimerizada foi analisado para se estabelecer o padrão de ligações no estado monomérico.

O cálculo do grau de conversão foi feito com base na proporção entre as duplas ligações de carbono alifáticas e aromáticas, usando como padrão o compósito nos estados monomérico e polimérico. Durante a polimerização, a absorbância de duplas ligações aromáticas de carbono permanece constante, porém há redução da quantidade das ligações alifáticas (C=C) à medida que o monômero se converte em polímero.

Considerando a relação entre grau de conversão e absorbância das cadeias aromáticas e alifáticas, antes e depois da polimerização do compósito, foram obtidos no gráfico os valores da altura total nos picos de absorbância em 1638 cm⁻¹ (cadeias alifáticas) e 1608 cm⁻¹ (cadeias aromáticas), antes e depois da polimerização.

A fórmula utilizada para mensuração do grau de conversão foi:

Grau de conversão (%) = (1 - R polimerizado / R não polimerizado) X 100,

Onde: *R polimerizado* corresponde a intensidade em 1638 cm⁻¹ dividida pela intensidade em 1608 cm⁻¹ no compósito já polimerizado; e R não polimerizado corresponde a intensidade em 1638 cm⁻¹ dividida pela intensidade em 1608 cm⁻¹ no compósito não polimerizado.

Esses cálculos foram realizados no programa Microsoft® Office Excel 2007 (Microsof Office Professional Edição 2007, Microsoft Corporation)



Figura 15: Espectrômetro de raios infravermelhos transformado de Fourier - FTIR com elemento de refletância total atenuada acoplado (ATR).

4.8 Análise estatística.

Para análise estatística utilizou-se a ANOVA três fatores (local, material e irradiância) para dureza e grau de conversão, e dois fatores (material e irradiância) para contração; e o teste de Tukey em nível de significância de 5%.

5.1 Dureza Knoop

A análise de variância mostrou que para dureza, o fator material apresentou valor com diferença significativa (p = 0,00001), assim como os fatores irradiância (p = 0,00001) e local (p = 0,00001). A interação entre os fatores material e irradiância (p = 0,02060) e a interação entre irradiância e local (p = 0,00001) também foram significativas. A interação entre material e local (p = 0,00001) também foram significativas. A interação entre material e local (p = 0,31835) e a entre material, irradiância e local (p = 0,51279) não foram significativa (Tabela 1).

Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F	Р
Material (M)	1	37273,85	37273,85	3564,01	0,00001
Irradiância (I)	2	1546,61	773,30	73,94	0,00001
Local (L)	1	1917,05	1917,05	183,30	0,00001
M x I	2	87,54	43,77	4,18	0,02060
M x L	1	10,68	10,68	1,02	0,31835
I x L	2	991,15	495,57	47,38	0,00001
MxIxL	2	14,35	7,17	0,68	0,51279
Resíduo	48	502,00	10,45		
Total	59	42343,25			

Tabela 1: Análise de Variância para dureza.

Média Geral = 74,17

Coeficiente de Variação = 4,36%

A Tabela 2 mostra que os materiais Charisma e Filtek Supreme XT apresentaram valores com diferença estatisticamente significante, independente da irradiância e local, sendo o maior valor para Filtek Supreme XT.

Tabela 2: Valores médios de dureza Knoop (KNH) para os compósitos, independente do local e das irradiâncias.

Material	Dureza Knoop
Charisma	49,24 ±(8,66) B
Filtek Supreme XT	99,09 ±(9,98) A

Médias seguidas por letras diferentes maiúsculas indicam diferenças significativas pelo teste de Tukey (5%).

As Tabela 3 e Figura 16 mostram que independente do local, as irradiâncias de 650 mW/cm² e 1200 mW/cm² apresentaram valores de dureza estatisticamente similares entre si e maiores que o obtido com 300 mW/cm². Em todas as irradiâncias o Filtek Supreme XT apresentou maiores valores de dureza que Charisma.

Tabela 3: Valores médios de dureza Knoop (KNH) para os compósitos submetidos a diferentes irradiâncias, independente do local.

Compósito	300 mW/cm ²	650 mW/cm ²	1200 mW/cm ²
Charisma	43,74 ±(12,60) bB	51,14 ±(5,03) aB	52,85 ±(2,40) aB
Filtek Supreme XT	90,28 ±(12,16) bA	103,37 ±(5,74) aA	103,65 ±(3,28) aA

Médias seguidas por letras diferentes, minúsculas em cada linha e maiúsculas em cada coluna, indicam diferenças significativas pelo teste de Tukey (5%).



Figura 16: Ilustração gráfica dos valores médios de dureza Knoop dos compósitos submetidos a diferentes irradiâncias.

No topo, para ambos os materiais, a interação entre irradiância e local, (Tabela 4 e Figuras 17 e 18) não mostrou diferença estatisticamente significante entre as irradiâncias. Para a base, 650 mW/cm² e 1200 mW/cm² apresentaram valores similares e significativamente maiores que os promovidos por 300 mW/cm². Para Charisma houve diferença estatisticamente significante entre topo e base, exceto para a interação para a irradiância de 1200 mW/cm², onde os valores de dureza foram estatisticamente similares.

No Filtek Supreme XT a diferença estatística entre topo e base ocorreu na irradiância de 300 mW/cm². Houve diferença estatística significante no topo e base entre materiais em todas as irradiâncias (asterisco), com maior valor para Filtek Supreme XT.

Compósito	Irradiância	Торо	Base
Charisma	300 mW/cm ²	55,54 ±(2,46) aA	31,95 ±(1,86) bB
Charisma	650 mW/cm ²	55,59 ±(1,97) aA	46,68 ±(1,85) bA
Charisma	1200 mW/cm ²	54,83 ±(1,64) aA	50,88 ±(0,72) aA
Filtek Supreme	300 mW/cm ²	101,19 ±(4,82) aA*	79,37 ±(3,48) bB*
Filtek Supreme	650 mW/cm ²	105,80 ±(3,68) aA*	100,94 ±(6,76) aA*
Filtek Supreme	1200 mW/cm ²	105,90 ±(2,78) aA*	101,28 ±(1,63) aA*

Tabela 4: Valores médios de dureza Knoop (KNH) para os compósitos submetidos a diferentes irradiâncias no topo e base.

Médias seguidas por letras minúsculas diferentes em cada nível de irradiância para cada material comparando topo e base, e médias seguidas por letras maiúsculas diferentes em cada região para cada material comparando irradiâncias diferem pelo teste de Tukey (5%). Asterisco (*) significa diferença estatística no topo ou na base quando Charisma e Filtek Supreme XT foram comparados.



Figura 17: Ilustração gráfica dos valores médios de dureza Knoop do compósito Charisma submetido a diferentes irradiâncias, para topo e base.


Figura 18: Ilustração gráfica dos valores médios de dureza Knoop do compósito Filtek Supreme XT submetido a diferentes irradiâncias, para topo e base.

5.2 Grau de conversão

A análise de variância mostrou que para grau de conversão (Tabela 5), os fatores material (p = 0,00026), irradiância (p = 0,00004) e local (p = 0,00002) foram com diferença significativa. A interação entre os fatores material e irradiância não foi significativa (p = 0,19518), enquanto as interações entre irradiância e local (p = 0,00657) e entre material e local (p = 0,00813) apresentaram diferença significativa, assim como. A interação entre material, irradiância e local não foi significativa (p = 0,16519).

Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F	Р
Material (M)	1	306,09	306,09	17,93	0,00026
Irradiância (I)	2	537,31	268,65	15,73	0,00004
Local (L)	1	535,09	535,09	31,34	0,00002
M x I	2	57,40	28,70	1,68	0,19518
M x L	1	138,07	138,07	8,08	0,00657
IxL	2	182,54	91,27	5,34	0,00813
MxIxL	2	63,42	31,71	1,85	0,16519
Resíduo	48	819,29	17,06		
Total	59	2639,25			

Tabela 5: Análise de Variância para o grau de conversão.

Média Geral = 48,77

Coeficiente de Variação = 8,47%

Charisma e Filtek Supreme XT (Tabela 6) apresentaram diferença estatisticamente significante independentemente da irradiância e do local, sendo que Filtek Supreme XT apresentou valores significativamente menores que os de Charisma.

Tabela 6: Valores médios de grau de conversão (%) para os compósitos, independente do local e da irradiância.

Material	Grau de conversão
Charisma	51,02 ±(8,27) A
Filtek Supreme XT	46,51 ±(3,46) B

Médias seguidas por letras diferentes maiúsculas indicam diferenças significativas pelo teste de Tukey (5%).

As Tabela 7 e Figura 19 mostram que para o Charisma, independente do local, a irradiância de 1200 mW/cm² apresentou valores de grau de conversão estatisticamente maiores que os das irradiâncias 300 e 650 mW/cm², ambas com valores similares. Para

o Filtek Supreme XT o maior grau de conversão foi promovido pela irradiância de 1200 mW/cm² e o menor pela irradiância de 300 mW/cm², sendo que a irradiância de 650 mW/cm² apresentou valor intermediário. Com exceção da irradiância de 650 mW/cm² que não mostrou diferença significativa entre os compósitos, 300 e 1200 mW/cm² promoveram maiores valores para Charisma.

Tabela 7: Valores médios de grau de conversão (%) para os compósitos submetidos a diferentes irradiâncias, independente do local.

Compósito	300 mW/cm ²	650 mW/cm ²	1200 mW/cm ²
Charisma	48,02 ±(9,21) bA	48,80 ±(9,17) bA	56,25 ±(2,35) aA
Filtek Supreme XT	43,39 ±(3,46) bB	46,73 ±(2,04) abA	49,40 ±(1,52) aB

Médias seguidas por letras diferentes, minúsculas em cada linha e maiúsculas em cada coluna, indicam diferenças significativas pelo teste de Tukey (5%).



Figura 19: Representação gráfica das médias de grau de conversão (%) para os compósitos em diferentes intensidades de irradiância.

De acordo com os resultados da Tabela 8 e Figuras 20 e 21, para ambos os materiais, a interação entre irradiância e topo, não proporcionou diferença estatisticamente significante entre as irradiâncias. Para base, o Charisma com irradiância de 1200 mW/cm² proporcionou valor significativamente maior que as de 300 e 650 mW/cm², ambas sem diferença estatística.

No Filtek Supreme XT, a irradiância de 1200 mW/cm² proporcionou o maior valor de grau de conversão e a irradiância de 300 mW/cm² o menor valor. A irradiância de 650 mW/cm² proporcionou valor intermediário. Houve diferença estatística significante no topo entre materiais em todas as irradiâncias (asterisco), com maior valor para Charisma. Na base, a diferença estatística foi promovida pela irradiância 1200 mW/cm², com maior valor para Charisma.

Compósito	Irradiância	Торо	Base
Charisma	300 mW/cm ²	54,73 ±(2,43) aA*	41,31 ±(8,52) bB
Charisma	650 mW/cm ²	54,97 ±(1,30) aA*	42,63 ±(9,62) bB
Charisma	1200 mW/cm ²	56,89 ±(2,17) aA*	55,62 ±(2,59) aA*
Filtek Supreme	300 mW/cm ²	45.86 ±(1.76) aA	40.90 ±(2.92) aB
XT			,,
Filtek Supreme	650 mW/cm ²	48 17 +(1 53) aA	45 29 +(1 35) aAB
XT		10,17 ±(1,00) art	10,20 ±(1,00) and
Filtek Supreme	1200 mW/cm ²	49 89 +(1 03) a ∆	<u>48 91 +(1 88) aΔ</u>
ХТ		+0,00 ±(1,00) aA	+0,01 ±(1,00) aA

Tabela 8: Valores médios de grau de conversão (%) para os compósitos submetidos a diferentes irradiâncias para topo e base.

Médias seguidas por letras minúsculas diferentes em cada irradiância em cada material comparando topo e base, e médias seguidas por letras maiúsculas diferentes em cada região para cada material comparando irradiâncias diferem pelo teste de Tukey (5%). Asterisco (*) significa diferença estatística no topo ou na base quando Charisma e Filtek Supreme XT foram comparados.



Figura 20: Ilustração gráfica dos valores médios de grau de conversão (%) do compósito Charisma submetido a diferentes intensidades de irradiância.



Figura 21: Ilustração gráfica dos valores médios de grau de conversão (%) do compósito Filtek Supreme XT submetido a diferentes intensidades de irradiância.

5.3 Contração de polimerização.

A análise de variância para contração (Tabela 9) mostra que o fator material apresentou diferença significativa (p= 0,0007). O fator irradiância (p = 0,55604) e a interação entre os fatores material e irradiância (p = 0,64295) não foram significantes.

Variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F	Р
Material (M)	1	148,07	148,07	28,89	0,00007
Irradiância (I)	2	6,25	3,12	0,61	0,55604
M x I	2	4,69	2,34	0,45	0,64295
Resíduo	48	122,99	5,12		
Total	29	282,027			

Tabela 9: Análise de Variância para contração de polimerização.

Média Geral = 20,16

Coeficiente de Variação = 11,22%

De acordo com os resultados da Tabela 10 e Figura 22, Charisma e Fitek Supreme XT apresentaram diferença estatisticamente significante em todas as irradiâncias, sendo que Filtek Supreme XT apresentou valores menores que Charisma. Para ambos os materiais, as irradiâncias não promoveram diferença estatística na dimensão da fenda.

Tabela 10: Valores médios das dimensões das fendas (µm) para os compósitos submetidos a diferentes irradiâncias.

Compósito	300 mW/cm ²	650 mW/cm ²	1200 mW/cm ²
Charisma	22,23 ±(1,27) aA	22,45 ±(0,96) aA	22,46 ±(1,83) aA
Filtek Supreme XT	17,24 ±(2,25) aB	17,43 ±(2,03) aB	19,13 ±(3,96) aB

Médias seguidas por letras diferentes, minúsculas em cada linha e maiúsculas em cada coluna, indicam diferenças significativas pelo teste de Tukey (5%).



Figura 22: Ilustração gráfica das médias das dimensões das fendas (μm) para os compósitos.

6. DISCUSSÃO

O objetivo neste estudo foi analisar a influência de diferentes irradiâncias emitida pelo fotoativador na dureza Knoop, grau de conversão e contração de polimerização de compósitos odontológicos com diferentes partículas de carga.

6.1 Dureza Knoop

O teste de dureza Knoop é freqüentemente utilizado para avaliar a eficiência da polimerização do compósito, sendo apontando como teste bastante sensível ao efeito de diferenças de irradiância (Hubbezoglu *et al.,* 2007). Além disso, a dureza é geralmente correlacionada com resistência mecânica, rigidez e resistência intraoral ao amaciamento e, quando correlacionada ao grau de conversão, é um importante teste para predeterminar o sucesso clínico do compósito (Rueggeberg & Craig, 1988, Calheiros *et al.,* 2006, Hubbezoglu *et al.,* 2007).

Neste estudo, os materiais Charisma e Filtek Supreme XT apresentaram valores de dureza Knoop diferentes estatisticamente, independente da irradiância e local, sendo o maior valor para Filtek Supreme XT (Tabela 2). Uma das possíveis explicações para esse resultado seria a diferença de tamanho das partículas de carga dos compósitos. Filtek Supreme XT é um compósito nanoparticulado, permitindo maior área de contato entre a carga e a matriz orgânica, quando comparado com o Charisma com carga microhíbrida. O maior contato entre carga e matriz orgânica permitiria melhores condições de molhamento das partículas de carga pela matriz orgânica, formando uma estrutura mais dura que poderia ser mais resistente à penetração mecânica (Hubbezoglu I. *et al.,* 2007). Outra possível razão para esse resultado seria o fato de as partículas de carga do Filtek Supreme XT estarem agrupadas, formando os chamados *nanoclusters.* Esses aglomerados possuem de 0,6 a 1,4 µm de tamanho e agem como um corpo único permitindo alto conteúdo de carga por volume de massa, portanto, maior resistência do material. O formato das partículas de carga também parece ser um fator significante na dureza do material. As partículas esféricas, como as do Filtek

Supreme XT, permitem incorporação de maior quantidade de partículas por volume que as de formato irregular, como as do Charisma, fato que aumenta a dureza do compósito (Chung *et al.*, 1990, Beun *et al.*, 2007, Hubbezoglu *et al.*, 2007).

Independente do local, as irradiâncias de 650 mW/cm² e 1200 mW/cm² apresentaram valores de dureza estatisticamente similares entre si e maiores que o obtido com 300 mW/cm². Em todas as irradiâncias o Filtek Supreme XT apresentou maiores valores de dureza que Charisma (Tabela 3). O aumento da dureza Knoop parece estar vinculado ao aumento da irradiância, considerando que 300 mW/cm² promoveu valores de dureza significativamente menores que os de 650 mW/cm² e 1200 mW/cm². Isso poderia ser atribuído ao fato da taxa de produção de radicais livres ser diretamente proporcional à irradiância absorvida pelo material (Correr *et al.,* 2005, Watts, 2005, Calheiros *et al.,* 2006). Além disso, altas irradiâncias geram no monômero a formação de múltiplos centros de crescimento, assim como baixas irradiâncias estão associadas ao desenvolvimento de poucos centros de crescimento. Múltiplos centros de ligações cruzadas no polímero, enquanto poucos centros de crescimento estão freqüentemente relacionados às estruturas poliméricas mais lineares e com menor densidade de ligações cruzadas (Vandewalle *et al.,* 2004; Voltarelli *et al.,* 2009).

Assim, quanto maior a densidade de ligações cruzadas maior é a dureza do polímero (Vandewalle *et al.*, 2004; Voltarelli *et al.*, 2009), o que confirmaria os resultados de dureza obtidos do presente estudo em função dos níveis de irradiância. Entretanto, a similaridade entre os resultados promovidos pelas irradiâncias de 650 mW/cm² e 1200 mW/cm² pode ser devido à natureza autolimitante da reação de polimerização. À medida que o material se polimeriza durante a reação promove diminuição na mobilidade dos monômeros remanescentes e das cadeias poliméricas em formação. Conseqüentemente, o aumento da irradiância e da dose de energia não seria eficaz para aumentar o nível de conversão devido à saturação da polimerização, impedindo que as propriedades mecânicas fossem melhoradas (Halvorson RH. *et al.*, 2002, Calheiros FC. *et al.*, 2004, Calheiros FC. *et al.*, 2007).

Assim sendo, a mensuração da dureza na base seria importante para a avaliação da efetividade da polimerização na amostra como um todo (Neo BJ. *et al.,* 2005, Hubbezoglu I. *et al.,* 2007).

Para Charisma houve diferença estatisticamente significante entre topo e base, exceto para a interação para a irradiância de 1200 mW/cm², onde os valores de dureza foram estatisticamente similares. No Filtek Supreme XT a diferença estatística entre topo e base ocorreu na irradiância de 300 mW/cm² (Tabela 4). Esta diferença nos valores de topo e base podem se devido ao fato que à medida que a luz passa através do compósito, a intensidade diminui gradativamente devido à absorção, dispersão e reflexão promovidas pelas partículas de carga e matriz resinosa. A diminuição da dureza do topo para a base sugere que a eficácia da polimerização também diminui gradativamente entre essas regiões (Yoon e*t al.,* 2002; Neo *et al.,* 2005; Calheiros *et al.,* 2007; Hubbezoglu *et al.,* 2007; Reston *et al.,* 2008).

Entretanto, a similaridade entre os valores de dureza Knoop do topo e da base do compósito Charisma fotopolimerizado com 1200 mW/cm² pode ser atribuída ao tamanho das partículas de carga. Maiores que as do Filtek Supreme XT, as partículas refletiram e/ou dispersaram menor quantidade de luz, permitindo que a irradiância de 1200 mW/cm² por 20 segundos fosse suficiente para polimerizar uniformemente topo e base da amostra (Hubbezoglu *et al.,* 2007, Satterthwaite *et. al.,* 2009). Já no Filtek Supreme XT a similaridade entre os valores de topo e base para as irradiâncias de 650 mW/cm² e 1200 mW/cm² pode ser resultado da reflexão da luz através do compósito e da alteração do índice de refração do material durante a polimerização, levando a estabilização da irradiância na base (Chen e*t al.,* 2005, Fróes-Salgado *et al.,* 2009).

6.2 Grau de conversão.

O grau de conversão é uma medida do percentual de duplas ligações de carbono que foram convertidas em ligações simples de carbono para formar uma cadeia polimérica (Cerveira *et al.*, 2010). Valores reduzidos de grau de conversão podem estar associados às propriedades mecânicas deficientes dos compósitos (Ferracane & Grenner, 1986), como menor dureza, menor resistência à fratura e ao desgaste (Vandewalle *et al.*, 2004) e também ao aumento da citotoxicidade. (Satterthwaite *et. al.*, 2009)

Neste estudo, Charisma e Filtek Supreme XT (Tabela 6) apresentaram diferença estatisticamente significante independentemente da irradiância e do local, sendo que

Filtek Supreme XT apresentou valores significativamente menores que os de Charisma. A diferença entre os tamanhos das partículas desses compósitos parece ser fator relevante para este resultado. Acredita-se que quanto menor o tamanho das partículas de carga, mais intensos serão os fenômenos de dispersão e reflexão da luz durante a fotoativação, diminuindo o grau de conversão (Turssi *et al.,* 2005, Hubbezoglu *et al.,* 2007, Satterthwaite *et. al.,* 2009). A maior concentração de monômeros de alto peso molecular no compósito Filtek Supreme XT também pode ser uma das possíveis razões para o menor grau de conversão polimérica, considerando que monômeros de alto peso molecular, como BisGMA e UDMA, podem dificultar a interação com os radicais livres que possuem restrição na mobilidade e dificultam a livre rotação desses radicais em torno das ligações duplas (Yoon *et al.,* 2002; Amirouche-Korichi *et al.,* 2009; Miyazaki, 2010).

Por outro lado, os resultados obtidos (Tabela 7) mostram que para o Charisma e Filtek Supreme XT, com a irradiância de 1200 mW/cm², houve aumento estatisticamente significativo do grau de conversão. Este fato parece sugerir que há correlação entre irradiância e grau de conversão, considerando que a taxa de produção de radicais livres parece ser diretamente proporcional à irradiância absorvida (Watts, 2005; Calheiros *et al.*, 2006). Porém, estudos prévios mostram que a correlação entre irradiância e grau de conversão não é considerada linear. Acredita-se que a partir de uma determinada irradiância há tendência de estabilização do grau de conversão (Halvorson *et al.*, 2002; Calheiros *et al.*, 2004; Calheiros *et al.*, 2007; Gerdolle *et al.*, 2009). O processo de estabilização ocorreria porque a geração de altas concentrações de radicais livres promovida pelas altas irradiâncias formaria maior quantidade de regiões de microgel que, por sua vez, dificultam a mobilidade dos radicais e dos monômeros (Halvorson *et al.*, 2002; Calheiros *et al.*, 2004; Calheiros *et al.*, 2007).

Os resultados para grau de conversão nas regiões de topo e base mostraram que no Charisma, as irradiâncias de 300 mW/cm² e 650 mW/cm² promoveram diferenças significativas, sendo os valores da base significativamente menores em relação aos de topo (Tabela 8).

A diferença encontrada pode sugerir que as irradiâncias de 300 mW/cm² e 650 mW/cm² são insuficientes para promover uniformidade do grau de conversão em todo volume da amostra. Assim, o menor grau de conversão da base pode ser resultado da

diminuição gradativa da intensidade ocorrida pela absorção, dispersão e reflexão da luz pelas partículas de carga e matriz resinosa (Yoon e*t al.,* 2002; Neo *et al.,* 2005; Calheiros *et al.,* 2007; Hubbezoglu *et al.,* 2007; Reston *et al.,* 2008). A similaridade do grau de conversão entre topo e base na irradiância de 1200 mW/cm² pode confirmar a hipótese que altas doses de energia polimerizaram uniformemente todo o incremento. Portanto, mesmo que a luz seja refletida, dispersa e absorvida, a quantidade de luz que atinge a base do incremento seria suficiente para converter ligações duplas de carbono com similar eficiência da luz que atinge a superfície da amostra (Fróes-Salgado *et al.,* 2009; Hubbezoglu *et al.,* 2007).

Para Filtek Supreme XT, os resultados mostraram que qualquer que seja a irradiância não houve diferença entre topo a base (Tabela 8). Esse resultado pode ser proveniente da reflexão da luz através do compósito e da alteração do índice de refração do material durante a polimerização, culminando na estabilização da irradiância na base (Chen et al., 2005, Fróes-Salgado et al., 2009).

6.3 Contração de polimerização.

A tensão de contração de polimerização dos compósitos representa risco de formação de fendas marginais quando o material é polimerizado na cavidade (Asmussen & Peutzfeldt, 2005). A contração de polimerização é uma característica inerente aos monômeros porque antes da polimerização a união molecular se estabelece por meio das forças de van der Waals e depois da polimerização são substituídas por ligações covalentes, resultando na contração do material e, conseqüentemente, tensões de contração (Anusavice, 2005). A contração de polimerização parece ser um processo complexo envolvendo muitos fatores, como: número de ligações covalentes formadas, características dos monômeros constituintes do compósito, razão, tamanho e tipo das partículas de carga, presença de agentes de ligação cruzada, concentração de fotoinicadores e energia luminosa aplicada (Gerdolle *et al.,* 2009).

Neste estudo foi avaliada a contração pontual do compósito sem qualquer procedimento de adesão. Os resultados mostraram que para ambos os materiais não houve diferença significante entre o tamanho médio das fendas resultantes da

contração de polimerização (Tabela 9). Este resultado comprova estudos prévios (Unterbrink & Muessner, 1995; Emani *et al.*, 2003) e discorda de outros (Davidson-Kaban *et al.*, 1997; Sakaguchi *et al.*, 2004; Asmussen & Peutzfeldt, 2005), que defendem uma relação diretamente proporcional entre contração de polimerização e dose de energia. Esse resultado pode sugerir que existe relação direta entre contração e grau de conversão (Davidson-Kaban *et al.*, 1997; Sakaguchi *et al.*, 2004; Asmussen & Peutzfeldt, 2005), sendo que não houve diferença na contração porque o grau de conversão no topo, onde foi avaliada a extensão das fendas, não foi influenciado pela irradiância. A discordância com outros trabalhos encontrados na literatura pode ser devido a diferenças na metodologia, e ao fato de ter sido avaliada a extensão das fendas em alguns pontos na superfície das amostras.

De acordo com os resultados (Tabela 10) Charisma e Fitek Supreme XT apresentaram diferença estatisticamente significante em todas as irradiâncias, sendo que Filtek Supreme XT apresentou valores menores que Charisma. Possivelmente, esse resultado ocorreu pela diferença existente nas composições dos dois compósitos. Filtek Supreme XT contém os monômeros BisGMA, BisEMA, UDMA e TEGDMA, sendo que os três primeiros possuem alto peso molecular, conferindo maior viscosidade ao compósito. Já, Charisma contém apenas BisGMA e TEGDMA, formulando um compósito menos viscoso. A relação entre os monômeros de alto peso molecular e os monômeros diluentes tem influência direta na contração do compósito, considerando que monômeros de baixo peso molecular, como TEGDMA, possuem maior mobilidade molecular, facilitando a formação de grande número de ligações covalentes e, portanto, aumentando a contração. Os monômeros com alto peso molecular têm mobilidade reduzida e menor interação com os radicais livres, gerando menor quantidade de ligações covalentes e, dessa forma, menor contração (Gerdolle *et al.,* 2009; Amirouche-Korichi *et al.,* 2009).

O tipo e a proporção de carga também parecem ser importantes na cinética da contração. O primeiro desempenho da carga seria reduzir o volume de matriz porque são sólidas e não se contraem. Assim, o aumento da quantidade de carga diminui a quantidade de matriz, minimizando a contração de polimerização (Gerdolle *et al.*, 2009). A carga também é apontada como responsável pela diminuição da mobilidade dos monômeros, dificultando a interação com os radicais livres e assim, gerando menor

grau de conversão que, possivelmente, causará menor formação de ligações covalentes entre os monômeros (Amirouche-Korichi *et al.,* 2009).

De acordo com as informações dos fabricantes Filtek Supreme XT possui 78,5% de carga, em peso, e Charisma aproximadamente 78%, em peso. Recente trabalho mostrou que Filtek Supreme XT possui cerca de 80% de carga em peso, enquanto Charisma possui aproximadamente 72,7% em peso (Miyazaki, 2010). Essa diferença em porcentagem de carga também pode ser uma das possíveis explicações para Filtek Supreme XT apresentar menor contração que Charisma. O tamanho das partículas de carga parece também causar efeito no valor da contração. Partículas de carga maiores permitem melhor passagem da luz, permitindo melhor polimerização e maior contração (Gerdolle *et al.*, 2009).

Com base nos resultados obtidos e discutidos, as seguintes conclusões podem ser feitas:

Dureza:

- Para os dois materiais, a irradiância de 300 mW/cm² proporcionou menores valores e em todas as irradiâncias o Filtek Supreme XT apresentou os maiores valores de dureza;
- No topo, não houve diferença de dureza em todas as irradiâncias para ambos os materiais. Na base, 300 mW/cm² proporcionou os menores valores para ambos os materiais;
- Para Charisma, somente a irradiância de 1200 mW/cm² proporcionou valores similares entre topo e base. Para Filtek Supreme XT, a similaridade de dureza ocorreu nas irradiâncias 650 e 1200 mW/cm².

Grau de conversão:

- Para Charisma e Filtek Supreme XT, 1200 mW/cm² proporcionou maior valor de grau de conversão. A similaridade entre materiais ocorreu somente na irradiância de 650 mW/cm², enquanto que nas demais, Charisma apresentou maiores valores;
- No topo, não houve diferença de grau de conversão em todas as irradiâncias para ambos os materiais. Na base, 1200 mW/cm² proporcionou os maiores valores para ambos os compósitos;

 Para Charisma, houve similaridade entre topo e base apenas na irradiância de 1200 mW/cm², enquanto que para Filtek Supreme XT a similaridade entre topo e base foi em todas as irradiâncias.

Contração:

1. Para ambos os materiais houve similaridade na contração proporcionada por todas as irradiâncias sendo os maiores valores apresentados por Charisma.

REFERÊNCIAS*

1. Amirouche-Korichi A, Mouzali M, Watts DC. Effects of monomer ratios and highly radiopaque fillers on degree of conversion and shrinkage-strain of dental resin composites. Dent Mater 2009; 25(11): 1411-8.

2. Anusavice P. Materiais Dentários. 11. ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005.

3. Asmussen E, Peutzfeldt A. Polymerization contraction of resin composite vs. energy and power density of light-cure. Eur J Oral Sci 2005; 113(5): 417-21.

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

5. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leluop G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. Dent Mater 2007; 23(1): 51-9.

6. Bispo LB. Diodos Emissores de luz: comprimento de onda e sua importância. Revista Dentística on line 2007; 16(7): 110-13.

7. Busato ALS, Valin RR, Arossi G, Reichert L, Sonza Q, Melo G. Métodos de fotopolimerização. Stomatos 2007; 24(13): 45-52

8. Calheiros FC, Braga RR, Kawano Y, Ballester RY. Relationship between contraction stress and degree of conversion in retorative composites. Dent Mater 2004; 20(10): 939-46.

^{*} De acordo com norma da UNICAMP/FOP, baseadas na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com a Medline.

9. Calheiros FC, Kawano Y, Stansbury JW, Braga RR. Influence of radiant exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composites. Dental Mater 2006; 22(9): 799-803.

10. Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA, Braga RR. Degree of conversion and mechanical properties of a BisGMA:TEGDMA Composite as a function of the applied radiant exposure. J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater 2007; 84B: 503-9.

11. Caughman WF, Rueggeberg FA, Curtis JW. Clinical Guidelines for photocuring restorative resins. J Am Dent Assoc 1995; 126(9): 1280-2, 1284, 1286.

12. Cerveira GP, Berthold TB, Souto AA, Spohr AM, Marchioro EM. Degree of conversion and hardness of an orthodontic resin cured with a light-emitting diode and a quartz-tungsten-halogen light. Eur J Orthod 2010; 32(1): 83-6.

13. Chen YC, Ferracane JL, Prahl SA. A pilot study of a sample photon migration model for predicting depth of cure in dental composite. Dent Mater 2005; 21(11): 1075-86.

14. Chung KH, Greener EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. J Oral Rehabil 1990; 17(5): 487-94.

15. Correr AB, Sinhoreti MAC, Correr-Sobrinho LC, Tango RN, Schneider FS, Consani S. Effect of the increase of energy density on Knoop hardness of dental composites light-cured by conventional QTH, LED e xenon plasma arc. Braz Dent J 2005; 16(3): 218-24.

16. Davidson-Kaban SS, Davidson CL, Feilzer AJ, de Gee AJ, Erdilek N. The effect of curing light variations on bulk curing and wall-to-wall quality of two types and various shades of resin composites. Dent Mater 1997; 13(6): 344-52.

17. Denehy GE. Composite Resins. Compend Contin Educ Dent 2009; 30(6): 366-68.

18. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation oh the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. J Biomed Mater Res 1986; 20(1): 121-31.

19. Franco EB, Santos PA, Mondelli RF. The effect of different light-curing unit on tensile strength and microhardness of a composite resin. J Appl Oral Sci 2007; 15(6): 470-4.

20. Fróes-Salgado NRG, Pfeifer CSC, Francci CE, Kawano Y. Influence of photoactivation protocol and light guide distance on conversion and microleakage of composite restorations. Oper Dent 2009; 34(4): 408-14.

21. Gerdolle D, Mortier E, Simon Y, Dahoun A. Influence of curing mode with a LED unit on polymerization contraction kinetics and degree of conversion of dental resinbased materials. J Dent Child 2009; 76(2): 149-55.

22. Guiraldo RD, Consani S, Sinhoreti MAC, Correr-Sobrinho L, Consani RLX, Fugolin APP. Avaliação da irradiância e do espectro de luz de fotoativadores usados em consultórios odontológicos. Cienc Odontol Bras 2008; 11(4): 86-90.

23. Guiraldo RD, Consani S, Consani RLX, Berger SB, Mendes WB, Sinhoretti MAC. Light energy transmission through composite influenced by materials shade. Bull Tokyo Dent Coll 2009; 50(4): 183-90.

24. Guiraldo RD, Consani S, Consani RLX, Mendes WB, Lympius T, Sinhoretti MAC. Effect of different light curing units on Knoop hardness and temperature of resin composite. Indian J Dent Res 2009; 20(3): 308-12.

25. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. Dent Mater 2002; 18(6): 463-9.

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

27. International Organization for Standardization (ISO). Norma ISO/TS: 0650: 1999(E).

28. Jeong TS, Kang HS, Kim SK, Kim S, Kim H, Kwon YH. The effect of resin shades on microhardness, polymerization shrinkage, and color change of dental composite resins. Dent Mater J 2009; 28(4): 438-45.

29. Jimènez-Planas A, Martin J, Ábalos C, Llamas R. Developments in polymerization lamps. Quintessence I 2008; 39(2): 74-84.

30. Leonard DL, Charlton DG, Roberts HW, Cohen ME. Polymerization efficiency of LED curing lights. J Esthet Restor Dent 2002; 14(5): 286-95.

31. Leprince J, Palin WM, Mullier T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Investigating filler morphology and mechanical properties of new low-shrinkage resin composite types. J Oral Rehabil 2010; 37(5): 564-76.

32. Miyazaki CL. Caracterização térmica, grau de conversão, resistência à flexão e dureza de compósitos comerciais tratados termicamente. [tese]. São Paulo: FOUSP; 2010.

33. Neo BJ, Soh MS, Teo JW, Yap AUJ. Effectiveness of composite cure associated with different light-curing regimes. Oper Dent 2005; 30(6): 671-5.

34. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. Eur J Oral Sci 1997; 105(2): 97-116.

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

36. Pires-de-Souza F de C, Drubi Filho B, Casemiro LA, Garcia L da F, Consani S. Polymerization shrinkage stress of composite photoactivated by different light sources. Braz Dent J 2009; 20(4): 319-24.

37. Price RBT, Ehrnford L, Andreou P, Felix CA. Comparison of quartz-tungstenhalogen, light-emitting diode, and plasma arc curing lights. J Adhes Dent 2003; 5(3): 193-207.

38. Price RBT, Fahey J, Felix CM. Knoop microhardness mapping used to compare the efficacy of LED, QTH and PAC curing lights. Oper Dent 2010; 35(1): 58-68.

39. Price RBT, Rueggeberg FA, Labrie D, Felix MC. Irradiance uniformity and distribution from dental light curing units. J Esthet Restor Dent 2010; 22(2): 86-103.

40. Reis A, Loguericio A. Materiais dentários restauradores diretos – Dos fundamentos à aplicação clínica. 1.ed. Editora Santos; 2007.

41. Reston EG, Barbosa AN, Busato ALS, Klein CA, Carli G, Carvalho CM, Schirmer D. Microdureza da resina composta polimerizada com LEDs de diferentes gerações e luz halógena. Stomatos 2008; 14(27): 17-25.

42. Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. J Dent Res 1988; 67(6): 932-7.

43. Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Murchison CF. Contraction force rate of polymer composites is linearly correlated with irradiance. Dent Mater 2004; 20(4): 402-7.

44. Satterthwaite JD, Vogel K, Watts DC. Effect of resin-composite filler size and shape on shrinkage-strain. Dent Mater 2009; 25(12): 1612-1615.

45. Turssi CP, Ferracane JL, Vogel K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. Biomaterials 2005; 26(24): 4932-7.

46. Unterbrink GL, Muessner R. Influence of light intensity on two restorative systems. J Dent 1995; 23(3): 183-9.

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

48. Vandewalle KS, Roberts HW, Andrus JL, Dunn WJ. Effect of light dispersion of LED curing lights on resin composite polymerization. J Esthet Restor Dent 2005; 17(4): 244-54.

49. Vasudeva G. Monomer systems for dental composite and their future: a review. J Calif Dent Assoc 2009; 37(6): 389-98.

50. Voltarelli FR, Santos-Daroz CB, Alves CM, Peris AR, Marchi GM. Effect of different light-curing devices and aging procedures on composite Knoop microhardness. Braz Oral Res 2009; 23(4): 473-9.

51. Watts DC. Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerized networks. Dent Mater 2005; 21(1): 27-35.

52. Witzel MF, Calheiros FC, Gonçalves F, Kawano Y, Braga R. Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in ethanol and contraction stress of resin-based materials. J Dent 2005; 33(9): 773-9.

53. Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. J Oral Rehabil 2002; 29(12): 371-7.

ANEXO

Imagens de microscopia eletrônica de varredura utilizadas para mensuração das fendas.

Grupo A

Amostra 1























Grupo B























Amostra 5







Grupo C Amostra 1





















Grupo D













Amostra 4


15kU 10µm D4(D) ×1,000





Grupo E











Amostra 4















Grupo F

















