

**MICRODUREZA, MÓDULO DE ELASTICIDADE E GRAU DE  
CRISTALINIDADE DE COMPÓSITOS ATIVADOS POR LED E LUZ  
HALÓGENA COM DIFERENTES DENSIDADES DE ENERGIA**

**PATRÍCIA SILVA HAMESTER RODRIGUES**

Dissertação apresentada como  
requisito parcial à obtenção do grau de Mestre  
em Odontologia, curso de Pós-graduação em  
Odontologia, concentração Dentística  
Restauradora, Pontifícia Universidade  
Católica do Rio Grande do Sul.

**Orientador:** Prof. Dr. Luiz Henrique Burnett Jr.

**PORTO ALEGRE  
DEZEMBRO 2008**

## **Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)**

R696n Rodrigues, Patrícia Silva Hamester  
Microdureza, módulo de elasticidade e grau de  
cristalinidade de compósitos ativados por LED e Luz  
Halógena com diferentes densidades de energia / Patrícia  
Silva Hamester Rodrigues. – Porto Alegre, 2008.  
69 f.

Diss. (Mestrado) – Fac. de Odontologia, Programa de  
Pós-Graduação em Odontologia. Concentração em  
Desntística, PUCRS  
Orientador: Prof. Dr. Luiz Henrique Burnett Jr.

1. Resinas Compostas. 2. Densidade de Energia  
(Odontologia). 3. Materiais Dentários. I. Título.

CDD 617.675

### **Bibliotecário Responsável**

Ginamara Lima Jacques Pinto  
CRB 10/1204

**PATRÍCIA SILVA HAMESTER RODRIGUES**

**MICRODUREZA, MÓDULO DE ELASTICIDADE E GRAU DE  
CRISTALINIDADE DE COMPÓSITOS ATIVADOS POR LED E LUZ  
HALÓGENA COM DIFERENTES DENSIDADES DE ENERGIA**

Dissertação apresentada como  
requisito parcial à obtenção do grau de Mestre  
em Odontologia, curso de Pós-graduação em  
Odontologia, concentração Dentística  
Restauradora, Pontifícia Universidade  
Católica do Rio Grande do Sul.

Aprovada em \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de 2009.

**BANCA EXAMINADORA**

Prof. Dr. Luiz Henrique Burnett Jr (PUCRS)

---

Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota (PUCRS)

---

Prof. Dr. Sinval Adalberto Rodrigues Junior (UFPEL)

---

## DEDICATÓRIA

Aos meus pais, **Clécio e Rosângela**, pelo amor, pelo carinho e pelo exemplo. Sem vocês este projeto não seria possível. Amo vocês !

Ao meu marido, **Rodrigo**, pelo companheirismo, pelo amor, pela paciência e pela confiança. Te Amo e te admiro!

## **AGRADECIMENTO ESPECIAL**

Ao professor **Luiz Henrique Burnett Jr**, meu orientador, pelo exemplo de pesquisador, pela competência na realização das suas tarefas e principalmente pela ajuda para que esta dissertação pudesse ser realizada. Muito Obrigada!

## AGRADECIMENTOS

A Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, na pessoa do Diretor **Marcos Túlio Mazzine Carvalho** pela oportunidade do crescimento científico, disponibilizado pela estrutura física e qualidade de ensino desta instituição.

A **Prof Nilza Pereira da Costa** pelo empenho com que sempre conduziu este programa de pós-graduação e ao **Prof José Antonio Poli de Figueredo**, pela nova proposta adotada pelo programa.

À **Capes** pela bolsa de pós-graduação concedida

A **Prof Dr. Ana Maria Spohr** pelo exemplo de humildade e amizade. Pela maneira sempre gentil de mostrar os erros e pela sabedoria compartilhada. Teus apontamentos foram muito importantes na qualificação desta dissertação.

Ao **Prof Hugo Oshima**, pelo carinho e pela valiosa contribuição na qualificação deste trabalho.

Ao **Prof Eduardo Motta** pela atenção e contribuição científica.

Aos colegas de Mestrado **Daniela e Lucas , Guilherme, Marcelo, Paula, Rosana e Rhuy** que foram companheiros e amigos. Que bom ter compartilhado com vocês este período, valeu!!!

Ao **Prof Dr. Roberto Hübler** pela autorização para utilização dos equipamentos do laboratório GPESI, sem os quais este trabalho não poderia ser realizado.

Ao **Dr. Eduardo Blando**, que realizou as medidas das amostras no GEPSI e que teve a maior paciência para esclarecer minhas dúvidas, que não foram poucas. Tenho certeza que em breve serás um grande professor. Muito obrigada!

Aos **funcionários da secretaria e das clínicas** desta casa, que sempre estiveram disponíveis a ajudar. Obrigada!

À minha família. Ao meu irmão **Rafael**, minha cunhada **Dodóia** e a pequena **Beatriz**, aos meus cunhados **Débora e Kuki, Humberto e Aline** e a minha sogra **Rosa Luiza** pela confiança. Amo vocês!

## RESUMO

Este estudo avaliou a influência da densidade de energia (intensidade de energia luminosa x tempo de exposição) na microdureza, no módulo de elasticidade e no grau de cristalinidade das resinas compostas Rok (SDI) Filtek Z250 (3M ESPE) Filtek LS (3M ESPE) e Amelogem Plus (Ultradent). Para a confecção dos corpos-de-prova foram utilizadas matrizes de acrílico quadradas com 4mm de espessura e um orifício central de 8mm de diâmetro. As resinas foram inseridas em dois incrementos e fotopolimerizadas com aparelho de luz halógena XL 3000 (600mW/cm<sup>2</sup>) e LED Celalux (800mW/cm<sup>2</sup>) com 8 e 16J/cm<sup>2</sup> de energia luminosa para cada uma das resinas, totalizando 16 grupos. Após a fotoativação o conjunto matriz/disco foi polido com lixas de carbeto de silício umedecidas em água e seguidas de polimento com pasta de óxido de alumínio com 6µm, 3µm, 1µm, 0,25µm. As amostras foram armazenadas em água destilada em temperatura ambiente por 24h. Decorrida esta etapa as amostras foram submetidas aos testes de microdureza e módulo de elasticidade pelo sistema Fischerscop HV 100 e medidas do grau de cristalinidade através de XRD 7000. Os dados foram submetidos aos testes de Shapiro-Wilk, ANOVA e teste de Tukey com nível de confiança de 95%. Os resultados mostraram que houve diferença significativa entre as resinas avaliadas para a microdureza ( $p < 0,01$ ) e o módulo de elasticidade ( $p < 0,01$ ) quando fotoativados com 8 e 16J/cm<sup>2</sup>. O aparelho fotopolimerizador LED apresentou melhores resultados quando comparado ao aparelho de luz halógena. A resina composta Filtek LS



apresentou padrão mais cristalino de cadeia polimérica do que as resinas baseadas em Bis-GMA, Bis-EMA e UDMA, entretanto, a resina com matriz baseada em siloranos apresentou os menores valores para o módulo de elasticidade e microdureza. **Conclusão:** A densidade de energia assim como a fotopolimerização com aparelhos LED podem afetar significativamente a microdureza e módulo de elasticidade de resinas compostas com diferentes composições de matriz orgânica.

**Palavras-Chave:** Densidade de Energia, Resina composta, Dureza, Módulo de elasticidade, Difração de raios X.

## ABSTRACT

**Aims:** To evaluate the influence of the energy density (light intensity X exposure time) on microhardness, elastic modulus and degree of cristalinity of the following resin composites: ROK (SDI), Filtek Z250 (3M ESPE) Filtek LS (3M ESPE) and Amelogem Plus (Ultradent). **Materials and Methods:** Disc-shaped specimens were made with the following dimensions: 8mm of diameter x 4mm of height. Each composite was placed in two increments and light cured by a halogen light unit (LCU) with 600mW/cm<sup>2</sup> or a LED LCU with 800mW/cm<sup>2</sup>, using 8 or 16J/cm<sup>2</sup> energy density. Sixteen groups were tested. After light-curing, the group matrix/disc was wet-abraded with a silicon carbide paper and polishing paste. The specimens were kept in distilled water at room temperature for 24h, after which they were submitted to the microhardness hardness test using the Fischerscop HV 100 system. The elastic modulus was recorded immediately after the hardness testing in the same sample. The degree of cristalinity was analyzed by the XRD 7000. The data were submitted to the three-way ANOVA and Tukey's test ( $\alpha=5\%$ ). **Results:** Both microhardness and elastic modulus of the composite studied were significantly affected by energy density ( $p<0.0001$ ). Also, the LED LCU provided higher properties in comparison with halogen LCU ( $p<0.001$ ). Filtek LS presented higher pattern of cristalinity in the polymeric chain that the composites based in Bis-GMA, Bis-EMA or UDMA. This composite, though, presented lower elastic modulus and microhardness that the others.

**Conclusion:** The energy density influences the microhardness and elastic modulus of resin composites with different organic matrix.

**Keywords:** energy density, composite resin, hardness, elastic modulus, X-Ray diffraction

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<b>Figura 1.</b> Configuração química da fase orgânica das resinas .....	38
<b>Figura 2.</b> Ilustração das resinas utilizadas .....	39
<b>Figura 3.</b> Fotografias da matriz utilizada no estudo, fotoativação da resina composta e amostra finalizada.....	42
<b>Figura 4.</b> Equipamento de Medida de Dureza Fischerscope HV 100 em funcionamento no GEPSI- Tecnopuc. ....	44
<b>Figura 5.</b> Equipamento XRD-7000 Schimatzu em funcionamento no GEPSI – Tecnopuc .....	45
<b>Figura 6.</b> Difractograma da resina Filtek LS .....	52
<b>Figura 7.</b> Difractograma da resina Amelogem PLus .....	53
<b>Figura 8.</b> Difractograma da resina Filtek Z250 .....	53
<b>Figura 9.</b> Difractograma da resina Rok .....	54

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Resinas compostas utilizadas no estudo .....	37
<b>Tabela 2.</b> Grupos estudados .....	41
<b>Tabela 3.</b> Norma ISSO 14.577.....	44
<b>Tabela 4.</b> Resultados de microdureza e módulo de elasticidade após o teste ANOVA com três fatores .....	48
<b>Tabela 5.</b> Desempenho geral no estudo das densidades de energia .....	49
<b>Tabela 6.</b> Desempenho geral no estudo das unidades de fotoativação .....	49
<b>Tabela 7.</b> Desempenho geral das resinas compostas no estudo .....	50
<b>Tabela 8.</b> Resultados do teste de Tukey para módulo de elasticidade e microdureza .....	51

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SIGNIFICADOS

%	Por cento
<	Menor que
>	Maior que
±	Mais ou menos
°C	Grau Celsius
µm	Micrometro
cm	Centímetro
DMA	Dimetacrilato
DE	Densidade de Energia
EDS	Energy dispersive x-ray spectroscopy (Espectroscopia de raios-x por energia dispersiva)
F	Força
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier
Ft-Raman	Transformada de Fourier Raman
GC	Grau de Cristalinidade
GPa	Giga Pascal
h	Hora
h	Profundidade de penetração
ISO	Internacional Organization of Standardization ( Organização Internacional para Padronização)
VHN	Vickers hardness number (Dureza Vickers)
J	Joule
KV	Kilo Voltagem
LED	Diodo Emissor de Luz
M	Mol
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
min	Minuto

mA	Miliampere
mJ	MiliJoule
mJ/cm <sup>2</sup>	MiliJoule por centímetro quadrado
mm	Milímetro
MPa	Mega Pascal
mW/cm <sup>2</sup>	MiliWatt por centímetro quadrado
MN	MiliNewton
N	Newton
nm	Nanômetro
n	Número de corpos de prova
n°	Número
QTH	Quartz tungsten halogen ( Aparelho de luz halógena)
PAC	Plasma arc (arco de plasma)
C	Carbono
p	Probabilidade calculada
TEGDMA	Trietileno glicol dimetacrilato
UDMA	Uretano dimetacrilato
Rx	Radiação X
s	Segundo
sig.	Significância
vol.	Volume
W	Watt
wt %	Weight percent
Bis-GMA	Bisfenol glicidil metacrilato-a
Bis-HEMA	Bisfenol 2-hidroxietil metacrilato
HEMA	2-hidroxietil metacrilato
J/cm <sup>2</sup>	Joule por centímetro quadrado
x	Indica o número de vezes. Ex. 200x (duzentas vezes)
XRD	X- ray Diffraction (Difração por radiação X)
GEPSI	Grupo de Estudos de Propriedades de Superfícies e Interfaces

## SUMÁRIO

1. Introdução .....	16
2. Objetivo .....	20
3. Revisão da Literatura .....	22
4. Materiais e Métodos .....	36
4.1 Materiais .....	37
4.2 Confeção das amostras.....	40
4.3 Teste de Microdureza e Módulo de Elasticidade.....	43
4.4 Análise do Grau de Cristalinidade por Difração de Rx .....	45
4.5 Análise estatística.....	46
5. Resultados .....	47
6. Discussão .....	55
7. Conclusão .....	62
8.Referências Bibliográficas .....	64
9. Anexos .....	68
9.1. Anexo 1 – Carta de aprovação do CCE FOPUC .....	69



## ***INTRODUÇÃO***

---

## 1. INTRODUÇÃO

Compósitos dentários são materiais poliméricos baseados em monômeros de dimetacrilato que criam cadeias poliméricas tridimensionais quando polimerizadas. A fase dispersa deste material é composta de partículas de carga inorgânica que variam de tamanho e forma, que são distribuídas dentro da cadeia polimérica e aderidas a este através da superfície revestida por um agente de união, o silano<sup>1</sup>. O desenvolvimento de resinas compostas com fotoiniciadores e luz para ativação permitiu ao dentista controlar o tempo de trabalho deste material. Neste processo, a qualidade e a intensidade da luz aplicada influenciam a fotoiniciação bem como o grau de conversão de monômeros em polímeros, caracterizando as propriedades dos compósitos tais como: dureza, módulo de Young e de elasticidade, resistência à compressão flexural, resistência à fratura e à abrasão<sup>2,3,4</sup>.

O tempo ideal de aplicação da luz no processo de polimerização é desconhecido, pois vários fatores estão envolvidos como, por exemplo, o tipo de monômeros da fase orgânica (Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, TEGDMA), a porcentagem de partículas inorgânicas, a densidade e o tipo de energia aplicada<sup>3,5</sup>. Asmussen e Peutzfeldt<sup>6</sup> definem a densidade de energia como a multiplicação da intensidade de energia ( $\text{mW}/\text{cm}^2$ ) pelo tempo de exposição. Essa associação determina a qualidade da polimerização<sup>7</sup> e, por conseguinte, as propriedades mecânicas da resina composta<sup>8,9</sup>.

Observando a definição de densidade de energia é possível obter-se as mesmas propriedades mecânicas de um compósito resinoso aplicando alta intensidade por períodos curtos de tempo ou baixa intensidade por períodos mais prolongados de exposição<sup>6</sup>. Esta teoria simplifica a técnica restauradora, pois observando a intensidade luminosa com um radiômetro pode-se calcular o tempo ideal de exposição para obter as mesmas propriedades com todas as unidades de fotoativação disponíveis. Entretanto, observando as instruções dos fabricantes para o uso das unidades fotoativadoras e das resinas compostas, é possível identificar falhas, como por exemplo: a intensidade mínima necessária para polimerizar um compósito se o profissional aplicar luz halógena ou LED; o tempo necessário para polimerizar a resina pode ser variável se os monômeros são Bis-GMA, Bis-EMA ou UDMA e muito provavelmente o tempo de polimerização não será o mesmo<sup>10</sup>. Estudos para elucidar estas questões são necessários porque alguns profissionais com fontes de luz modernas podem super ou sub expor os compósitos a luz comprometendo as propriedades mecânicas destes materiais.

Desta forma propomos avaliar características como a dureza das resinas compostas, módulo de elasticidade e o grau de cristalinidade.

A dureza de um material pode ser definida como resistência a penetração por uma ponta diamantada ou esfera de aço sob uma carga específica. O módulo de elasticidade descreverá a rigidez relativa do material e o grau de cristalinidade de um polímero se revela através do estado de conformação deste material, ou seja, através da grade espacial, que é definida como qualquer

arranjo de átomos no espaço, onde cada um está situado em uma posição semelhante em relação ao do outro. Quando um feixe de raios X monocromáticos com comprimentos de onda  $\lambda$  é projetado sobre um material cristalino em um ângulo  $\theta$ , a difração ocorre. Considerando a posição angular e a intensidade do pico de radiação resultante, a difração produz um padrão característico da amostra. Este padrão poderá ser cristalino ou não.

## ***OBJETIVO***

---

## **2. OBJETIVO**

### **Objetivo**

Avaliar a microdureza, o módulo de elasticidade e a estrutura cristalina de quatro resinas compostas com matriz orgânicas distintas submetidas a duas densidades de energia luminosas (8 e 16 J/cm<sup>2</sup>) emitidas por aparelho LED e aparelho de luz halógena.

### **Hipótese**

Este estudo partiu inicialmente de uma hipótese nula onde não haveria diferença na microdureza, no módulo de elasticidade e no grau de cristalinidade entre resinas compostas com distintas composições orgânicas (Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, TEGDMA e Siloranos), quando polimerizadas com diferentes fontes de luz (LED ou luz halógena) e com diferentes densidade de energia.

## ***REVISÃO DA LITERATURA***

---

### 3. REVISÃO DA LITERATURA

**Khan et al. (1992)**, avaliaram a composição, o tamanho, a fase e o conteúdo de partículas de carga de sete resinas compostas, através de MEV/EDX, XRD e DTG. As resinas avaliadas foram: Silux (3M ESPE), P-50 (3M ESPE), Occlusion (ICI), Estilux (Kuraray), Brilliant Lux (Coltene), CR-Inlay (Kuraray) e Posterior (Kuraray). As observações em microscópio mostraram que destas, cinco resinas seriam classificadas como híbridas, uma como micro particulada e uma como sub microparticulada. A análise de difração de Rx mostrou que as resinas poderiam ser classificadas em cristalínias, vítreas e uma mistura das duas fases. A análise térmica indicou que as resinas classificadas como híbridas apresentaram maior conteúdo (wt%) de partículas que as outras duas resinas.

**Asmussen & Peutzfeldt (1998)** estudaram a influência dos monômeros UDMA, BisGMA e TEGDMA em propriedades mecânicas de resinas compostas experimentais. Trinta misturas de TEGDMA e BISGMA e/ou UDMA foram produzidas. Das resinas fabricadas, cinco tiveram a seguinte relação entre TEGDMA e BisGMA: 30:70, 40:60, 50:50, 60:40, 70:30. Esta relação de monômero foi substituída por UDMA sucessivamente em 10 M %. A resistência à tensão diametral, à resistência flexural e ao módulo de elasticidade foram determinados após uma semana de armazenamento em água a 37°C. Os dados



foram submetidos ao teste ANOVA. Os resultados apresentaram valores que variaram entre 52 e 59 MPa para resistência à tensão diametral, 137 e 167MPa para resistência flexural e 8 a 11 GPa para o módulo de elasticidade. A análise estatística mostrou que a substituição do BisGMA ou TEGDMA por UDMA resultou em um aumento na resistência flexural e tensão diametral.

**Sakaguchi RL, Berge HX (1998)** descrevem que a densidade de energia (intensidade de energia luminosa x tempo de exposição) necessária para uma cura ideal de resinas compostas é um assunto de muita relevância clínica. Maximizar e otimizar as propriedades mecânicas é desejável, assim como minimizar a contração de polimerização. Desta forma equivalente grau de conversão poderia ser obtido aplicando baixas intensidades de luz por períodos mais prolongados ou utilizando intensidades variadas por tempos determinados.

**Yap & Senevirante (2001)** investigaram a influência da densidade de energia, que foi definida como intensidade de energia luminosa multiplicada pelo tempo de exposição, na efetividade da polimerização dos compósitos. O estudo utilizou a resina composta Z100 (3M Espe) para confecção das amostras. As densidades de energia variaram de 2 a 108 mJ/cm<sup>2</sup>, para isso foi utilizado seis intensidades de energia luminosa (200, 300,400, 500 e 600 mW/cm<sup>2</sup>) e nove tempos de exposição (10, 20, 30, 40, 60, 80, 100, 120 e 180 segundos). A densidade de 16mJ/cm<sup>2</sup> foi utilizada como controle (400mW/cm<sup>2</sup> x 40s). Seis amostras foram feitas para cada grupo e submetidas a teste de microdureza Knoop na superfície e no fundo da amostra. Os resultados foram analisados com ANOVA e Teste de Scheffe's. A correlação entre o tempo e os valores e as

médias da microdureza foram feitas usando a correlação de Person ( $p=0.01$ ). Os resultados mostraram que com  $200\text{mW/cm}^2$  não se obteve a cura desejada, mas que esta pode ser obtida com  $300\text{mW/cm}^2$  após 120s de exposição. A cura ideal foi conseguida após 30 e 20s de exposição com as intensidades de energia luminosa de 500 e  $600\text{mW/cm}^2$ , respectivamente.

**Halvorson, Erickson, Davidson (2002)** estudaram a relação entre a extensão da polimerização das resinas Heliomolar (Vivadent) Silux Plus (3M ESPE), Herculite (Kerr) e Z100 (3M ESPE) e a intensidade luminosa durante a fotopolimerização. FTIR foi utilizado para medir o grau de conversão das resinas após 5 min e 24h da fotopolimerização. Os dados foram analisados por One-way ANOVA e Fischer Protected LSD com nível de significancia de 0.05. Os resultados apontaram que o perfil de cura apresentou uma diminuição gradual na conversão com a diminuição da densidade de energia. As medidas após 24h mostraram equivalência estatística para a maioria das combinações de tempo e intensidade luminosa. As exceções ocorreram com os tempos menores de exposição.

**Blando (2001)** avaliou as principais técnicas utilizadas para avaliação de materiais em nano e microdureza, realizando comparações através de resultados empíricos e verificando a eficiência e adaptabilidade do equipamento de medida (Fischer HV 100) frente aos diferentes modelos de dureza utilizados.

**Oberholzer et al. (2003)** compararam as mudanças volumétricas e as taxas de contração durante diferentes estágios de polimerização das resinas Z250 e Filtec Flow (3M/ESPE) e dos compômeros Dyract AP e Dyract-flow

(Dentsply). As resinas foram fotoativadas com aparelho fotopolimerizador Spectrum 800 (Dentsply). A densidade de energia foi mantida constante em  $16\text{mJ}/\text{cm}^2$ , sendo variado o tempo de exposição e a intensidade de energia luminosa ( $400\text{mW}/\text{cm}^2$  por 40s e  $800\text{mW}/\text{cm}^2$  por 20s). As mudanças volumétricas foram registradas a cada 0.5 segundos, utilizando um dilatômetro de mercúrio. Os dados foram submetidos ao teste ANOVA e ao teste t-student com sig. = 95%. Os resultados mostraram que as resinas Z250 e Dyract AP apresentaram maior contração de polimerização quando submetidas a maiores intensidades de energia luminosa, sendo menos significativa para os materiais Flow. O uso de menor intensidade de energia luminosa causou contração menor e mais lenta nos materiais testados.

**Price, Felix, Andreou (2004)**, definem a intensidade de energia luminosa ( $\text{W}/\text{cm}^2$ ) como o número de fótons por segundo (W) recebido por um centímetro quadrado da superfície da resina e densidade de energia luminosa ( $\text{J}/\text{cm}^2$ ) é o resultado da multiplicação da intensidade de energia luminosa pelo tempo total de exposição em segundos.

O objetivo de **Soh & Yap (2004)** em seu estudo foi investigar a influência dos regimes de polimerização na densidade de ligações cruzadas da resina composta Z100(3M/ESPE). Quatro diferentes regimes de fotolimerização foram avaliados, utilizando o aparelho fotopolimerizados VIP (Bisco): controle ( $400\text{mW}/\text{cm}^2$  por 40 segundos), Pulse-delay ( $100\text{mW}/\text{cm}^2$  por 10 s, espera de 3 min e  $500\text{mW}/\text{cm}^2$  por 30s), Soft Start ( $200\text{mW}/\text{cm}^2$  por 20s +  $600\text{mW}/\text{cm}^2$  por 20s) e Pulse Cure ( $400\text{mW}/\text{cm}^2$  por 20s+ espera de 20s +  $400\text{mW}/\text{cm}^2$  por

20s). Foram realizadas 6 amostras para cada grupo que foram estocadas por 24 horas. Estas amostras foram então submetidas a medidas diretas e indiretas para avaliar o grau de conversão das ligações cruzadas através de testes de transição de temperatura vítrea ( $T_g$ ) e dureza (KH) após estocagem em etanol respectivamente. Os dados foram submetidos ao teste One-way ANOVA/Scheffe's. Os resultados mostraram que para o método direto o grau de conversão das ligações cruzadas foi C>PC>SS>PD e para o método indireto foi PC>SS>C>PD. Desta forma os resultados deste trabalho sugerem que polimerização realizada com Pulse Delay resultou em menor densidade de ligações cruzadas.

Para **Peutzfeldt & Asmussen (2005)**, de acordo com o conceito de energia total, as propriedades das resinas compostas fotoativadas seriam influenciadas pela densidade de energia devido à reciprocidade entre a intensidade de energia luminosa e o tempo de exposição. A cinética de polimerização é complexa, por isso foi suposto que o grau de polimerização, a resistência flexural e o módulo de elasticidade não seriam influenciados pela densidade de energia, mas também pela intensidade de energia luminosa. A resina composta Tetric Ceram (Ivoclar Vivadent) foi fotoativada com aparelho fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr) com seis intensidades de energia luminosa (50, 100, 200, 400, 800 e 1000mW/cm<sup>2</sup>) e com tempos equivalentes para se obter densidade de energia luminosa de 4, 8 e 16 mJ/cm<sup>2</sup>. O grau de conversão foi mensurado através de FTIR após uma semana da fotoativação. Os dados obtidos foram submetidos a one-way ANOVA e Newman-keuls ( $\alpha = 0.05$ ). Os

resultados demonstraram que o grau de conversão, a resistência flexural e o módulo de elasticidade aumentaram com o aumento da densidade de energia. Para cada densidade de energia o grau de conversão diminuiu com o aumento da intensidade de energia luminosa. A resistência flexural e o módulo de elasticidade mostraram seus valores máximos nas intensidades de energia luminosa intermediárias.

**Neo et al. (2005)** investigaram o uso de diferentes regimes de polimerização com padronização da densidade de energia na efetividade de cura de resinas compostas ativadas por luz. A resina composta Z100 (3M/ESPE) foi fotoativada pelo aparelho fotopolimerizador VIP (Bisco) com cinco regimes de polimerização: Pulse-Delay (100mW/cm<sup>2</sup> por 10 s, espera de 3 min e 500mW/cm<sup>2</sup> por 30s), Pulse Cure (400mW/cm<sup>2</sup> por 20s + espera de 20s + 400mW/cm<sup>2</sup> por 20s), Soft-Start (400mW/cm<sup>2</sup> por 40 s), Turbo (600mW/cm<sup>2</sup> por 27 s) e Controle (400mW/cm<sup>2</sup> por 40s). A efetividade de cura foi medida pela dureza Knopp no topo e no fundo das amostras de 2mm de espessura imediatamente e um dia após a fotoativação. Os dados obtidos foram analisados utilizando one-way ANOVA/Scheffe's e t-tests (p<0.05). Os resultados mostraram que não houve diferença significativa na média das taxas de dureza entre os diferentes regimes imediatamente e um dia após a fotopolimerização. Os valores de dureza do topo e fundo das amostras, um dia após a ativação, foram maiores que os observados imediatamente após a fotoativação. A efetividade de cura na superfície dos compósitos pode ser aumentada pelos regimes de soft-start e turbo.

**Turssi, Ferracane, Vogel (2005)** avaliaram materiais com diferentes combinações de tamanho e forma de partículas de carga em relação à abrasão e o grau de conversão. Doze compósitos foram formados com partículas esféricas ou irregulares com tamanhos que variaram entre 100 a 1500nm. Os testes de desgaste foram realizados na máquina de desgaste OHSU e o grau de conversão foi mensurado pelo FTIR. Os dados foram analisados usando os testes de Tukey e one-way ANOVA ( $p < 0.05$ ). Os resultados mostraram que o tamanho e a geometria das partículas de carga têm efeito significativo na resistência ao desgaste e no grau de conversão dos compósitos. A presença de partículas pequenas, esféricas ou irregulares pode ajudar a melhorar a resistência ao desgaste dos compósitos, sem comprometer a porcentagem de reação das duplas ligações de carbono.

**Asmussem & Peutzfeldt (2005)** compararam a contração de polimerização da resinas compostas Tetric Ceran (Ivoclar) curada com três densidades de energia (4, 8 e 16  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ ), sendo que para cada densidade de energia foi utilizado seis intensidades de energia luminosa (50, 100, 200, 400, 800 e 1000  $\text{mW}/\text{cm}^2$ ). As amostras ( $n=5$ ) foram submetidas ao teste de deflexão de disco para avaliar a contração de polimerização após uma hora da fotoativação. Os dados foram analisados pelo teste Two-way ANOVA e análise de regressão ( $\alpha = 0.05$ ). Os resultados mostraram uma influência significativa tanto para a densidade de energia como para a intensidade de energia luminosa. A contração de polimerização aumentou significativamente com o aumento da densidade de energia recebida pelo compósito, e para cada

densidade de energia a contração diminuiu com o aumento da intensidade de energia luminosa.

**Neves, Discacciati, Oréfica, Yoshida (2005)** avaliaram a cinética de polimerização das resinas Fill Magic (Vigodent) Supra Fill (SSWhite) e Z100 (3M ESPE) em função da intensidade de energia luminosa (100, 200, 400 e 800 mW/cm<sup>2</sup>) mantendo constante a densidade de energia em 16J/cm<sup>2</sup>. A cinética de polimerização foi monitorada em tempo real através de FTIR. Os dados foram submetidos ao teste two-way ANOVA e comparação Duncan's (p=0.05). Os resultados mostraram que a conversão final, a contração volumétrica e a dureza não foram afetadas pela intensidade de energia, pois a densidade de energia foi mantida constante.

**Weinman W, Thadacker C, Guggenberger R (2005)** descrevem as características da resina composta a base de silorano como sendo uma alternativa para compostos de baixa contração de polimerização. Neste estudo comparam esta nova resina com as resinas Filtek Z250 (3M/ESPE) P-60 (3M ESPE), Tetric Ceram (Ivoclar) e Espectrum TPH (kerr)

**Calheiros, Kawano, Stansbury, Braga (2006)**, verificaram a influência da densidade de energia no stress de contração, no grau de conversão e nas propriedades mecânicas das resinas Filtek Z250(3M ESPE) e Heliomolar (Kerr). Estas foram submetidas a quatro densidades de energia luminosa, 6, 12, 24 e 36 J/cm<sup>2</sup>, variando o tempo de exposição (10, 20, 40 e 60s) e mantendo constante a intensidade do aparelho fotopolimerizador em 600mW/cm<sup>2</sup>. As amostras foram submetidas ao teste de contração de polimerização após 10

minutos da fotoativação. O grau de conversão, a resistência flexural, o módulo de elasticidade e a microdureza Knoop foram avaliadas após 24h de estocagem. Os resultados mostraram que a densidade de energia de 12 J/cm<sup>2</sup> foi suficiente para garantir alta resistência flexural, módulo de elasticidade e grau de conversão e mínimo stress de contração das resinas avaliadas. Entretanto, a dureza pode ser beneficiada com densidades de 24 e 36 J/cm<sup>2</sup>.

**Scheider et al. (2006)** investigaram a influência de três unidades fotoativadora, QTH, PAC e LED no grau de conversão da resina composta Z250 (3M ESPE) em três condições: tempo de fotoativação recomendado pelo fabricante, padronização da densidade de energia entre os aparelhos e padronização da densidade de energia com comprimentos de onda entre 450-490nm. Foram realizados 7 grupos (n=6) que foram submetidos a FTIR após 24h e 1 mês após a fotopolimerização. Os dados foram submetidos ao teste two-way ANOVA e teste de Tukey (5%). Os resultados apontaram que o grau de conversão após 1 mês de fotopolimerização apresentou valores maiores que 24hs.

**Nomoto, Masayuki, McCabe, Hirano (2006)** avaliaram a relação entre grau de conversão das resinas compostas Clearfil AP-X (Kuraray), Z100 (3M ESPE) e Z250 (3M ESPE) e a intensidade luminosa de aparelhos QHT e LED para determinar a quantidade necessária de exposição para se obter uma cura ideal. Através de FTIR foi avaliado o grau de conversão das amostras. Os resultados mostraram uma relação linear entre profundidade de cura e o



logarítmico da quantidade de exposição, que é definido como o produto da intensidade de luz pelo tempo de exposição.

**Prasanna et al (2007)** avaliaram a resina composta Ceram (Dentsply) quando pré aquecida por 30s a 40, 50 e 60°C. O objetivo era verificar se haveria diferença no grau de conversão e no “stress” residual quando comparadas a resina composta em temperatura ambiente. As amostras (n=5) foram fotopolimerizadas e então pré-aquecidas, após foram avaliadas por FTIR e XRD. Os dados foram analisados pelos testes Kruskal-Wallis e Tukey. Os resultados mostraram um aumento significativo no grau de conversão e no ‘stress” residual para as resinas pré aquecidas em relação a resina composta em temperatura ambiente.

**Rode, Kawano, Turbino (2007)** avaliaram a influência da distância da ponta fotopolimerizadora na cura da resina composta Z250 (3M/ESPE). Diferentes fontes de luz (halógena, LED e laser de argônio) foram utilizados para fotoativar a resina. Espessuras de 0,1, 2, 3 e 4 mm de resina foram utilizadas e polimerizadas a uma distância de 0, 3, 6 e 9mm da ponta da unidade fotopolimerizadora. As amostras foram analisadas pelo FT-Raman e microdurômetro. Os resultados mostraram que o aumento da distância da fonte de luz da resina composta diminuiu os valores de microdureza e o grau de conversão em todos os tipos de fontes de luz estudadas. Para todas as unidades fotoativadoras, o aumento da espessura da resina diminuiu o grau de conversão e a microdureza, independente da distância da fonte de luz.

**Santos, Medeiros, Fellows, Muench, Braga (2007)** verificaram a profundidade de polimerização através do teste de microdureza e o grau de conversão da resina composta Z250 (3M/ESPE) em função da unidade fotopolimerizadora. Foram utilizadas duas unidades fotopolimerizadoras, uma unidade de luz halógena (Optilux 401, Demetron) e um aparelho LED (Ultraled, Dabi Atlante). As amostras foram fotopolimerizadas por 40s, com intensidades de energia luminosa de  $550\text{mW/cm}^2$  e  $360\text{mW/cm}^2$  e densidade de energia de  $22\text{J/cm}^2$  e  $14\text{J/cm}^2$  para luz halógena e LED, respectivamente. Após 24 horas de estocagem a  $37^\circ\text{C}$  foram realizadas as medidas de microdureza Knoop, e o grau de conversão através do micro-Raman. Os dados obtidos foram submetidos aos testes two-way ANOVA/Tukey com nível de significância de 5%. Os resultados mostraram que a unidade de luz halógena apresentou uniforme perda da microdureza até 4mm de profundidade, enquanto que o LED foi de 2mm. Uma forte regressão linear foi observada entre o grau de conversão e a microdureza independente da unidade fotopolimerizadora.

**Soares, Liporoni, Martin (2007)** avaliaram três diferentes unidades fotopolimerizadoras: I) lâmpada halógena Degulux (Degussa-Huls); II) LED LD13 (GGDent) com ponteira transparente; III) LED LD13 com ponteira de fibra óptica; e, IV) LED Radium (SDI). As amostras foram preparadas com a resina composta Charisma (Heraeus Kulzer) e foram fotoativas com regime normal de fotopolimerização e soft-start. O grau de conversão das amostras foi determinado através de FT-Raman. Os dados foram analisados pelo one-way ANOVA e Tukey-Kramer. Os resultados mostraram que o grau de conversão

variou de 50% a 60% na superfície e 46% a 58% no fundo da amostra. A unidade de luz halógena e o LED de segunda geração produziram os maiores valores de grau de conversão para ambas superfícies. O aparelho LED de primeira geração, no modo soft-start, não apresentou adequado grau de conversão a uma profundidade de 2.5mm. O tipo de ponteira neste tipo de aparelho não apresentou diferença significativa no grau de conversão final da resina composta.

**Silva, Poskus, Guimarães (2008)** analisaram a influência dos modos de polimerização no grau de polimerização e nas propriedades mecânicas de duas resinas compostas: Filtek P60 e Filtek Supreme (3M/ESPE). As amostras foram polimerizadas com luz halógena em três densidades de energia, segundo o esquema de polimerização: modo padrão, com alta intensidade, e o modo gradual. O grau de conversão foi realizado através das medidas com FT-Raman. Os dados foram analisados pelos testes ANOVA, análise de regressão linear, e Student-Newman Keuls. Os resultados mostraram que a resina Filtek Supreme (nanoparticulada) apresentou menor grau de conversão, módulo de elasticidade e resistência flexural que a resina Filtek P60 (híbrida). O grau de polimerização foi influenciado pelos modos de polimerização. Somente a dureza apresentou influência pelos modos de polimerização. Uma correlação entre GC e densidade de energia luminosa foi revelada.

**Rodrigues Jr., Scherrer, Ferracane, Della Bona (2008)** revelam em seu estudo que a organização da microestrutura dos compósitos determina as suas propriedades físicas, apesar da similaridade do conteúdo de carga. Entretanto, a

microestrutura não influenciou a o comportamento a fratura e a confiabilidade estrutural dos compósitos com alto conteúdo de carga.

**Schneider, Pfeifer, Consani, Prahl, Ferracane (2008)** avaliaram os fotoiniciadores: canforoquinona(CQ), fenilpropadine(PPD) e a mistura das duas (CQ/PPD) em diferentes concentrações no grau de conversão, na taxa de polimerização e na dureza Knopp. Os resultados mostraram que a PPD ou CQ/PPD reduziram a taxa de polimerização dos compósitos experimentais, sem, entretanto, afetar o grau de conversão. O uso de PPD reduziu os valores de dureza. O grau de conversão, a taxa de polimerização e a dureza foram dependentes da densidade de energia absorvida.

## ***MATERIAL E MÉTODO***

---

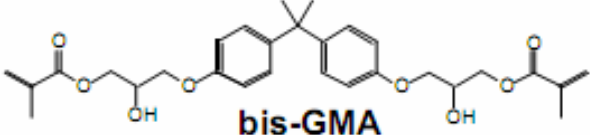
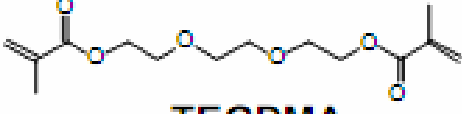

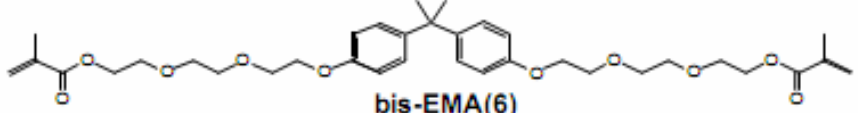
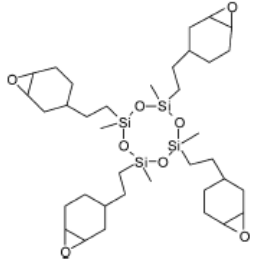
## 4. MATERIAL E MÉTODO

### 4.1 Materiais

Para a realização deste trabalho foram utilizadas as resinas compostas Rok, Filtek Z-250, Filtek LS e Amelagem Plus, pois estas apresentam diferentes composições de matriz orgânica (tabela 1).

**Tabela 1.** Resinas compostas utilizadas no estudo

Resina	Composição	Marca Comercial
<b>Rok</b> Lote: 070925	<b>Fase orgânica:</b> UDMA <b>Fase inorgânica:</b> Silicato de estrôncio e alumínio, tamanho médio de partícula 1,2µm 77% peso 63% volume <b>Fotoiniciador:</b> Canforoquinona	<b>SDI Limited</b> <b>Bayswater, Victoria,</b> <b>Austrália</b>
<b>Amelagem Plus</b> Lote: 9032	<b>Fase orgânica:</b> BisGMA, TEGDMA, <b>Fase inorgânica:</b> dióxido de silício e silicatos, tamanho médio de partícula 0,7 µm 76% peso 61% volume <b>Fotoiniciador:</b> Canforoquinona	<b>Ultradent Products,</b> <b>South Jordan, Utah,</b> <b>EUA</b>
<b>Filtek LS</b> Lote:20080519	<b>Fase Orgânica:</b> Siloranos <b>Fase inorgânica:</b> partículas de quartzo e fluoreto de itérbio, tamanho médio de partícula 0,47µm 76% peso 61% volume <b>Fotoiniciador:</b> Canforoquinona	<b>3M Dental Products,</b> <b>Irvine, EUA</b>
<b>Filtek Z-250</b> Lote: 7EM ET-4042/01	<b>Fase orgânica:</b> BisGMA, UDMA, BisEMA, TEGDMA <b>Fase inorgânica:</b> Partículas de sílica e zircônia, tamanho médio de partícula 82% peso 60% volume <b>Fotoiniciador:</b> Canforoquinona	<b>3M Dental Products,</b> <b>Irvine, EUA</b>

Monômeros
 <p style="text-align: center;"><b>bis-GMA</b></p>
 <p style="text-align: center;"><b>TEGDMA</b></p>
 <p style="text-align: center;"><b>UDMA</b></p>
 <p style="text-align: center;"><b>bis-EMA(6)</b></p>
 <p style="text-align: center;">Silorane monomer.</p>

**Figura 1.** Configuração química da fase orgânica das resinas



**Figura 2.** Resina Composta: Rok, Filtek LS, Amelogen Plus e Filtek Z250.

Para a fotoativação dos materiais foram utilizados os seguintes equipamentos:

LED: (Celalux, Voco, Cuxhaven, Alemanha) com intensidade de luz de  $800 \text{ mW/cm}^2$  fotoativada por 10s e 20s para obter-se densidades de energia de 8 e  $16 \text{ J/cm}^2$ , respectivamente.

Luz halógena: (XL 3000, 3M Dental Products, Irvine, EUA) fotoativada com  $600 \text{ mW/cm}^2$  por 14s e 27s para obter-se densidade de energia de 8 e  $16 \text{ J/cm}^2$ , respectivamente.

Para calcularmos a densidade de energia foi utilizada a seguinte equação:

$$\text{DE} = \text{intensidade luminosa} \times \text{tempo de exposição}$$



#### **4.1 Confecção das Amostras**

A confecção dos corpos-de-prova foi realizada com auxílio de matrizes quadradas de acrílico com 25mm de comprimento e com 4mm de espessura, com um orifício central de 8mm de diâmetro (figura 3). Em uma das superfícies da matriz foram realizados dois pequenos orifícios com uma ponta diamantada em alta rotação, servindo para identificar o lado em que a resina composta recebeu diretamente a fotoativação.

A matriz foi posicionada sobre uma tira de poliéster e, esse conjunto, sobre uma lâmina de vidro com 140mm de comprimento e 70mm de largura e 10mm de espessura, estando os orifícios voltados para cima. A região central da matriz foi preenchida com cada uma das resinas: Rok, Filtek Z 250, Filtek LS e Amelogen Plus em dois incrementos empregando a espátula Thompson de número 3. Acima do segundo incremento foi inserida uma segunda tira de poliéster sobre a matriz preenchida com resina composta e, sobre essa uma outra placa de vidro com as mesmas dimensões da primeira. Foi realizada leve pressão manual sobre a placa de vidro com a finalidade de escoar o excesso de material e obter um paralelismo entre ambas as superfícies sendo, após, a placa de vidro superior removida. A fotoativação das resinas foi realizada diretamente e com estabilização manual sobre a matriz com aparelho fotopolimerizador XL 3000 (3M/ESPE) e com LED Celalux (Voco) conforme a tabela 2.

**Tabela 2.** Grupos estudados

<b>Grupo</b>	<b>Unidade de luz</b>	<b>Densidade de energia</b>	<b>Resina Composta</b>
GL1	LED	8 J/cm <sup>2</sup> (800 mW/cm <sup>2</sup> por 10 s)	<b>Rok</b>
GH1	Halógena	8 J/cm <sup>2</sup> (600 mW/cm <sup>2</sup> por 14 s)	
GL2	LED	16 J/cm <sup>2</sup> (800 mW/cm <sup>2</sup> por 20 s)	<b>Rok</b>
GH2	Halógena	16 J/cm <sup>2</sup> (600 mW/cm <sup>2</sup> por 27 s)	
GL3	LED	8 J/cm <sup>2</sup> (800 mW/cm <sup>2</sup> por 10 s)	<b>Filtek Z250</b>
GH3	Halógena	8 J/cm <sup>2</sup> (600 mW/cm <sup>2</sup> por 14 s)	
GL4	LED	16 J/cm <sup>2</sup> (800 mW/cm <sup>2</sup> por 20 s)	<b>Filtek Z-250</b>
GH4	Halógena	16 J/cm <sup>2</sup> (600 mW/cm <sup>2</sup> por 27 s)	
GL5	LED	8 J/cm <sup>2</sup> (800 mW/cm <sup>2</sup> por 10 s)	<b>Filtek LS</b>
GH5	Halógena	8 J/cm <sup>2</sup> (600 mW/cm <sup>2</sup> por 14 s)	
GL6	LED	16 J/cm <sup>2</sup> (800 mW/cm <sup>2</sup> por 20 s)	<b>Filtek LS</b>
GH6	Halógena	16 J/cm <sup>2</sup> (600 mW/cm <sup>2</sup> por 27 s)	
GL7	LED	8 J/cm <sup>2</sup> (800 mW/cm <sup>2</sup> por 10 s)	<b>Amelogem Plus</b>
GH7	Halógena	8 J/cm <sup>2</sup> (600 mW/cm <sup>2</sup> por 14 s)	
GL8	LED	16 J/cm <sup>2</sup> (800 mW/cm <sup>2</sup> por 20 s)	<b>Amelogem Plus</b>
GH8	Halógena	16 J/cm <sup>2</sup> (600 mW/cm <sup>2</sup> por 14 s)	

A intensidade de energia das unidades de luz foi aferida com o uso de um radiômetro para aparelho de luz halógena (Demetron, Kerr, EUA) e um potenciômetro para aparelho LED (SDI, Austrália).

Após a fotoativação dos materiais, as tiras de poliéster foram removidas, e os discos em resina foram mantidos em suas respectivas matrizes. Ambas as superfícies da resina composta receberam acabamento manual com lixa de carbeto de silício nas granulações de 320, 550 e 1200 umedecida com água. Para tanto, a lixa foi aberta sobre uma bancada e, com movimentos circulares, o conjunto matriz/disco em resina composta foi lixado até remover a camada mais superficial da resina composta. Em seguida, o conjunto matriz/disco de resina composta foi polido com pasta de óxido de alumínio com 6 $\mu$ m, 3 $\mu$ m, 1 $\mu$ m, 0,25 $\mu$ m (MetaDi, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) na superfície que possuía os dois orifícios.

As amostras foram armazenadas em um recipiente escuro com água destilada e em temperatura ambiente durante 24 horas.



**Figura 3.** Fotografias da matriz utilizada no estudo, fotoativação da resina composta e amostra após o polimento.

## 4.2 Teste de Microdureza e Módulo de Elasticidade

Os testes de microdureza e do módulo de elasticidade foram realizados pelo sistema de Medida de Dureza Fischerscope HV 100. Este sistema consiste basicamente de três unidades distintas: a de controle, a de posicionamento e a de processamento.

Cada corpo-de-prova foi colocado individualmente na unidade de posicionamento, estando os orifícios das matrizes voltados para cima. O local para a realização da indentação foi determinado por meio de uma lupa estereoscópica localizada no equipamento. Foram realizadas dez medidas de dureza, através de indentação dinâmica em diferentes locais da superfície da resina composta que recebeu diretamente a fotopolimerização, empregando ciclo dinâmico de carga de 1N, sendo a carga mínima de 0,4mN. O tempo de penetração do indentador foi de 40 segundos, sendo o mesmo tempo empregado para a sua remoção. O indentador empregado neste estudo foi o indentador de Berkovich, que é uma ponta de diamante com geometria e base piramidal. Os dez valores de dureza correspondentes a cada corpo-de-prova foram transportados para arquivos tipo texto. No presente estudo a profundidade máxima de penetração variou de 4 a 8  $\mu\text{m}$ .

A técnica obedece a Norma ISO 14.577 <sup>11</sup>, em que estabelece os critérios para classificação de macro, micro e nanodureza, conforme a tabela 3.

**Tabela 3.** Norma ISSO 14.577

<b>Macro dureza</b>	<b>Micro dureza</b>	<b>Nano dureza</b>	
$2N < F < 30KN$	$2N > F$	$h > 0,2 \mu m$	$h < 0,2 \mu m$

O teste dinâmico pode prover muitas informações a respeito do material submetido a uma indentação. O comportamento do material frente ao ciclo completo de medida é registrado pelo sistema de Medida de Dureza Fischerscope HV 100 formando uma curva de tensão X deformação do material, que representa os valores do módulo de elasticidade<sup>12</sup>. Através desta curva o próprio aparelho fornecerá os valores do módulo de elasticidade (Gpa) de cada amostra.

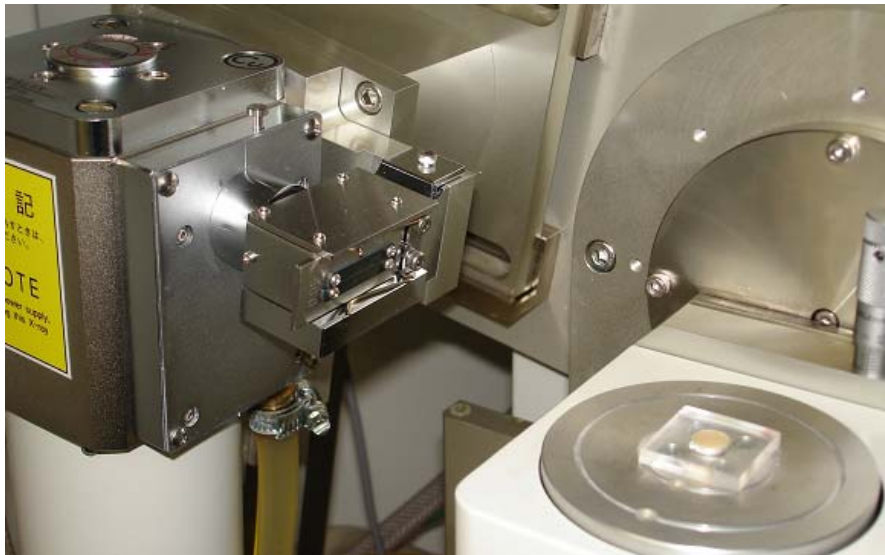


**Figura 4.** Equipamento de Medida de Dureza Fischerscope HV 100 em funcionamento no GEPSI – Tecnopuc.

### 4.3 Análise do Grau de Cristalinidade por Difração de Rx

A difração de raio X (XRD) é uma técnica não destrutiva para a análise qualitativa e quantitativa dos materiais cristalinos permitindo o estudo do tamanho e composição de nanopartículas.

O estudo do padrão de cristalinidade das resinas compostas foi realizado com as mesmas amostras utilizadas para o ensaio de microdureza. As medidas foram realizadas com um equipamento XRD-7000 (Shimadzu, Tóquio, Japão) com padrão de energia de  $\text{CuK}\alpha$  ( $1,5406 \text{ \AA}$ ), difratômetro com 40KV e 30 mA e com uma resolução angular de  $2^\circ$  a  $40^\circ$  e geometria Braag Brentano.



**Figura 5.** Equipamento XRD-7000 Schimatzu em funcionamento no GEPSI – Tecnopuc.

#### **4.4 Análise Estatística**

Os dados de microdureza e módulo de elasticidade foram submetidos inicialmente ao teste de Shapiro-Wilk para verificar a normalidade. Em seguida, foi realizado o teste de ANOVA com três fatores fixos: resinas compostas, densidade de energia e unidade de fotoativação. Após, foi realizado o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.

## ***RESULTADOS***

---



## 5. RESULTADOS

Os resultados ( $p$ ) dos testes de ANOVA para microdureza e módulo de elasticidade estão dispostos na tabela 4.

**Tabela 4.** Resultados de microdureza e módulo de elasticidade após o teste ANOVA com três fatores

	Microdureza	Módulo de elasticidade
	$p$	$p$
RESINAS	0,01	0,01
FONTE	0,01	0,01
ENERGIA	0,01	0,01
RESINAS*FONTE	0,01	0,01
RESINAS*ENERGIA	0,10	0,01
FONTE*ENERGIA	0,01	0,94
RESINAS*FONTE*ENERGIA	0,01	0,01

Os dados da tabela 4 indicam que houve diferença estatística entre as resinas utilizadas ( $p < 0,01$ ), fontes de luz ( $p < 0,01$ ) e as densidades de energia ( $p < 0,01$ ). A interação entre os três fatores (Resinas X Fonte X Energia) produziu efeitos significativos no estudo ( $p < 0,01$ ).

**Tabela 5.** Desempenho geral no estudo das Densidades de energia

<b>Densidade de Energia</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>	<b>Microdureza (Mpa)</b>
16J/cm <sup>2</sup>	17.132 <sup>a</sup>	562.95 <sup>a</sup>
8J/cm <sup>2</sup>	16.560 <sup>b</sup>	548.22 <sup>b</sup>

A tabela 5 demonstra que considerando todos os grupos estudados o uso de 16J/cm<sup>2</sup> de densidade de energia apresentou valores de microdureza e o módulo de elasticidade superiores em comparação com 8J/cm<sup>2</sup>.

**Tabela 6.** Desempenho geral no estudo das unidades de fotoativação

<b>Fonte</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>	<b>Microdureza (Mpa)</b>
LED	17.38 <sup>a</sup>	565.28 <sup>a</sup>
Halógena	16.56 <sup>b</sup>	545.89 <sup>b</sup>

A tabela 6 mostra que considerando todos os grupos estudados o uso do aparelho LED aumentou significativamente a microdureza e o módulo de elasticidade nas resinas em comparação com a luz halógena.

**Tabela 7.** Desempenho geral das resinas compostas no estudo

<b>Resina composta</b>	<b>Módulo de elasticidade (GPa)</b>	<b>Microdureza (Mpa)</b>
Rok	19.02 <sup>a</sup>	658.35 <sup>a</sup>
Z250	17.74 <sup>b</sup>	579.50 <sup>b</sup>
Amelogen	16.43 <sup>c</sup>	506.78 <sup>c</sup>
LS	14.19 <sup>d</sup>	477.70 <sup>d</sup>

A tabela 7 mostra que a resina composta Rok apresentou o melhor resultado de módulo de elasticidade e microdureza considerando todos os métodos de fotoativação e unidades de luz. Por sua vez, as resina Filtek LS apresentou os menores valores com diferença estatística significativa em relação aos demais materiais.

**Tabela 8.** Resultados do teste de Tukey para módulo de elasticidade e microdureza

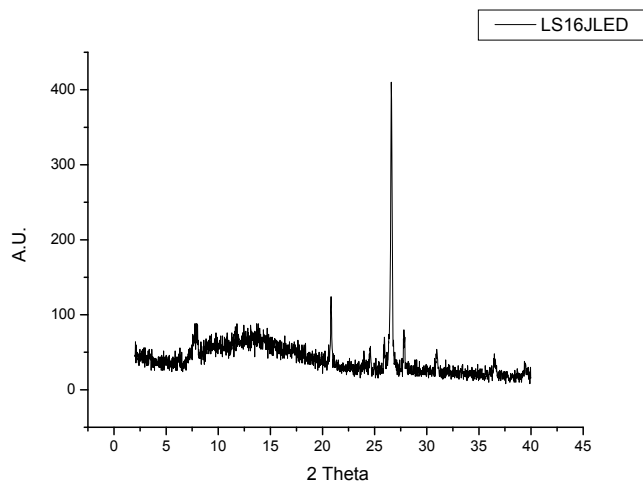
Energia (J/cm <sup>2</sup> )	Fonte	Resina	Módulo de elasticidade (GPa)	Microdureza (Mpa)
16	LED	Rok	20.60 <sup>A</sup>	684.28 <sup>a</sup>
8	LED	Rok	19.77 <sup>AB</sup>	698.67 <sup>a</sup>
16	Halógena	Rok	18.99 <sup>BC</sup>	657.18 <sup>b</sup>
8	Halógena	Rok	16.72 <sup>D</sup>	593.29 <sup>c</sup>
16	LED	Z-250	18.00 <sup>BC</sup>	590.47 <sup>c</sup>
8	LED	Z-250	18.78 <sup>C</sup>	583.33 <sup>c</sup>
16	Halógena	Z-250	16.34 <sup>DE</sup>	574.50 <sup>c</sup>
8	Halógena	Z-250	16.90 <sup>D</sup>	596.72 <sup>c</sup>
16	LED	Amelogen	17.00 <sup>D</sup>	503.96 <sup>def</sup>
8	LED	Amelogen	15.38 <sup>EF</sup>	490.54 <sup>efg</sup>
16	Halógena	Amelogen	16.87 <sup>D</sup>	526.00 <sup>d</sup>
8	Halógena	Amelogen	16.47 <sup>D</sup>	506.63 <sup>de</sup>
16	LED	LS	14.11 <sup>G</sup>	492.77 <sup>efg</sup>
8	LED	LS	14.44 <sup>FG</sup>	478.25 <sup>fg</sup>
16	Halógena	LS	14.181 <sup>G</sup>	474.41 <sup>g</sup>
8	Halógena	LS	14.035 <sup>G</sup>	465.37 <sup>g</sup>

\* Grupos seguidos de mesma letra nas colunas não apresentam diferença estatística significativa para Tukey (p>0,05)

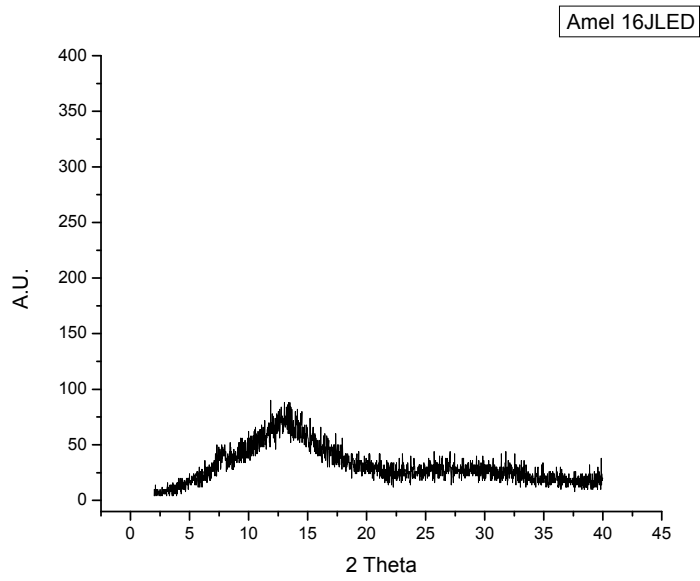
Na tabela 8 é possível observar que a resina ROK polimerizada com LED e intensidades de energia de 8 ou 16 J/cm<sup>2</sup> apresentou os maiores valores de módulo de elasticidade e microdureza. Os valores mais baixos foram obtidos

com a resina Filtek LS fotoativada com luz halógena e intensidades de energia de 8 e 16 J/cm<sup>2</sup>.

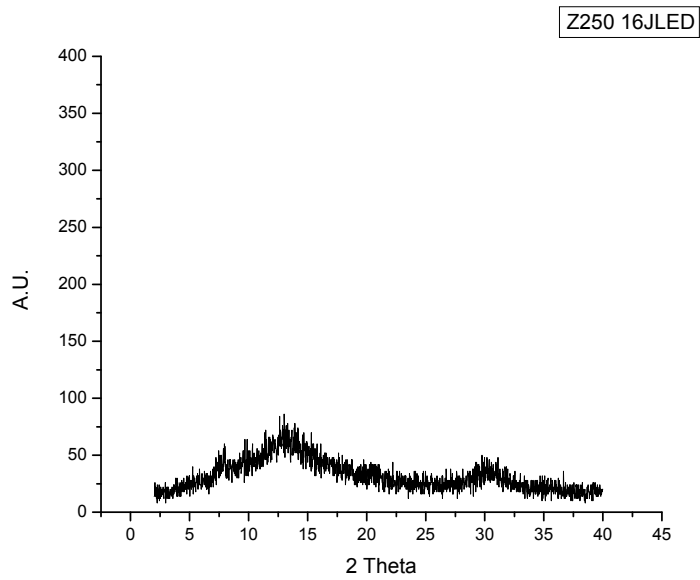
As figuras 6, 7, 8 e 9 apresentam os difractogramas das resinas submetidas a 16J/cm<sup>2</sup> fotopolimerizados com LED. É possível observar que a resina Filtek LS apresenta um grau de cristalinidade maior do que as outras resinas compostas representado pelo pico de intensidade de 400 A.U. As demais resinas apresentam padrão amorfo bastante similar.



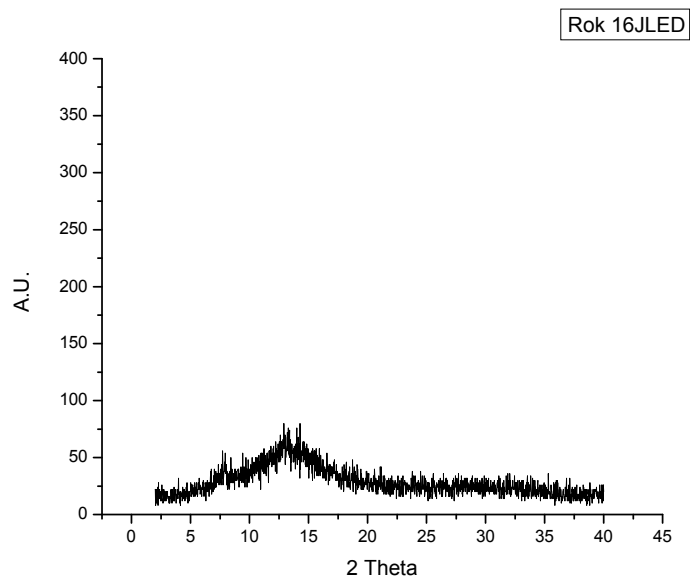
**Figura 6.** Difractograma da resina Filtek LS



**Figura 7.** Difractograma da resina Amelogen



**Figura 8.** Difractograma da resina Z 250.



**Figura 9.** Diffractograma da resina Rok.

## ***DISCUSSÃO***

---



## 6. DISCUSSÃO

A polimerização adequada das resinas compostas é essencial para produzir restaurações duráveis<sup>8</sup>, pois o contrário tem sido associado a propriedades físicas e mecânicas inferiores, aumento da solubilidade, fraturas e respostas pulpares inadequadas<sup>13</sup>. As resinas testadas neste trabalho são indicadas para restaurações de dentes posteriores, por isso devem apresentar propriedades mecânicas suficientes para suportar os esforços mastigatórios e para obter um resultado clínico satisfatório.

A hipótese nula desta pesquisa foi rejeitada. As resinas ativadas com  $16\text{J}/\text{cm}^2$  de densidade de energia (intensidade luminosa x tempo de exposição)<sup>6,7</sup> apresentaram microdureza e módulo de elasticidade superiores às ativadas com  $8\text{ J}/\text{cm}^2$  tanto para microdureza como para o módulo de elasticidade (Tabela 5), demonstrando que densidade de energia é um fator importante no comportamento de resinas fotoativadas, o que também foi demonstrado por estudos anteriores<sup>6,14,15,16,17</sup>. Calheiros *et al.*<sup>15</sup> demonstraram que das propriedade mecânicas a dureza foi a única que apresentou diferença significativa quando submetida a densidades de energia entre 6 e  $36\text{ J}/\text{cm}^2$ .

As unidades fotoativadoras também apresentaram diferenças significativas, pois o aparelho LED foi superior ao aparelho de luz halógena (Tabela 6). Neste estudo utilizamos a intensidade de luz para o aparelho LED de  $800\text{ mW}/\text{cm}^2$ , enquanto a intensidade do aparelho de luz halógena foi de 600

mW/cm<sup>2</sup>. O melhor desempenho do LED pode ter explicação na teoria cinética dos compostos resinosos ativados por luz. A produção de radicais livres é diretamente proporcional a intensidade absorvida pelo fotoiniciador e dos quantuns produzidos pela iniciação<sup>15</sup>. Tal fato acelera a reação química de polimerização permitindo que o material atinja a estabilidade dimensional mais rapidamente tendo reflexo direto também na profundidade de polimerização, sendo os LEDs mais efetivos do que a luz halógena<sup>18</sup>. Deste modo a luz emitida por diodos é de melhor qualidade do que a halógena uma vez que a mesma quantidade de energia foi entregue às resinas compostas. Não obstante, pode-se afirmar que as resinas compostas polimerizadas por LED apresentam maior taxa de conversão de monômeros, uma vez que há uma relação direta entre taxa de conversão de monômeros e dureza de superfície<sup>10,19</sup>. Pelo fato de todas as resinas compostas estudadas apresentarem como fotoiniciador a canforoquinona, o comprimento de onda do aparelho LED pode ter sido o diferencial para o melhor desempenho nos resultados de microdureza e módulo de elasticidade.

Quando avaliamos as resinas compostas, fatores como a matriz polimérica, fotoiniciador e o tamanho das partículas de carga podem influenciar o grau de conversão destes compósitos e desse modo influenciar as propriedades mecânicas<sup>20</sup>. Neste estudo foram utilizadas resinas com quatro diferentes tipos de matriz orgânica, BisGMA, UDMA, Silorano e BisGMA/TEGDMA/BisEma, assim como com diferentes concentrações de partículas de carga. Os resultados mostraram que a resina Rok, que tem em sua

matriz predominantemente o monômero UDMA, apresentou os maiores valores de dureza e módulo de elasticidade (tabela 7). Este resultado está de acordo com outros estudos que demonstraram que o monômero UDMA quando em condições equivalentes de partículas de carga e fotoiniciador tem suas propriedades mecânicas melhoradas quando comparados a resinas baseadas em BisGMA<sup>21</sup>. Tal fato é reforçado ao observarmos que a resina composta que apresentou o melhor desempenho após a ROK foi a Z250, que também apresenta o UDMA em sua composição, apesar desse estar associado a outros monômeros (Tabela 1).

A resina Filtek LS que é uma resina exclusivamente para dentes posteriores, e que foi lançada com o objetivo de diminuir a contração de polimerização<sup>22</sup> apresentou os menores valores para microdureza e módulo de elasticidade. Este resultado se justificaria, devido à característica da matriz orgânica do silorano, que é um anel aromático (Figura 1) e pelo fato do processo de polimerização ocorrer através de uma reação catiônica de abertura do anel que resultaria em menor contração de polimerização<sup>22</sup> quando comparado as resinas de metacrilato que polimerizam por meio de reação de adição de radicais por dupla ligação de carbono<sup>23</sup>. O fato das resinas compostas que contém Siloranos apresentarem pouca ou nenhuma ligação cruzada faz com que elas se tornem mais friáveis e flexíveis, diferentes daqueles materiais que apresentam elevado grau de conversão em ligações cruzadas e, por isso, apresentam maior dureza, resistência a flexão e ao calor<sup>13</sup>.

Na figura 6 é possível observar a formação de uma cadeia mais cristalina a qual mostra um pico mais pronunciado para a resina Filtek LS do que as outras resinas compostas. Pode-se constatar que cadeias lineares deram origem a polímeros com elevado grau de cristalinidade, porém tal fato parece não estar relacionado às melhores propriedades mecânicas. O grau de cristalinidade de um polímero depende da complexidade da sua cadeia molecular. Quanto mais organizada a cadeia, mais cristalina.

Não obstante, a concentração das partículas de carga inorgânica das resinas compostas também não foi constante no presente estudo. As partículas de carga são um fator importante para a melhora das propriedades mecânicas do material<sup>14,20</sup>. A quantidade relativa de carga da resina é importante<sup>20,24</sup>, uma vez que a penetração da luz dentro do compósito pode ser dificultada onde a proporção de carga é maior<sup>25</sup>. Todavia, observa-se na tabela 1 que a resina composta Z250 apresenta o maior conteúdo de carga (82%) e na tabela 7 apresenta-se com o segundo melhor desempenho entre as resinas estudadas. Por sua vez, a resina Filtek LS apresenta conteúdo de carga de 76% bastante similar à resina RoK com 77% que apresentou a maior microdureza na pesquisa. Assim, pode-se considerar que a quantidade de carga não é o único fator no desempenho mecânico das resinas compostas quando comparado à composição química da matriz orgânica. Tal fato é de extrema relevância permitindo que um alerta seja dado ao modo como atualmente são veiculadas as informações de melhor desempenho das resinas compostas que estão muito focadas na quantidade de partículas.

Observando, por exemplo, as instruções de uso da resina Filtek Z250 é recomendada a fotoativação de cada incremento por 20s<sup>26</sup>, porém sem mencionar a intensidade e a densidade de energia necessária. Segundo os resultados do presente estudo a polimerização das resinas compostas com 8J/cm<sup>2</sup> com luz halógena parece ser o mínimo necessário para que tenham um comportamento similar quanto à dureza e módulo de elasticidade independente da composição química<sup>28</sup>. Exceção foi observada em relação à Filtek LS que independente da densidade de energia e tipo de luz apresentou propriedades mecânicas similares. Especula-se que tal fato pode estar relacionado à maior velocidade de reação química dos siloranos para atingir a estabilidade polimérica. As instruções técnicas para o uso desta resina ressaltam a preocupação do fabricante em colocar a intensidade de energia necessária de 500 a 1400 mW/cm<sup>2</sup> por 40s para luz halógena; 40s com intensidade de 500 a 1000 mW/cm<sup>2</sup> para LED e 20s para LED com intensidade acima de 1000 mW/cm<sup>2</sup>. Para a resina Amelogen Plus o fabricante destaca que o tempo deve ser de 20s para fotoativar cada incremento e faz um comentário que unidades de luz com baixas intensidades de energia pode necessitar de um tempo adicional de fotoativação. De uma forma geral, esta informação poderia ser simplificada se fosse apenas colocada a densidade de energia mínima necessária para atingir os valores de estabilidade química e mecânica do material. Para tal, uma nova cultura que esclareça o dentista da necessidade do uso do radiômetro na prática clínica diária seria um passo importante na obtenção de restaurações melhor polimerizadas.

Segundo o presente estudo, unidades de luz mais potentes podem reduzir significativamente o tempo clínico para fotoativar cada incremento de resina composta resultando em um menor tempo de consulta, sem prejuízos para as propriedades como microdureza e o módulo de elasticidade.

## **CONCLUSÃO**

---

## 7. CONCLUSÃO

\* Os resultados mostram que é necessária a fotoativação das resinas compostas baseadas em Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA com densidades de  $16\text{mJ}/\text{cm}^2$  e LED, pois estas ainda apresentam melhores resultados mecânicos que as resinas polimerizadas com  $8\text{mJ}/\text{cm}^2$ .

\* A Resina Rok que apresenta UDMA na sua composição orgânica mostrou a maior microdureza e módulo de elasticidade, demonstrando que este monômero tem um comportamento mais duro que os demais.

\* Para a resina baseada em Siloranos a fotoativação com  $8\text{J}/\text{cm}^2$  com LED ou luz halógena parece ser suficiente para o alcance da estabilidade da cadeia polimérica em relação à microdureza e ao módulo de elasticidade.

\* A resina composta Filtek LS apresentou padrão mais cristalino de cadeia polimérica do que as resinas baseadas em Bis-GMA, Bis-EMA e UDMA. Tal fato, não implicou em uma superioridade nas medidas de microdureza e módulo de elasticidade da resina baseada em siloranos.



## ***REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS***

---

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS\*

1. Rodrigues Jr. SA, Scherrer SS, Ferracane JL, Della Bona A. Microstructural characterization and fracture behavior of a microhybrid and a nanofill composite. *Dent Mater* 2008; 24(9):1281-1288.
2. Schneider LFJ, Pfeifer CSC, Consani S, Prahl S, Ferracane JL. Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. *Dent Mater* 2008; 24(9): 1169-1177.
3. dos Santos PH, Pavan S, Consani S, Sobrinho LC, Sinhoreti MA, Filho JN. In vitro evaluation of surface roughness of 4 resin composites after the toothbrushing process and methods to recover superficial smoothness. *Quintessence Int* 2007 May;38(5):e247-53.
4. Sakaguchi RL, Berge HX. Reduced light energy decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. *J Dent* 1998; 26: 695-700.
5. Oberholzer TG, Pameijer CH, Grobler SR, Rossouw RJ. Effect of power density on shrinkage of dental resin materials. *Oper Dent* 2003; 28(5): 622-7.
6. 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.
7. Price RBT, Felix CA, Andreou P. Effects of resin composite and irradiation distance on the performance of curing lights. *Biomaterials* 2004; 25: 4465-4477.
8. Yap AU, Seneviratne C. Influence of light energy density on effectiveness of composite cure. *Oper Dent* 2001; 26(5):460-6.
9. Nomoto R, Asada M, McCabe JF, Hiramso S. Light exposure required for optimum conversion of light activated resin systems. *Dent Mater* 2006; 22: 1135-42.

---

\* REFERÊNCIAS CONFORME VANCOUVER

10. Peutzfedt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *J Dent Res* 2005; 84(7): 659-62.
11. ISO Standart 14.577. Instrumental indentation test for hardness and materials parameters. 2002.
12. BLANDO, E. Estudo de técnicas de Indentação Dinâmica para Avaliação de Materiais na Região de Nano e Microdureza, Porto Alegre, 2001, 178f. Tese (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós Graduação em Engenharia, PUCRS.
13. Soh MS, Yap A. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structure. *J Dent* 2004; 32: 321-26.
14. Silva EM, Poskus LT, Guimarães JGA. Influence of light-polymerization modes on the degree of conversion and mechanical properties of resin composites: A comparative Analysis between a hybrid and nanofilled composite. *Oper Dent* 2008; 33(3): 287-93.
15. Calheiros FC, Kawano Y, Stansbury JW, Braga RR. Influence of radiant exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composites. *Dent Mater* 2006; 22: 799-803
16. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mat* 2002; 18: 463-69.
17. Neves AD, Discacciati, Oréfice RL, Yoshida MI. Influence of the power density on the Kinetics of photopolymerization and properties of dental composite. *J Biomed Res B Appl Biomater* 2005; 72 (2): 393-400.
18. Owens BM. Evaluation of curing performance of light-emitting polymerization units. *Gen Dent* 2006; 54(1): 17-20.
19. Santos GB, Medeiros IS, Fellows CE, Muench A, Braga RR. Composite depth of cure obtained with QTH and LED units assessed by microhardness and micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent* 2007; 31(1): 79-83.
20. Khan AM, Suzuki H, Nomura Y, Taira M, Wakasa K, Shintani H, Yamaki M. Characterization of inorganic fillers in visible-light-cured dental composite resin. *J. Oral Rehab* 1992; 19: 361-70.

21. Asmussem E, Peutzfeldt A. Influence of UDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater* 1998; 14: 51-56.
22. Weinman W, Thadacker C, Guggenberger R. Siloranes in composite resin. *Dent Mater* 2005; 21: 68-74.
23. Prasanna N, Pallavi Reddy Y, Kavitha S, Lakshmi Narayanan L. Degree of conversion and residual stress of preheated and room-temperature composites. *Indian J Dent Res* 2007; 18(4): 173-176.
24. Turssi CP, Ferracane JL, Vogel K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. *Biomater* 2006; 25: 4932-4937.
25. Soares LES et al. The effect of soft-start polymerization by second generation LEDs on the degree of conversion of resin composite. *Oper Dent* 2007; 32(2):160-5.
26. Scheider LFJ, Consani S, Ogliari, Correr AB, Sobrinho LC, Sinhorette MAC. Effect of time and polymerization cycle on the degree of conversion of resin composite. *Oper Dent* 2006; 31(4): 489-495.
27. Neo BJ, Soh MS, Teo JW, Yap AUJ. Effectiveness of composite cure associated with different light-curing regimes. *Oper Dent* 2005; 30(6): 671-675.
28. Rode KM, Kawano Y, Turbino ML. Evaluation of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization. *Oper Dent* 2007; 32(6): 571-578.

***ANEXOS***

---



*Comissão Científica e de Ética*  
*Faculdade da Odontologia da PUCRS*

---

**Porto Alegre 18 de setembro de 2008**

**O Projeto de: Dissertação**

**Protocolado sob nº:** 0069/08

**Intitulado:** Nanodureza vickers, módulo de elasticidade e difração de raio x de compostos resinosos ativados por LED e Luz halógena com diferentes densidades de energia luminosa

**Pesquisador Responsável:** Prof. Dr. Luiz Henrique Burnett Júnior

**Pesquisadores Associados** Patrícia Silva Hamester Rodrigues

**Nível:** Mestrado

Foi **aprovado** pela Comissão Científica e de Ética da Faculdade de Odontologia da PUCRS em *17 de setembro de 2008*.

**Prof. Dr. Eraldo Luiz Batista Júnior**  
Presidente da Comissão Científica e de Ética da  
Faculdade de Odontologia da PUCRS