

Ricardo Danil Guiraldo

**INFLUÊNCIA DA COR NA PASSAGEM DE LUZ E RELAÇÃO COM
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para a obtenção do Título de Doutor em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Simonides Consani

Piracicaba
2009

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
Bibliotecária: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

G948i	Guiraldo, Ricardo Danil. Influência da cor na passagem de luz e relação com propriedades mecânicas de compósitos. / Ricardo Danil Guiraldo. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2009. Orientador: Simonides Consani. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba. 1. Resinas compostas. 2. Dureza. I. Consani, Simonides. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título. (mg/fop)
-------	---

Título em Inglês: Influence of shade on light transmission and mechanics propriety of resin composite

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Composite resins. 2. Hardness

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Doutor em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Simonides Consani, Lourenço Correr Sobrinho, Mario Alexandre Coelho Sinhoteti, Wilson Batista Mendes, Murilo Baena Lopes

Data da Defesa: 16-02-2009

Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, em sessão pública realizada em 16 de Fevereiro de 2009, considerou o candidato RICARDO DANIL GUIRALDI aprovado.

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Simonides Consani".

PROF. DR. SIMONIDES CONSANI

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Murilo Baena Lopes".

PROF. DR. MURILO BAENA LOPES

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Wilson Batista Mendes".

PROF. DR. WILSON BATISTA MENDES

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Mario Alexandre Coelho Sinhorette".

PROF. DR. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Lourenço Corrêa Sobrinho".

PROF. DR. LOURENÇO CORRÊA SOBRINHO

DEDI CO ESTE TRABALHO

A **DEUS**, sempre presente, iluminando e guiando meus passos, dando-me forças para seguir adiante.

Aos meus ídolos **Nelson e Vanda**, que desde meu nascimento se empenharam para minha formação pessoal e profissional. Sendo na doença (quantas noites mamãe passou comigo no hospital em claro e às vezes em pé), ou na saúde (quantas noites papai me esperou chegar a casa para conseguir dormir). Poderia escrever outra tese com os atos de carinho que me proporcionaram, ensinando-me os valores mais importantes da vida que sempre foram estímulo e amparo. Gostaria de lhes agradecer e dizer que tenho orgulho por ser filho de pessoas tão incríveis como vocês. Assim, ofereço-lhes este singelo trabalho.

Ao meu irmão **Rodrigo**, por ser o amigo das horas difíceis e também pelo companheirismo e amor, fundamentais nos momentos de alegria, dos quais sempre compartilhamos.

À minha esposa **Sandrine**, que devolveu o colorido a minha vida, completando-a com carinho, dedicação, compreensão e essencialmente amor. A distância imposta pelo estágio no exterior serviu para reforçar estes sentimentos e descobrir quanta falta você me faz. Te Amo.

Ao **Prof. Dr. Simonides Consani**, um exemplo a ser seguido, cuja capacidade e competência foram fundamentais para meu crescimento pessoal e profissional.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao **Prof. Dr. Simonides Consani**, Titular da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, mestre e orientador que com paciência, dedicação e muita competência sempre esteve presente durante a realização deste trabalho e no meu aprendizado profissional. Pessoa impar, pela qual tenho toda admiração e respeito, considero-o como pai. Deu-me toda a oportunidade para fazer de mim, um professor.

Ao **Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoret i**, Titular da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP, pela participação no meu aprendizado e elaboração da análise estatística.

Ao **Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**, Titular da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP, pela participação no meu aprendizado técnico e intelectual.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do seu Diretor **Prof. Dr. Francisco Haiter Neto** e seu Diretor Associado **Prof. Dr. Marcelo de Castro Meneghim**.

À **CAPES**, pela concessão da bolsa de estudos no mestrado e doutorado financiando o meu sonho.

À **Prof.a. Dra. Regina Maria Puppim Rontani**, Coordenadora do Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários pelos ensinamentos.

Ao **Prof. Dr. Mario Fernando de Góes**, pela participação no meu aprendizado durante o programa de doutorado.

Ao Engenheiro **Marcos Blanco Cangiani**, Técnico Pós-Graduado da Área Materiais Dentários, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, pela amizade, convivência e indispensável auxílio na execução deste trabalho.

À Sra. **Selma Aparecida Barbosa Segalla**, Técnica da Área Materiais Dentários, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, pela amizade e ajuda oferecida durante o programa.

Aos amigos da Pós-Graduação pela experiência trocada. Em especial **Murilo, Rafael (Foguinho) e Flávia** que participaram da época mais complicada da minha vida.

Aos demais membros da **minha família e amigos da família** que sempre participaram da minha formação pessoal e sempre me apoiaram solucionando os meus problemas. Especialmente meus tios **Dirceu, Marta, Maria e Aloísio** pelo apoio moral, sempre me incentivando desde o princípio da graduação e às amigas **Célia Lombardi**, pelo apoio no início de minha carreira e **Edilaine Bianchi**, pelos “galhos quebrados”.

A todos que indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

Meus Sinceros Agradecimentos.

“Para descobrir todos os
fenômenos que deseja,
basta ao sábio três coisas:
pensar, pensar, pensar.”

Isaac Newton

RESUMO

Para muitos tipos e tonalidades de resina composta, o grau de polimerização satisfatório não é alcançado através da espessura de 2 mm. A fim de tornar os objetivos do efeito da luz mais evidente, o estudo foi dividido em dois capítulos.

Capítulo 1: O objetivo foi investigar a influência de diferentes cores de resinas compostas na transmissão de luz através do compósito e a diferença percentual de diminuição da dureza Knoop entre a base e o topo (PDD). Resinas compostas restauradoras (Filtek Z350 e Esthet X) foram utilizadas nas cores A1 e A3,5. A irradiância da unidade fotoativadora (LCU) foi mensurada com medidor de potência Ophir Optrônicos (780 mW/cm^2). Vinte espécimes foram feitos para cada cor. Ensaio de transmissão da luz: A irradiância da luz que passou através dos compósitos foi mensurada ($n=10$). Ensaio de Dureza Knoop: A PDD do mesmo espécime foi calculado ($n=10$). Irradiância de luz que passou através do compósito cor A1 foi estatisticamente superior ao da cor A3,5 para ambos os compósitos ($p=0,00001$). Para Esthet X, a PDD da cor A3,5 foi estatisticamente maior do que a cor A1. Entretanto, para o Filtek Z350 não houve diferença significativa ($p=0,03035$). Diferentes resinas compostas influenciaram a transmissão da luz e a PDD. Cores escuras influenciaram a transmissão de luz, mas não estão necessariamente correlacionadas com a PDD. **Capítulo 2:** O objetivo foi investigar a influência de diferentes cores de resina composta na transmissão de luz através dos compósitos, dureza e densidade de ligação cruzada (DLC). O compósito Filtek Z250 foi utilizado nas cores A1, A3 e A3,5. A irradiância da unidade fotoativadora (LCU) foi mensurada com medidor de potência Ophir Optrônicos (900 mW/cm^2). Trinta espécimes foram confeccionados para cada cor. Ensaio de transmissão da luz: a irradiância da luz que passou através dos compósitos foi mensurada ($n = 10$). A diferença na porcentagem de diminuição da dureza Knoop entre a base e o topo (PD) da mesma amostra foi calculada ($n=10$). A densidade de ligação cruzada foi calculada pelo amolecimento produzido pelo etanol, pelo decréscimo na dureza ($n=10$). A irradiância da luz que passou através do compósito na cor A1 foi estatisticamente superior que da cor A3, a qual também foi maior que da cor

A3,5. A PDD da cor A3,5 foi estatisticamente maior que da cor A3, que também foi maior que a cor A1. Não houve diferença estatisticamente significativa na DLC. Cores escuras têm influência significativa na transmissão da luz através da resina composta e na dureza. Entretanto, a densidade de ligação cruzada não foi influenciada pelas cores mais escuras do compósito dental.

Palavras-chaves: Resinas compostas, cor, transmissão da luz, irradiância, dureza, densidade de ligação cruzada.

ABSTRACT

For many types and shades of resin, a high degree of cure is not achieved through a 2 mm thickness photo-activated resin composite. The study was divided into two Chapters in order to make the objectives clearer. **Chapter 1:** The aim was to investigate the influence of different composite resin shades on light transmission through the composite and the difference in percentage of decrease of Knoop hardness between bottom and top (PHD). Two restorative resin composites of shades A1 and A3.5 were used (Esthet X and Filtek Z350). Light curing unit (LCU) irradiance was measured with a power meter Ophir Optronics (780 mw/cm²). Twenty specimens were made for each color. Light transmission test: The irradiance of light that passed through the composite was measured. Knoop Hardness test: the PHD of the same specimen was calculated (n=10). Irradiance of light that passed through composite shade A1 was statistically higher than through shade A3.5 for both composite (p=0.00001). For Esthet X the PHD of shade A3.5 was statistically higher than that of shade A1 but for Filtek Z350 there was no difference (p=0.03035). Different composite resins influenced the light transmission and the PHD. Darker shades influenced the light transmission, but they are not necessarily correlated with the PHD. **Chapter 2:** The aim was to investigate the influence of different composite resin shades on light transmission through the composite, hardness and cross-link density (CLD). The composite Filtek Z250 was used in shades A1, A3 and A3.5. Light curing unit irradiance was measured with a power meter Ophir Optronics (900 mw/cm²). Thirty specimens were made for each shade. Light transmission test: Irradiance of light that passed through the composite was calculated (n=10). The difference in percentage of decrease of Knoop hardness between bottom and top (PHD) of the same specimen was calculated (n=10). The cross-link density was calculated by the softening effect produced by ethanol, by the decrease in hardness (n=10). Irradiance of light that passes through the composite shade A1 was statistically greater than through shade A3 that was also greater than through the shade A3.5. The PHD of shade A3.5 was statistically higher than that of shade A3, which that was also greater

than that of shade A1. There was no statistically significant difference in CLD. Darker shades have a significant influence on light transmission through the dental resin composite and its hardness. However, the cross-link density was not affected by darker dental composite shades.

Key words: Resin composites, shade, light transmission, irradiance, hardness, cross-link density.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	01
PROPOSIÇÃO	06
CAPÍTULO 1: Influence of different shades on light transmission through the composite resins and resulting Knoop hardness	07
CAPÍTULO 2: Influence of composite resin shades on light transmission by the composite, hardness and cross-link density	23
CONSIDERAÇÕES GERAIS	42
CONCLUSÕES GERAIS	46
REFERÊNCIAS	47
APÊNDICE 1	54
APÊNDICE 2	57
ANEXO 1	61

INTRODUÇÃO

O compósito odontológico pode ser definido como uma combinação tridimensional de pelo menos dois materiais quimicamente diferentes com interface distinta separando os componentes (Phillips, 1973). Basicamente, os compósitos odontológicos são compostos por matriz orgânica, partículas de carga (vidros, quartzo e sílica fundida) e agente de união, geralmente um silano orgânico, com característica bifuncional, possibilitando união química com a partícula de carga e copolimerização com os monômeros da matriz orgânica (Peutzfeldt, 1997; Anusavice, 1998). A matriz resinosa é um componente fluido que quando polimerizada torna-se rígida, devido à formação de radicais livres que acabam induzindo uniões covalentes entre as moléculas orgânicas, gerando macromoléculas denominadas polímeros (Guggenberger & Weinmann, 2000). Para a formação destes radicais livres é necessário que sistema ativador-iniciador gere energia suficiente para romper as duplas ligações e formar radicais livres (Peutzfeldt, 1997; Knezevic *et al.*, 2001).

Os compósitos fotoativados foram introduzidos no mercado na década de 70. Os primeiros produtos eram fotoativados por luz ultravioleta, que oferecia riscos à visão, tanto do operador quanto do paciente e proporcionava ao compósito propriedades físicas e mecânicas insatisfatórias por falta de ativação suficiente (Peutzfeldt *et al.*, 2000; Sahafi *et al.*, 2001). Como consequência, versões posteriores passaram a ser fotoativadas por luz visível (Ruyter & Øysæd, 1982). Para o uso dessas fontes foi necessário o desenvolvimento de compósitos

restauradores apropriados, os quais passaram a conter fotoiniciadores sensíveis à luz visível (Dart *et al.*, 1976). Além de reduzir a probabilidade de danos biológicos, estes materiais proporcionavam maior profundidade de polimerização e redução do tempo de exposição à luz (Ruyter & Øysæd, 1982).

Os aparelhos mais tradicionais que emitem luz visível são compostos de lâmpadas de quartzo-tungstênio-halogênio (também conhecidas como lâmpadas halógenas). Essas lâmpadas contêm um filamento de tungstênio conectado a eletrodos, o qual permite o fluxo da eletricidade, gerando luz e calor (Rueggeberg, 1999). As lâmpadas de quartzo-tungstênio-halogênio emitem luz branca que ao passar por filtros específicos seleciona determinadas regiões do espectro eletromagnético.

Apenas a região azul do espectro é selecionada para a fotoativação do compósito odontológico (Burguess *et al.*, 2002), região de absorção da canforoquinona, considerado o fotoiniciador mais utilizado na formulação das resinas compostas, com espectro de absorção no intervalo entre 400 e 550 nm. O comprimento de onda mais eficiente para a polimerização do compósito seria entre 468 – 470 nm (Nomoto, 1997). A canforoquinona foi escolhida como molécula fotoiniciadora e, desde sua adoção, tem sido utilizada com frequência nas formulações de compósitos odontológicos (Shintani *et al.*, 1985; Alvim *et al.*, 2007).

Alguns compósitos, especialmente os de cores claras, utilizam sistemas fotoiniciadores ou co-iniciadores alternativos (óxido mono-alkil fosfínico, TPO e a fenil-propanodiona, PPD), tendo em vista o fato de a canforoquinona ser de cor

amarelo vivo, o que pode comprometer as propriedades estéticas do compósito (Park *et al.*, 1999; Hofmann *et al.*, 2002). No entanto, diferentemente da canforoquinona, estes fotoiniciadores são ativados por comprimentos de onda menores que 450 nm (Hofmann *et al.*, 2002). O espectro de emissão da fonte de luz possui forte influência no desempenho da fotoativação, especialmente quando diferentes sistemas de fotoativação são comparados (Mills *et al.*, 2002). Muitas das propriedades exibidas pelo compósito fotoativado são dependentes da relação entre a distribuição do espectro emitido pela fonte de luz e a máxima absorção da luz pelo fotoiniciador (Pradhan *et al.*, 2002).

Além da correlação entre o espectro emitido pela fonte de luz e o espectro de absorção do fotoiniciador, o processo de fotoativação é dependente de outros fatores como, por exemplo, a irradiância (mW/cm^2) emitida pela fonte de luz e o tempo de exposição. Caso o compósito não receba quantidade suficiente de densidade de energia, o grau de conversão monomérico será menor (Munksgaard *et al.*, 2000), resultando em possível aumento da toxicidade (Caughman *et al.*, 1991), desgaste e quebra das margens (Ferracane *et al.*, 1997), assim como redução da dureza e do módulo de elasticidade (Harris *et al.*, 1999).

O espectro emitido pela fonte de luz, a intensidade da luz emitida e o modo de fotoativação são fatores importantes para a efetividade de fotoativação das fontes de luz (Rueggeberg, 1999, Price *et al.*, 2005). Alguns dos estudos que comparam o desempenho de diversas fontes de luz não verificam o espectro emitido pelas fontes de luz (Dunn & Bush, 2002; Soh *et al.*, 2003), utilizando apenas radiômetros para verificar a intensidade (mW/cm^2) das mesmas. Esses

métodos mostram apenas a intensidade total emitida pela fonte de luz e trazem informações limitadas sobre diferenças existentes no desempenho de diferentes fontes de luz. Desta forma, os resultados dos estudos ficam na dependência dos radiômetros, parecendo haver pouca consistência nos resultados encontrados em radiômetros (comumente utilizados nos consultórios odontológicos) e espectrômetros (Hansen & Asmussen, 1993; Shortall *et al.*, 1995). Além disso, caso a emissão do espectro da fonte de luz seja registrada por meio de espectrômetro, pode-se mensurar a irradiância em função do comprimento de onda por meio de cálculo integral da área (Price *et al.*, 2005).

A vantagem do teste de dureza Knoop do compósito é a correlação entre a dureza e o grau de conversão (GC) do monômero (Ferracane 1985; DeWald & Ferracane 1987; Rueggeberg & Craig, 1988). As propriedades mecânicas da resina composta dental são diretamente influenciadas pela GC (Ferracane 1985). Maior grau de conversão é desejável para este material restaurador ou seja, converter seus monômeros em polímero e alcançar as melhores propriedades mecânicas. Segundo Silikas *et al.* (2000), ainda não foi observado taxa de GC superior a 61% na superfície diretamente iluminada pela fonte de luz. Além disto, o GC apresenta redução desta taxa em regiões mais profundas do material restaurador (Pianelli *et al.*, 1999).

Embora o GC seja fator importante não fornece característica à estrutura de rede dos polímeros. Polímeros com GC semelhantes podem apresentar distinta densidade de ligação cruzada (DLC), devido às diferenças na linearidade das cadeias (Asmussen & Peutzfeldt, 2001). Nos sistemas de ligação cruzada (LC),

ligações duplas residuais não indicam necessariamente a presença de monômero livre, mas também podem resultar em ligações duplas pendentes que estão entrelaçadas dentro da rede polimérica. A LC é importante para boa formação da rede e das propriedades físicas desejáveis (Floyd & Dickens, 2006). A extensão das LC, das ligações duplas pendentes e dos componentes lixiviados têm sido analisados por extração do metil metacrilato e das LC de polímeros odontológicos à base de dimetacrilato (Ruyter & Oysaed, 1982). Além disso, a DLC tem sido indiretamente avaliada pelo amolecimento dos polímeros após exposição ao etanol (Asmussen & Peutzfeldt, 2001). Diante destas considerações, o estudo teve como objetivo avaliar a influência da cor na passagem de luz com relação com propriedades mecânicas de compósitos.

PROPOSIÇÃO

O objetivo desta Tese*, apresentado em dois capítulos, foi avaliar:

1. A influência de diferentes cores na transmissão de luz através de compósitos e a diferença na percentagem de diminuição da dureza Knoop entre o topo e a base;
2. A influência de diferentes cores na transmissão de luz através de um compósito, dureza e densidade de ligações cruzadas.

* Este trabalho foi realizado no formato alternativo, com base na deliberação da Comissão Central de Pós-Graduação (CCPG) da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).

CAPÍTULO 1

Influence of different shades on light transmission through the composite resins and resulting Knoop hardness

Abstract

Background: For many types and shades of resin, a high degree of cure is not achieved through a 2 mm thickness photo-activated resin composite. The aim was to investigate the influence of different composite resin shades on light transmission through the composite and the difference in percentage of decrease of Knoop hardness (PHD) between bottom and top.

Methods: Two restorative resin composites of shades A1 and A3.5 were used (Esthet X and Filtek Z350). A quartz tungsten halogen (QTH) light curing unit (LCU) irradiance was measured with a power meter (780 mw/cm^2). Twenty specimens were made for each color. Light transmission test: The light that passed through the composite was measured. Knoop Hardness test: the PHD of the same specimen was calculated ($n=10$).

Results: Irradiance of light that passed through composite shade A1 was statistically higher than through shade A3.5 for both composite ($p=0.00001$). For Esthet X, the PHD of shade A3.5 was statistically higher than that of shade A1 but for Filtek Z350 there was no difference ($p=0.03035$).

Conclusions: Different composite resins influenced the light transmission and the PHD. Darker shades influenced the light transmission, but they are not necessarily correlated with the PHD.

Key words: Resin composites, shade, light transmission, irradiance, wavelength.

INTRODUCTION

A dental resin composite can be defined as a three-dimensional combination of at least two chemically different materials, with a different interface separating the components. Basically, it is composed of an organic matrix, fillers (glass, quartz and/or melted silica) and a bonding agent, usually an organic silane, with a dual characteristic enabling chemical bonding with the load particle and co-polymerization with the monomers of the organic matrix.¹

There are some theoretical and experimental evidences to support the role of filler particle-related features in the wear resistance, mechanical properties and extent of polymerization of resin composites. Consequently, research efforts have been targeted at refining the microstructure of composites in terms of the arrangement, size, geometry, and volume fraction of particles.²

The translucency of a resin composite may contribute to shade matching by allowing the surrounding tooth structure to shine through,³ and dental clinicians have frequently observed this “chameleon” effect of resin composite.⁴ The translucency of esthetic restorative materials has usually been determined with the translucency parameter, which is the different color of a uniform thickness of a

specimen over a white and a black background and corresponds directly to common visual assessment of translucency.⁵

The degree of cure of visible light activated dental resin composites was recognized as important to the clinical success of these materials soon after these materials were introduced.⁶ The advantage of testing the composite by Knoop hardness test, is the correlation between the Knoop hardness and the degree of monomer conversion (DC).⁷ DC directly influences mechanical properties of dental resin composite.⁷ Thus, after light curing, it is desirable to activate this restorative material, in order to attain the best mechanical properties, and to convert all of its monomer into polymer. To define depth of polymerization, based on top and bottom hardness measurements, it is common to calculate the ratio of bottom/top hardness and give this ratio minimum value in order to consider the bottom surface as adequately cured. Values of 0.80 and 0.85 have often been used.⁸

The aim of study was to investigate the influence of different shades on the correlation with light transmission through the composite and the resulting Knoop hardness. The authors hypothesized that the light transmission through the different composite resin with different shades should influence the percentage of decrease in Knoop hardness between bottom and top (PHD).

MATERIALS AND METHODS

Two restorative composite resins of shades A1 and A3.5 were used in this study (Table 1): Esthet X (Dentsply-Caulk, Milford, DE, USA) and Filtek Z350 (3M-ESPE, St. Paul, MN, USA).

A quartz tungsten halogen (QTH) light curing unit (XL 2500, 3M-ESPE) was used with an irradiance of 780mw/cm². The light curing unit (LCU) power (mW) was measured with a power meter Ophir Optronics (Har-Hotzvim, Jerusalem, Israel). The tip diameter was measured with a digital caliper (Digital caliper, model CD-15C, Mitutoyo, Japan) to determine the tip areas and calculate the irradiance by dividing the light power by the area. The spectral distributions were obtained using a spectrometer (USB 2000, Ocean Optics, Dunedin, FL, USA).

Standardized cylindrical specimens were obtained by putting the composite into a circular elastomer mold (2 mm of thick for 7 mm in diameter). The bottom and top surfaces were covered with a transparent polyester strip and photo activated by LCU. The curing tip was placed close to the elastomer mold/restorative composite set. For each color, 20 specimens were made, measuring 2 mm thick by 7 mm in diameter, which were photo-activated was performed for 20 seconds, in accordance with the manufacturer's recommendation.

Light transmission test

The resin discs were made with the same diameter of LCU tip (7 mm). Ten specimens were randomly connected with black adhesive paper to the LCU tip. The light that passed through the composite was measured with an Ophir Optronics power meter (Har-Hotzvim). The spectral distributions were obtained

using a spectrometer (USB 2000, Ocean Optics). The irradiance of light data were submitted to two-way ANOVA (shade vs. composite) and the means were compared by Tukey's test ($\alpha = 0.05$).

Knoop Hardness test

After the photo-activation procedure, ten randomly selected specimens were dry-stored at 37°C, for 24 hours. Thereafter, both top and bottom surfaces were flatted with SiC sandpapers with #200, 400 and 600 grit (Saint-Gobain, Recife, Pernambuco, Brazil) to obtain polished and flattened surfaces.

Indentations for Knoop hardness number (KHN) measurements were made in a hardness tester machine HMV 2 (Shimadzu, Tokyo, Japan). Three readings were taken on the top and bottom surfaces, under a load of 50 gf for 15 s. The Knoop hardness number (KHN) for each surface was recorded as the mean value of three indentations. Afterwards, the PHD of the same specimen was calculated. The PHD data were submitted to two-way ANOVA (shade vs. composite) and the means were compared by Tukey's test ($\alpha = 0.05$).

RESULTS

As shown in Table 2, the irradiance of light that passed through the shade A1 composite was statistically higher than that through shade A3.5 for both composite. The irradiance that passes though the composite Filtek Z350 was statistically greater than the composite Esthet X for both shades ($p=0.00001$).

Table 3 indicates that the PHD of shade A3.5 was statistically higher than that of shade A1 for the composite Esthet X; but there was no statistically significant difference for Filtek Z350. The PHD of the composite Filtek Z350 was statistically lower than that of composite Esthet X for both shades ($p=0.03035$).

Figure 1 shows the wavelength distributions of the QTH light curing unit and the light that passed through the both composites in your different shades.

DISCUSSION

The hypothesis that the different composite resins with different shades would influence the light transmission and PHD was partially accepted.

During the last few decades, resin composites were more commonly classified according to their filler particle size as hybrid (8-30 μm), microhybrid (0.6-3.6 μm), and microfilled (around 0.04 μm).⁹ Recently, however, with the introduction of nanotechnology in dentistry,¹⁰ a new class of resin composite, the so-called nanocomposite, is available to practitioners. Some previous studies have shown that factors such as filler and polymeric matrix refractive index, monomer type, filler type and filler content can influence the light transmittance of resin composite.¹¹

In the present study, two composite resins were used in different shades (Table 1). During the photo-activation process, the light that passes through the composite resin is absorbed and scattered.¹² Thus, as the depth increases, the light intensity is attenuated and its effectiveness is reduced.¹³ Nevertheless, the polymerization depth depends on the light irradiance, exposure time and several

other factors, such as material composition,¹⁴ resin composites shades,¹⁵ and translucency.¹⁶ The most important limiting factor for depth of cure is light scattering and this is maximized when the filler particle size is close to half of the wavelength emitted by the LCU.⁶

For both shades (Table 2), the Filtek Z350 (spherical filler – Figure 2) showed greater light transmission than Esthet X (irregular filler – Figure 3). Light transmission through the darker shades is diminished because of the opacity.¹⁷ In the current study, the lighter shades produced values statistically higher than those of the darker shades (Table 2) probably due to the tendency of composites with darker shades to absorb a greater amount of light than those of lighter shades.¹⁸

The polymerization of light-cured composite resins starts and is sustained when the rate of delivery rate of photons from the LCU is sufficient to maintain the photo-initiator compound (camphorquinone - CQ) in its excited or triplet state. In this state, CQ overreacts with an amine-reducing agent in order to form free radicals.¹⁹ A wavelength of 468 nm results in maximum absorption coefficient of CQ to change into an excited state.²⁰ Resin shade is factor that can alter the efficacy of polymerization.²¹ As mentioned, light transmission through the dark shades is diminished because of opacity.¹⁷ Opaque shades decrease the capacity of the light to penetrate into the bulk of the composite resin.²²

In the present study, with respect to PHD, Filtek Z350 (spherical filler – Figure 2) yielded a lower PHD than Esthet X (irregular filler – Figure 3) for both shades (Table 3). As the filler volume fraction was similar for both composites tested (Table 1), this may be explained by scattering effect of the penetrating light

during photo-activation.¹⁶ Thus, the lowest PHD was achieved in composites with irregular particle size, and was dependent on particle shape because of the light scattering.

Table 3 shows PHD of 24.69% (A1) and 28.56% (A3.5) for Esthet X composite. However, it has been suggested that a specimen of composite resin is adequately cured when there is a difference of no more than a 20% between the maximum hardness at the top of the composite and the hardness at the bottom.²³

Insufficiently polymerized composite resin may present quite a large number of problems, such as poor color stability, greater stain uptake, and risk of pulp aggression by non-polymerized monomers and portions of the material with different values of Young's modulus. It has been reported that loading well-polymerized composite layers that are placed on poorly polymerized layers can lead to the composite restoration to bending inward and becoming displaced, causing marginal fracture, open margins and cusp deflection.²²

As mentioned, opaque shades decrease the capacity of the light to penetrate into the bulk of the resin composite.²² In the current study, the darker shades showed the higher PHD than lighter shades for Esthet X composite (Table 3) probably due to the lower rate of light that passed through the dental composite (Figure 1). However, for FilteK Z350 the rate of light that passed through the dental composite was sufficient to photo-activate both shades probably because it has spherical particles fillers that provide more uniform light reflection.

For many types and shades of resin composite, a high degree of cure throughout a 2 mm thickness of light-activated resin composite is not achieved,

because different types and shades of resin could promote inadequate cure. However, adequate polymerization is a crucial factor in obtaining an optimal physical mechanical performance of the dental resin composite.²⁴

Conclusion

1 - Light transmission and the PHD were influenced by the different composite resin.

2 - Light transmission was influenced by darker shades but they are not necessarily related to the PHD.

REFERENCES

1. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. Eur Jf Oral Sci 1997;105:97-116.
2. Miyasaka T. Effect of shape and size of silanated fillers on mechanical properties of experimental photo cure composite resins. Dent Mater J 1996;15:98-110.
3. Powers JM, Dennison JB, Lepeak PJ. Parameters that affect the color of direct restorative resin. J Dent Res 1978;57:876-880.
4. Sidhu SK, Ikeda T, Omata Y, Fujita M, Sano H. Change of color and translucency by light curing in resin composites. Oper Dent 2006;31:598-603.
5. Johnston WM, Ma T, Kienle BH. Translucency parameter of colorants for maxillofacial prostheses. Int J Prosthodont 1985;8:79-86.

6. Ruyter IE, Oysaød H. Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. *Acta Odontol Scand* 1982;40:179-192.
7. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1985;1:11-14.
8. Bouschlicher MR, Rueggeberg FA, Wilson BM. Correlation of bottom-to-top surface microhardness and conversion ratios for variety of resin composite compositions. *Oper Dent* 2004;29:698-704.
9. Willems G, Lambrechts P, Braem M, Cellis JP, Vanherle G. A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. *Dent Mater* 1992;8:310-319.
10. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advance dental materials. *J Am Dent Assoc* 2003;134:1382-1390.
11. Masotti AS, Onófrío AB, Conceição EN, Spohr AM. UV-vis spectrophotometric direct transmittance analysis of composite resins. *Dent Mater* 2007;23:724-730.
12. dos Santos GB, Monte Alto RV, Filho HR, da Silva EM, Fellows CE. (2008) Light transmission on dental resin composites. *Dent Mater* 2008;24:571-576.
13. Vargas MA, Cobb DS, Schmit JL. Polymerization of composite resins: argon laser vs conventional light. *Oper Dent* 1998;23:87-93.
14. Atmadja G, Bryant RW. Some factors influencing the depth of cure of visible light-activated composite resins. *Aust Dent J* 1990;35:213-218.
15. Tanoue N, Koishi Y, Matsumura H, Atsuta M. Curing depth of different shades of a photo-activated prosthetic composite material. *J Oral Rehabil* 2001;28:618-623.

- 16.Ferracane JL, Aday P, Matsumura H, Atsuta M. Relationship between shade and depth of cure for light-activated dental composite resins. *Dent Mater* 1986;2:80-84.
- 17.Sakagushi RL, Douglas WH, Peters MC. Curing light performance and polymerization of composite restorative materials. *J Dent* 1992;20:183-188.
- 18.Arakawa H, Fujii K, Kanie T, Inoue K. Light transmittance characteristic of light-cured composite resins. *Dent Mater* 1998;14:405-411.
- 19.Caughman WF, Rueggeberg FA, Curtis JW Jr. Clinical guidelines for photocuring restorative resins. *J Am Dent Assoc* 1995;126:1280-1286.
- 20.Rueggeberg FA. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent* 1994;19:26-32.
- 21.Aguiar FH, Lazzari CR, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. *Braz Oral Res* 2005;19:302-306.
- 22.Shortall AC, Wilson HJ & Harrington E. Depth of cure of radiation-activated composite restoratives--influence of shade and opacity. *J Oral Rehabil* 1995;22:337-342.
- 23.Soh MS, Yap AU, Siow KS. Effectiveness of composite cure associated with different curing modes of LED lights. *Oper Dent* 2003;28:371-377.
- 24.Knezevic A, Tarle Z, Meniga A, Sutalo J, Pichler G, Ristic M. Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. *J Oral Rehabil* 2001;28:586-591.

Table 1: Information about the composites employed according to the manufacturers.

Composite	Manufacturer	Organic Matrix	Filler	Shade	Batch number
Esthet X	Dentsply-Caulk, Milford, USA	BIS-GMA and TEGDMA	60% in volume; (0.6 to 0.8 μ and 0.02 to 2.5 μ - glass powder (BAFG) 10 to 20 nm - silica dioxide)	A1	061218
Esthet X	Dentsply-Caulk, Milford, USA	BIS-GMA and TEGDMA	60% in volume; (0.6 to 0.8 μ and 0.02 to 2.5 μ - glass powder (BAFG) 10 to 20 nm - silica dioxide)	A3.5	0705013
Filtek Z350	3M-ESPE, St. Paul, USA	BIS-GMA, BISEMA,UDMA and TEGDMA	59,5% in volume (clusters of 0.6 to 1.4 μ - particules of 5 to 20 nm) – Zr and Si	A1	8EK
Filtek Z350	3M-ESPE, St. Paul, USA	BIS-GMA, BISEMA,UDMA and TEGDMA	59,5% in volume (clusters of 0.6 to 1.4 μ - particules of 5 to 20 nm) – Zr and Si	A3.5	6CC

BAFG = Barium aluminoflurosilicate glass.

Table 2: Mean values of irradiance that passes through the composite resins.

Shade	Irradiance (mW/cm ²)	
	Filtek Z350	Esthet X
A1	298 (8) a, A	197 (5) b, B
A3.5	231 (6) a, B	167 (6) b, A

Mean values followed by different lowercase letters in the row and mean values followed by different capital letters in the column differed statistically by the Tukey's test at 5% level. () Standard Deviation.

Table 3: Mean percentage of decrease of Knoop hardness (PHD) between bottom and top.

Shade	PHD (%)	
	Filtek Z350	Esthet X
A1	16.47 (1.16) a, A	24.69 (2.00) b, A
A3.5	16.57 (1.49) a, A	28.56 (4.49) b, B

Mean values followed by different lowercase letters in the row and mean values followed by different capital letters in the column differed statistically by the Tukey's test at 5% level. () Standard Deviation.

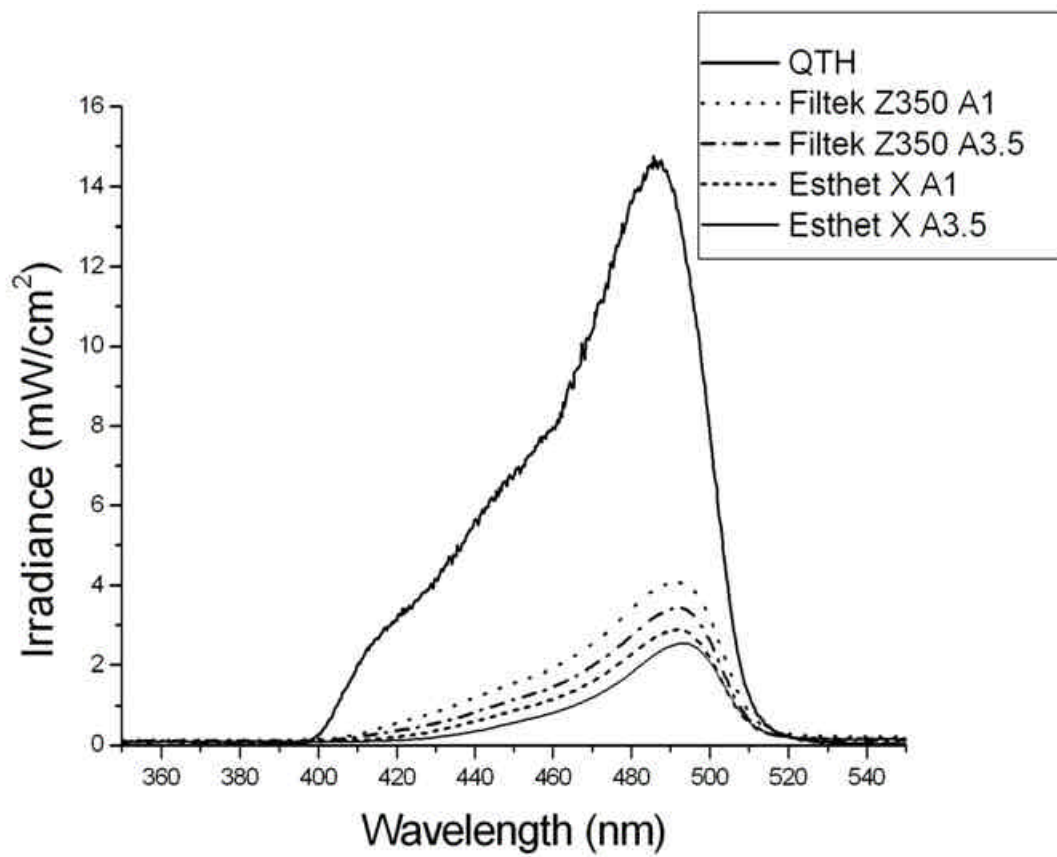


Figure 1 – Wavelength distributions of the QTH light curing unit and the light that passed through the both composites in your different shades.

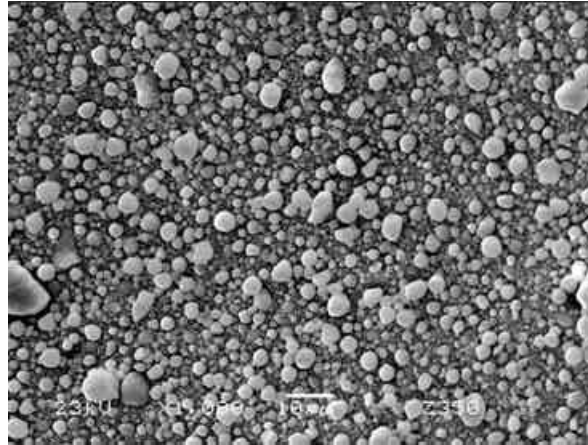


Figure 2 – Micrographic illustration of the Filtek Z350 composite resin.

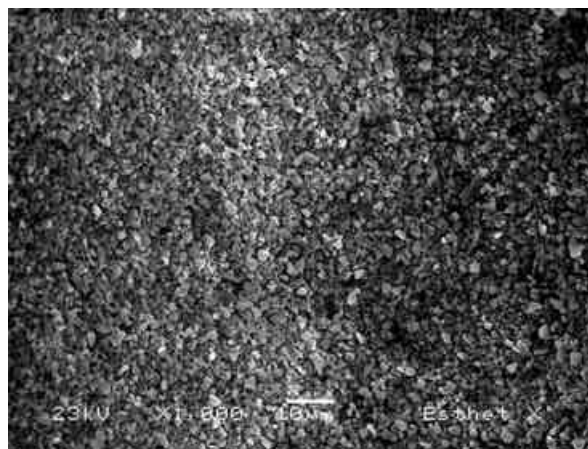


Figure 3 – Micrographic illustration of the Esthet X composite resin.

CAPÍTULO 2

Influence of composite resin shades on light transmission by the composite, hardness and cross-link density

Abstract: This study investigated the influence of different composite resin shades on light transmission through the composite, hardness and cross-link density (CLD). The composite Filtek Z250 was used in shades A1, A3 and A3.5. Light curing unit irradiance was measured with a power meter Ophir Optronics (900 mw/cm²). Thirty specimens were made for each shade. Light transmission that passed through the composite was calculated (n=10). The difference in percentage of decrease of Knoop hardness between bottom and top (PHD) of the same specimen was calculated (n=10). The cross-link density (CLD) was calculated by the softening effect produced by ethanol, by the decrease in hardness (n=10). Irradiance of light that passes through the composite shade A1 was statistically greater than though shade A3 that was also greater than though the shade A3.5. The PHD of shade A3.5 was statistically higher than that of shade A3, which was also greater than that of shade A1. There was no statistically difference in CLD. Darker shades have a significant influence on light transmission through the dental resin composite and its hardness. However, the cross-link density was not affected by darker dental composite shades.

Keywords Composite resin · Shades · Light transmission · Hardness · Cross-link density

INTRODUCTION

A dental composite can be defined as a three-dimensional combination of at least two chemically different materials, with a different interface separating the components. Basically, they are composed of an organic matrix, load particles (glass, quartz and/or melted silica) and a bonding agent, usually an organic silane, with a dual characteristic enabling chemical bonding with the load particle and co-polymerization with the monomers of the organic matrix [23].

Photo-activation is performed with visible light belonging to the blue area of the electromagnetic spectrum to excite camphorquinone (the most commonly used photo-initiator in composite resins) that possesses an absorption spectrum in the interval between 410 and 500 nm [8]. Among the photo-activation units available on the market, the most traditional ones are those that use quartz tungsten halogen light as light curing unit [17].

Currently some composites, especially those of lighter colors, use photo-initiators or co-initiators alternative systems, because camphorquinone (CQ) is yellow, which may compromise the esthetic properties of the composite [22]. The translucency of a resin composite may contribute to shade matching by allowing the surrounding tooth structure to shine through [25], and dental clinicians have frequently observed this “chameleon” effect of the resin composite [32]. Translucency of esthetic restorative materials has usually been determined with

the translucency parameter [18], which is the different color of a uniform thickness of a specimen over a white and a black background and corresponds directly to common visual assessment of translucency [18].

The advantage of the Knoop hardness test of composite is the correlation between the Knoop hardness and the degree of monomer conversion (DC) [9, 13, 27]. Mechanical properties of dental resin composite are directly influenced by DC [13]. Thus, after light curing, activation is desirable for this restorative material, in order to attain the best mechanical properties, to convert all of its monomer into polymer. However, it has not been observed up to now and the cure rate is not higher than 61% on the surface directly illuminate by light curing unit [33], and always presents a reduction of this cure rate as a function of the depth [24].

Nevertheless, although the DC is an important factor, does not give a completely characterize the network structure, as polymers with similar DC might present a distinct cross-link density (CLD), due to differences in the linearity of the chains [3, 30]. In cross-link (CL) systems, residual double bonds in the polymer do not necessarily indicate free monomer, but may also result from pendant double bonds that are tied into the polymer network. CL is an important for good network formation and physical properties [16]. The extent of CL, pendant double bonds, and leachable components have been analyzed by extraction of methyl methacrylate and CL dimethacrylate from denture base polymers [28]. Also, CLD density has been indirectly assessed by softening of polymers after exposure to ethanol [3, 4].

The aim of study was to investigate the influence of different shades on the correlation light transmission through the composite, hardness and CLD. The authors hypothesized that the light transmission through the composite resin of different shades should influence the hardness and CLD.

MATERIALS AND METHODS

The restorative resin composite Filtek Z250 (3M-ESPE, St. Paul, MN, USA) was used in this study in shades A1, A3 and A3.5 (Table 1).

A quartz tungsten halogen light curing unit (XL 2500, 3M-ESPE) was used with irradiance of 900 mw/cm². The light curing unit (LCU) powers (mW) was measured with a power meter Ophir Optronics (Har-Hotzvim, Jerusalem, Israel). The diameters of the tips were measured with a digital caliper (Digital caliper, model CD-15C, Mitutoyo, Japan) to determine the tip areas and calculate the irradiance by dividing the light power by the area. The spectral distributions were obtained using a spectrometer (USB 2000, Ocean Optics, Dunedin, FL, USA).

Standardized cylindrical specimens were obtained by placing the composite into the circular elastomer mold (2 mm of thick for 7 mm in diameter). The bottom and top surfaces were covered with a transparent polyester strip and photo activated by LCU. For photo-activation, the curing tip was positioned close to the elastomer mold/restorative composite set. For each color, 30 specimens were made, measuring 2 mm thick by 7 mm in diameter. Photo-activation was performed for 20 seconds, in accordance with the manufacturer's recommendation.

Light transmission test

The resin discs were made with the same diameter of LCU tip (7 mm). Randomly, ten specimens were connected with black adhesive paper to the LCU tip. The light that passed through the composite was measured with a power meter Ophir Optronics (Har-Hotzvim). The spectral distributions were obtained using a spectrometer (USB 2000, Ocean Optics). The irradiance of light data were submitted to ANOVA and the means were compared by the student's-t test ($\alpha = 0.05$).

Knoop Hardness test

After the photo-activation procedure, ten randomly selected specimens were dry-stored at 37°C, for 24 hours. Thereafter, both the top and bottom surfaces were flatted with SiC sandpapers with #200, 400 and 600 grit (Saint-Gobain, Recife, Pernambuco, Brazil) to obtain polished and flattened surfaces.

Indentations for Knoop hardness (KHN) measurements were performed sequentially, in a hardness tester machine HMV 2 (Shimadzu, Tokyo, Japan).

Three readings were taken on the top and bottom surfaces, with load of 50 gf for 15 s. The Knoop hardness number (KHN) for each surface was recorded as the mean of three indentations.

Then the percentage of decrease of Knoop hardness at the bottom on the top (PHD) of the same specimen was calculated. The PHD data were submitted to ANOVA and the means were compared by student's-t test ($\alpha = 0.05$).

Cross-link density test

After the photo-activation procedure, ten randomly selected specimens were dry-stored at 37°C, for 24hours. Thereafter, both the top and bottom surfaces were flatted with SiC sandpapers with #200, 400 and 600 grit (Saint-Gobain) to obtain polished and flattened surfaces.

Indentations for Knoop hardness (KHN) measurements were made sequentially, in a hardness tester machine HMV 2 (Shimadzu, Tokyo, Japan).

Three readings were taken on top and bottom surfaces, with load of 50 gf for 15 s. The Knoop hardness number (KHN) for each surface was recorded as the average of three indentations (KHN_1). Thereafter, the specimens were soaked in absolute ethanol for 24h [30], at room temperature, and hardness was again determined (KHN_2). The CLD was estimate by the softening effect produced by ethanol, i.e., by the decrease in hardness. Then the percentage of decrease in KHN_2 on the KHN_1 (PDC) in the same specimen was calculated for both surfaces. The PDC data were submitted to two-way ANOVA (shade vs. surface) and the means were compared by Tukey's test ($\alpha = 0.05$).

RESULTS

As shown in Table 2, the irradiance of light that passes through the composite shade A1 was statistically higher than though shade A3 which was also higher than though the shade A3.5 ($p = 0.0001$).

Table 3 indicates that the PHD of shade A3.5 was statistically higher than that of shade A3, which that was also greater than that of shade A1 ($p = 0.0001$).

For the association shade-surface there was no statistically significant difference ($p = 0.86$) in the PDC (Table 4).

Figure 1 shows the wavelength distributions of the QTH light curing unit and the light that passed through the composite in your different shades.

DISCUSSION

The hypothesis that the light transmission through the composite resin of different shades should influence the hardness and CLD was partially accepted.

Adequate polymerization is a crucial factor in obtaining an optimal physical mechanical performance of the dental resin composite [19]. Some previous studies have shown that factors such as filler and polymeric matrix refractive index, monomer type, filler type and filler content can influence the light transmittance of resin composite [6, 12, 21]. In the present study, the same resin composite (same polymeric matrix, filler particle types, percentage filler and photo-initiator) with different shade (same hues but different values) was used (Table 1).

During the photo-activation process, the light that passes through the resin composite is absorbed and scattered [10]. Thus, the light intensity is attenuated and its effectiveness is reduced as the depth increases [36, 37]. Nevertheless, the polymerization depth depends on the light irradiance, exposure time and several other factors, such as material composition [5] and resin composites shades [35]

and translucency [14]. Light transmission through the darker shades is diminished because of the opacity [29].

For Class II restorations, it is impossible to place the light guide directly on top of the composite restoration. The tooth structure or opaque matrix bands can shadow the light. Aged light sources do not provide optimal light energy output. In addition, placement of 2 mm thick composite increments may diminish light transmission. All of these factors tend to compromise the degree of polymerization of restoration, which could result in diminishing its physical properties and decreasing its longevity [29]. In the current study, the lighter shades produced values statistically higher than those of the darkest shades (Table 2) probably due to the tendency of composites with darker shades to absorb a greater amount of light than those of lighter shades [2].

The polymerization of light-cured composite resins starts and is sustained when the rate of delivery photons from the LCU is sufficient to maintain the photoinitiator compound, CQ, in its excited or triplet state. In this state, CQ overreacts with an amine-reducing agent in order to form free radicals [7]. A wavelength of 468 nm results in maximum absorption coefficient of CQ to change into an excited state [26]. Resin shade is factor that can alter polymerization efficacy [1]. As mentioned, light transmission through the dark shades is diminished because of opacity [29]. Opaque shades decrease the capacity of the light to penetrate into bulk of the resin composite [31]. In the current study, the darker shades showed the higher PHD than lighter shades (Table 3) probably due to the lower rate of light that passed through the dental composite (Figure 1).

Insufficiently polymerized composite resin may present quite a large number of problems, such as poor color stability, greater stain uptake, and risk of pulp aggression by non-polymerized monomers and portions of the material with different values of Young's modulus [31]. It has been reported that loading well-polymerized composite layers that are placed on poorly polymerized layers can lead the composite restoration to bend inward and displace, causing marginal fracture, open margins and cusp deflection [31]. However, it has been suggested that a specimen of resin composite is adequately cured when there is no more than a 20% difference between the maximum hardness at the top of the composite and the hardness at the bottom [11, 20, 34]. According to the results of present study, all shades met this criterion effectively after polymerizing the 2 mm thick specimens (Table 3).

It has been observed that CL dimethacrylate networks swell when exposed to solvents. This occurs because the forces of attraction between the polymer chains exceed the forces of attraction between solvent molecules and components of the chains [15]. Therefore, the solvent penetrates into the resin matrix and expands the openings among chains [30]. The CLD plays a major role in the properties of polymer, as highly cross-linked materials generally present increase in fracture strength and wear resistance [15]. Polymers with a high CLD may be advantageous not only because they may present enhanced mechanical properties, but also by being less susceptible to the softening by food substances and to enzymatic attack [3]. In the current study, the PDC showed no statistically significant difference by presenting proportional diminishment in CLD (Table 4).

Since solvent uptake and swelling are directly related to CLD, a polymer with fewer cross-links is more sensitive to the plasticizing action of solvents [15], as the softening was proportional thus the polymers of different shades probably present similar properties, which correlate with CLD.

In summary, darker shades have a significant influence on light transmission through the dental resin composite and, consequently, on the hardness. This fact does not interfere in the final quality of polymer. Thus, the CLD was not affected by darker shades of dental composites.

Conclusion

- 1 - Light transmission through composite was influenced by the resin shades.
- 2 - Hardness of composites was influenced by the resin shades.
- 3 - CLD of composites was not influenced by the resin shades.

REFERENCES

1. Aguiar FH, Lazzari CR, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR (2005) Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. Braz Oral Res 19:302-306.
2. Arakawa H, Fujii K, Kanie T, Inoue K (1998) Light transmittance characteristic of light-cured composite resins. Dent Mater 14:405-411.
3. Asmussen E, Peutzfeldt A (2001) A Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. J Dent Res 80:1570-1573.

4. Asmussen E, Peutzfeldt A (2003) Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci* 109:282-285.
5. Atmadja G, Bryant RW (1990) Some factors influencing the depth of cure of visible light-activated composite resins. *Aust Dent J* 35:213-218.
6. Campbell PM, Johnst WM, O'Brien WJ (1986) Light scattering and gloss of an experimental quartz-filled composite. *J Dent Res* 65:892-894.
7. Caughman WF, Rueggeberg FA, Curtis JW Jr (1995) Clinical guidelines for photocuring restorative resins. *J Am Dent Assoc* 126:1280-1286.
8. Cook WD (1982) Spectral distributions of dental photo-polymerization sources. *J Dent Res* 61:1436-1438.
9. DeWald JP, Ferracane JL (1987) A comparison of 4 modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res* 66:727-730.
10. dos Santos GB, Monte Alto RV, Filho HR, da Silva EM, Fellows CE (2008) Light transmission on dental resin composites. *Dent Mater* 24:571-576.
11. Dunn WJ, Bush AC (2002) A comparison of polymerization by light-emitting diode and halogen-based light-curing units. *J Am Dent Assoc* 133:335-341.
12. Emami N, Sjö Dahl M, Söderholm K-JM (2005) How filler properties, filler fraction, sample thickness and light source affect light attenuation in particulate filled resin composites. *Dent Mater* 21:721-730.
13. Ferracane JL (1985) Correlation between hardness and degree conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1:11-14.

14. Ferracane JL, Aday P, Matsumura H, Atsuta M (1986) Relationship between shade and depth of cure for light-activated dental composite resins. *Dent Mater* 2:80-84.
15. Ferracane JL (2006) Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 22:211-22.
16. Floyd CJ, Dickens SH (2006) Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dent Mater* 22:1143-1149.
17. Guiraldo RD, Consani S, Lympius T, Schneider LFJ, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L (2008) Influence of the light curing unit and thickness of residual dentin on generation of heat during composite photoactivation. *J Oral Sci* 50:137-142.
18. Johnston WM, Ma T, Kienle BH (1995) Translucency parameter of colorants for maxillofacial prostheses. *Int J Prosthodont* 8:79-86.
19. Knezevic A, Tarle Z, Meniga A, Sutalo J, Pichler G, Ristic M (2001) Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. *J Oral Rehabil* 28:586-591.
20. Leonard DL, Charlton DG, Roberts HW, Cohen ME (2002) Polymerization efficiency of LED curing lights. *J Esthet Restor Dent* 14:286-295.
21. Masotti AS, Onófrio AB, Conceição EN, Spohr AM (2007) UV–vis spectrophotometric direct transmittance analysis of composite resins. *Dent Mater* 23:724-730.
22. Park YJ, Chae KH, Rawls HR (1999) Development of a new photoinitiation system for dental light-cure composite resins. *Dent Mater* 15:120-127.

23. Peutzfeldt A (1997) Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci* 105:97-116.
24. Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G (1999) The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res* 48:675-681.
25. Powers JM, Dennison JB, Lepeak PJ (1978) Parameters that affect the color of direct restorative resin. *J Dent Res* 57:876-880.
26. Rueggeberg FA (1994) Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent* 19:26-32.
27. Rueggeberg FA, Craig RG (1988) Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res* 67:932-937.
28. Ruyter IE, Oysaed H (1982) Conversion in denture base polymers. *J Biomed Mater Res* 16:741-754.
29. Sakagushi RL, Douglas WH, Peters MC (1992) Curing light performance and polymerization of composite restorative materials. *J Dent* 20:183-188.
30. Schneider LF, Moraes RR, Cavalcante LM, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L, Consani S (2008) Cross-link density evaluation through softening tests: effect of ethanol concentration. *Dent Mater* 24:199-203.
31. Shortall AC, Wilson HJ, Harrington E (1995) Depth of cure of radiation-activated composite restoratives--influence of shade and opacity. *J Oral Rehabil* 22:337-342.
32. Sidhu SK, Ikeda T, Omata Y, Fujita M, Sano H (2006) Change of color and translucency by light curing in resin composites. *Oper Dent* 31:598-603.

33. Silikas N, Eliades G, Watts DC (2000) Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dent Mater* 16:292-296.
34. Soh MS, Yap AU, Siow KS (2003) Effectiveness of composite cure associated with different curing modes of LED lights. *Oper Dent* 28:371-377.
35. Tanoue N, Koishi Y, Matsumura H, Atsuta M (2001) Curing depth of different shades of a photo-activated prosthetic composite material. *J Oral Rehabil* 28:618-623.
36. Vargas MA, Cobb DS, Schmit JL (1998) Polymerization of composite resins: argon laser vs conventional light. *Oper Dent* 23:87-93.
37. Watts DC, Amer O, Combe EC (1984) Characteristics of visible-light-activated composite systems. *Br Dent J* 156:209-215.

Table 1: Information about the Filtek Z250 composite, employed according to the manufacturer.

Shade		Organic Matrix	Filler	Photo-initiator	Batch number
Hues	Values				
A	1	BIS-GMA, UDMA and BIS-EMA	60% in volume (average of 0.19 to 3.3 μ) – Zr and Si	Camphorquinone	5UR
A	3	BIS-GMA, UDMA and BIS-EMA	60% in volume (average of 0.19 to 3.3 μ) – Zr and Si	Camphorquinone	5CG
A	3.5	BIS-GMA, UDMA and BIS-EMA	60% in volume (average of 0.19 to 3.3 μ) – Zr and Si	Camphorquinone	6HF

Table 2: Irradiance means through the Filtek Z250 composite.

Shade	Irradiance (mW/cm ²)
A1	408.60 (9.41) a
A3	359.79 (3.91) b
A3.5	327.89 (4.93) c

Mean values followed by different lowercase letters differ statistically by student's-t test at 5% level. () Standard Deviation.

Table 3: Mean percentage of decrease of Knoop hardness between bottom and top (PHD).

Shade	PHD (%)
A1	9.06 (0.88) a
A3	14.08 (0.93) b
A3.5	20.14 (1.48) c

Mean values followed by different lowercase letters differ statistically by student's-t test at 5% level. () Standard Deviation.

Table 4: Mean percentage of the decrease for KHN_2 and KHN_1 (PDC) values in the top and bottom.

Shade	PDC (%)	
	Top	Bottom
A1	23.45 (3.34) a	23.88 (3.79) a
A3	25.27 (3.48) a	25.77 (3.41) a
A3.5	23.62 (2.06) a	23.13 (2.72) a

Mean values followed by different lowercase letters in each column differ statistically by the Tukey's test at 5% level. () Standard Deviation.

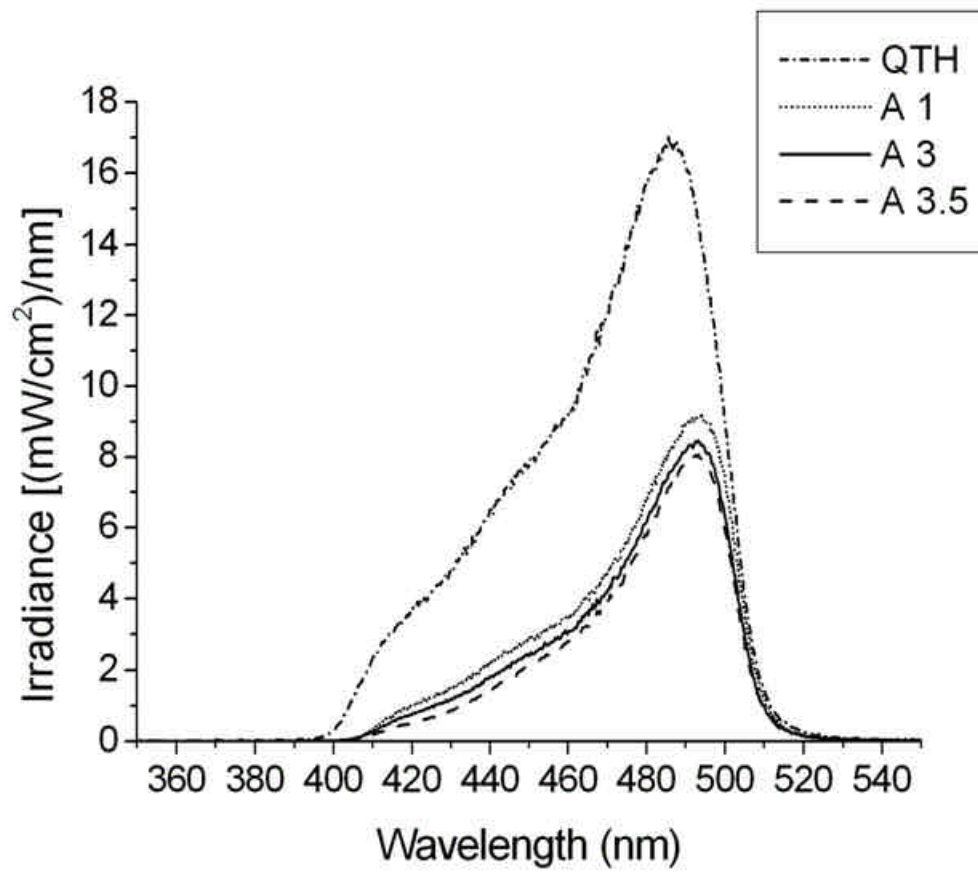


Figure 1 – Wavelength distributions of the light QTH curing unit and the light that passed through the composite in your different shades.

CONSIDERAÇÕES GERAIS

Polimerização adequada é fator crucial na obtenção de propriedades mecânicas desejáveis para as resinas compostas odontológicas (Knezevic *et al.*, 2001). Alguns estudos prévios têm mostrado que fatores, como carga e índice de refração da matriz polimérica, tipo de monômero, tipo de carga e volume de carga, podem interferir na transmissão de luz através da resina composta (Campbell *et al.*, 1986; Emami *et al.*, 2005; Masotti *et al.*, 2007).

Durante o processo de fotoativação, a luz que passa através da resina composta é refletida, absorvida e espalhada (Santos *et al.*, 2008). Assim, a intensidade de luz é atenuada e o efeito é reduzido com o aumento da profundidade (Watts *et al.*, 1984; Vargas *et al.*, 1998). Deste modo, a profundidade de polimerização depende da irradiância, tempo de exposição e outros vários fatores tais como composição do material (Atmadja & Bryant, 1990), cor do compósito (Tanoue *et al.*, 2001) e translucidez (Ferracane *et al.*, 1986).

A transmissão de luz através de materiais mais escuros é reduzida por causa da opacidade do material (Sakagushi *et al.*, 1992). Assim, compósitos com cores mais escuras tendem a absorver maior quantidade de luz que os de cores claras (Arakawa *et al.*, 1998). Deste modo, se a luz for mensurada depois de atravessar o compósito, terá valores menores nos compósitos mais escuros, fato observado nos capítulos 1 e 2.

A canforoquinona (CQ) absorve luz na região azul do espectro eletromagnético (400-550 nm) e possui pico de absorção máxima em 468 nm. Ao

receber luz (energia) neste comprimento de onda, a CQ passa pelo estágio de excitação, chamado “*triplete*” (Tsai & Charney, 1969). Neste estágio, a CQ reage com a amina terciária para formar radicais livres (Caughman *et al.*, 1995), assim o radical amina inicia o processo de polimerização. A fotoativação realizada com menores valores de intensidade de luz resulta em menor número de radicais livres gerados (Asmussen & Peutzfeldt, 2001). Com menor intensidade de luz devido às cores mais escuras, absorvem maior quantidade de luz (Arakawa *et al.*, 1998); portanto, a tonalidade do compósito é fator que pode alterar a eficácia da polimerização (Aguiar *et al.*, 2005), fato também observado nos capítulos 1 e 2.

Insuficiente polimerização da resina composta pode gerar problemas, tais como baixa estabilidade de cor, maior pigmentação e risco de agressão ao tecido pulpar pela não polimerização de monômeros e probabilidade do material ter regiões com diferentes valores de modulo de Young (Shortall *et al.*, 1995).

Tem sido relatado que a incidência de cargas sobre camadas com boa polimerização que estão sobre camadas com polimerização inadequadas pode deslocar a restauração causando fratura marginal e abertura das margens, provocando deflexão das cúspides (Shortall *et al.*, 1995). Entretanto, tem sido sugerido que a resina composta alcança polimerização adequada quando não existe diferença superior a 20% entre a dureza do topo e a da base (Dunn & Bush, 2002; Leonard *et al.* 2002; Soh *et al.*, 2003). De acordo com os resultados apresentados nos capítulos 1 e 2, somente o compósito Esthet X apresentou percentagem superior a 20% nas duas cores, no capítulo 1. Esta desvantagem da resina composta Esthet X pode ser diminuída ou anulada pelo aumento do tempo

de exposição ou pela diminuição da espessura do compósito ou por ambos, o que provavelmente resolveria esse impasse.

A armazenagem em etanol foi usada para destacar as diferenças na estrutura do polímero. Por este método foi inevitável que certa quantia do material polimérico não reagido fosse extraída pelo etanol (Ferracane, 1994). Para um mesmo grau de conversão dos monômeros, é possível que pequena quantidade de material seja dissolvida do polímero linear, podendo ser extraído da estrutura de cadeia cruzada. Isto significa que o método de armazenagem em etanol mostra polímeros com linearidade reduzida depois da armazenagem, quando comparada com antes da armazenagem, sendo a redução mais pronunciada em polímeros lineares (Asmussen & Peutzfeldt, 2001). Contudo, no capítulo 2, todas as cores apresentaram dureza reduzida depois da estocagem em etanol.

Foi observado que cadeias de di-metacrilato intumescem quando expostos aos solventes (Ferracane, 2006). Isto ocorre porque as forças de atração entre as cadeias poliméricas excedem as forças de atração entre moléculas do solvente e dos componentes das cadeias (Ferracane, 2006). Portanto, o solvente penetra na matriz da resina composta e expande os anéis entre as cadeias (Schneider *et al.* 2008). As ligações cruzadas tem papel importante nas propriedades dos polímeros e materiais com grande quantidade de ligações cruzadas geralmente apresentam maior resistência à fratura e ao desgaste (Ferracane, 2006). Polímeros com elevada densidade de ligações cruzadas (DLC) podem ser vantajosos não só por apresentarem propriedades mecânicas melhoradas, mas também por serem menos sensíveis ao amolecimento por substâncias alimentares e ao ataque

enzimático (Asmussen & Peutzfeldt, 2001). A captação do solvente e o intumescimento do polímero estão diretamente relacionados com a DLC, quando polímero com menor número de ligações cruzadas é mais sensível à ação plastificante dos solventes (Ferracane, 2006). Como o amolecimento foi proporcional, os polímeros de diferentes tonalidades provavelmente apresentam propriedades semelhantes (Capítulo 2).

Finalizando, os resultados do presente estudo mostraram que a diminuição da intensidade da luz estaria relacionada com a tonalidade da cor e tipos de compósitos. Dependendo da intensidade de luz que chega às camadas mais profundas da restauração, as propriedades mecânicas do compósito podem ser alteradas.

CONCLUSÕES GERAIS

De acordo com os materiais e métodos empregados no presente estudo, foi possível concluir que:

- 1- Diferentes resinas compostas interferem na transmissão da luz e na diferença de dureza entre o topo e a base.
- 2- Compósitos de cores escuras promovem maior interferência na transmissão da luz quando comparadas com compósitos de cores claras.
- 3- Compósitos de cores escuras não interferem no nível da densidade de ligação cruzada quando comparadas com compósitos de cores claras.

REFERÊNCIAS*

Aguiar FH, Lazzari CR, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. Braz Oral Res. 2005; 19(4): 302-306.

Alvim HH, Alécio AC, Vasconcellos WA, Furlan M, de Oliveira JE, Saad JR. Analysis of camphorquinone in composite resins as a function of shade. Dent Mater. 2007; 23(10): 1245-1249.

Arakawa H, Fujii K, Kanie T, Inoue K. Light transmittance characteristic of light-cured composite resins. Dent Mater. 1998; 14(6):405-411.

Anusavice KJ. Resinas para restauração. In: Anusavice KJ. Phillips materiais dentários. 10.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1998. cap.12, p.161-177.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. J Dent Res. 2001; 80(6): 1570-1573.

Atmadja G, Bryant RW. Some factors influencing the depth of cure of visible light-activated composite resins. Aust Dent J. 1990; 35(3): 213-218.

* De acordo com a Norma da POF/UNICAMP, baseada na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline

Burgess JO, Walker RS, Porche CJ, Rappold AJ. Light curing – an update. *Compend Contin Educ Dent*. 2002; 23(10): 889-892.

Campbell PM, Johnst WM, O'Brien WJ. Light scattering and gloss of an experimental quartz-filled composite. *J Dent Res*. 1986; 65(6): 892-894.

Caughman WF, Caughman GB, Shiflett RA, Rueggeberg FA, Schuster GS. Correlation of cytotoxicity, filler loading and curing time of dental composites. *Biomaterials* 1991; 12(8): 737-740.

Caughman WF, Rueggeberg FA. Shedding new light on composite polymerization. *Oper Dent*. 2002; 27(6): 636-638.

Dart EC, Cantwell JB, Traynor JR, Jaworzyn JF, Nemeck J. Method of repairing teeth using a composition which is curable by irradiation with visible light. US patent. 1976; 4.089.763.

DeWald JP, Ferracane JL. A comparison of 4 modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res*. 1987; 66(3): 727-730.

Dunn WJ, Bush AC. A comparison of polymerization by light emitting diode and halogen-based light-curing units. *J Am Dent Assoc*. 2002; 133(3): 335–341.

Emami N, Sjö Dahl M, Söderholm K-JM. How filler properties, filler fraction, sample thickness and light source affect light attenuation in particulate filled resin composites. *Dent Mater.* 2005; 21(8): 721-730.

Ferracane JL. Correlation between hardness and degree conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater.* 1985; 1(1): 11-14.

Ferracane JL. Elution of leachable components from composites. *Journal of Oral Rehabil.* 1994; 21(4): 441-52.

Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degree of cure. *J Dent Res.* 1997; 76(8):1508-1516.

Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater.* 2006 22(3): 211-222.

Floyd CJ, Dickens SH. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dent Mater.* 2006; 22(12): 1143-1149.

Guggenberger R & Weinmann W. Exploring beyond methacrylates. *Am J Dent.* 2000;13 (especial issue):82D-84D.

Hansen EK, Asmussen E. Reliability of three dental radiometers. *Scand J Dent Res.* 1993; 101(2): 115-119.

Hofmann N, Hugo B, Klaiber B. Effect of irradiation time (LED or QTH) on photo-activated composite shrinkage strain kinetics, temperature rise, and hardness. *Eur J Oral Sci.* 2002; 110(6): 471-479.

Knezevic A, Tarle Z, Meniga A, Sutalo J, Pichler G, Ristic M. Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. *J Oral Rehabil.* 2001; 28(6): 586-591.

Leonard DL, Charlton DG, Roberts HW, Cohen ME. Polymerization efficiency of LED curing lights. *J Esthet Restor Dent.* 14(5): 286-295.

Masotti AS, Onófrio AB, Conceição EN, Spohr AM. UV–vis spectrophotometric direct transmittance analysis of composite resins. *Dent Mater.* 2007; 23(6): 724-730.

Mills RW, Uhl A, Blackwell GB, Jandt KD. High power light emitting diode (LED) arrays versus halogen light polymerization of oral biomaterials: barcol hardness, compressive strength and radiometric properties. *Biomaterials* 2002; 23(14): 2955-2963.

Munksgaard EC, Peutzfeldt A, Asmussen E. Elution of TEGDMA and BisGMA from a resin and a resin composite cured with halogen or plasma light. *Eur J Oral Sci.* 2000; 108(4): 341-345.

Nomoto R, McCabe JF, Hirano S. Effect of aperture size on irradiance of LED curing units. *Dent Mater.* 2004; 20(7): 687-692.

Park YJ, Chae KH, Rawls HR. Development of new photoinitiator system for dental light-cure composite resins. *Dent Mater.* 1999; 15(2): 120-127.

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

Peutzfeldt A, Sahafi A, Asmussen E. Characterization of resin composites polymerized with plasma arc curing units. *Dent Mater.* 2000; 16(5): 330-336.

Phillips RW. Skinner's science of dental materials. 7.ed. Philadelphia: Saunders; 1973. Apud Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997; 105(2): 97-116.

Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res.* 1999; 48(5): 675-681.

Pradhan RD, Melikechi N, Eichmiller F. The effect of irradiation wavelength bandwidth and spot size on the scraping depth and temperature rise in composite exposed to an argon laser or a conventional quartz-tungsten-halogen source. *Dent Mater.* 2002; 18(3): 221-226.

Price RBT, Felix CA and Andreou P. Knoop hardness of ten resin composites irradiated with high-power LED and quartz-tungsten-halogen lights. *Biomaterials* 2005; 26(15): 2631-2641.

Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res.* 1988;67(6):932-937.

Rueggeberg FA. Contemporary issues in photocuring. *Compend Contin Educ Dent. Suppl.* 1999; 20(25): S4-S15.

Ruyter IE, Oysaed H. Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. *Acta Odontol Scand.* 1982; 40(3):179-192.

Sahafi A, Peutzfeldt A, Asmussen E. Soft-start polymerization and marginal gap formation *in vitro*. *Am J Dent.* 2001; 14(3): 145-147.

Sakagushi RL, Douglas WH, Peters MC. Curing light performance and polymerization of composite restorative materials. *J Dent.* 1992; 20(3): 183-188.

Schneider LF, Moraes RR, Cavalcante LM, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L, Consani S. Cross-link density evaluation through softening tests: effect of ethanol concentration. *Dent Mater.* 2008; 24(2):199-203.

Shintani H, Inoue T, Yamaki M. Analysis of camphorquinone in visible light-cured composites resins. *Dent Mater.* 1985; 1(4): 124-126.

Shortall AC, Harrington E, Wilson HJ. Light curing unit effectiveness assessed by dental radiometers. J Dent. 1995; 23(4): 227-232.

Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. Dent Mater. 2000; 16(4): 292-296.

Soh MS, Yap AU, Siow KS. Effectiveness of composite cure associated with different curing modes of LED lights. Oper Dent. 2003; 28(4): 371–377.

Tanoue N, Koishi Y, Matsumura H, Atsuta M. Curing depth of different shades of a photo-activated prosthetic composite material. J Oral Rehabil. 2001; 28(7): 618-623.

Tsai L, Charney E. The triplet states of α -dicarbonyls. J Phys Chem. 1969; 73(7): 2462-2463.

APÊNDICE 1

Metodologia empregada no Capítulo 1

As resinas compostas Filtek Z350 (3M-ESPE, St. Paul, MN, E.U.A.) e Esthet X (Dentsply-Caulk, Milford, DE, USA) foram usadas neste estudo, nas cores A1e A3,5 (Figura 1).

Como energia para fotoativação foi utilizada a fonte de luz produzida por lâmpada halógena emitida pelo aparelho XL 2500 (3M/ESPE) com irradiância de 780 mW/cm². A densidade de potência do fotoativador (mW) foi mensurada com medidor de potência Ophir Optrônicos (Har-Hotzvim, Jerusalém, Israel), conforme mostrado na Figura 2. O diâmetro da ponta foi medido com paquímetro digital (modelo CD-15C, Mitutoyo, Japão) para calcular a área da ponta do aparelho fotoativador (Figura 3) e assim calcular irradiância através do cálculo matemático: densidade da potência dividida pela área do aparelho fotoativador. As distribuições dos espectros de luz foram obtidas utilizando espectrômetro (USB 2000, Ocean Optics, Dunedin, FL, E.U.A.), conforme Figura 4.

Espécimes cilíndricos padronizados foram obtidos pela inserção do compósito em matriz circular de elastômero (2 mm de espessura por 7 mm de diâmetro). A resina composta foi inserida sobre tira de poliéster transparente e posteriormente recoberta com outra tira de poliéster transparente e fotoativada com a ponta do fotoativador posicionada próxima à tira de poliéster que cobria o compósito. Para cada cor, foram feitos 20 espécimes medindo 2 mm de espessura

por 7 mm de diâmetro. A fotoativação foi realizada por 20 segundos, de acordo com a recomendação dos fabricantes.

Ensaio de transmissão da luz.

Aleatoriamente, dez espécimes foram conectados com papel adesivo preto (para impedir que a luz não passasse através do interstício compósito/ponta) à ponta do fotoativador. A luz que passou através do compósito foi mensurada com medidor de potência Ophir Optrônicos (Har-Hotzvim). As distribuições do espectro de luz foram obtidas utilizando espectrômetro (USB 2000, Ocean Optics). Os dados da irradiância foram submetidos à ANOVA e as médias foram comparadas pelo teste t-student ($\alpha=0,05$).

Teste de dureza Knoop.

Após procedimento de fotoativação, dez espécimes selecionados aleatoriamente foram armazenados a 37°C, durante 24 horas. Posteriormente, as superfícies superior e inferior foram polidas com lixa de Carbetto de SiC nas granulações # 200, 400 e 600 (Saint-Gobain, Recife, Pernambuco, Brasil), para obter superfícies polidas e planas.

Penetrações foram realizadas sequencialmente com durômetro HMV 2 (Shimadzu, Tóquio, Japão) e posterior mensuração da dureza Knoop (KHN). Foram realizadas três leituras nas superfícies superior e inferior (carga de 50 gf por 15 segundos). O número de dureza Knoop (KHN) para cada superfície foi registrado como a média das três penetrações.

Posteriormente, o percentual de diminuição da dureza Knoop, do topo para base foi calculado (PDD) em um mesmo espécime. Os dados de PDD foram submetidos à ANOVA e as médias foram comparadas pelo teste t-student ($\alpha=0,05$).



Figura 1- Compósitos utilizados no estudo.



Figura 2- Medidor de potência Ophir Optrônicos.



Figura 3- Mensuração da ponta do fotoativador.



Figura 4- Espectrômetro USB 2000.

APÊNDICE 2

Metodologia empregada no Capítulo 2

A resina composta Filtek Z250 (3M-ESPE, St. Paul, MN, E.U.A.) foi usada neste estudo (Figura 5), nas cores A1, A3 e A3,5.

Como energia para fotoativação foi utilizada a fonte de luz produzida por lâmpada halógena emitida pelo aparelho XL 2500 (3M/ESPE) com irradiância de 900 mW/cm². A densidade de potência do fotoativador (mW) foi mensurada com medidor de potência Ophir Optrônicos (Har-Hotzvim, Jerusalém, Israel). O diâmetro da ponta foi medido com paquímetro digital (modelo CD-15C, Mitutoyo, Japão) para calcular a área da ponta do aparelho fotoativador e assim calcular irradiância através do cálculo matemático: densidade de potencia dividido pela área do aparelho fotoativador. As distribuições dos espectros de luz foram obtidas utilizando espectrômetro (USB 2000, Ocean Optics, Dunedin, FL, E.U.A.).

Espécimes cilíndricos padronizados foram obtidos pela inserção do compósito em matriz circular de elastômero (2 mm de espessura por 7 mm de diâmetro). A resina composta foi inserida sobre tira de poliéster e posteriormente coberta com outra tira de poliéster transparente e fotoativada com a ponta do fotoativador posicionada próxima a tira de poliéster que cobria o compósito. Para cada cor, foram feitos 30 espécimes medindo 2 mm de espessura por 7 mm. A fotoativação foi realizada por 20 segundos, de acordo com a recomendação do fabricante.

Ensaaios de transmissão da luz.

Os discos de resina composta foram feitos com o mesmo diâmetro da ponta do aparelho fotoativador (7 mm). Aleatoriamente, dez espécimes foram conectados com papel adesivo preto (para impedir que a luz não passasse através do interstício compósito/ponta) à ponta do fotoativador. A luz que passou através do compósito foi mensurada com medidor de potência Ophir Optrônicos (Har-Hotzvim). As distribuições do espectro da luz foram obtidas utilizando espectrômetro (USB 2000, Ocean Optics). Os dados da irradiância foram submetidos à ANOVA e as médias comparadas pelo teste t-student ($\alpha=0,05$).

Teste de dureza Knoop.

Depois do procedimento de fotoativação, dez espécimes selecionados aleatoriamente foram armazenados a 37°C, durante 24 horas. Posteriormente, as superfícies superior e inferior foram polidas com lixa de Carbetto de SiC nas granulações # 200, 400 e 600 (Saint-Gobain, Recife, Pernambuco, Brasil), para obter superfícies polidas e planas.

Penetrações foram realizadas sequencialmente num durômetro HMV 2 (Shimadzu, Tóquio, Japão) para mensuração da dureza Knoop (KHN). Foram realizadas três leituras nas superfícies superior e inferior, com carga de 50 gf por 15 segundos (Figura 6). O número de dureza Knoop (KHN) para cada superfície foi registrado como a média das três penetrações.

Posteriormente, o percentual de diminuição da dureza Knoop, do topo para a base foi calculado (PDD) num mesmo espécime. Os dados de PDD foram submetidos à ANOVA e as médias comparadas pelo teste t-student ($\alpha=0,05$).

Teste de densidade de ligação cruzada.

Após procedimento de fotoativação, dez espécimes selecionados aleatoriamente foram armazenados a 37°C, durante 24 horas. Posteriormente, as superfícies superior e inferior foram polidas com lixa de Carbetto de SiC nas granulações # 200, 400 e 600 (Saint-Gobain, Recife, Pernambuco, Brasil), para obter superfícies polidas e planas.

Penetrações foram realizadas seqüencialmente com durômetro HMV 2 (Shimadzu, Tóquio, Japão) para mensuração da dureza Knoop (KHN). Foram realizadas três leituras nas superfícies superior e inferior, com carga de 50 gf por 15 segundos. O número de dureza Knoop (KHN) para cada superfície foi registrado como a média das três penetrações. Posteriormente, os espécimes foram armazenados em álcool absoluto por 24h, a 37°C, e novamente realizado o ensaio de dureza como descrito anteriormente (KHN2). A densidade de ligação cruzada foi estimada pelo efeito do amolecimento produzido pelo etanol, isto é, pela diminuição da dureza. Posteriormente, o percentual de diminuição de KHN2 sobre KHN1 (PD) no mesmo espécime foi calculado para as duas superfícies. Os dados de PD foram submetidos à ANOVA considerando dois fatores (cor vs superfície) e as médias foram comparadas pelo teste de Tukey ($\alpha=0,05$).



Figura 5- Compósitos utilizados no estudo.

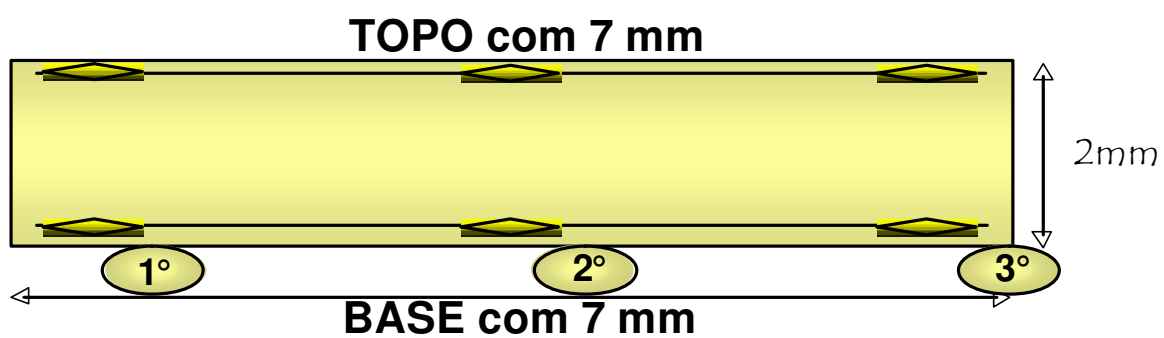


Figura 6- Representação esquemática da seqüência de realização das penetrações.

Anexo 1

CARTA DE ENVIO DO CAPÍTULO 2 PARA PUBLICAÇÃO

24-Oct-2008

Dear Dr. Guiraldo:

Your manuscript entitled "Influence of composite resin shades on light transmission by the composite, hardness and cross-link density" has been successfully submitted online and is presently being given full consideration for publication in the 'Clinical Oral Investigations'.

Your manuscript ID is COI-10-08-0282.

Please mention the above manuscript ID in all future correspondence or when calling the office for questions. If there are any changes in your street address or e-mail address, please log in to Manuscript Central at <http://mc.manuscriptcentral.com/coi> and edit your user information as appropriate.

You can also view the status of your manuscript at any time by checking your Author Center after logging in to <http://mc.manuscriptcentral.com/coi>.

Springer offers authors the option of making their articles available with open access via our Open Choice programme. We advise you to familiarise yourself with the details of Springer Open Choice in advance, to be able to decide quickly should your paper be accepted for publication. Further information can be found at www.springer.com/openchoice.

Thank you for submitting your manuscript to the 'Clinical Oral Investigations'.

Sincerely,

Gottfried Schmalz
Editor-in-Chief