

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA – MESTRADO
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: CLÍNICA INTEGRADA**

SANDRA CRISTINA SGARBI

**AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO DE UMA RESINA COMPOSTA
FOTOATIVADA POR LÂMPADA HALÓGENA E LEDs,
POR MEIO DE ESPECTROMETRIA NO
INFRAVERMELHO E ULTRAVIOLETA**

PONTA GROSSA

2006

SANDRA CRISTINA SGARBI

**AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO DE UMA RESINA COMPOSTA
FOTOATIVADA POR LÂMPADA HALÓGENA E LEDs,
POR MEIO DE ESPECTROMETRIA NO
INFRAVERMELHO E ULTRAVIOLETA**

Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre na Universidade Estadual de Ponta Grossa, no Curso de Mestrado em Odontologia, Área de Concentração em Clínica Integrada.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Stella Kossatz Pereira
Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Maria A. César Oliveira

PONTA GROSSA

2006

S454a Sgarbi, Sandra Cristina
Avaliação do grau de conversão de uma resina composta
fotoativada por lâmpada halógena de LEDs, por meio de
espectrometria no infravermelho e ultravioleta, / Sandra Cristina Sgarbi,
Ponta Grossa, 2006.
122 f.; il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Ponta
Grossa, curso de Mestrado em Odontologia – área de
concentração
em Clínica Integrada.
Orientadora: Profa. Dra. Stella Kossatz Pereira

1-Resinas compostas. 2-FTIR. 3-Espectrometria em
ultravioleta. I.T.

CDD: 617.675

SANDRA CRISTINA SGARBI DANIEL

**AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO DE UMA RESINA COMPOSTA
FOTOATIVADA POR LÂMPADA HALÓGENA E LEDs, POR MEIO DE
ESPECTROMETRIA NO INFRAVERMELHO E ULTRAVIOLETA**

Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre na Universidade Estadual de Ponta Grossa, no curso de Mestrado em Odontologia – Área de concentração em Clínica Integrada.

Ponta Grossa, 16 de fevereiro de 2006



Orientadora: Prof^a. Dr^a. Stella Kossatz Pereira
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof^a. Dr^a. Denise Pedrini
Universidade Estadual Paulista – UNESP
Faculdade de Odontologia de Araçatuba



Prof^a. Dr^a. Osnara Mongruel Gomes
Universidade Estadual de Ponta Grossa

À Maria

Minha mãe protetora, que muitas vezes eu pedi sua proteção e amparo.

Aos meus filhos queridos

Por todas as vezes que os deixei, meu profundo agradecimento. Espero que estes momentos de ausência possam ser interpretados como exemplo pela busca do conhecimento profissional e crescimento pessoal.

Aos meus pais Valentim (in memoriam) e Nair

À minha mãe que, mesmo distante, em nenhum momento deixou de acreditar que eu pudesse vencer todas estas etapas de minha vida. Você é a minha grande luz.
Ao meu pai, que apesar de não estar aqui, me ensinou o caminho para ser alguém na vida.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

À professora Dr^a. Stella Kossatz Pereira

Minha orientadora. Pelos conhecimentos transmitidos e pelas inúmeras vezes que eu tive que separá-la de seu filho Francisco para a realização deste trabalho.

À professora Dr^a. Maria Aparecida César Oliveira e Angelo Oliveira meus co-orientadores

Obrigada pela confiança depositada. Deus me deu a oportunidade de conhecê-los e jamais vou me esquecer desta amizade. Vocês fizeram parte de minha história.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal do Paraná, pela viabilização e disponibilidade do Laboratório de Polímeros Sintéticos (LABPOL), para execução deste experimento.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa, por me dar a oportunidade de escrever este trabalho.

Ao professor Dr. João Carlos Gomes, pela confiança e oportunidades concedidas.

À professora Dr^a. Osnara Mongruel Gomes pelo respeito e dedicação que nos dedicou. Sempre vou me lembrar com muito carinho.

Aos professores Drs. Abraham e Vânia minha admiração e amizade. Os momentos de alegria e risos em meio às dificuldades que passamos durante estes dois anos.

Ao professor Dr. Sérgio Vieira que ajudou a viabilizar minha saída para o mestrado. Sou muito grata por esta oportunidade.

Ao professor Monir Tacla e professora Dr^a. Vânia que sempre depositaram confiança em meu trabalho.

À minha amiga Maristela que sempre me deu força. As palavras boas nos momentos difíceis.

Aos meus amigos do programa de aprendizagem em dentística da PUC-PR que compreenderam a minha saída. Eu gosto muito de conviver com vocês.

Aos colegas de laboratório da UFPR (Rafael, Fernando, Mariana e Maraísa, Sônia e Paulo). Obrigada por me aceitarem e me ajudarem nos momentos de dificuldade.

À empresa Heraeus Kulzer aos cuidados de Vera, pelo fornecimento das resinas compostas necessárias para esta pesquisa.

Ao representante da empresa de equipamentos Gnatus, Pedro, que me concedeu durante um longo tempo o equipamento para realizar esta pesquisa. Meu muito obrigada.

À Juliana minha grande amiga do coração. Obrigada por você existir.

À Veridiana que por muitas vezes me senti mãe. Nunca vou me esquecer de você.

À Marissol minha grande companheira de viagens e de moradia. Foi muito bom conviver com você.

Ao Rafael meu aluno e meu professor que me ensinou desvendar o computador com mais facilidade.

Ao meu amigo João Luiz, seu coração mineiro é fantástico.

À Carolina, Fernanda muito prazer em conhecê-las.

Ao Laufer, um grande amigo e excelente profissional. Obrigada pela sua amizade.

À Márcia, Ricardo, Priscila, Patrícia, José David, amigos para sempre serem lembrados.

À Morgana pelo apoio administrativo e ombro amigo de todos os momentos.

RESUMO

Neste trabalho foi avaliada a quantidade de monômeros residuais de uma resina composta micro-híbrida de duas cores, com dois aparelhos: halógena e outro à base de LEDs, em três tempos de fotoativação (10, 20 e 40 s). Para a confecção dos corpos-de-prova foi utilizada uma matriz bipartida de teflon com orifício central de 6 mm de diâmetro, compatível com as pontas dos equipamentos fotoativadores. A distância da ponta ativa do fotopolimerizador aos corpos-de-prova foi de 4 mm. A espessura média dos corpos-de-prova de resina composta Charisma[®] (Heraeus Kulzer) cor A2 e SL foi de 2 mm. Os aparelhos utilizados foram: lâmpada halógena Optilux 401 (Demetron) e Optilight LD III (Gnatus), à base de LEDs. Os materiais foram preparados e pesados em balança analítica e armazenados durante 24 horas em solventes ao abrigo da luz e à temperatura ambiente. O solvente utilizado para separar a fração orgânica das partículas inorgânicas foi o clorofórmio. Foram confeccionados 36 corpos-de-prova armazenados em clorofórmio e analisados em espectrômetro de infravermelho (FTIR) e foi verificada a presença das ligações duplas de carbono-carbono. Outro solvente utilizado neste experimento foi o metanol, por ser um solvente eficiente para a extração dos monômeros presentes na resina, com a vantagem de agir como inibidor deste tipo de polimerização, preservando as características da amostra para a análise quantitativa. Paralelamente foram confeccionados 120 corpos-de-prova devidamente armazenados em metanol e analisados em espectrômetro de ultravioleta-visível (UV-Vis) ou equipamento de espectrometria na região do ultravioleta-visível, através de espectros de absorvância. A leitura e interpretação dos dados obtidos foram feitos no programa Origin 5,0 nos picos de maior absorvância (%A) no mesmo comprimento de onda (nm). A porcentagem de monômeros residuais foi analisada pelo teste de Variância e teste de Games Howel. Os resultados evidenciaram que a resina composta Charisma[®] cor SL apresentou uma menor quantidade de monômero residual, ou seja, apresentou uma maior conversão de monômeros em polímeros. O sistema à base de LEDs promoveu um menor grau de conversão comparado a lâmpada halógena. Os tempos de 10, 20 e 40 s de fotoativação proporcionaram a mesma quantidade de monômeros residuais.

Palavras-chave: resinas compostas. FTIR. Espectrometria ultravioleta.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the quantity of residual monomers of a microhybrid composite resin, photocured with different types of light curing units: halogen and LEDs based on different times of photopolymerization (10, 20 and 40 seconds). Samples of the composite resin were made with Teflon bipartite matrix with a center hole of 6 mm diameter compatible with the tips of the light curing units. The distance of the light guide curing unit to the composite samples was 4 mm. The average width of the samples Charisma® composite resin color A2 and SL were 2 mm. The curing units used were Optilux 401 (Demetron) and Optilight LD III (Gnatus). The materials were prepared and weighed on an accuracy scale and stored in solvent, in the dark, at room temperature for 24 hours. The solvent used to separate the organic and inorganic load was chloroform thirty six samples were made, stored in chloroform and analysed with infrared spectroscopy (FTIR) and the presence of carbon double bonds were found. Another solvent investigated in this study was methanol, because it is considered an efficient solvent for extracting present monomers in the resin, with an advantage because it acts as an inhibitor in this type of polymerization while maintaining the characteristic of the sample for quantitative analysis. Parallel to that, one hundred new samples were made. They were appropriately stored in methanol and analysed with UV- visible light spectroscopy (UV-Vis), through absorbance spectrum. The collected data was analysed in Origin 5.0 programs at the peak of absorbance in the same wavelength. The percentage of residual monomers was analysed by ANOVA and Games Howell tests. The results indicated that Charisma® composite resin color A2 showed less residual monomers. The halogen and LEDs light cure units showed the same percentage of residual monomers results, or rather, it showed a larger conversion of monomers in polymers. The LED based system promoted a smaller conversion degree compared to halogen light. The 10, 20 and 40 seconds of photocured presented the same quantity of residual monomers.

Key words: composite resin, FTIR, Spectroscopy Ultraviolet

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Característica da resina composta Charisma [®]	59
Tabela 2 - Características dos aparelhos fotopolimerizadores testados	60
Tabela 3 - Curva de calibração da resina composta Charisma [®] cor A2 em ultravioleta.....	79
Tabela 4 - Curva de calibração da resina composta Charisma [®] cor SL em ultravioleta.....	80
Tabela 5 - Estatística descritiva do grau de conversão da resina composta Charisma [®] nas cores A2 e SL em ultravioleta.....	82
Tabela 6 - Estatística descritiva do grau de conversão dos aparelhos de lâmpada halógena (Optilux) e à base de LEDs (Optilight LD III) em ultravioleta.....	84
Tabela 7 - Estatística descritiva do grau de conversão dos três tempos de fotoativação (10, 20 e 40 s) em ultravioleta	85
Tabela 8 – Efeito das variáveis tempos de fotoativação e resina composta Charisma [®] nas cores A2 e SL em ultravioleta	86
Tabela 9 - Efeito das variáveis aparelhos e tempos de fotoativação (10, 20 e 40 s) em ultravioleta.....	87
Tabela 10 - Efeito das variáveis aparelhos e resina composta Charisma [®] nas cores A2 e SL em ultravioleta.....	89
Tabela 11 - Análise descritiva das variáveis cores, fonte de luz e três tempos de fotoativação em ultravioleta	90

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 – Análise dos resultados em FTIR.....	77
Gráfico 2 - Curva de calibração da resina composta Charisma [®] cor A2 em ultravioleta	79
Gráfico 3 - Curva de calibração da resina composta Charisma [®] cor SL em ultravioleta	80
Gráfico 4 - Porcentagem média do grau de conversão entre cores de resina composta Charisma [®]	83
Gráfico 5 - Porcentagem média do grau de conversão entre aparelho de luz halógena e sistema à base de LEDs	84
Gráfico 6 - Porcentagem média do grau de conversão resina composta Charisma [®] cores A2 e SL em relação aos tempos de fotoativação	85
Gráfico 7 - Porcentagem média do grau de conversão entre cores e tempos de fotoativação	86
Gráfico 8 - Porcentagem média do grau de conversão entre aparelhos de luz e tempos de fotoativação	88
Gráfico 9 - Efeito das variáveis aparelhos de luz e cores da resina composta Charisma [®] cores A2 e SL	89
Gráfico 10 - Efeito das variáveis aparelho de lâmpada à base de LEDs, três tempos de fotoativação e resina composta Charisma [®] cores A2 e SL.....	91
Gráfico 11 - Efeito das variáveis aparelho de lâmpada halógena, tempos de fotoativação e resina composta Charisma [®] cores A2 e SL.....	91

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Resina composta Charisma [®] cor A2 (Heraeus Kulzer)	59
Figura 2 - Resina composta Charisma [®] cor SL (Heraeus Kulzer)	59
Figura 3 - Aparelho fotopolimerizador de lâmpada halógena Optilux 401 (Demetron)	62
Figura 4 - Aparelho fotopolimerizador à base de LEDs Optilight LD III (Gnatus)	63
Figura 5 - Esquema de um Espectrômetro de FTIR (Hartmann & Braun)	64
Figura 6 - Espectrômetro de Ultravioleta-visível (UV-2401PC Shimadzu)	65
Figura 7 - Matriz de teflon	68
Figura 8 - Esquema demonstrando a matriz de teflon.....	69
Figura 9 - Fotoativação do corpo-de-prova com o sistema à base de LEDs na matriz bipartida de teflon	70
Figura 10 - Monômero residual depositado sobre célula de seleneto de zinco....	71
Figura 11 - Dessecador à vácuo contendo uma célula de seleneto de zinco.....	71
Figura 12 - Aparelho de FTIR-BOMEM (Hartmann & Braun)	72
Figura 13 - Balança Analítica (E. Mettler).....	73

Figura 14 - Centrífuga Hettich (4000 rpm).....74

Figura 15 - Evaporador Rotativo Tecnal TE-210 (Michelson)..... 75

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Absorvância
KBr	Brometo de potássio
Bis-GMA	Bisfenol A Glicidil Metacrilato
CQ	Canforoquinona
CP	Corpos-de-prova
CHCl ₃	Clorofórmio
HPLC	Cromatografia líquida de alta eficiência
LEDs	Diodos emissores de luz
DMAEMA	Dimetilamino etil metacrilato
DABE	Dimetil amino benzóico
FTIR	Espectrometria no infravermelho com transformação de Fourier
UV-Vis	Espectrometria na região do ultravioleta-visível
GC	Grau de conversão
⁰ C	Grau Celsius
g	Gramas
DP	Grau de polimerização
IR	Infravermelho
J/cm ²	Joule por centímetro quadrado
C=C	Ligação dupla carbono-carbono
C=O	Ligação dupla carbono-oxigênio
CH ₃ OH	Metanol
μg	Micrograma
μm	Micrômetro
mm	Milímetro
mL	Mililitro
mW/cm ²	miliWatts por centímetro quadrado
mg/L	Miligramas por litro
min	Minutos
nm	Nanômetro

%	Porcentagem
P.A.	Pró-análise
®	Registrado
rpm	Rotações por minuto
ZnSe	Seleneto de zinco
s	Segundos
TEGDMA	Trietileno Glicol Dimetacrilato
T	Transmitância
UV	Ultravioleta
UDMA	Uretano Dimetacrilato
W	Watts

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
2 REVISÃO DE LITERATURA	22
3 PROPOSIÇÃO	58
4 MATERIAL E MÉTODO	59
4.1 MATERIAL E MÉTODO	59
4.2 APARELHOS FOTOPOLIMERIZADORES	60
4.2.1 Aparelhos de lâmpada halógena: Optilux 401 (Demetron)	60
4.2.2 Aparelhos à base de LEDs: Optilight LDIII(Gnatus)	62
4.3 EQUIPAMENTO DE ANÁLISE	63
4.3.1 Espectrometria no infravermelho	63
4.3.2 Equipamento no ultravioleta	65
4.4 GRUPOS EXPERIMENTAIS	67
4.5 OBTENÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA PARA ESPECTROMETRIA NO INFRAVERMELHO	68
4.5.1 Confeção dos corpos-de-prova	68
4.5.2 Fracionamento das resinas compostas fotoativadas	70
4.5.3 Análise por espectrometria no infravermelho	72
4.6 OBTENÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA PARA ESPECTROMETRIA NO ULTRAVIOLETA-VISÍVEL	73
4.6.1 Confeção e fracionamento dos corpos-de-prova	73
4.6.2 Análise qualitativa das resinas compostas	74
4.7 CURVA DE CALIBRAÇÃO DAS RESINAS COMPOSTAS CORES A2 E SL	74
5 RESULTADOS	77

6 DISCUSSÃO	92
7 CONCLUSÕES	106
REFERÊNCIAS	107
APÊNDICE A Análise descritiva do grau de conversão segundo resina composta e tempo de fotoativação	114
APÊNDICE B Análise descritiva do grau de conversão segundo resina composta e aparelhos de fotoativação.....	116
APÊNDICE C Gráfico do espectro no ultravioleta.....	119
APÊNDICE D Comportamento de uma resta na espectrometria do ultravioleta	121

1 INTRODUÇÃO

As resinas compostas constituem hoje o material de escolha para as restaurações diretas dos elementos dentais. Elas têm evoluído rapidamente desde a década de 60, em suas propriedades físico-químicas para melhorar sua longevidade. No entanto, ainda não existem resinas compostas com propriedades ideais, por isso estão em constante evolução e pesquisa.

A resina composta está definida como uma combinação tridimensional de no mínimo dois materiais quimicamente diferentes, com uma interface que separa ambos. A matriz resinosa contém um sistema de monômeros e iniciadores para polimerização. A carga inorgânica contém vidro, quartzo e/ou sílica e o agente de enlace é geralmente um silano que une as partículas inorgânicas com a matriz resinosa. O componente resinoso de uma resina dental polimerizada é chamado de matriz polimérica.

Um dos aspectos mais críticos numa restauração de resina composta é a etapa de polimerização, responsável pela maioria das propriedades mecânicas, físicas e estéticas. A polimerização incompleta poderá produzir uma resina com alta porosidade, menor dureza, baixo polimento, alta capacidade de manchamento e até toxicidade pulpar provocada pelos monômeros livres que poderão inflamar a polpa (FRENTZEN; FOLL; BRAUN, 2001; QUIROZ, 2004; YAP; LEE; SABAPATHY, 2000).

Muitos fatores clínicos relacionados à distância entre a ponta ativa do fotopolimerizador e a superfície de uma restauração de resina composta, como em uma classe II poderiam interferir na conversão de monômeros em polímeros. As pesquisas mostram que o grau de polimerização diminui à medida que aumenta a

distância da ponta do fotopolimerizador à resina (BENNETT; WATTS, 2004; MILLS et al., 2002; PIRES et al., 1993; PRICE; FELIX; ANDREOU, 2003; SILVA; MENDES; FERREIRA, 2004), e que os incrementos não poderiam ser maiores que 3 mm para não perder a efetividade da luz na resina composta tanto com as lâmpadas halógenas como com os LEDs (LUIZ; SOLDI; PIRES, 2003; SOH ; YAP; SLOW., 2003; RAHIOTIS et al., 2004; YOON et al., 2002).

Uma adequada fotoativação transforma os monômeros em uma complexa estrutura de polímeros. Porém a conversão de monômeros em polímeros não atinge 100%, resultando na permanência de monômeros sem reagir (ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2003a). As resinas compostas iniciam o processo de polimerização pela absorção de luz numa faixa específica do comprimento de onda, em torno de 400 a 500 nm, uma vez ativada, reage com o agente redutor (amina alifática) para produzir radicais livres.

A lâmpada halógena utilizada para polimerizar resinas compostas apresenta desvantagens com relação ao tempo de uso (menos que 100 horas), o bulbo, o filtro e o refletor podem se degradar com o tempo de uso, diminuindo as propriedades físicas das resinas compostas.

O LED (diodo emissor de luz) é conhecido pela grande maioria das pessoas, pois nada mais é que aquelas luzes indicativas que se encontram em vídeo cassetes, alarmes de carro e em aparelhos telefônicos. Os aparelhos à base de LEDs azuis representam uma nova opção para polimerização de resinas compostas, sendo compostos por um semicondutor de In-Ga-N (Índio-Gálio-Nitrogênio) (FRANCO; LOPES, 2003). Estes aparelhos apresentam vantagens bastante favoráveis para o uso dos cirurgiões-dentistas como: não utilizar sistema de ventilação, reduzindo seu tamanho; não necessitar de sistemas de filtro que

constitui a parte mais dispendiosa dos aparelhos fotoativadores e permitir a baixa emissão de calor, diferente do aquecimento dos bulbos da lâmpada halógena (LEONARD et al., 2002; LUIZ; SOLDI; PIRES, 2003; SOH; YAP; SIOW, 2003).

A luz produzida pelo LED apresenta um espectro de emissão em banda estreita (450 a 490 nm). Desta forma, mesmo tendo uma baixa densidade de potência (mW/cm^2), estes aparelhos emitem luz dentro do espectro de emissão da canforoquinona.

O iniciador mais comumente utilizado nas resinas compostas é a canforoquinona, que absorve energia num espectro visível, entre 400 e 500 nm. A energia (fótons) é absorvida pela molécula quando exposta a uma fonte de luz que absorve este fóton, a qual passará para o estado excitado. Enquanto a canforoquinona permanece em estado reativo, colide com a amina (adicionada ao composto químico), ocorrendo a transferência de elétrons, resultando na formação de um radical livre. Este radical livre irá reagir com o monômero, que possui uma ligação dupla de carbono ($\text{C}=\text{C}$), que irá iniciar a reação (FRANCO; LOPES, 2003). Quanto maior a intensidade de luz, maior será a extensão de polimerização da resina composta (RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CHAN, 1999; SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2002; WITZEL et al., 2005).

A quantidade de duplas ligações de carbono ($\text{C}=\text{C}$), presentes nos monômeros, que são convertidas em ligações simples ($\text{C}-\text{C}$) para formar a cadeia polimérica durante o processo de polimerização, é denominada de grau de conversão (FERRACANE, 1985; NOMOTO, 1997; OBICI, 2003). A extensão em que os monômeros reagem para formar o polímero durante a reação de polimerização, tem um efeito importante nas propriedades físicas e mecânicas de restaurações de resinas compostas (ASMUSSEN; PEUTZFELD, 2003b;

FERRACANE; GREENER, 1986; SAKAGUCHI; BERGE, 1998; TARUMI et al., 1999).

Alguns métodos para avaliar o grau de conversão das resinas compostas são encontrados na literatura, entre eles a microscopia ótica e eletrônica, método de análise térmica, como calorimetria exploratória diferencial (DTA), a cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) e os métodos vibratórios, tais como a espectrometria no infravermelho com transformação de Fourier (FTIR), espectroscopia Raman e a espectrometria no ultravioleta-visível (UV-Vis).

A espectrometria no ultravioleta-visível apresenta a importante característica de possibilitar uma fácil determinação quantitativa de ligações duplas, como é o caso dos monômeros que constituem as resinas compostas. Esta técnica de análise, devido à facilidade e simplicidade de manuseio, representou neste trabalho uma nova metodologia na área odontológica para quantificar monômeros residuais e determinar o grau de conversão da resina composta Charisma[®] (Heraeus Kulzer) e que poderá ser aplicada a outras resinas restauradoras.

A espectrometria na região do infravermelho tornou-se uma técnica muito popular para análise da extensão de conversão de monômero em polímero em resinas compostas (BAGIS; RUEGGERBERG, 1997; FERRACANE; GREENER, 1984, 1986). A radiação na região do infravermelho (IR) corresponde aproximadamente à parte do espectro eletromagnético situada entre as regiões do visível e das microondas.

A radiação ultravioleta (Espectrometria Ultravioleta) identifica os monômeros residuais que permaneceram formando radicais livres. Os monômeros são cromóforos (SILVERSTEIN; WERSTER, 2000), ou seja, têm afinidade pelas ligações de carbono, carbono-oxigênio e também pelos anéis aromáticos que são

componentes das resinas compostas. Com esta técnica é possível detectar a quantidade de monômero residual e estabelecer a porcentagem de monômeros residuais contidos em corpos-de-prova de resinas compostas quando fotoativadas.

A quantidade de monômeros residuais determinados através de equipamentos de espectrometria parece ser a maneira mais sensível de analisar o grau de conversão das resinas compostas atualmente (LUIZ; SOLDI; PIRES, 2003; ATAL; WATTS; ATAL, 2005, CONTI et al., 2005).

Tendo conhecimento de que os resultados desta pesquisa são de interesse tanto para os profissionais da área odontológica como para os pesquisadores devido à busca por aparelhos de fotoativação mais eficientes, novos aparelhos foram lançados pelas indústrias, com a perspectiva de melhor polimerização. Em uma situação clínica de difícil acesso, como em uma restauração de classe II, é de extrema importância conhecer o grau de conversão das resinas compostas frente a estas novas tecnologias de equipamentos de fotoativação.

O objetivo deste estudo foi comparar o grau de conversão de uma resina composta de duas cores fotoativada por duas fontes de luz em diferentes tempos de exposição, utilizando-se análise qualitativa por espectrometria no infravermelho e análise quantitativa por espectrometria no ultravioleta.

2 REVISÃO DE LITERATURA

O grau de conversão monomérica foi estudado por Ferracane e Greener (1984) através da espectroscopia no infravermelho (FTIR) para determinar os grupos de metacrilatos residuais em resinas Bis-GMA sem carga pelo método de análise no FTIR, tipo e modo de polimerização. Dois tipos de resinas quimicamente ativadas foram colocadas em matrizes de 6 mm por 2 mm e pressionadas durante 15 min até formar uma película enquanto em outros grupos as resinas foram fotopolimerizadas por 60 s em matrizes metálicas. As resinas permaneceram à temperatura de 37°C em estufa durante 24 horas. O grau de polimerização (DP) foi analisado em Espectroscopia no Infravermelho com Transformação de Fourier (FTIR), obtendo-se os espectros de 30 *scans* com picos de absorvância de 450 a 4400 cm^{-1} . As intensidades foram medidas através dos picos de absorção das ligações de carbono (C=C) na faixa de 1638,6 cm^{-1} enquanto as ligações simples de carbono na faixa de 1609,4 cm^{-1} . As amostras foram trituradas até obter um pó fino e misturadas em brometo de potássio (KBr), prensado formando uma película fina e em seguida, analisados em FTIR. O grau de polimerização para as resinas variou de 55 a 72% e não houve diferença significativa na conversão, enquanto a técnica da película ou filme foi ligeiramente menor o grau de conversão, não apresentando diferenças entre os dois métodos de análise em FTIR (KBr e película) para se analisar o grau de conversão.

Ferracane (1985) estudou a correlação entre dureza Knoop e grau de conversão das duplas ligações de carbono de resinas compostas, por espectroscopia no infravermelho. Resinas compostas quimicamente ativadas Delton e Fissure Sealant (Johnson & Johnson), Profili bonding agent (S.S.White)

e Concise Enamel Bond (3M) foram escolhidas tendo como base em diferentes monômeros e viscosidades. O grau de conversão foi analisado pelo método FTIR (película) com intervalos de tempo de 1 a 30 min e comparados com períodos de 60, 120 min e 24 horas. Em todas as amostras foi verificado o grau de dureza Knoop através de microdurômetro. O autor concluiu que os valores absolutos de dureza Knoop não puderam prever o grau de conversão através das ligações duplas de carbono quando se comparou diferentes resinas. Outros métodos deveriam ser usados quando se comparou o grau de conversão e a microdureza.

As propriedades mecânicas das resinas compostas sem carga foram estudadas por Ferracane e Greener (1986) usando 14 resinas à base de Bis-GMA ativadas quimicamente ou por luz visível e variando a concentração do diluente TEGDMA (Trietileno glicol Dimetacrilato). Os testes de resistência e tensão diametral, dureza, resistência à compressão e módulo flexural foram realizados e comparados com os resultados obtidos pela espectrometria no infravermelho. Os autores concluíram que as propriedades afetaram o grau de conversão, ou seja, existe uma correlação significativa entre as propriedades mecânicas e o grau de conversão, principalmente com relação a resistência à compressão.

Pires et al. (1993) estudaram a relação entre fontes de luz e a distância da resina composta. Uma base de dentina em forma de disco foi utilizada para simular uma cavidade clínica. Um aparelho de lâmpada halógena (Opitilux 401 Demetron) foi utilizado em diferentes distâncias (0, 2, 6 e 12 mm) dos corpos-de-prova, durante 40 s. Três radiômetros foram utilizados para conferir a intensidade de energia nas diferentes distâncias: Sure Cure (Ho

Dental), Cure Rite (EFOS) e Curing Radiometer (Demetron). O período de armazenamento foi de 24 horas. O topo e a base dos corpos-de-prova foram polidos com lixa e após foi registrada a dureza superficial em ambos, e observou-se que houve diferenças de valores absolutos com diferentes distâncias. O aparelho de lâmpada halógena apresentou os melhores resultados. Os autores salientaram que o aumento do tempo deveria ser maior do que o fabricante recomenda, pelo fato que a intensidade de luz diminui com o aumento da distância da ponta ativa do aparelho ao corpo-de-prova de resina composta.

Rueggeberg et al. (1994) investigaram diferentes tempos de irradiação e intensidade de luz em resinas compostas híbridas e micro-híbridas de mesma marca comercial (3M). Uma fonte de lâmpada halógena, o Demetron 401 - Demetron com controlador de voltagem foi utilizada por tempos de: 20, 40, 60 e 80 s. As resinas compostas P-50 e Silux Plus nas cores U e cinza foram selecionadas. Um filtro especial na fonte de luz foi utilizado para assegurar 800 mW/cm^2 . Uma matriz especial construída para os corpos-de-prova com espessuras diferentes (0, 1, 2 e 3 mm). As amostras foram armazenadas durante 24 horas e após fatiadas para serem analisadas em espectrometria de infravermelho. Foi utilizado o seleneto de zinco para a leitura em infravermelho (ZnSe). Os resultados mostraram que a espessura (2 mm) da resina composta é mais importante do que a cor e o tipo de partícula. O tempo de 40 s de fotoativação com intensidade de 600 mW/cm^2 promoveu os melhores resultados nesta pesquisa.

Yoshida e Greener (1994) estudaram o efeito dos fotoiniciadores e co-iniciadores utilizados nas resinas compostas. O grau de conversão foi medido através de compostos preparados variando a concentração de DMAEMA

e canforoquinona em 50% de TEGDMA. A análise do grau de conversão foi realizada através de espectrometria no infravermelho para verificar a concentração das duplas ligações de carbono. Em outros grupos a polimerização foi realizada em laboratório a uma temperatura de 30° C por um tempo de 90 s. Os autores puderam afirmar que as características da polimerização são influenciadas pela química dos materiais e a concentração e tipo de iniciadores. A mistura de canforoquinona com DMAEMA representa uma excelente combinação para melhorar o grau de conversão das resinas compostas.

Nomoto; Uchida e Hirasawa (1994) estudaram a influência da intensidade de luz e do tempo de irradiação sobre as resinas compostas. Os autores pesquisaram a profundidade de polimerização e a porcentagem de duplas ligações de carbonos livres. Utilizaram três resinas compostas: Filtek Z100 (3M), Silux Plus (3M) e Clearfil Photo Posterior (Kuraray). A intensidade de luz variou alterando-se a distância entre a ponta ativa e o corpo-de-prova. Quanto maior a intensidade de luz, menor tempo de exposição para conseguir densidade de energia constante. Independentemente das combinações entre intensidade de luz e tempo, quando a intensidade de luz foi constante, não houve diferenças nos resultados das variáveis testadas.

Rueggeberg; Caughman e Curtis (1994) estudaram a interdependência entre tempo de exposição à luz e a intensidade de luz na polimerização de resinas compostas em diferentes profundidades simulando uma restauração de resina composta. As resinas utilizadas neste estudo foram as microparticuladas e híbridas nas cores universais e cinza de uma mesma marca comercial. Finos discos cilíndricos de resina composta (1 mm de

espessura) foram confeccionados de modo que poderiam ser removidos facilmente da matriz. As análises dos corpos-de-prova nas superfícies no topo e base foram realizadas através da técnica da espectrometria no infravermelho. Os autores concluíram que a intensidade de luz recomendada é 400 mW/cm^2 para uma polimerização eficiente e intensidade de 233 mW/cm^2 não deveriam ser utilizadas, provocando uma deficiente polimerização, sendo necessário a troca do bulbo (fonte de luz convencional) como rotina. Os autores afirmaram ainda que a concentração do fotoiniciador varie de produto para produto como a canforoquinona (CQ) e metacrilato no grau de conversão através do FTIR (radiação no infravermelho com transformação de Fourier). Os melhores resultados obtidos com tempo de exposição de 60 s e intensidade de 400 mW/cm^2 . Os autores salientaram que a espessura dos incrementos de resina composta não deveria exceder a 2 mm, com 1 mm sendo o ideal. A relação entre intensidade de luz e profundidade de polimerização é utilizada para enfatizar que os incrementos não deveriam ser maiores que 2 mm com tempo de exposição rotineiro de 60 s.

Park e Lee (1996) analisaram o grau de conversão da resina composta Brilliant (Coltène) cor A3, variando a espessura de película e a distância da fonte de luz. Foram confeccionados 20 corpos-de-prova com 5 mm de diâmetro por 4 mm de espessura em uma matriz de teflon. Dez amostras foram polimerizadas por 60 s, e dez foram polimerizadas por 60 s e adicionalmente colocadas no forno para resinas indiretas (tipo *inlays*) durante 7 min a 120°C . Os discos foram separados e analisados de acordo com a proximidade da fonte de luz. As películas permaneceram com espessuras que variaram entre $50 \mu\text{m}$ e $70 \mu\text{m}$ e para determinar o grau de conversão em FTIR

com absorções de 1637 e 1609 cm^{-1} . Os autores relataram que o grau de conversão diminuiu à medida que a distância da fonte de luz aumentou. O calor aumentou o grau de conversão nas porções externas das amostras quando comparadas com a parte interna da resina composta.

Bagis e Rueggeberg (1997) estudaram o efeito da temperatura e uso do aquecimento na conversão monomérica das resinas compostas fotoativadas. As amostras foram preparadas em forma de cilindro (10 mm diâmetro x 1 mm altura) em moldes de alumínio onde foram fotoativadas, com excessão ao grupo controle. As temperaturas variaram entre 50°, 75°, 100° e 125° C por tempos de polimerização de 30 s; 1 min; 3 min, 5 min e 7 min. Após a polimerização, as amostras permaneceram estocadas em local escuro durante uma semana e em seguida foram analisadas pelo método FTIR (Digilab/Bio-Rad, Cambrige-MA, USA com resolução de 2 cm^{-1}). Os valores alcançados com temperaturas de 50°C foram de 57,7% e com 125°C foram de 69,9%. O aumento de temperatura entre 3 e 7 min foi bem maior que em 30 s e 1 minuto nos valores de conversão, mostrando que o aumento de temperatura foi importante para aumentar o grau de conversão.

Nomoto (1997) avaliou o grau de conversão, conversão de polimerização e a influência do comprimento de onda da luz sobre a polimerização de uma resina experimental. Para determinar que a polimerização da resina composta não depende só da quantidade de luz, mas também da qualidade do aparelho de fotoativação (comprimento de onda). Os resultados indicaram que nos primeiros segundos de irradiação tanto o grau de conversão como a conversão de polimerização foram afetados pelo comprimento de onda da luz. A influência do comprimento de onda na

polimerização foi reduzindo gradualmente à medida em que o tempo de exposição aumentou. Para cada tempo de exposição o comprimento de onda mais adequado foi aquele mais próximo ao pico de absorção da luz canforoquinona (470 nm). O autor concluiu que a absorção da luz pela canforoquinoma afetou a etapa inicial da polimerização e que a conversão de monômeros em polímeros foi eficiente. O comprimento de onda da luz emitida pelos aparelhos deve coincidir com o pico de absorção dos fotoiniciadores presentes nos materiais restauradores.

Rueggeberg e Craig (1998) avaliaram os parâmetros utilizados para estudar e determinar a conversão monomérica em compostos fotoativados e analisados em FTIR. Os autores determinaram através dos testes de dureza Knoop, lixiviação e sorpção de água na avaliação da extensão de conversão em diferentes profundidades usando a resina composta P-30 (3M). Para análise do grau de conversão, foram confeccionados 5 corpos-de-prova por grupo e analisados em FTIR com absorções de 1637 e 1608 cm^{-1} . Os resultados obtidos foram observados nas profundidades de 0 a 4,5 mm. Os autores concluíram que houve um grau máximo de conversão em torno de 51% e um decréscimo nos valores com o aumento da profundidade. Em 4,5 mm houve o mínimo de conversão. O mesmo declínio de valores foi observado para o teste de dureza Knoop.

Sakaguchi e Berge (1998) avaliaram a relação entre a intensidade de luz (mW/cm^2) e a tensão da contração linear pós-gel com o grau de polimerização das resinas compostas através do FTIR (RFX-30 radiação infravermelha com transformação de Fourier). Amostras de resinas compostas foram polimerizadas a uma distância de 7 mm entre a ponta ativa e a superfície

do material simulando a distância entre o topo da restauração e a superfície gengival, como em uma cavidade de classe II em dentes posteriores. O tempo de exposição à luz foi fixado em 40 s com quatro intensidades de luz (71% a 241 mW/cm²; 49% a 164 mW/cm² e 34% a 116 mW/cm²). Foi analisado o grau de conversão na superfície e na base dos corpos-de-prova. O grau de conversão no topo das amostras foi diferente entre grupos, exceto nos grupos com intensidade de 71% e 49%. O grau de polimerização nas amostras polimerizadas com diferentes intensidades de luz não foi significativo, comparados com maior intensidade. A intensidade máxima da fonte de luz resultou em uma significativa redução na tensão de contração de polimerização e não afetou o grau de conversão.

Koran e Kürschner (1998) avaliaram o efeito da polimerização utilizando baixa e alta intensidade de luz. A resina composta Pertac (ESPE) foi testada de cinco maneiras: dureza, adesão, viscosidade, espessura e concentração de monômero residual na polimerização. Os corpos-de-prova foram irradiados com lâmpada halógena Elipar II (3M) durante diferentes tempos (10, 30 e 40 s). A quantidade de monômero residual foi avaliada através da quantidade de acrilatos remanescentes nas diferentes intensidades de luz. O método de análise foi através de cromatografia de alta eficiência (HPLC). Os resultados mostraram que com 40 s de fotoativação houve uma conversão de 90% e com 20 s a conversão foi de 80%. As amostras permaneceram 48 horas em saliva artificial foram novamente analisadas e os resultados mostraram que não houve diferença na quantidade de monômero remanescente.

Knobloch et al. (1999) compararam a resistência ao desgaste e o grau de conversão de resinas compostas diretas com resinas de laboratório.

Quatro resinas de laboratório: Targis (Ivoclar), Concept (Vigodent), BelleGlass (Kerr) e Artglass (Heraeus Kulzer) e duas resinas diretas: Herculite XRVTM (Kerr) e Heliomolar (Ivoclar) foram analisadas. Esmalte de dentes (terceiros molares) foi analisado como grupo controle. As 10 amostras (3,5 mm de diâmetro e 8 mm de altura) foram preparadas em moldes de vidro, cortadas com discos de diamantes e analisadas em microscopia eletrônica de varredura (S.E.M., Edax DX4-1) para verificar as superfícies de desgaste. O grau de conversão foi determinado através do método FTIR (Midac) em KBr em 16 scans e bandas de absorção de 850 a 4000 cm^{-1} . Nas resinas compostas indiretas Concept e BelleGlass a conversão foi significativamente maior que os outros compostos testados. A resina composta direta Heliomolar apresentou menor conversão do que a resina composta Herculite.

Mills; Jandt e Ashworth (1999) compararam as lâmpadas halógenas e à base de LEDs, quanto à sua microdureza (Knoop). Um equipamento de luz halógena (Coltolux®-Coltène) com ponta ativa de 8 mm e um equipamento à base de LEDs com ponta ativa de 6 mm (Nichia- 25 LEDs) foram utilizados. Três tipos de resinas compostas de mesma marca comercial (3M) e diferentes composições: Silux Plus na cor U, P50 na cor U e FILTEK Z100 na cor A3. 5 durante um tempo de exposição de 40 e 60 s. A matriz metálica com 4 mm de diâmetro por 6 mm de profundidade foi utilizada neste experimento. Para medir a microdureza foi utilizado um equipamento digital com penetração de 0,01 mm de acordo com a norma ISO 4049. Os resultados mostraram que as fontes de luz à base de LEDs promoveram 64% maior profundidade de polimerização que a lâmpada halógena com intensidade de luz de 300 mW/cm^2 . Os autores

concluíram que outras pesquisas são necessárias para comparar as fontes de luz em condições normais de uso.

Rueggeberg; Caughman e Chan (1999) pesquisaram a conversão monomérica da resina composta Herculite XRV, cor A2 (Kerr) em matriz metálica com 8 mm de diâmetro, coberta com uma lâmina de cristal. A fotoativação foi realizada de dois tipos: alto pulso de energia de 10, 40 e 60 s e com luz contínua (40 e 60 s) com intensidade de 800 mW/cm^2 por meio de uma fonte de luz halógena Elipar (ESPE). O grau de conversão foi medido através de espectrometria no infravermelho com transformação de Fourier. Os autores observaram que usando luz contínua ou com alto pulso de energia, durante 60 s e até 3 mm de espessura as resinas compostas obtiveram o mesmo grau de conversão.

Tarumi et al. (1999) avaliaram o efeito da quantidade de TEGDMA na polimerização após irradiação de quatro resinas compostas experimentais à base de Bis-GMA, nas quais foram preparadas com diferentes proporções de TEGDMA e Bis-GMA. Foi medido o grau de conversão através do método FTIR, imediatamente após polimerização e após 24 horas de armazenamento. As amostras foram analisadas em cromatografia de alta eficiência (HPLC) para verificar os resíduos de Bis-GMA, TEGDMA após a polimerização e com 24 horas de estocagem. Os resultados mostraram que os compósitos que continham TEGDMA apresentaram um alto grau de conversão. A quantidade de TEGDMA residual pós-polimerização diminuía, mas a quantidade de Bis-GMA remanescente mostrou valores constantes de monômeros não reagidos. Segundo os autores o TEGDMA é considerado o principal contribuinte da polimerização após a irradiação na resina composta à base de Bis-GMA.

Kurachi et al. (2000) avaliaram a microdureza Vickers de uma resina composta polimerizada com cinco aparelhos LEDs (Nichia) e um aparelho de luz halógena KM-200R (DMC-LTDA). Os autores confeccionaram corpos-de-prova com a resina composta FILTEK Z100 TM (3M), cor A3 em diferentes espessuras: 0,35 mm, 1,25 mm e 1,8 mm. A intensidade do aparelho de luz halógena foi ajustada em 475 mW/cm^2 com tempo de 40 s e para o aparelho de LEDs foram utilizados 5 tempos de exposição (20, 40, 60, 120 e 180 s) com diferentes intensidades : 25, 34, 46, 68, 79 mW/cm^2 . Todas as resinas compostas fotopolimerizadas com os aparelhos à base de LEDs, mostraram valores de microdureza inferiores aos da lâmpada halógena convencional, independente da espessura. Os autores afirmaram que são necessários 120 s de exposição com aparelhos à base de LEDs para conseguir valores de microdureza comparáveis aos valores conseguidos para a exposição de 40 s com os aparelhos de luz halógena. Os autores ressaltaram os razoáveis valores de microdureza obtidos com os aparelhos LEDs considerando as baixas intensidades.

Yap; Lee e Sabapathy (2000) investigaram a liberação do ácido metacrílico de quatro resinas compostas: Silux Plus (3M), FILTEK Z100 (3M), Ariston pH (Vivadent) e SureFil (Dentsply). As resinas Silux Plus e FILTEK Z100 TM à base de Bis-GMA e Uretano metacrilato enquanto a Ariston e a SureFil utilizaram o Uretano metacrilato e sistema de polímeros modificados. Dez discos de 0,2 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram fabricados usando moldes de borracha. Os materiais em teste foram colocados dentro do molde e a resina composta foi protegida com tira de poliéster. Uma segunda lâmina de vidro foi colocada e pressionada para liberar o excesso de material. Os corpos-de-prova

foram lavados com água deionizada e agitados a uma velocidade de 80 rpm por duas horas a 37⁰C. As soluções das amostras foram filtradas e analisadas por eletroforese capilar (CE). Os resultados mostraram que do primeiro ao sétimo dia a liberação do ácido metacrílico pela resina Ariston foi significativamente maior do que os outros compósitos. Nenhuma diferença significativa na liberação do ácido metacrílico foi observada entre a Silux Plus, FILTEK Z100 TM e SureFil por todos os sete dias. A liberação do ácido metacrílico em água a 37⁰C foi maior no primeiro dia para todas as resinas e diminuiu com o tempo, com exceção da resina FILTEK Z100. Os autores concluíram que alguns compostos poderiam apresentar altos níveis de ácido metacrílico e não se sabe o que eles poderiam causar em seres vivos, por isso deveriam ser melhor investigados.

Morgan et al. (2000) analisaram o efeito da diluição do Bis-GMA e do TEGDMA quanto a profundidade de polimerização e grau de conversão através dos métodos de aquecimento (DSC) e espectrometria de ressonância nuclear (NMR). A análise quantitativa foi verificada através do equipamento de ressonância magnética com um tempo de 30 s de exposição e velocidade de 3,95 kHz. Diferentes proporções de Bis-GMA e TEGDMA foram adicionadas e aquecidas de 60, 70, 80 a 120 °C para permanecer em estado sólido. Com o aumento de temperatura ocorre uma maior mobilidade das moléculas melhor polimerização e alto grau de conversão. A melhor solução encontrada foi de 70% de Bis-GMA com 30% de TEGDMA. A ressonância nuclear é um excelente método para medir a conversão de monômeros em polímeros.

Peutzfeldt e Asmussen (2000) estudaram as propriedades mecânicas, resistência ao desgaste de duas resinas compostas FILTEK Z100 TM (3M) e

Charisma (Heraeus Kulzer). Dispositivos desenvolvidos para polimerização foram confeccionados em consultórios odontológicos. As amostras de resinas compostas foram pré e pós polimerizadas de acordo com os seguintes métodos: fotoativação com lâmpada halógena EC da Translux (10min) e Tríade II (10min). As propriedades foram determinadas após o armazenamento das amostras durante uma semana em água a 37⁰C. O grau de conversão foi determinado usando a transmissão FTIR. As propriedades mecânicas testadas foram: força diametral e força flexural. O desgaste foi induzido por um simulador *three-body*. As fontes de luz utilizadas aumentaram o grau de conversão em ambos os materiais. A polimerização final aumentou as propriedades mecânicas e a resistência ao desgaste da resina composta Charisma®, visto que nenhum efeito foi encontrado nestas propriedades na resina composta FILTEK™ Z100. A polimerização final com o uso de dispositivos aumentou o grau de conversão da resina composta FILTEK™ Z100 e da resina Charisma®.

Stahl et al. (2000) estudaram o desempenho dos aparelhos à base de LEDs comparados com as lâmpadas halógenas, através da conversão de monômeros e suas implicações clínicas. Duas resinas híbridas com diferentes cores: Spectrum TPH (A2 e A4), FILTEK™ Z100 (A2 e A4) e a resina Solitaire (A2 e A4). O aparelho de lâmpada halógena (Spectrum 201 R) com intensidade de luz de 755 mW/cm² e à base de LEDs (Nichia - 27 LEDs) com 350 mW/cm² foram utilizados neste experimento. Em todos os corpos-de-prova a resistência flexural foi maior com exceção à resina Solitaire na cor A4 quando polimerizados com luz à base de LEDs e halógena. O aparelho à base de LEDs possuía melhor desempenho de polimerização quando comparado com luz halógena. A resistência flexural foi ligeiramente maior com o sistema de luz halógena comparada com a luz à base de LEDs, mesmo com intensidades de luz muito diferentes.

Imazato et al. (2001) compararam os métodos de radiação infravermelha (FTIR) e análise térmica (DTA), para medir o grau de conversão de três marcas comerciais com diferentes quantidades de Bis-GMA e TEGDMA (75/25; 70/30; 50/50), contendo canforoquinona, DMAEMA e quartzo na mesma proporção. Três marcas comerciais foram utilizadas: uma resina micro-híbrida (Silux Plus-3M), e duas híbridas Photoclearfil[®] (Kuraray); Lite –Fil II (Shofu). A matriz de alumínio com dimensão de 2.2 mm de profundidade e 6,0 mm de diâmetro e protegidos com poliéster. Foi empregada nesta metodologia resinas compostas e foram polimerizadas com aparelho luz halógena Quick light VL-1 (Morita) . As amostras foram testadas em FTIR (Shimadzu), pelo método Kbr durante um tempo de 20 e 60 s para medir as ligações C=C antes e após a fotoativação. Os valores encontrados para a técnica de DTA permaneceu 10% maiores, quando comparados pela técnica de FTIR.

Frentzen; Foll e Braun (2001) examinaram a profundidade de polimerização de uma resina composta Arabesk (Voco) nas seguintes cores: A1, A2, A3, A3.5, B2 e B3 utilizando dois tipos de fontes de luz e dois tempos de exposição 1 e 3 min. O aparelho de luz halógena utilizado foi o Translux CL (Heraeus Kulzer) (750 mW/cm²) e à base de LEDs (Oshino Lamps) (110mW/cm²). As amostras foram colocadas em uma matriz cilíndrica de vidro fixada em um dispositivo construído para este fim. Uma agulha digital foi acoplada para medir a dureza dos corpos-de-prova e em seguida analisados por equipamento de espectrometria (Polytec). Um outro equipamento também estava acoplado para medir a temperatura das fontes de luz. Os autores observaram que tanto a luz halógena como à base de LEDs não produziram aumento de temperatura que poderia danificar a polpa. De acordo com os resultados, os autores puderam concluir

que independente da cor, a profundidade de polimerização foi maior com o aparelho à base de LEDs do que com aparelho de luz halógena. Segundo os autores o sistema à base de LEDs apresentou uma melhor polimerização e pode ser uma alternativa para a fotopolimerização de resinas compostas.

Yap ; Seneviratne (2001) avaliaram a influência da densidade de energia na efetividade de polimerização de resinas compostas através do teste de microdureza Knoop. Os autores testaram diferentes intensidades: 200, 300, 400, 500 e 600 mW/cm² e diferentes tempos: 10, 20, 30, 40, 80, 100, 120, 180 s, tendo como controle a intensidade de 400 mW/cm² e tempo de 40 s. Foram confeccionados corpos-de-prova de 2mm de espessura com a resina composta FILTEK Z100 TM (3M) cor A2 fotopolimerizado com o aparelho VIP (Bisco). De acordo com os resultados, pôde-se observar adequada microdureza com 20s de irradiação na superfície utilizando as intensidades de 200 e 300 mW/cm². A microdureza na base foi conseguida com 300 mW/cm² e no tempo de exposição de 120 s. Os autores concluíram que para a superfície e base dos corpos-de-prova, os melhores resultados alcançados foram com 20 e 30 s e irradiação de 500 e 600 mW/cm². De acordo com os autores, baixas intensidades de luz (200 e 300 mW/cm²) não produziram uma polimerização efetiva. Intensidade de luz altas (500 e 600 mW/cm²), promoveram polimerização efetiva a partir de 30 s de irradiação.

Lovell et al. (2001) investigaram a influência de uma fontes de luz nas propriedades mecânicas de resinas compostas contendo 75% de Bis-GMA e 25% de TEGDMA e a canforoquinona como ativador, através da espectrometria no infravermelho (FTIR). Esta razão de 75/25% é utilizada na maioria das marcas comerciais de resinas compostas encontradas no mercado. A fonte de luz utilizada foi: UV-light (Ultracure) com comprimento de onda de 350 a 470 nm e intensidade de

luz de 10 e 50 mW/cm². Comumente são utilizados os sistemas mid-IR, near-IR e Raman de espectrometria para medir a conversão das ligações duplas de carbono, entretanto neste estudo foi utilizado o near-FTIR por permitir corpos-de-prova com espessuras em torno de 4 mm. Durante a leitura em FTIR (Magna 750) houve um aumento de temperatura na célula de 0 a 110 °C. O monômero foi gotejado através de uma pipeta entre as duas células, para não permitir a entrada de luz. As leituras foram feitas antes e após o aumento de temperatura. Os resultados mostraram que as propriedades mecânicas medidas foram insensíveis ao método utilizado devido à rede de ligações formadas após a fotopolimerização, mas foi relacionado as duplas ligações de carbono formados. As propriedades mecânicas estão diretamente relacionadas com a quantidade de duplas ligações convertidas.

Knežević et al. (2001) compararam o grau de conversão e o aumento da temperatura de quatro resinas compostas híbridas em 1 mm de profundidade de polimerização: Tetric[®] Ceram (Ivoclar Vivadent), Pertac II (ESPE), Valux Plus (3M) e Degufill Mineral (Degussa) polimerizadas com diferentes fontes de luz e tempos de polimerização. Para todas as resinas compostas selecionou-se a cor A2. Os aparelhos de luz utilizados foram Heliolux GTE/Vivadent (600 mW/cm²), Elipar[™] Freelight/ESPE (100 mW/cm²) durante 10s e 700 mW/cm² durante 30s. Paralelamente foi avaliado (aparelho experimental com um arranjo de 16 LEDs (Metex) na intensidade de luz de 12 mW/cm² para cada LED. Os resultados revelaram que o grau de conversão foi maior para todas as resinas compostas polimerizadas com os aparelhos de luz halógena. Os corpos-de-prova quando ativados com aparelho de luz halógena atingiu o dobro de temperatura do que o aparelho à base de LEDs, sugerindo que a temperatura transmitida é consequência da intensidade de luz emitida

pelo aparelho. As reações químicas aumentaram durante o processo de polimerização do material. Os autores concluíram que os aparelhos deveriam ter mais LEDs para emitir maior intensidade de luz e melhor polimerização.

Leonard et al. (2002) avaliaram a eficiência de polimerização dos aparelhos fotoativadores à base de LEDs em comparação com um aparelho de lâmpada halógena. A potência destes aparelhos foi comparada com a lâmpada halógena nos espectros entre 380-520 nm e 450-500nm. Foram fabricados discos de 2 x 8 mm das resinas compostas Filtek™ Z100 e Silux Plus para se observar diferenças no grau de conversão entre as resinas compostas. Antes do teste de dureza Knoop, os corpos-de-prova foram armazenados por 24 horas em água. O grau de polimerização deveria ser de no mínimo 80% para que os corpos-de-prova fossem considerados adequadamente polimerizados. A potência dos aparelhos em mW/cm² foi verificada a 1 mm de distância da ponta ativa da fonte de luz com um medidor especial a laser. O espectro de emissão de luz foi calculado por meio de um calorímetro/telefotômetro. Segundo os autores os LEDs necessitam de mais tempo para polimerizar do que a lâmpada halógena para fotoativação dos corpos-de-prova de ambas as resinas na proporção de 80% entre topo e base. Os resultados demonstraram que o espectro de emissão do LED permaneceu mais próximo do pico de absorção da canforoquinona, que é mais comumente usada como fotoiniciador. Por outro lado, a potência da lâmpada halógena foi quatro vezes maior que o sistema à base de LEDs. Portanto, segundo os autores os sistemas à base de LEDs precisam de mais tempo que a luz halógena para fotopolimerizar adequadamente as resinas compostas testadas.

Mills et al. (2002) avaliaram a profundidade de polimerização pela microdureza Barcol e resistência compressiva da resina composta Spectrum TPH (Dentsply) nas cores A2 e A4, polimerizada por 20 e 40 s. Os corpos-de-prova foram fotoativados com LED LuxOMax (Akeda Dental) constituído de 7 LEDs, LED experimental (Nichia Chemical Indústrias) com 63 LEDs e um aparelho de lâmpada halógena Coltolux[®] 4 (Coltène/Whaledent). A profundidade de polimerização foi avaliada de 0 a 6 mm com espessura de 1 mm. Para a resistência compressiva foram usados corpos-de-prova de 6 x 4 mm. O espectro de luz e a potência dos aparelhos foram medidos. Os dois protótipos de LED e a luz halógena mostraram desempenhos similares e satisfatórios em relação ao teste de microdureza em profundidade, enquanto que a microdureza obtida nos corpos-de-prova com o LED comercial diminuiu com a profundidade com o menor tempo de fotoativação (20s). Houve diferença estatística na resistência à compressão com diferentes aparelhos de fotoativação, mas o protótipo de LED e a luz halógena não apresentaram diferenças estatísticas significantes entre si. O espectro dos LEDs ficaram entre 457 e 466 nm, enquanto a luz halógena mostrou uma distribuição mais ampla. A potência do LuxOMax foi de 122 mW/cm², enquanto os protótipos de LED apresentaram 561 e 831 mW/cm², e a lâmpada halógena 532 mW/cm². O LED com potência similar à lâmpada halógena resultou em microdureza semelhante até 3 mm. Os autores concluíram que o LED experimental obteve profundidade de polimerização semelhante ao comercial, e que os LEDs podem ter um potencial em odontologia pela descoberta de emissão de luz capaz de polimerizar as resinas compostas.

Obici et al. (2002) analisaram o grau de conversão da resina composta Z250 (3M) cor A3, através de dois métodos de análise do FTIR:

brometo de potássio (KBr) e através de película. As amostras foram submetidas a 24 horas e 20 dias de estocagem. Os filmes possuíam espessuras aproximadamente de 0.07g (6 mm diâmetro por 2 mm altura) e o aparelho operava em absorvância com ondas entre 300 e 4000 cm^{-1} e resolução de 4 cm^{-1} . Os resultados mostraram que o grau de conversão da resina composta Z250 não foi afetada com 24 horas e 20 dias e que o método KBr demonstrou os maiores valores de conversão quando submetido a diferentes métodos de fotoativação.

Sideridou; Tserki e Papanastasiou (2002) estudaram a influência da estrutura química dos dimetacrilatos mais comumente utilizados nas resinas compostas (Bis-GMA, TEGDMA, UDMA e Bis-GMA) sobre o grau de conversão. Os corpos-de-prova foram fotoativados por períodos sucessivos de tempos, os quais receberam exposição por 10, 20, 40, 60, 80, 180 e 240 s. O grau de conversão foi determinado por espectrometria de FTIR. Os resultados obtidos permitiram calcular o limite no grau de conversão: Bis-GMA<Bis-EMA<UDMA<TEGDMA. O TEGDMA mostrou o maior limite no grau de conversão e a maior concentração de duplas ligações por unidade de massa. As misturas de Bis-GMA/TEGDMA mostraram a taxa máxima do limite de grau de conversão. Este resultado mostrou que o Bis-GMA quando associado a outros monômeros produzem valores menores de conversão do que a mistura de Bis-GMA e TEGDMA.

Yoon et al. (2002) estudaram a eficácia da polimerização de novas fontes de luz como LED, aparelho experimental SNU (Korea), e o arco de plasma Apollo 95E (DMD, Elite Woodland Hill-CA, USA) e compararam com a fonte convencional de luz halógena (Spectrum 800, Dentsply, USA). As resinas

utilizadas foram Revolution (55% de carga), SureFil (82% de carga) e Z250 (60% de carga) todas na cor A3 inseridas num disco de alumínio e cobertos com tira de nylon. Os materiais foram polimerizados com três aparelhos sendo que a intensidade da lâmpada halógena e do LED foi de 400 mW/cm² por 20 e 40 s e de 1472 mW/cm² no arco de plasma com 5 e 10s (8 e 16 J/cm²). As amostras foram fatiadas com espessuras de 1, 2, 3 e 4 mm a partir da superfície. O grau de conversão das três resinas compostas foi medido pelo FTIR (espectrometria infravermelha). Os resultados mostraram que o grau de conversão foi influenciado por três variáveis do material: a espessura dos corpos-de-prova, a fonte de luz e o nível de energia. Quando a mesma energia foi aplicada, o grau de conversão pelo arco de plasma e pelo LED a diferença não foi significativa comparado com a lâmpada halógena. Quando a energia da luz aumentou duas vezes, nenhuma diferença no grau de conversão foi observada até 2 mm de espessura, mas o grau de conversão não aumentou nas amostras acima de 3 mm.

Ferracane; Ferracane e Musanje (2003) determinaram a resistência flexural, módulo de elasticidade e grau de conversão de nove resinas micro-híbridas através de análise termogravimétrica e espectrometria no infravermelho. Para análise termogravimétrica as resinas compostas foram pesadas e colocadas em recipiente de porcelana e aquecidos até 500° C por 30 min. Dois aparelhos de luz halógena foram utilizados: Triad II (Dentsply), com tempo de exposição de 40 s dos corpos-de-prova e o aparelho Optilux 401 (Demetron) com tempo de 40 s somente no topo dos corpos-de-prova e depois 40 s na parte inferior da matriz. Após a fotoativação foram armazenados por 24 horas a 37°C. Os resultados mostraram que em espessuras de 2 mm e

irradiadas por 40s polimerizaram a maioria dos compostos testados. Os métodos para medir o grau de conversão foram praticamente semelhantes aos resultados obtidos na resistência flexural e módulo de elasticidade na intensidade de 600 mW/cm². O equipamento de luz halógena (Optilux) apresentou maiores valores de resistência flexural e módulo de elasticidade comparado ao equipamento Triad II, embora não houve diferença de grau de conversão entre as fontes de luz.

Luiz, Soldi e Pires (2003) estudaram os principais componentes da resina composta através de sua estrutura reticular para avaliar a microdureza. As resinas estudadas foram Fill Magic (Vigodent) com dois sistemas de luz Primelite (Dentsply 500 mW/cm²) e Ultralux IC Eletronic (Dabi Atlante 500 mW/cm²). Um molde de aço inox foi utilizado para a obtenção dos corpos- de- prova com 6 mm de diâmetro e 1 mm de espessura. As amostras foram analisadas em espectros de infravermelho (Perkin-Elmer 16) e a análise de microdureza Vickers no microdurômetro HMV-200 (Shimadzu). A relação entre os picos das bandas dos espectros antes e após a polimerização mostrou que os valores obtidos foram de 47 a 57% respectivamente. Os resultados mostraram que os baixos valores de microdureza quando se utilizou baixa intensidade de luz (50 mW/cm²) têm influência direta nas características das resinas compostas, levando ao desgaste acelerado e degradação, devido ao baixo grau de reticulação do material. Segundo os autores a degradação da fonte de luz é conseqüência da utilização contínua do aparelho por período prolongado sem manutenção. A intensidade do feixe de luz do fotopolimerizador infui na microdureza Vickers da resina polimerizada.

Asmussen e Peutzfeldt (2003b) compararam duas fontes de luz e diferentes propriedades de três resinas compostas: resistência flexural, contração de polimerização e grau de polimerização. As resinas estudadas foram Z250 (3M), Pertac II (3M) e Definite (Degussa) todas contendo canforoquinona como fotoiniciador. O aparelho de luz halógena utilizado foi: XL300 (3M) com intensidade de luz de $400\text{mW}/\text{cm}^2$ e dois aparelhos à base de LEDs: EliparTM FreeLight (3M) com intensidade de luz de $300\text{mW}/\text{cm}^2$ e E-Light (GC) intensidade de $290\text{mW}/\text{cm}^2$. Todos os corpos-de-prova foram irradiados durante 20 s em matriz metálica, com diâmetro de 5 mm, correspondendo ao diâmetro da fonte de luz e armazenados durante 24 horas a 37°C . O grau de conversão foi medido através de espectrometria no infravermelho através das duplas ligações de carbono (bandas de 1640cm^{-1}) e ligações carbono aromático (1610cm^{-1}) com três repetições. As propriedades estudadas foram piores com sistemas à base de LEDs comparado à luz halógena, sendo que o grau de conversão foi determinante para se correlacionar com outras propriedades mecânicas.

Asmussen e Peutzfeldt (2003c) estudaram a influência da microdureza superficial e em profundidade da resina composta Charisma[®] (Heraeus Kulzer) na cor A2. A resina foi inserida em uma matriz de bronze e protegidas com tira de poliéster e filtro de papel branco, em seguida fotoativadas por 20 s. Após a irradiação, os corpos-de-prova foram transferidos para um local sem ar e escuro durante 24 horas a 37°C . As amostras foram cortadas com disco de carborundum paralelas ao longo eixo e com espessuras de 0.5 a 4 mm. Em cada corpo-de-prova foi medida a microdureza Vickers e Wallace. Neste estudo a superfície dos corpos-de-prova foram protegidos da camada de oxigênio por 5 min para não alterar a polimerização em contato com o oxigênio. Os autores

observaram que a microdureza superficial foi maior a 0,5 mm do que na profundidade de 1 mm, provavelmente devido ao aumento das ligações cruzadas formadas durante a polimerização.

Asmussen e Peutzfeldt (2003a) investigaram a influência da polimerização em dois passos de um polímero à base de Bis-GMA (60%) / TEGDMA (40%) no grau da conversão, armazenados em etanol durante 24 horas. Dois aparelhos de fotopolimerização de luz halógena foram utilizados: XL3000 (3M) com intensidade de luz 450 mW/cm^2 e Elipar™ Freelight (3M) com intensidade de luz de 750 mW/cm^2 . As amostras foram polimerizadas em diferentes intensidades 25, 50, 100, 200, ou 400 mW/cm^2 para 10, 20, ou 40 s, e ao final as amostras foram polimerizadas com 750 mW/cm^2 para um tempo de 20 s. Foi utilizado o método em películas finas por FTIR através das C=C (bandas 1640 cm^{-1}) e anel aromático (bandas 1610 cm^{-1}) antes e após a polimerização final. A microdureza Vickers foi determinada antes e após 24 horas de armazenamento em solvente etanol. O solvente etanol não influenciou a microdureza da resina composta antes e após a polimerização final. À exceção, intensidades de luz mais baixas e na modalidade dois passos resultou em polímeros que após o armazenamento do etanol eram mais macios do que o polímero de controle. De acordo com os autores a polimerização tipo dois passos da resina composta pode resultar em polímeros piores, ou seja mais frágeis, quando em contato com substâncias encontradas nos alimentos e nas bebidas.

Emami e Söderholm (2003) testaram o grau de conversão de duas resinas compostas Filtek™ Z100 e Filtek Z250 após a fotoativação com diferentes intensidades de luz: 200, 450 e 800 mW/cm^2 e durante diferentes tempos de exposição: 5, 10, 40, 60 e 140 s. Foram confeccionados corpos-de-prova com 6 mm

de diâmetro e 2, 4, 6 mm de espessura. O grau de conversão foi determinado através de espectrometria de Raman no topo e na base das amostras. Anteriormente ao grau de conversão das resinas compostas foi realizada a curva de calibração dos picos aromáticos e alifáticos. O grau de conversão máximo da resina composta Filtek™ Z100 foi menor que 60%, enquanto que a máxima conversão da resina composta Filtek™ Z250 foi menor que 65%. Os autores consideraram que esta diferença poderia estar relacionada às matrizes orgânicas utilizadas pelas resinas compostas. Para um mesmo período de exposição, o grau de conversão diminuiu para ambos os materiais conforme a potência foi diminuída. Porém, aumentando o tempo de exposição, houve aumento do grau de conversão para ambas as resinas compostas. Este estudo concluiu que a mesma densidade de energia resulta em grau de conversão similar para uma determinada espessura do corpo-de-prova em resina composta.

Sideridou; Tserki e Papanastasiou (2003) produziram resinas sem carga com diferentes misturas dos monômeros Bis-GMA, TEGDMA, UDMA e Bis-EMA e estudaram o efeito da estrutura química sobre as propriedades físicas de sorção e solubilidade, módulo de elasticidade dessas misturas e de seus monômeros puros. Duas resinas comerciais Filtek™ Z100 e Z250, que contêm as mesmas partículas de cargas, mas diferentes matrizes resinosas, também foram estudadas. Os resultados mostraram que o TEGDMA parece criar a rede polimérica mais densa, mais flexível, absorve maior quantidade de água e libera menor quantidade de monômeros não reagidos. UDMA e Bis-GMA criam redes mais rígidas que TEGDMA, absorvem menos água e liberam maior quantidade de monômeros não reagidos. O monômero Bis-GMA leva a formação de cadeia polimérica mais rígida, que absorve mais água do que a

matriz formada por TEGDMA. Resinas preparadas com Bis-GMA/TEGDMA mostraram valores significativamente maiores de módulo de elasticidade que outras combinações. Estas diferenças entre os compósitos podem estar associadas ao maior conteúdo de partículas apresentada pela resina Z250 e a diferença estrutural de sua matriz orgânica.

Price; Felix e Andreou (2003) compararam os LEDs de segunda geração com a lâmpada halógena para determinar qual oferecia melhor fotoativação utilizando dez resinas compostas durante os tempos de 20 e 40 s. Um equipamento de segunda geração à base de LEDs foi utilizado Ultralume 2 (Ultradent) durante 20 e 40 s e um sistema de luz halógena (Optilux 401-Demetron) durante 40 s. Os corpos-de-prova apresentavam 1,6 mm de espessura e foram irradiados a uma distância de 2 e 9 mm. Foi determinado a dureza Knoop do topo e da base nos primeiros 15 min e depois de 24 horas da fotopolimerização (armazenados em água). Os valores de microdureza nos primeiros 15 min indicaram menores valores de grau de conversão quando comparados com 24 horas de armazenamento. Após 24 horas de armazenamento o sistema à base de LEDs com 40 s de fotoativação as resinas compostas alcançaram uma microdureza aceitável quando comparado a luz halógena. A polimerização por 40 s somente as resinas Herculite XRV[®] cor A2, Esthet-X cor A2, Esthet-X cor CE, Revolution A2, PremaFlo cor A2 e Heliomolar[®] cor A2 apresentaram a mesma polimerização que a luz halógena enquanto que as resinas Vit-I-escense TM, Vit-I-escense cor A2, Filtek Flow cor A2 e Prodigy Condensable cor A10 não ofereciam a mesma polimerização em 40 s. Os autores concluíram que os aparelhos à base de LEDs necessitavam de 40 s de irradiação para uma efetiva polimerização numa espessura de incremento de 1,6 mm e que não polimerizavam todas as resinas compostas como a lâmpada halógena.

Soh; Yap e Siow (2003) compararam a eficácia da polimerização das lâmpadas halógenas e LEDs variando a espessura de cinco corpos-de-prova (2, 3 e 4 mm). Os aparelhos utilizados foram: dois aparelhos à base de LEDs, um aparelho de luz halógena convencional, uma halógena de alta intensidade e um aparelho de altíssima intensidade. Foram selecionados para este estudo a resina composta Filtek™ Z100 (3M) cor A2. A intensidade de luz de todos os aparelhos foi testada com radiômetro Cure Rite (EFOS). Os cilindros foram preparados variando as espessuras e protegidos com tiras de acetato. Imediatamente após a polimerização foi analisada a dureza Knoop no topo e na base dos corpos-de-prova. Os resultados de microdureza superficial obtidos com todos os aparelhos foram eficazes neste experimento para os corpos-de-prova com espessura de 2 mm, enquanto que nas espessuras de 3 mm os três aparelhos à base de LEDs (e-Light GC) proporcionaram dureza abaixo do padrão preconizado. Os valores de microdureza em espessuras de 4 mm de resina composta em todos os aparelhos analisados ficaram abaixo do recomendado pela técnica, portanto contra indicando estas espessuras de incrementos para uso clínico.

Calheiros et al. (2004) verificaram a relação entre contração de polimerização e grau de conversão de diferentes resinas compostas: duas resinas híbridas Z250 (3M) e Tetric Ceram® (Vivadent) e duas resinas compostas micro particuladas A110 (3M) e Heliomolar® (Vivadent). Os moldes de plástico foram jateados com jato de alumina e silanizados. Uma camada de resina composta de 2 mm foi inserida entre as matrizes de plástico. Uma força foi aplicada de 0,006 µm/N nos corpos-de-prova e fotoativados com dois tipos de aparelhos convencionais: Optilux 500 (Demetron) e QHL 75 (Dentsply) a uma distância de 5 mm dos corpos-de-prova. Os corpos-de-prova foram irradiados

em diferentes tempos (5, 15, 30, 60 e 120 s) e com aumento da intensidade de luz de 4.5, 13.5, 27.0, 54.0 e 108.0 J/cm². O grau de conversão foi medido pela espectrometria infravermelho fotoacústico (PAIS-IR), através de ondas e convertidas em espectros. Os resultados mostraram que a resina Z250 apresentou um alto grau de conversão comparado à resina composta Filtek™ A110. O mesmo foi observado na resina composta Tetric Ceram e Heliomolar. Os autores concluíram que as partículas de sílica coloidal diminuem o grau de polimerização da resina composta e que o aumento da densidade de energia (J/cm²) não estaria relacionado com aumento do grau de conversão e sim com a contração de polimerização.

Musanje e Ferracane (2004) avaliaram o grau de conversão através de espectrometria no infravermelho (FTIR) de três resinas compostas experimentais com média e alta viscosidade alterando a concentração do diluente (TEGDMA, UDMA e Bis-GMA). Nestas resinas compostas foram adicionadas silano, estrôncio e sílica coloidal com canforoquinona. As amostras foram colocadas em matrizes metálicas e polimerizadas com aparelho de lâmpada halógena Triad II (Dentsply) e permaneceram em água deionizada durante 24 horas, 1 mês e 6 meses. As propriedades mecânicas (resistência flexural, resistência à fratura e dureza Knoop) foram avaliadas. Os autores concluíram que o grau de conversão aumenta nos compostos com média viscosidade e com quantidades iguais de Bis-GMA e TEGDMA. As propriedades mecânicas nas amostras que permaneceram em água por um dia e 6 meses não mostraram diferenças estatísticas. A adição de partículas nas resinas compostas reduz o stress de polimerização sem reduzir as propriedades das resinas compostas híbridas, relataram os autores.

Silva; Mendes e Ferreira (2004) estudaram o grau de conversão de dois tipos de resina, uma à base de Bis-GMA e outra chamada de ORMOCER (*organic modific resin*). Foram confeccionados corpos-de-prova em matriz de aço variando de 1 a 4 mm de altura e 0,8 mm de diâmetro. Após a inserção do material na matriz, estas foram protegidas com tiras de poliéster evitando assim o contato com oxigênio, em ambiente escuro, pois segundo os autores poderia modificar o grau de conversão. Os corpos-de-prova foram fotoativados com o aparelho de luz halógena Optilux 501 (Demetron). As amostras foram analisadas pelo método FTIR antes e após a polimerização. As resinas não polimerizadas, foram dissolvidas em clorofórmio e espalhadas sobre uma pastilha de KBr. Para a resina composta polimerizada, as amostras foram divididas em porções, trituradas sob a forma de pó e misturadas em KBr para obtenção de uma pastilha. Os autores concluíram que a resina à base de Bis-GMA apresentou níveis superiores de conversão. A resina à base de ORMOCER apresentou um decréscimo nos valores de conversão a partir de 4 mm, fato este devido ao tipo e tamanho das partículas de carga que são utilizadas na composição das resinas compostas.

Uhl; Sigush e Jandt (2004) investigaram o desempenho de um protótipo de LED de alta potência (901 mW/cm^2) comparado com um aparelho de luz halógena (860 mW/cm^2) avaliando a microdureza (Knoop) e a profundidade de polimerização de resinas compostas. As resinas compostas utilizadas foram Filtek™ Z100 (3M) cores A2 e A4, Revolution Flow (Merz Dental) cores A2 e A 3,5, Admira (Voco) cores A2 e A3,5 . O tempo de polimerização foi de 40 s. O protótipo de LED alcançou uma profundidade de polimerização maior que o aparelho de luz halógena, para todas as resinas e

cores testadas. Os resultados de microdureza (Knoop) não mostraram diferenças estatísticas quanto ao tipo de luz para a resina composta Filtek™ Z100 e Admira. A resina Revolution Flow, quando polimerizada com aparelho protótipo de um LED, apresentou menores valores de microdureza, provavelmente por conter na sua composição outros co-iniciadores além da canforoquinona. Os autores concluíram que os aparelhos à base de LEDs de alta potência podem substituir os aparelhos de luz halógena se as resinas forem adequadamente selecionadas.

Uhl et al. (2004) verificaram as propriedades mecânicas de resinas compostas quando fotoativadas com aparelhos de luz halógena e à base de LEDs imediatamente após a fotoativação e após 5 dias de armazenamento. Os aparelhos utilizados foram: luz halógena (Trilight-3M) e um protótipo à base de LEDs (LED63). As resinas compostas estudadas foram: Filtek™ Z100 (3M) cor A4 e Spectrum® TPH (Dentsply) cor A3.5 contendo canforoquinona como fotoiniciador e a resina Definite (Degussa) cor A4 e Solitare 2 (Heraeus Kulzer) cor A4 com canforoquinona e outro aditivo de fotoativação (Lucirin). Todos os compósitos são partículas híbridas com exceção do Definite que apresenta ORMOCER com as partículas híbridas. Todas foram fotoativadas por 40 s na espessura de 3 mm. A dureza Knoop foi determinada no topo e na base dos corpos-de-prova. Os resultados obtidos mostraram que a dureza foi maior com o aparelho à base de LEDs comparado com a luz halógena com exceção à resina composta Definite. A dureza Knoop foi maior após 5 dias de armazenamento com os dois tipos de aparelhos. O estudo mostrou que a influência do co-iniciador é menos importante que a profundidade de

polimerização e que o comprimento de onda do equipamento é importante para excitar o co-iniciador e promover uma melhor polimerização.

Bennett e Watts (2004) estudaram o desempenho de dois aparelhos à base de LEDs com relação à distância e ao tempo de fotoativação. Os aparelhos usados para este experimento foram: Elipar™ Freelight-1 com 19 LEDs (3M), UltraLume-2 (Optident) com 2 LEDs, em relação ao aparelho de lâmpada halógena Optilux-500 (Sybron-Kerr). Três resinas compostas foram escolhidas de acordo com a opacidade: Tetric Ceram (Degussa) cor A3, Tetric Ceram HB (Degussa) cor A3 e Tetric Ceram Bleach (Degussa) cor L. No primeiro experimento a fonte de luz foi posicionada a uma distância de 1,5 mm entre a ponta ativa e a superfície do material. Para medir o comprimento de onda emitido foi usado um espectrômetro (USB2000). O tempo de exposição variou de 10, 20 e 40 s para cada amostra. De acordo com os resultados, em relação à distância de 0,4 a 8 mm encontrou-se respectivamente LED 1 – 2,7 mm e 1,7 mm; LED 2 – 2,3 e 3,1 mm e a lâmpada halógena 3,4 mm e 2,6 mm para a profundidade de fotopolimerização e, quanto maior o tempo de exposição maior o valor encontrado. Os autores concluíram que existiram evidências estatísticas que correlacionavam a variável tempo com a distância da ponta ativa do fotopolimerizador (independentemente da lâmpada ser halógena ou à base de LEDs). Quanto maior a quantidade de LEDs a uma menor distância do material maior foi o grau de conversão.

Quiroz (2004) avaliou o grau de conversão da resina composta polimerizada com luz halógena e LED, através da espectrometria no infravermelho (FTIR Spectrometer). Foram realizados 64 corpos-de-prova em resina composta fotopolimerizável Filtek Supreme (3M). A resina foi inserida em

um único incremento no orifício central da matriz metálica bipartida e protegida com tira de poliéster. Foram utilizados dois aparelhos: um de luz halógena (Curing Light-3 M) e outro à base de LEDs (Ultraled-Dabi Atlante). Os corpos-de-prova foram polimerizados durante os tempos de 20 e 40 s, com a ponta da lâmpada sobre o acetato da matriz. As amostras foram cortadas em espessuras de 0,5 mm (1 a 4 mm) e armazenadas até 7 dias para posterior análise em espectrometria no infravermelho. Após a trituração em grau e pistilo, 50 µg deste pó de resina composta foi homogenizada em 5 mg de brometo de potássio (KBr). Através do pastilhador em uma máquina a vácuo, este pó foi compactado até formar uma fina película transparente. A leitura dos espectros foi realizada em transmitância (%T) e analisados através do programa Origin 6.0. Os resultados mostraram que a polimerização com luz halógena e no tempo de exposição de 40 s foi melhor em todas as amostras. Segundo o autor a polimerização melhora significativamente até 7 dias.

Rahiotis et al. (2004) compararam a conversão de monômeros, a contração de polimerização e a microdureza de uma resina híbrida (Spectrum TPH) na cor A3, com diferentes tipos de fontes de luz. Os aparelhos utilizados foram: aparelho arco de plasma (Virtuoso-PAC), um aparelho de luz halógena (TriLight-QTH) e à base de LEDs (FreeLightTM-LED). A resina composta foi inserida em matriz de vidro e protegida com tira de poliéster. Dois modos de ativação foram utilizados: luz contínua e exponencial. As amostras foram armazenadas durante 24 horas e após analisadas em espectrometria no infravermelho (FTIR). Nesta matriz foi medida a contração linear de polimerização através de equipamento próprio (GT200) conectado a um computador. As amostras foram cortadas em máquinas de corte, variando

espessuras de 2 a 4 mm e analisadas em microdurômetro (microdureza Vickers). Os resultados mostraram que com as fontes de luz arco de plasma e LED os valores foram mais baixos comparados com a lâmpada halógena. Até 4 mm de espessura todos obtiveram melhor polimerização com exceção à dos sistemas à base de LED e a fotoativação tipo exponencial. A microdureza foi melhor até a espessura de 2 mm . Os autores não puderam estabelecer uma correlação entre microdureza e contração de polimerização pela falha no sistema adesivo.

Atal; Watts e Atal (2005) investigaram a contração de polimerização de diferentes quantidades de Bis-GMA misturados com TEGDMA e canforoquinona. As amostras foram fotoativadas durante 60 s com uma intensidade de 550 mW/cm^2 com lâmpada halógena (Optilux 500-USA). O grau de conversão foi medido usando radiação infravermelha (FTIR), através da técnica da película pela intensidade dos picos de absorvância das duplas ligações de carbono. Os resultados evidenciaram que a contração de polimerização da mistura de Bis-GMA com TEGDMA diminuiu com o aumento da porcentagem de Bis-GMA.

Turssi; Ferracane e Vogel (2005) avaliaram as características das partículas das resinas compostas e a influência na resistência ao desgaste e no grau de conversão monomérica . As resinas foram preparadas mudando a quantidade de carga (Ivoclar-Vivadent). Todas as resinas compostas apresentaram 56,7% do volume contidos em combinação com Bis-GMA,UDMA e TEGDMA e 0,33% de canforoquinona. As amostras foram polimerizadas com aparelho de luz halógena Optilux 501 (Demetron) por 40 s em uma matriz metálica de 2.5 mm de espessura, 5,0 mm de largura por 12,0 mm de altura. A

amostra foi armazenada durante 24 horas em água deionizada a 37^oC. O grau de conversão foi analisado através da espectrometria em FTIR com 32 de resolução em pastilhas de KBr. A combinação de pequenas partículas com diferentes geometrias foram importantes para aumentar a resistência ao desgaste sem comprometer a porcentagem das ligações de carbono.

Conti et al. (2005) determinaram a eficiência de fotopolimerização da resina composta Esthet-x , cor A3 (Dentsply) através de 3 fontes de luz : plasma xenon (Flipo), halógena (Optilux 501) e LEDs (L.E. Demetron). O grau de conversão foi mensurado por meio de FTIR (GTX1) e Raman (Dilor 910). O espectro de resolução foi medir o grau de conversão em FTIR através das duplas ligações de carbono (1638cm⁻¹) e carbono aromático (1610cm⁻¹). Os corpos-de prova foram preparados em dispositivo cilíndrico preparado variando a distância de 0 a 5 mm e após a fotopolimerização separados em discos, para serem misturados em brometo de potássio (KBr). Os tempos de exposição variaram de acordo com as fontes de luz : xenon , halógena e aparelho à base de LEDs durante tempos de 10, 20 e 40 s. Foi utilizado por espectrometria de Raman com as medidas das duplas ligações de carbono aromático na região de 1680 a 1580 cm⁻¹ . Os métodos utilizados mostraram que a polimerização diminuiu com a profundidade e não dependia do tipo de fonte de luz. A polimerização através da fonte de luz à base de LEDs mostrou uma rede de polímeros maior que em outros equipamentos.

Emami e Söderholm (2005) estudaram o grau de conversão de diferentes combinações de iniciadores e co-iniciadores que poderiam melhorar a polimerização de resinas compostas. Dois monômeros o Bis-GMA e o TEGDMA foram misturados na mesma proporção (50%) com os principais fotoiniciadores : canforoquinona (CQ) e fenil propadione (PPD) na proporção de 0,02 mM. Outros

fotoiniciadores na proporção de 0,04 mM foram utilizados: DABE (ácido dimetil éster aminobenzóico etílico), CEMA (metanílico cianoetílico) e DMAEMA (dimetilamino etil dimetacrilato). Diferentes métodos de fotoativação foram utilizados: lâmpada halógena (Ellipar Thrilight -3M) com intensidade de 800 mW/cm², o segundo método com lâmpada halógena nos primeiros 5 min com 100 mW/cm² até 800 mW/cm² (*soft-start*) e o terceiro método com sistema à base de LEDs (Free Light-3M) com 450 mW/cm², fotoativados durante um tempo de 40 s. A distância dos corpos-de-prova de 9 mm à matriz e aquecidos a 36 °C durante 5 min. As análises foram feitas antes, durante e após a reação exotérmica. Os níveis de conversão foram medidos subtraindo as médias obtidas através de valores gráficos, através de espectrometria de fibra ótica (AvaSpec-2048). A melhor conversão que se obteve foi com a lâmpada à base de LED e o método *soft-start*. Os fotoiniciadores de polimerização PPD/DAPE durante um tempo de fotoativação de 40 s apresentaram os melhores resultados. A canforoquinona inicialmente apresentou resultado melhor que o iniciador PPD.

Witzel et al. (2005), investigaram o grau de conversão, resistência flexural, módulo de elasticidade e dureza Knoop da resina composta Filtek™ Z250 (3M) e da resina adesiva Scotchbond multi-purpose (3M), após serem armazenados em etanol. Para todos os testes foi utilizada a fonte luz halógena VIP (Bisco). Os métodos de fotoativação testados foram: 600 mW/cm² por 40 s, 200 mW/cm² por 120 s e 600 mW/cm² por 1 s até a polimerização final de 600 mW/cm² por 30 s (polimerização tardia). Os corpos-de-prova foram confeccionados em disco metálico de 5 mm de diâmetro por 1 mm de altura e armazenados em etanol e água durante 24 horas à temperatura ambiente. O grau de conversão foi analisado por espectrometria FT-Raman. Os resultados mostraram que não houve influência nas propriedades mecânicas entre o armazenamento em água ou etanol.

Nitta (2005) investigou a influência do diâmetro da ponta ativa dos fotopolimerizadores à base de LEDs na polimerização de duas resinas compostas. O aparelho de luz utilizado foi o LUX O MAX (Akeda Dental) em três diâmetros: 4, 8 e 10 mm. As resinas compostas utilizadas foram Clearfil AP-X (Kuraray) e Tetric Ceram (Ivoclar Vivadent) na cor A2. A ponta do fotopolimerizador foi acoplada a uma matriz de aço inoxidável com abertura de 4 mm de diâmetro e com um medidor de luz (T-1H, Minolta Câmera Co) foram medidos a intensidade de luz do centro até a margem. Para medir a profundidade de polimerização a resina composta foi inserida em uma matriz de aço com 4 mm de diâmetro e 10 mm de profundidade, protegida com tira de poliéster e irradiadas com tempos de 10, 20 e 40 s. Para medir a microdureza (Knoop) os corpos-de-prova foram seccionados em 0,5 mm. Os resultados mostraram que a profundidade de fotopolimerização proporcionada pela ponta do fotopolimerizador de 4 mm de diâmetro e na espessura de 2 mm de resina composta foi maior que as outras amostras. Segundo o autor para as pontas de fotoativadores de 10 mm é necessário uma fotoativação de 30 s. A microdureza (Knoop) da resina composta melhorou quando a ponta do fotoativador foi de 4 mm não foi diferente dos outros valores. O autor sugere que quando se utilizar diâmetros maiores de ponta ativa dos fotoativadores se aumente o tempo de fotopolimerização para melhorar a polimerização das resinas compostas.

Vandervalle et al. (2005) compararam a eficiência de polimerização e a emissão térmica de um aparelho de luz halógena (VIP, BISCO) e um aparelho à base de LEDs (LED Demetron[®] 1, SDS/KERR) com intensidade e densidade de energia similares. Adicionalmente, outro aparelho à base de LEDs com diferente ponta ativa e maior intensidade (ALLEGRO, Dent-Mat). Foi comparado com outro aparelho de luz halógena. A temperatura foi medida a partir da ponta ativa do

aparelho a uma distância de 5 mm com um termômetro. Um termopar tipo-K foi posicionado no teto da câmara pulpar em preparos restauradores de classe I de molares humanos com 2,5 mm de profundidade. As leituras foram realizadas a cada 5 s até 90 s e o tempo de exposição dos aparelhos de luz foi de 40 s. As resinas utilizadas foram: Filtek A110 (micro-híbrida) e a resina composta Filtek™ Z100 (híbrida). O teste de dureza Knoop foi realizado nas superfícies de topo e base dos corpos-de-prova. A potência dos aparelhos foi determinada para cada 1 mm de distância. Os autores concluíram que os aparelhos de luz halógena e à base de LEDs com a mesma densidade (mW/cm^2) de energia produziram a mesma emissão térmica e eficiência de polimerização.

3 PROPOSIÇÃO

Avaliar o grau de conversão de uma resina composta micro-híbrida através de espectrometria no infravermelho (análise qualitativa) e espectrometria no ultravioleta-visível (análise quantitativa) variando:

- a) a cor da resina composta: A2 e SL;
- b) o tempo de exposição à luz: 10, 20 e 40 s;
- c) o aparelho de fotopolimerização: lâmpada halógena e sistema à base de LEDs.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL RESTAURADOR

Para o desenvolvimento desta metodologia foi utilizada a resina composta micro-híbrida Charisma[®] (Heraeus Kulzer) nas cores A2 e SL (extraclara), como demonstrado na Tabela 1. As Figuras 1 e 2 mostram as fotografias dos materiais utilizados.

Tabela 1- Característica da resina composta Charisma[®]

RESINA COMPOSTA	FABRICANTE	COR	TAMANHO MÉDIO DAS PARTÍCULAS	COMPOSIÇÃO DO MONÔMERO	PORCENTAGEM DE PARTÍCULAS INORGÂNICAS
CHARISMA [®]	Heraeus Kulzer	A2 e SL	0,04 a 1µm	Bis-GMA e TEGDMA	A2 68,5% SL 73%

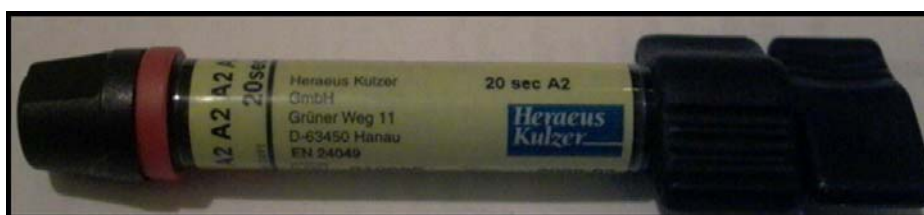


Figura 1 - Resina composta Charisma[®] cor A2 (Heraeus Kulzer)^{***}

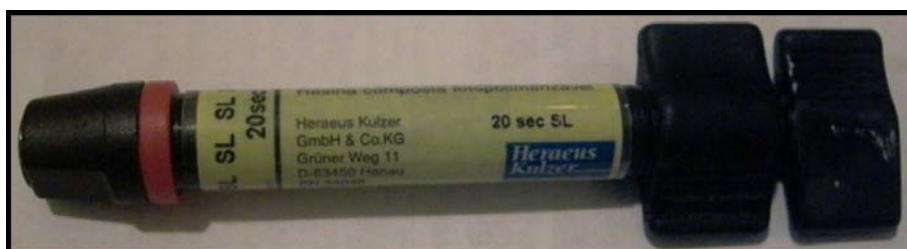


Figura 2 - Resina composta Charisma[®] cor SL (Heraeus Kulzer)^{†††}

*** Lote: 010202 cor A2

††† Lote: 010040 cor SL

Esta resina composta possui tamanho médio das partículas entre 0,04 e 1 μm (NORTHELFER, 2002). Consiste numa mistura de monômeros, acrescidos de vários aditivos: iniciadores, co-iniciadores e estabilizantes. Entre os monômeros, o Bis-GMA (Bisfenol A Glicidil Metacrilato), monômero de alta viscosidade devido aos anéis aromáticos e TEGDMA (Trietilen Glicol Dimetacrilato), monômero diluente que reduz a viscosidade da mistura e melhora as propriedades físico-mecânicas do material.

4.2 APARELHOS FOTOPOLIMERIZADORES

Para a ativação das resinas compostas foram utilizadas como fontes de irradiação um aparelho de fotopolimerização por lâmpada halógena e outro à base de LEDs como mostra a Tabela 2. As fotografias dos aparelhos são demonstradas nas Figuras 3 e 4.

Tabela 2 – Características dos aparelhos fotopolimerizadores testados

APARELHO	FONTE DE LUZ	PONTA ATIVA	INTENSIDADE DE LUZ (mW/cm^2)	COMPRIMENTO DE ONDA (nm) (segundo fabricante)
Optlux 401 ^{†††} (Demetron)	Halógena	6 mm	500	400-500
Optlight LD III ^{§§§} (Gnatus)	LEDs	6 mm	650	470-490

A aferição do aparelho de lâmpada halógena foi realizado através do radiômetro Cure Rite (EFOS)^{****}. Este aparelho apresenta um orifício central

^{†††} Modelo 401(USA)

^{§§§} Gnatus, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil

^{****} EFOS Inc., Williamsville, New York, U.S.A

onde se encontra uma célula que ao ser sensibilizado pela luz produz uma tensão proporcional à potência da luz incidente.

O aparelho de luz halógena foi aferido seguindo as indicações do fabricante. Foi acionado o aparelho durante 60 s para conseguir o aquecimento da lâmpada. Foram realizadas três medições consecutivas de 10 s cada, com intervalo de 10 s entre elas. Para cada aferição, a ponta ativa do aparelho foi posicionada e estabilizada diretamente acima do orifício central do radiômetro. O resultado foi a média expressa em mW/cm^2 .

Para o aparelho à base de LEDs, por emitir luz através de diodos, foi utilizado radiômetro especial para LEDs (Gnatus). A ponta ativa ficou apoiada diretamente na superfície fotossensível do radiômetro digital durante 60 s. O valor médio para este experimento foi de $650 \text{ mW}/\text{cm}^2$.

4.2.1 Aparelho de lâmpada Halógena: Optilux 401 (Demetron)

A luz emitida por este tipo de lâmpada é produzida pelo aquecimento de um filamento de tungstênio através da passagem de uma corrente elétrica. Quando a temperatura se aproxima de $300 \text{ }^\circ\text{C}$ um sistema de filtros especiais bloqueia os comprimentos de onda indesejáveis e deixa transmitir apenas a fração azul do espectro da luz visível. A ponta ativa possui um diâmetro de 6,0 mm e comprimento de 11,0 mm.



Figura 3 - Aparelho fotopolimerizador de lâmpada halógena Optilux 401 (Demetron)

4.2.2 Aparelho à base de LEDs: Optilight LD III (Gnatus)

Os aparelhos à base de LEDs, ao contrário dos aparelhos convencionais de lâmpada halógena, produzem luz por efeitos mecânico-quânticos. Sabe-se que os aparelhos à base de LEDs produzem menor aquecimento e possuem tempo de vida útil maior que os aparelhos convencionais, em torno de duas mil horas enquanto que as lâmpadas convencionais apenas de 30 a 50 horas (Price; Felix; Andreou, 2003).

O LED é um dispositivo semicondutor, composto por várias camadas de semicondutores adequadamente dispostos, que emitem luz quando uma tensão é aplicada entre as camadas. Ele é um componente eletrônico moderno semelhante aos lasers de diodo. Esta tecnologia começou a ser utilizada na polimerização de materiais dentais devido ao recente desenvolvimento desses emissores azuis que surgiram apenas em 1993, no Japão (MM OPTICS, 2003).

O aparelho Optilight LD III é constituído por um LED, com ponta ativa de 6,0 mm de diâmetro e comprimento de 12 mm.



Figura 4 - Aparelho fotopolimerizador à base de LEDs Optilight LD III (Gnatus)

4.3 EQUIPAMENTOS DE ANÁLISE

4.3.1 Espectrometria no infravermelho

O espectrofotômetro de infravermelho com Transformação de Fourier (FTIR), desenvolveu-se muito nos últimos anos. A radiação no infravermelho em frequência menor que 100 cm^{-1} converte-se, quando absorvida por uma molécula orgânica, em energia de rotação molecular. As bandas de vibração-rotação de maior interesse são as que ocorrem entre $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$. Esta unidade é proporcional à energia de vibração. O número de ondas é o inverso dos comprimentos de ondas ($\text{cm}^{-1} = 10^4/\mu\text{m}$). As intensidades das bandas podem ser expressas como transmitância (%) ou absorvância (%).

As amostras são analisadas na forma de filme líquido, pó em suspensão, disco prensado ou de filme vítreo depositado sobre uma placa transparente de brometo de potássio (KBr) ou seleneto de zinco (ZnSe).

Os raios infravermelhos são absorvidos pela amostra e interagem com cada grupamento orgânico presente na resina composta, sensível a esta radiação, produzindo bandas de absorção, que resultam num gráfico denominado espectro de infravermelho. O espectro é o conjunto das absorções medidas em porcentagem de transmitância ou absorvância (%T ou %A) em função do número de onda (cm^{-1}).

A espectrometria no infravermelho com transformação de Fourier (FTIR) é a mais utilizada. Consiste em dois feixes que percorrem uma distância fixa e outro feixe uma distância variável (espelho móvel) como mostra a Figura 5. A transformação de Fourier em posições sucessivas do espelho dá origem ao espectro completo de infravermelho. A passagem da radiação por uma amostra submete a uma faixa larga de energias. A análise desta faixa dá origem ao espectro completo de infravermelho.

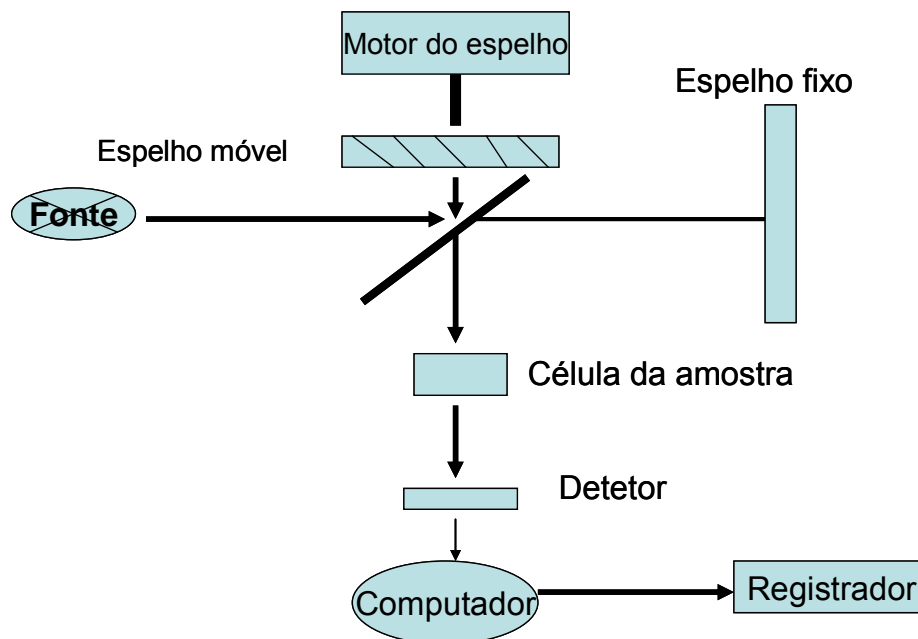


Figura 5 - Esquema de um espectrofotômetro de FTIR (Hartmann & Braun).

4.3.2 Espectrometria no ultravioleta

O espectrofotômetro de ultravioleta possui duas lâmpadas: uma de deutério e outra de tungstênio, onde a radiação passa por duas células como está demonstrado na Figura 6. Uma das células contém o solvente puro e a outra célula a amostra em questão. A espectroscopia na região do ultravioleta depende da estrutura eletrônica da molécula. A maior área de interesse está nas estruturas de compostos orgânicos. Um espectro obtido no ultravioleta mostra um gráfico do comprimento de onda versus a intensidade de absorção (absorvância ou transmitância).



Figura 6- Espectrofotômetro de ultravioleta-visível (UV-2401 PC Shimadzu)

A extensão da frequência de luz no ultravioleta é de 200 a 600 nm dentro do espectro eletromagnético. Os comprimentos de onda são geralmente expressos em nanômetros ($1\text{nm}=10^{-9}\text{m}$). A sensibilidade que estes aparelhos oferecem atualmente é de 0.1% a 0.01% (CREWS; RODRÍGUES; JASPARS, 1998).

A absorção molecular na região do ultravioleta e do visível do espectro depende da estrutura eletrônica da molécula. A absorção de energia é

quantizada e conduz à passagem dos elétrons de orbitais do estado fundamental para os orbitais de maior energia no estado excitado. Uma molécula relativamente complexa pode ser transparente no ultravioleta.

As características principais de uma banda de absorção são a sua posição e sua intensidade. A posição da absorção corresponde ao comprimento de onda da radiação, cuja energia é igual à necessária para que ocorra a transição eletrônica. Já a intensidade da absorção depende de dois fatores: a probabilidade de interação entre a energia radiante e o sistema eletrônico, e a diferença entre o estado fundamental e excitado (SILVERSTEIN; WERSTER, 2000).

Quando modificações de estrutura são provocadas pela ação da luz, deve ocorrer previamente um processo de absorção da luz. A absorção de luz por uma molécula é geralmente o resultado de uma transição eletrônica.

Na área odontológica as substâncias de maior interesse são os monômeros vinílicos, devido às ligações duplas carbono-carbono, polimerizáveis. O espectro no ultravioleta-visível pode ser facilmente observado devido à sua estrutura eletrônica e à presença de grupamentos dos cromóforos^{†††}.

O grau de conversão foi analisado através da espectrometria no ultravioleta com variação no comprimento de onda entre 200 e 600 nm. Os espectros são obtidos através do comprimento de onda e intensidade da absorção. A leitura foi realizada através de um microcomputador acoplado ao equipamento de ultravioleta. Os dados obtidos foram interpretados através do programa *UVPC Personal Spectroscopy Software Version 3.9*.

^{†††} Cromóforo é um grupo insaturado covalente, responsável pela absorção eletrônica (por exemplo, C=C, C=O, NO₂, entre outros)

4.4 GRUPOS EXPERIMENTAIS

Os grupos experimentais foram obtidos através da confecção de 10 corpos-de-prova para cada cor da resina composta, associando fatores de variação utilizados nessa pesquisa (tipo de fonte de luz e tempo de polimerização). As combinações de duas cores de resina composta/tipo de fonte de luz e tempo de polimerização foram identificadas pelos grupos citados no Quadro 1, obtendo-se assim 12 grupos experimentais.

Quadro 1-Grupos experimentais

Grupos	Cores da resina composta Charisma®	Aparelhos	Sistema de luz	Tempo de Fotoativação (s)
G1	A2	Optilux 401	Halógena	10
G2	A2	Optilux 401	Halógena	20
G3	A2	Optilux 401	Halógena	40
G4	A2	Optight LD III	LEDs	10
G5	A2	Optight LD III	LEDs	20
G6	A2	Optight LD III	LEDs	40
G7	SL	Optilux 401	Halógena	10
G8	SL	Optilux 401	Halógena	20
G9	SL	Optilux 401	Halógena	40
G10	SL	Optight LD III	LEDs	10
G11	SL	Optight LD III	LEDs	20
G12	SL	Optight LD III	LEDs	40

4.5 OBTENÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA PARA ESPECTROMETRIA NO INFRAVERMELHO

4.5.1 Confeção dos corpos-de-prova

Trinta e seis corpos-de-prova foram preparados. Para a preparação dos corpos-de-prova foi confeccionada uma matriz bipartida em teflon contendo um orifício cilíndrico de 6,0 mm de diâmetro e 6,0 mm de altura. O orifício central, para a inserção da resina composta, foi projetado de modo a propiciar uma distância de 4 mm entre os corpos-de-prova e a ponta ativa da fonte de luz. A resina composta foi inserida no orifício da matriz de teflon de forma incremental e nivelada até obter uma espessura de 2 mm (corpos-de-prova), com ajuda de condensador de Ward-Duflex número 2. A matriz apresenta-se na Figura 7.



Figura 7 – Matriz de teflon

A matriz de teflon permitiu que os corpos-de-prova de resina composta após a polimerização, fossem removidos facilmente devido à sua superfície lisa e sem ranhuras.

A preparação da matriz de teflon foi obtida para simular as dimensões de uma restauração de Classe II com 4 mm de distância entre a ponta ativa do fotopolimerizador à resina a ser polimerizada (corpos-de-prova), como mostram as Figuras 8 e 9.

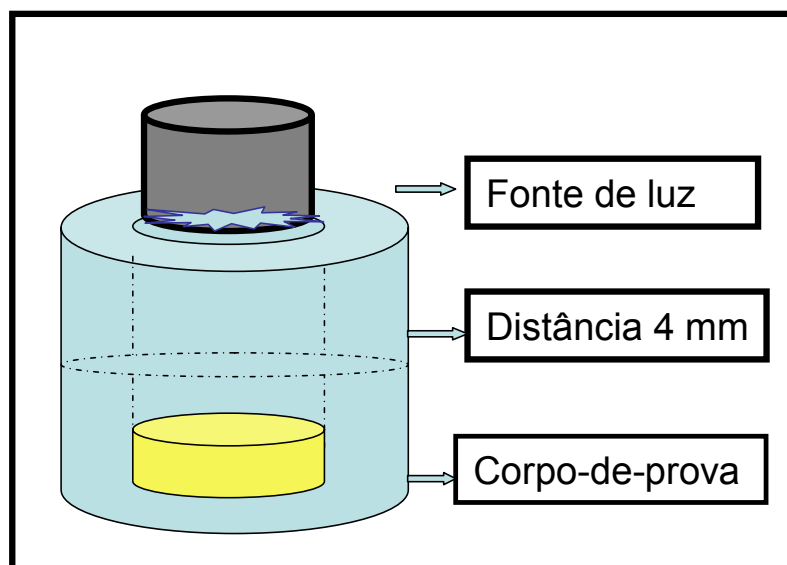


Figura 8 – Esquema demonstrando a matriz de teflon

Um paquímetro foi utilizado para aferir a espessura de 2 mm em cada corpo-de-prova.

Considerando-se que as superfícies dos corpos-de-prova poderiam ter a interferência do oxigênio na polimerização final, neste estudo a porcentagem de resina composta foi de 0,02% (segundo cálculo matemático $2\pi r^2$), considerado desprezível para incrementos de 2 mm.

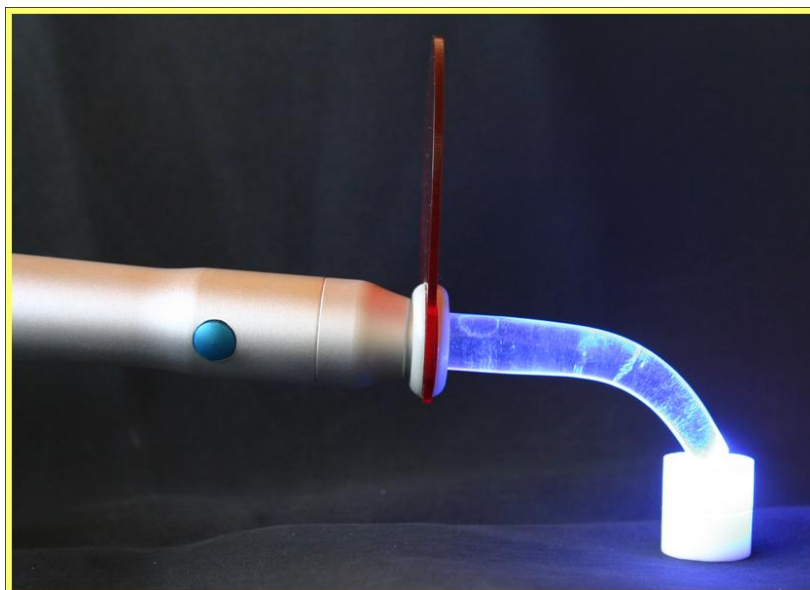


Figura 9 – Fotoativação do corpo-de-prova com o sistema à base de LEDs na matriz bipartida de teflon

Os corpos-de-prova foram fotoativados com a lâmpada halógena e sistema à base de LEDs durante diferentes tempos (10, 20 e 40 s).

4.5.2 Fracionamento das resinas compostas fotoativadas

Após a fotoativação, os corpos-de-prova foram imediatamente imersos em clorofórmio P.A. (previamente seco e destilado) em frascos protegidos com papel alumínio (ambiente escuro) e mantidos hermeticamente lacrados durante 24 horas, em temperatura ambiente.

Uma fração do monômero residual foi gotejado com pipeta em uma pastilha de $\text{ZnSe}^{\text{††††}}$ (seleneto de zinco) (Figura 10), e imediatamente transportada a um dessecador e submetida à pressão reduzida até completar a evaporação do solvente (Figura 11).

^{††††} Nota: seleneto de zinco: substância inerte à radiação no infravermelho



Figura 10 – Monômero residual depositado sobre célula de seleneto de zinco

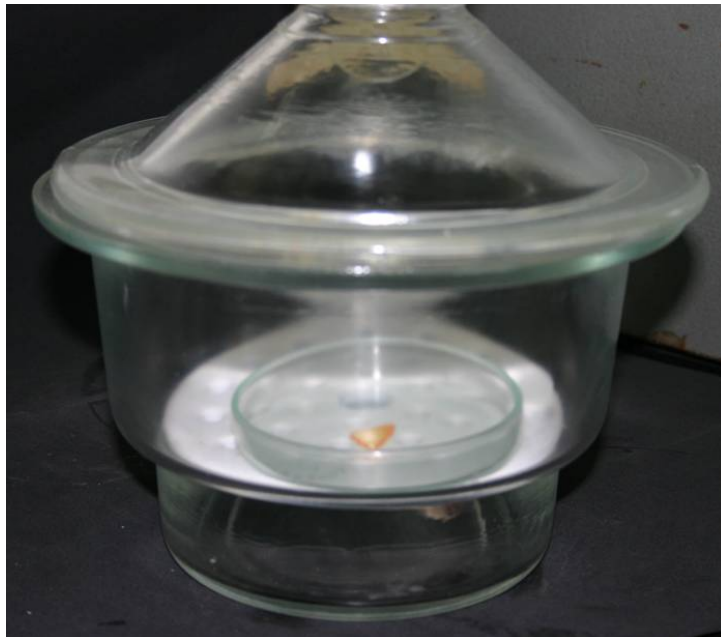


Figura 11 – Dessecador à vácuo contendo uma célula de seleneto de zinco

4.5.3 Análise por espectrometria no infravermelho

Para realizar a espectrometria foi usado um espectrômetro (FTIR - BOMEM) (Figura 12). O aparelho foi ajustado para leitura em número de onda na região de 4000 a 500 cm^{-1} com 32 varreduras e as intensidades das bandas expressas em transmitância (%), acoplado a um microcomputador servidor. Após a secagem completa no dessecador (Figura 11) procedeu-se imediatamente à leitura dos espectros no Infravermelho (FTIR).



Figura 12 - Aparelho de FTIR-BOMEM (Hartmann & Braun).

A avaliação qualitativa do grau de conversão da resina composta foi realizada através da extração do monômero residual. A leitura dos espectros relativos aos grupos funcionais foi realizada em equipamento de espectrometria no infravermelho com transformação de Fourier (FTIR). Entre outros grupos, os que apresentam maior interesse são as ligações duplas entre átomos de carbono $\text{C}=\text{C}$ que apresentam bandas na região de 1630 cm^{-1} , pois a presença destes sinais no espectro de FTIR indica a presença de monômeros não reagidos na amostra, o que significa que a polimerização não foi completa.

4.6 OBTENÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA PARA ESPECTROMETRIA NO ULTRAVIOLETA-VISÍVEL

4.6.1 Confeção e fracionamento dos corpos-de-prova

Os corpos-de-prova confeccionados com a resina composta Charisma[®] (Heraeus Kulzer) nas cores A2 e SL foram polimerizados na matriz de teflon, como descrito anteriormente, durante 10, 20 e 40 s com dez repetições para cada grupo experimental. Os 120 corpos-de-prova foram pesados em balança analítica, como mostra a Figura 13, colocados imediatamente em 10 ml de metanol (P.A., seco e destilado) durante 24 horas, protegidos da luz com papel alumínio e à temperatura ambiente. Após este tempo, a solução de monômero residual foi diluída em metanol até completar 50 ml, em balão volumétrico, para diminuir a concentração e facilitar a leitura no espectrômetro. O metanol é um solvente orgânico que após adequadamente tratado não apresenta água nem outros contaminantes, e assim permite a extração do monômero residual, ou seja, monômero que não reagiu para formação de cadeia polimérica. A leitura das amostras foi realizada em espectrômetro de ultravioleta^{§§§§}.



Figura 13 - Balança Analítica (E. Mettler)

^{§§§§} Espectrofotômetro Ultravioleta UV-2401 PC (Shimadzu)

4.6.2 Análise qualitativa das resinas compostas

As amostras preparadas foram analisadas no UV-Vis (2401 PC Shimadzu) com varredura e variação de comprimento de onda entre 200 a 600 nm.

4.7 CURVA DE CALIBRAÇÃO DAS RESINAS COMPOSTAS CORES A2 e SL

As curvas de calibração da resina composta Charisma[®] nas cores A2 e SL foram obtidas da seguinte forma:

Em tubo de ensaio, 1g da resina composta de cada cor, foi dissolvida em 10 ml de clorofórmio, protegido da luz e à temperatura ambiente. Para separar as cargas inorgânicas e compostos orgânicos da resina composta a mesma foi colocada em centrífuga (Hettich) a 4000 rpm durante 15 min como mostra a Figura 14.



Figura 14 – Centrífuga Hettich (4000 rpm)

Para a resina composta Charisma[®] cor A2 e SL a quantidade de monômero puro encontrado foi de 270 mg e 315 mg respectivamente.

A solução sobrenadante contendo os monômeros foi imediatamente transferida para um frasco, em um evaporador rotativo (Figura 15) sem luz, à temperatura ambiente até a secura. Após a evaporação do clorofórmio, 10 ml de metanol foram colocados no frasco para dissolver o monômero residual, ou seja, o Bis-GMA e TEGDMA contidos na resina composta Charisma[®]. A solução foi transferida para um balão volumétrico de 100 ml e o volume completado com metanol (solvente inibidor de polimerização). A solução inicial sofreu algumas diluições para a obtenção das concentrações, ou seja, o mínimo perceptível ao equipamento de ultravioleta: 0,20; 0,30; 0,40; 0,50; 0,60 mg/l.

Em cada diluição do monômero a leitura foi realizada em espectrometria de ultravioleta com comprimento de onda entre 200 e 600 nm (UV-Vis -2401 PC)^{****} e acoplado a um microcomputador no programa (UVPC *Personal Spectroscopy Software Version 3.9*). Apêndice C.



Figura 15 – Evaporador rotativo Tecal TE-210 (Michelson)

^{****} Ultravioleta UV-2401 PC Shimadzu

A interpretação dos dados obtidos no UV-Vis com o auxílio do programa Origin 5.0, foi realizada para estabelecer a curva de calibração e analisar os extratos dos corpos-de-prova fotoativados, como descrito anteriormente.

5 RESULTADOS

5.1 ANÁLISE QUALITATIVA POR ESPECTROMETRIA NO INFRAVERMELHO

Os resultados obtidos após a análise das áreas das bandas dos espectros (absorvância) estão ilustrados no Gráfico 1.

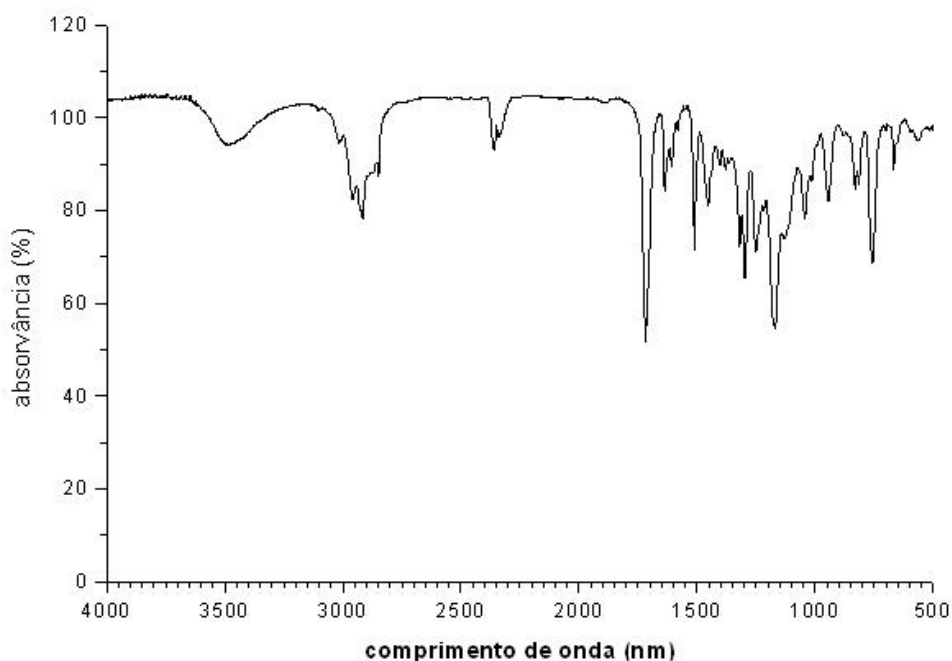


Gráfico 1- Análise dos resultados em FTIR

No Gráfico 1 pode-se observar que as duplas ligações de carbono encontravam-se na faixa entre 1610 e 1650 cm^{-1} , portanto os corpos-de-prova apresentaram monômeros residuais que não sofreram polimerização com os aparelhos de luz halógena e sistema à base de LEDs.

5.2 ANÁLISE QUANTITATIVA POR ESPECTROMETRIA NO ULTRAVIOLETA

A porcentagem de conversão monomérica foi realizada através dos valores médios em cada amostra. Estes valores foram comparados na curva de calibração, ou seja, o mínimo perceptível para a leitura no equipamento de ultravioleta.

5.2.1 Curva de Calibração

Conforme dados apresentados, verificou-se que as diluições analisadas graficamente pelo equipamento de ultravioleta foram a partir de 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 mg/L, ou seja, a menor diluição que o equipamento pode detectar. Através destes valores puderam-se estabelecer nos corpos-de-prova os monômeros não reagidos pela ação dos aparelhos de fotoativação (halógena e sistema à base de LEDs).

5. 2.1.1 Curva de calibração da resina composta Charisma[®] cor A2

A Tabela 3 mostra as diferentes diluições na massa de 270 mg de monômero residual em 100 ml de metanol.

Os valores de absorvância (%A) encontrados foram obtidos através das menores diluições do monômero puro detectadas pelo equipamento de ultravioleta. Concentrações inferiores não estão dentro deste comprimento de onda perceptíveis pelo equipamento de ultravioleta.

Tabela 3 - Curva de calibração da resina composta Charisma® cor A2 em ultravioleta

Fração de solução concentrada (100mL)	Concentração de monômero (mg/L)	Absorvância (%)
0,20	63,0	1.3555
0,30	94,0	1.5835
0,40	126,0	1.8755
0,50	157,5	2.1279
0,60	189,0	3.0761

O Gráfico 2 ilustra os dados extraídos do programa Origin 5.0, para a resina composta Charisma® cor A2. Segundo os dados obtidos através do programa Origin 5.0 a reta demonstrada apresenta coeficiente de correlação $R=0,93588$ e desvio padrão de 0,28737.

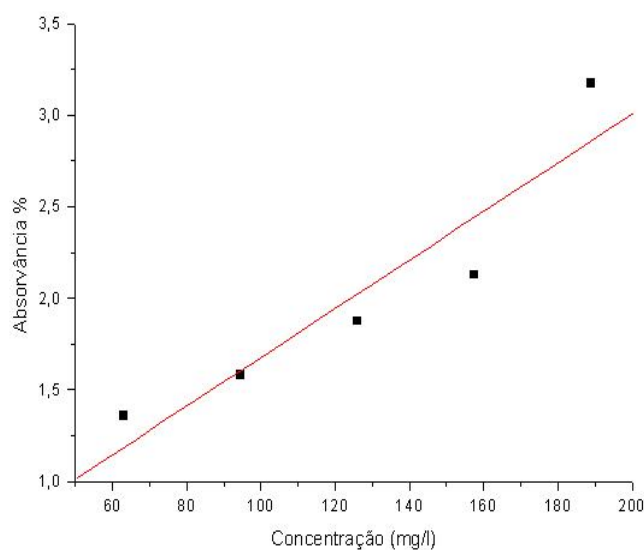


Gráfico 2-Curva de Calibração da resina composta Charisma® cor A2 em ultravioleta

5.2.1.2 Curva de calibração da resina composta Charisma® cor SL

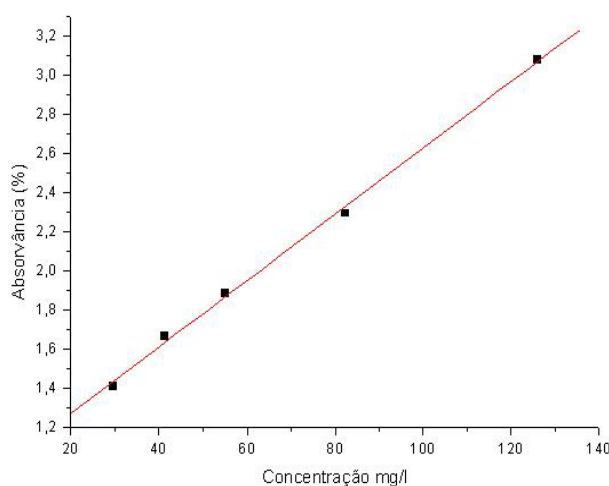
A Tabela 4 mostra as diferentes diluições na massa de monômero residual (315 mg em 100 ml de metanol).

Tabela 4 - Curva de calibração da resina composta Charisma[®] cor SL em ultravioleta

Alíquota de solução concentrada (100mL)	Concentração de monômero (mg/L)	Absorvância (%)
0,20	29,67	1.409
0,30	41,34	1.6645
0,40	55,12	1.8827
0,50	82,26	2.2915
0,60	126,0	3.1738

Segundo os dados obtidos através do programa Origin 5.0 a reta demonstrada apresenta coeficiente de correlação $R= 0,99905$ com desvio padrão de 0,03281(Gráfico 3).

Os valores de absorvância e concentração de monômeros residuais da resina composta Charisma[®] cores A2 e SL encontrados estão representados graficamente e transferidos para a equação matemática através do programa Origin 5.0.

Gráfico 3 -Curva de calibração da resina composta Charisma[®] cor SL em ultravioleta

5.3 ANÁLISE DOS CORPOS-DE-PROVA POR ESPECTROMETRIA NO UV-Vis

Após a leitura no ultravioleta, os picos de maior intensidade nas diferentes diluições do monômero, os dados foram transferidos para o

programa Origin 5.0 através da equação matemática. As retas obtidas nos gráficos absorvância versus concentração permitiram quantificar os monômeros residuais da seguinte forma:

$$Y = A + B x$$

Y = absorvância da solução extraída dos corpos-de-prova

A = coeficiente linear da reta

B = coeficiente angular da reta

x = concentração da amostra analisada (resina composta mais solvente)

$$x = \frac{Y - A}{B}$$

$$C_{\text{mg/L (grau de conversão)}} = \frac{\text{absorvância} - \text{absorvância (x=0)}}{\text{Concentração (y=0)}}$$

Para exemplificar o resultado de uma amostra que possui uma massa de 0,242 g (242 mg) com uma absorvância de 2,9758 em 1 g de resina composta o valor encontrado seria de 197,81 mg/L em 1000 mL. Convertendo para 50 mL, que foi utilizado na amostra, o valor seria de 9,8906 mg de monômeros em 242 mg de resina. No início havia 65,34 mg de monômeros no corpo-de-prova (242 mg), depois de polimerizado restaram 9,89 mg de monômero, ou seja, 55,45 mg de monômeros que sofreram polimerização. Foi obtida uma conversão mássica de 84,86 % e conseqüentemente 15,14% de monômeros livres. No Apêndice D foi demonstrado o comportamento de uma reta.

5.4 ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO DA RESINA COMPOSTA

Os valores encontrados foram determinados através da equação matemática do programa Origin 5.0 obtidos através do tratamento estatístico dos resultados encontrados nos 120 corpos-de-prova.

Os resultados da Análise de Variância a três critérios e modelo fatorial completo (ANOVA) resultaram em valores apresentados nas Tabelas 5, 6, 7, 8, 9, 10 e 11 e Gráficos 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 e 11 a seguir.

5.4.1 Porcentagem média do grau de conversão da resina composta Charisma® cores A2 e SL

Os resultados da Análise de Variância mostraram diferenças estatísticas significantes ($p < 0,01$), quando analisados individualmente.

A resina composta Charisma® nas cores A2 e SL apresentaram distribuição homogênea, uma vez que o coeficiente de variação (%) foi menor que 20%, com uma porcentagem de monômeros residuais maior na resina composta Charisma® cor SL comparada à resina composta Charisma® cor A2.

Os valores médios foram expressos na forma de grau de conversão dos polímeros (% em massa) e constam na Tabela 5.

Tabela 5 – Estatística descritiva do grau de conversão segundo resina composta Charisma® cores A2 e SL em ultravioleta

RESINA COMPOSTA (Charisma®)	N	MÍNIMO (%)	MÁXIMO (%)	MÉDIA (%)	DESVIO PADRÃO	COEFICIENTE VARIÇÃO (%)
A2	60	69,43	90,85	78,83	4,61	5,85
SL	60	75,96	96,65	88,49	2,99	3,38

Nota: $p < 0,05$ estatisticamente significante

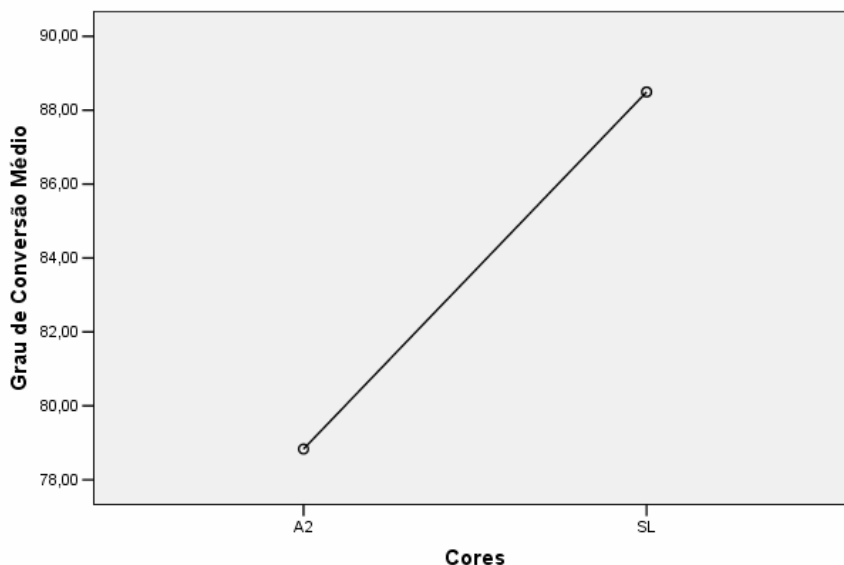


Gráfico 4 – Porcentagem média do grau de conversão entre cores da resina composta Charisma[®]

O Gráfico 4 demonstra que a porcentagem de conversão mássica foi maior para a resina composta Charisma[®] cor SL (88,49%) enquanto que para a resina composta Charisma[®] A2 a porcentagem de conversão foi de (78,83%) segundo ANOVA.

5.4.2 Porcentagem média do grau de conversão para os aparelhos de luz halógena e sistema à base de LEDs

Os aparelhos de lâmpada halógena (Optilux - Demetron) e LEDs (Optilight LD III-Gnatus) apresentaram distribuição homogênea, com coeficiente de variação menor que 20%. O sistema à base de LEDs proporcionou maior teor de monômeros residuais, ou seja, promoveu uma conversão de monômeros em polímeros, um pouco menor ($p < 0,05$), segundo Análise de Variância como mostra a Tabela 6 e o Gráfico 5.

Tabela 6 – Estatística descritiva do grau de conversão dos aparelhos de lâmpada halógena (Optilux) e à base de LEDs (Optilight LDIII Gnatus) em ultravioleta

APARELHO	MÍNIMO(%)	MÁXIMO(%)	MÉDIA(%)	DESVIO PADRÃO	COEFICIENTE DE VARIAÇÃO (%)
Halógena	74,58	96,65	84,82	6,38	7,52
LEDs	69,43	92,14	82,5	5,86	7,1

Nota: $p < 0,05$ valor significante

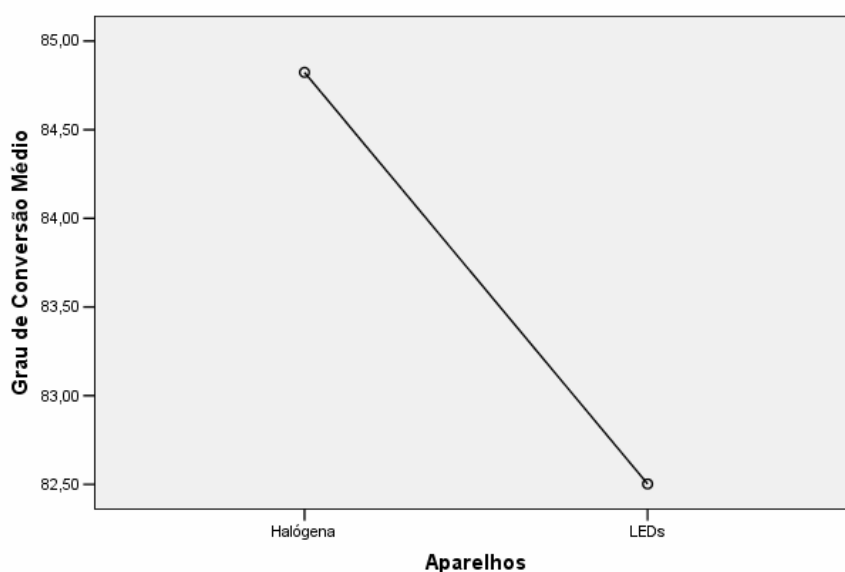


Gráfico 5 – Porcentagem média do grau de conversão entre aparelho de lâmpada halógena e sistema à base de LEDs

5.4.3 Porcentagem média do grau de conversão em diferentes tempos de fotoativação

A análise descritiva demonstrou que em diferentes tempos de fotoativação (10, 20 e 40 s) a quantidade de monômero residual permaneceu com valores muito próximos, com as duas fontes de luz utilizadas neste experimento como mostra a Tabela 7. O Gráfico 6 ilustra o grau de conversão (% massa) onde pode ser observado que todos os resultados se encontram em uma faixa estreita de conversão relativamente alta (82-84%). O comportamento esperado para a variação do tempo de fotoativação também pode ser

observado, ou seja, o aumento do tempo de fotoativação promoveu o aumento do grau de conversão dos monômeros, porém a diferença observada não foi estatisticamente significativa ($p > 0,05$).

Tabela 7 – Estatística descritiva do grau de conversão segundo três tempos de fotoativação (10, 20 e 40 s) em ultravioleta

TEMPOS (s)	n	MÍNIMO (%)	MÁXIMO (%)	MÉDIA (%)	DESVIO PADRÃO	COEFICIENTE DE VARIAÇÃO (%)
10	40	69,43	93,28	82,61	6,13	7,42
20	40	74,05	94,99	83,87	6,5	7,75
40	40	74,53	96,65	84,51	5,98	7,08

Nota: $p > 0,05$ valores não significantes para os três tempos de fotoativação

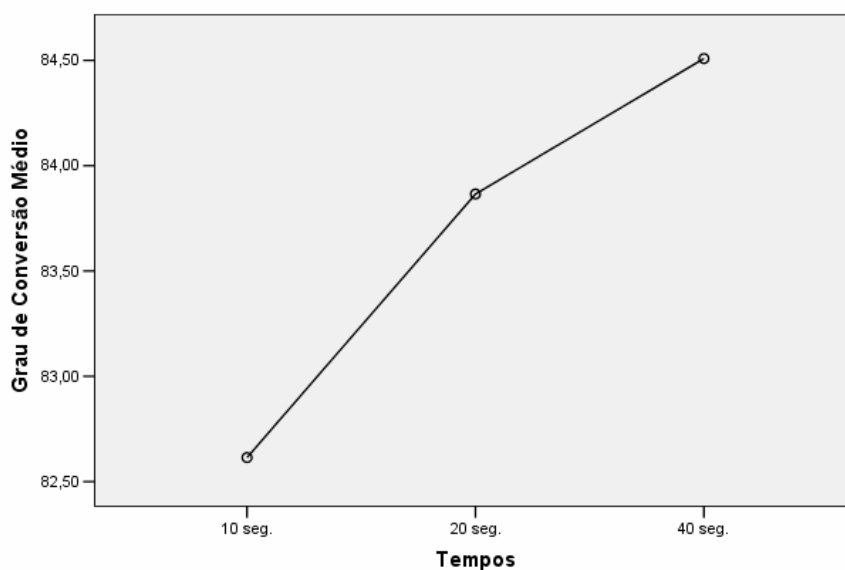


Gráfico 6 – Porcentagem média do grau de conversão da resina composta Charisma® cores A2 e SL em relação aos tempos de fotoativação

5.4.4 Efeito das variáveis cores da resina composta Charisma® e tempos de fotoativação

Na interação entre a resina composta e os três tempos de fotoativação ($p > 0,05$) observou-se que a resina composta na cor SL apresentou grau de conversão superior ao da resina composta A2. Quando comparamos com

diferentes tempos de fotoativação (10, 20 e 40 s) os valores obtidos foram semelhantes segundo Análise de Variância como demonstrado na Tabela 8 e ilustrado no Gráfico 7.

Tabela 8 – Efeito das variáveis tempos de fotoativação e resina composta Charisma® nas cores A2 e SL em ultravioleta

RESINA COMPOSTA CHARISMA®	TEMPO (s.)	AMOSTRA (n)	MÉDIA (%)	MEDIANA (%)	DESVIO PADRÃO	COEFICIENTE VARIANÇA (%)
A2	10	20	77,17	77,2	3,24	4,2
A2	20	20	79,29	78,16	5,28	6,66
A2	40	20	80,04	78,45	4,79	5,98
SL	10	20	88,06	87,63	2,04	2,32
SL	20	20	88,44	88,14	3,85	4,35
SL	40	20	88,98	87,8	2,91	3,27

Nota: $p > 0,05$ os valores médios não diferem estatisticamente para tempos
 $p < 0,05$ os valores médios diferem estatisticamente para as cores da resina composta

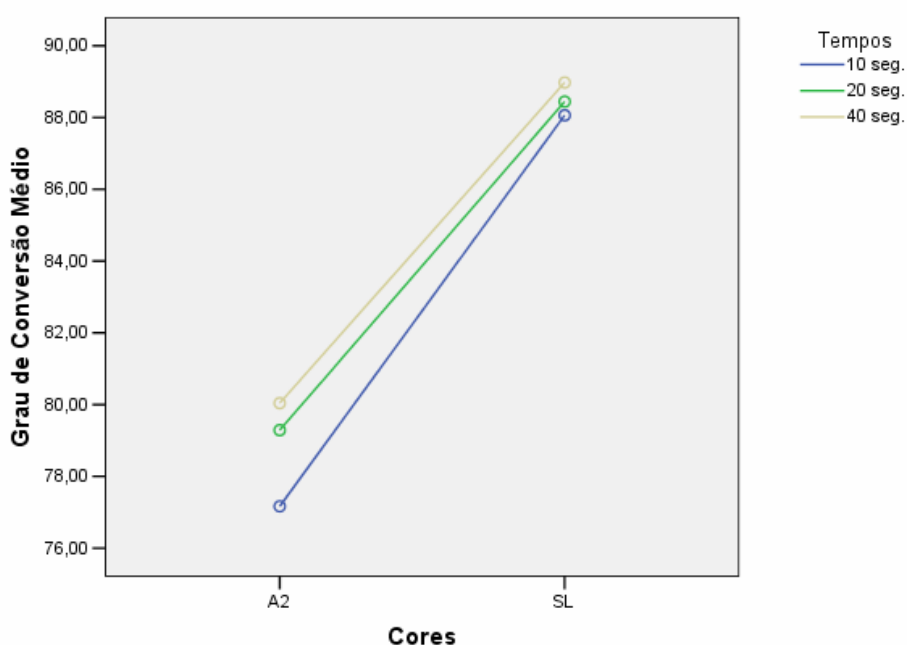


Gráfico 7- Porcentagem média do grau de conversão entre cores e tempos de fotoativação

5.4.5 Efeito das variáveis aparelhos de luz e tempos de fotoativação

O grau de conversão da resina composta Charisma[®] fotoativada com luz halógena e com o sistema à base de LEDs em diferentes tempos estão demonstrado na Tabela 9 e ilustrado no Gráfico 8. O grau de conversão para o aparelho de luz apresentou valores médios muito próximos, nos três tempos de fotoativação. Isto significa que os valores médios encontrados nos três tempos de fotoativação independem do aparelho de luz utilizado.

Tabela 9 – Efeito das variáveis aparelhos e diferentes tempos de fotoativação (10, 20 e 40 s) em ultravioleta

APARELHO	TEMPO (s)	n	MÉDIA (%)	MEDIANA (%)	DESVIO PADRÃO	COEFICIENTE DE VARIAÇÃO (%)
Halógena	10	20	83,75	85,41	6	7,17
Halógena	20	20	84,89	87,12	6,85	8,07
Halógena	40	20	85,83	87,77	6,41	7,47
LEDs	10	20	81,48	83,74	6,2	6,2
LEDs	20	20	82,84	86,09	6,14	7,14
LEDs	40	20	83,19	86,25	5,35	6,43

Nota: $p > 0,05$ os valores médios não diferem estatisticamente para tempo e diferem para as fontes de luz $p < 0,05$

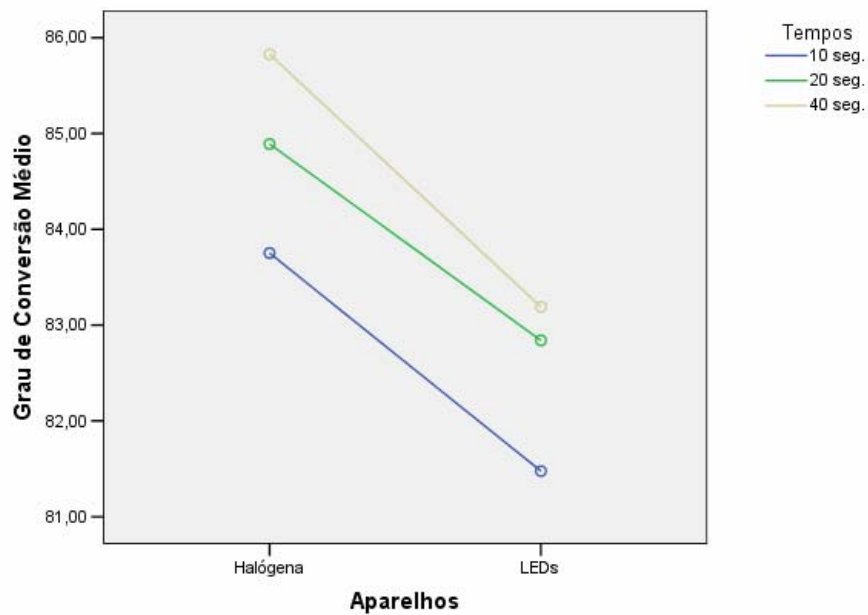


Gráfico 8 – Efeito das variáveis aparelhos de luz e tempos de fotoativação

5.4.6 Efeito das variáveis aparelhos e cores da resina composta Charisma®

O grau de conversão da resina composta Charisma® cores A2 e SL quando fotoativada com aparelho de luz halógena e sistema à base de LEDs, apresentou distribuição homogênea, uma vez que o coeficiente de variação foi menor que 20% (ANOVA). Existem diferenças entre os valores médios de grau de conversão entre as fontes de luz e resina composta. A resina composta Charisma® cor A2 fotoativada com sistema à base de LEDs apresentou menor grau de conversão que a resina composta cor SL fotoativada com o aparelho de lâmpada halógena como mostra a análise descritiva na Tabela 10 e ilustrado no Gráfico 9.

Tabela 10 - Efeito das variáveis aparelhos e resina composta Charisma[®] nas cores SL e A2 em ultravioleta

Cores da resina Composta (Charisma[®])	Aparelho	n	Mínimo (%)	Máximo (%)	Média (%)	Desvio Padrão
A2	Halógena	30	74,58	90,85	80,27	5,03
A2	LEDs	30	69,43	86	77,39	3,7
SL	Halógena	30	75,96	96,65	89,37	3,82
SL	LEDs	30	84,55	92,14	87,62	1,42

Nota: $p < 0,05$ valores médios estatisticamente significantes entre fontes de luz e resina composta cores A2 e SL

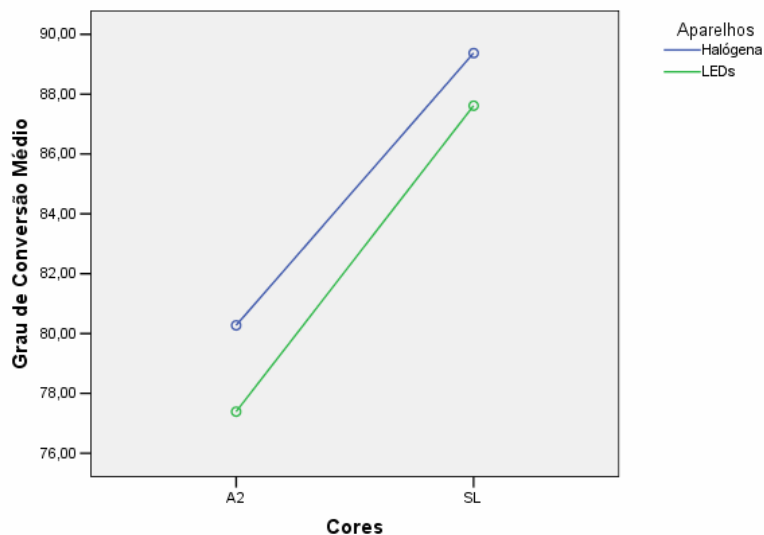


Gráfico 9 – Efeito das variáveis aparelhos de luz e cores da resina composta Charisma[®] cores A2 e SL

5.4.7 Efeito das variáveis aparelhos, tempos de fotoativação e resina composta Charisma[®] A2 e SL

Na interação entre resina composta cores A2 e SL, aparelhos e tempos de fotoativação apenas dois grupos não apresentaram homogeneidade de Variância, portanto foi aplicado o teste de Games Howel.

A um nível de probabilidade de $p < 0,05$ como mostra a Tabela 11 existe diferença entre valores médios de grau de conversão segundo resina composta e aparelhos, não existindo diferença entre os tempos de fotoativação. Os valores podem ser visualizados nos Apêndices A e B.

A porcentagem média de conversão foi de 2 a 3% da resina composta cor A2 com lâmpada halógena comparada com o aparelho à base de LEDs. Quanto ao tempo de fotoativação não houve diferença estatística entre resina composta e aparelho de fotoativação.

Tabela 11 - Análise descritiva das variáveis cor, fonte de luz e tempos de fotoativação em ultravioleta

	Aparelho	Tempo (s)	n	Mínimo (%)	Máximo (%)	Média (%)	Desvio Padrão
A2	Halógena	10	10	75,5	84,63	78,39	2,56
A2	Halógena	20	10	74,58	90,85	81,15	6,22
A2	Halógena	40	10	75,86	90,57	81,29	5,51
A2	LEDs	10	10	69,43	82,93	75,95	3,51
A2	LEDs	20	10	74,05	85,95	77,43	3,54
A2	LEDs	40	10	74,53	86	78,79	3,82
SL	Halógena	10	10	86,19	93,28	89,12	2,34
SL	Halógena	20	10	75,96	94,99	88,64	5,4
SL	Halógena	40	10	86,51	96,65	90,37	3,27
SL	LEDs	10	10	84,55	87,75	87,01	0,92
SL	LEDs	20	10	86,23	91,31	88,25	1,4
SL	LEDs	40	10	86,5	92,14	87,59	1,68

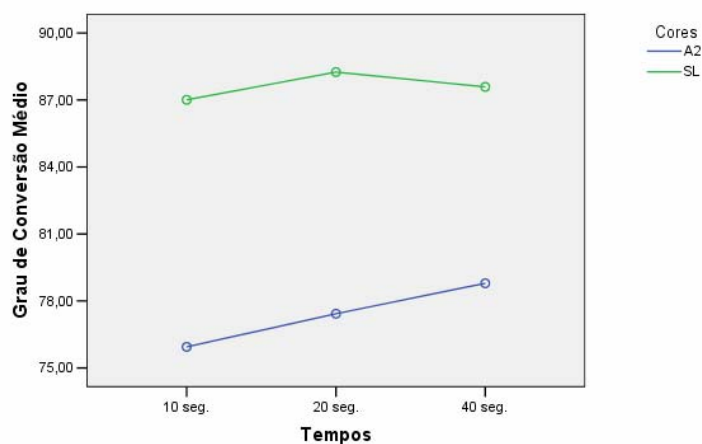


Gráfico 10 – Efeito das variáveis sistema de luz à base de LEDs, três tempos de fotoativação e resina composta Charisma® cores A2 e SL

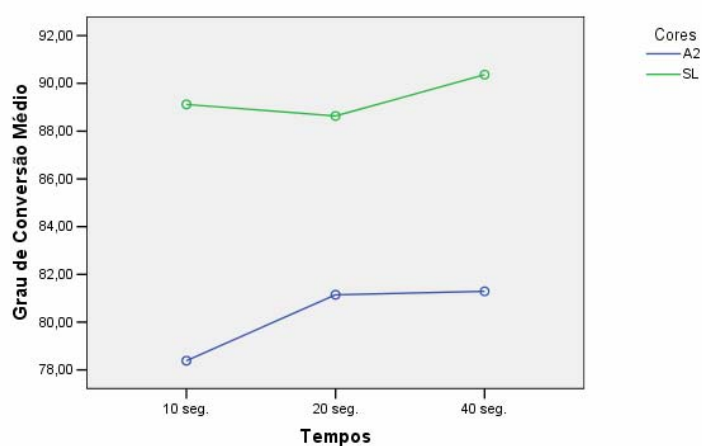


Gráfico 11 – Efeito das variáveis aparelho de lâmpada halógena, tempos de fotoativação e resina composta Charisma® cores A2 e SL

Conforme apresentado nos Gráficos 10 e 11, verificou-se que a resina composta Charisma® cor SL fotoativada com aparelho de lâmpada halógena apresentou um maior grau de conversão comparada com a resina composta Charisma® cor A2 com o sistema à base de LEDs, enquanto que o grau de conversão foi estatisticamente semelhante para os três tempos de fotoativação.

6 DISCUSSÃO

O desempenho clínico de materiais e equipamentos odontológicos deve ser avaliado através de testes de laboratório antes de serem integrados à prática diária. Os testes devem ser repetidos e conferidos para assegurar ao profissional que trabalha na cavidade oral, principalmente em restaurações de difícil acesso, segurança que determina o sucesso ou fracasso de uma restauração.

O grau de conversão da resina composta é um importante fator no qual as duplas ligações de carbono são convertidas em ligações simples. Assim, há uma quebra da ligação do monômero, formando um complexo radical-monômero, resultando em uma molécula maior, ou seja, o polímero (RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CHAN, 1999). Muitos fatores podem influenciar na polimerização das resinas compostas, os principais são: o tempo de exposição, a intensidade da luz e o comprimento de onda (RUEGGERBERG et al., 1994; RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CHAN, 1999; SAKAGUCHI; BERGE, 1998; KURACHI, 2000; YOON et al., 2002; PRICE; FELIX; ANDREOU, 2003). A compatibilidade entre a fonte de luz e a resina composta fará a melhor conversão de monômeros em polímeros garantindo sucesso clínico das restaurações de resina composta (CONTI, 2005).

Neste trabalho foi determinada a quantidade de monômeros ainda presentes em amostras de resina composta submetida a diversas condições de fotopolimerização, o que possibilitou avaliar o grau de conversão de monômeros em polímeros, que foi expresso em porcentagem mássica. Para isso, foi estudada uma resina composta com duas cores, fotoativada com

lâmpada halógena e sistema à base de LEDs em três tempos de fotoativação. As técnicas analíticas escolhidas para identificar e quantificar estes monômeros foram a espectrometria na região do infravermelho e na região do ultravioleta-visível respectivamente.

A espectrometria de infravermelho com transformação de Fourier tem sido bastante utilizada (FERRACANE; GREENER, 1984, 1986; FERRACANE, 1985; RUEGGERBERG; CAUGHAMAN; CURTIS, 1994; SAKAGUCHI; BERGE, 1998; RUEGGERBERG; CRAIG, 1998,; SILVA; MENDES; FERREIRA, 2003; TURSI; FERRACANE; VOGEL, 2005), porém outros métodos podem ser utilizados para avaliar quantitativamente o grau de conversão como espectrometria de ressonância magnética (MORGAN et al., 2000; EMAMI; SÖDERHOLM, 2003; WITZEL et al., 2005), a espectrometria no infravermelho acústico (CAVALEIROS et al., 2004), cromatografia de alta resolução (KORAN et al., 1998; TARUMI, 1999) e a espectrometria no ultravioleta-visível.

Inúmeras pesquisas foram realizadas para se estabelecer uma correlação entre as propriedades mecânicas das resinas compostas e a qualidade de polimerização (PEREIRA et al., 1997; RUEGGERBERG; CRAIG, 1998; KURACHI et al., 2000; LEONARD et al., 2002; MILLS et al., 2002; PRICE; FELIX; ANDREOU, 2003; SOH; YAP; SIOW 2003; UHL et al., 2004; WITZEL et al., 2005), porém o grau de conversão representa uma importante análise, através dos componentes químicos dos materiais. As ligações formadas entre as moléculas do material ocorrem no estágio inicial da fotoativação e vai se propagando formando uma rede, ou seja, o polímero. A intensidade de luz do equipamento está diretamente relacionada à qualidade desta reticulação (FERRACANE; GREENER, 1984; FERRACANE, 1985).

Segundo Stansburgy (2000) os métodos envolvendo as estruturas químicas podem ser vistos através de espectrometria a laser, ultravioleta-vísivel, ressonância nuclear magnética e ressonância eletrônica paramagnética. Este estudo permitiu quantificar os monômeros livres na cadeia polimérica por meio da espectrometria de ultravioleta, através da composição química das resinas compostas.

Os monômeros não reagidos foram identificados através dos valores médios de absorvância encontrados na resina composta Charisma[®] selecionada para este estudo, através de espectrometria no infravermelho (Gráfico 1). As duplas ligações de carbono estão representadas na região de 1610 a 1650 cm^{-1} demonstrando graficamente os monômeros que não se transformaram em polímeros. A metodologia empregada não utilizou a técnica de brometo de potássio (KBr) como a maioria dos resultados em trabalhos encontrados na literatura (FERRACANE; GRENER, 1984; RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CURTIS, 1994; PARK; LEE, 1996; RUEGGERBERG; CRAIG, 1998; SAKAGUCHI; BERGE, 1998; KNOBLOCH et al., 1999; IMAZATO et al., 2001; LOWELL et al., 2001; OBICI, 2003; QUIROZ, 2004). A técnica utilizada foi a de gotejamento do material em células de seleneto de zinco no infravermelho onde verificou-se as duplas ligações carbono presentes na resina composta após a fotoativação.

Diferentes metodologias têm sido utilizadas para se estudar o grau de conversão das resinas compostas. Na maioria dos trabalhos (FERRACANE; GREENER, 1984; OBICI, 2002; SILVA; MENDES; FERREIRA, 2004; QUIROZ, 2004; CONTI, 2005) é realizada uma etapa de trituração manual dos corpos-de-prova juntamente com brometo de potássio (material inerte à luz do infravermelho). Devido à dureza da resina polimerizada, foi observado experimentalmente, a

facilidade de ocorrência de perda de frações da amostra durante o processo de trituração. Quando parte da mistura permanece no recipiente, certamente a confiabilidade do espectro quantitativo da análise, é afetada, dificultando assim a comparação dos valores através de espectros realizados.

A vantagem da espectrometria no ultravioleta-visível (UV-Vis) está nos aspectos complementares dos diversos tipos de espectros. Assim, pode-se calcular o índice de deficiência de carbono a partir da fórmula molecular e determinar a presença ou a ausência de certos grupos insaturados no espectro de infravermelho. Enquanto que na espectrometria de ultravioleta, rapidamente se estabelece as estruturas conjugadas, por exemplo, as C=C ou aromáticas. A confirmação é obtida por comparação com o espectro de uma amostra idêntica (SILVERSTEIN; WERSTER, 2000) com vantagem de se obter estas leituras com maior facilidade através da espectrometria no ultravioleta.

Os espectros no ultravioleta acontecem quando uma molécula é irradiada com luz ultravioleta ou visível e pode ocorrer uma transição eletrônica do estado fundamental para o estado excitado. Os espectros de absorção são obtidos quando se coloca a substância a ser analisada em um espectrômetro que analisa a energia transmitida e a compara com a energia incidente em cada comprimento de onda. Se todas as moléculas de uma determinada amostra absorvessem simultaneamente a radiação no determinado comprimento de onda, o resultado seria uma linha de absorção. Contudo, as moléculas de uma amostra coexistem em inúmeros estados vibracionais e levam ao aparecimento de bandas de absorção. As bandas de absorção no ultravioleta são mais largas do que as bandas de absorção no infravermelho ou na ressonância nuclear magnética, portanto mais fáceis de serem visualizadas (ALLINGER, 1978).

Estudos mais recentes (SILVA; MENDES; FERREIRA, 2004) utilizaram solventes como o clorofórmio para analisar o material não polimerizado. Muitos solventes poderiam ser utilizados na região do ultravioleta tais como: clorofórmio, metanol, água, acetonitrila e o etanol. No presente estudo as análises no UV-Vis (espectrometria no ultravioleta-visível), o metanol foi o solvente mais indicado (WITZEL et al., 2005), pois, além de inibir o processo de polimerização via radical livre, sua menor volatilidade em relação ao clorofórmio conferiu maior confiabilidade aos resultados obtidos, uma vez que esta técnica envolve a concentração das soluções que não pode variar durante o processo de análise. O metanol permitiu também a destilação fracionada, a remoção de impurezas e, por ser altamente purificado, estão livres de absorção no UV-Vis. O clorofórmio, utilizado em algumas etapas do experimento, apesar de também ser uma solvente puro, não é indicado para ser utilizado em análise quantitativa por ser extremamente volátil. O solvente precisa proporcionar confiabilidade e oferecer dados quantitativos nas amostras de resina composta analisadas.

Células de quartzo foram utilizadas nas análises por UV-Vis neste estudo. Elas permitiram a obtenção dos espectros dos monômeros em solução, por serem transparentes e permitirem o caminho ótico através do equipamento ultravioleta. Foi de máxima importância os cuidados com as células para a remoção total de traços de amostras anteriores. Desta forma, as leituras dos espectros foram realizadas com maior segurança.

A curva de calibração da resina composta foi realizada através do fracionamento da resina nas duas cores. O monômero puro ou seja, o composto orgânico sem fotopolimerização foi determinado através da quantidade total para cada cor da resina composta. As Tabelas 3 e 4 e os Gráficos 2 e 3, demonstraram

que as diluições para a resina composta Charisma[®] cor SL são maiores os valores de absorvância (representação gráfica eixo y), provavelmente por conter maior quantidade (315 mg) de cargas orgânicas em sua composição.

Vários estudos analisaram diferentes combinações de cargas orgânicas contidas nas resinas compostas (SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2002, 2003; ATAL et al., 2005; TURSSI; EMAMI; SÖDERHOLM 2005, FERRACANE; VOGEL, 2005;) para verificar os compostos que apresentariam maiores valores de conversão. A maioria dos trabalhos (SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2002; SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU 2003; ASSMUSSEN; PEUTZFELDT, 2003a) demonstrou que a mistura Bis-GMA/TEGDMA obteve melhores resultados quanto à polimerização. Os resultados neste estudo evidenciaram que a resina composta Charisma[®] cor SL apresentou um maior grau de conversão, provavelmente por conter maior quantidade de compostos orgânicos em sua composição.

De acordo com a Tabela 5 e o Gráfico 4 a resina composta Charisma[®] cor SL apresentou maior conversão mássica quando comparada à cor A2. Provavelmente por conter a maior quantidade de composto orgânico (315 mg) comparado à resina composta Charisma[®] cor A2 (270 mg), influenciada pela química dos materiais, aquela apresentou maior conversão. Sabe-se que as características de polimerização são influenciadas pela química (MILLS; JANDT; ASHWORTH, 1999) e pela concentração do material (YOSCHIDA; GREENER, 1994) demonstrando que as resinas compostas que apresentam na sua composição Bis-GMA e TEGDMA como matrizes orgânicas, podem conter diferentes quantidades de monômeros em sua composição. Provavelmente a quantidade de TEGDMA e o tipo das partículas inorgânicas sejam os principais

fatores de conversão das resinas compostas. O TEGDMA foi considerado o principal contribuinte da polimerização após a irradiação nas resinas compostas à base de Bis-GMA/TEGDMA (TARUMI et al., 1999; SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2003), fato como este poderia indicar a maior quantidade de TEGDMA na resina composta Charisma[®] cor SL como ficou demonstrado neste estudo (315 mg). Os monômeros residuais que não formaram cadeia polimérica, portanto livres na cadeia, estavam em maior quantidade na resina composta Charisma[®] cor A2. Em nosso estudo, a resina composta Charisma[®] cor SL, promoveu maior grau de conversão, em torno de 89,49%, bem superior ao da resina composta cor A2 (78,83%).

Na presente pesquisa, foi utilizada a resina composta Charisma[®] SL, devido à suspeita da presença de maior quantidade de fotoiniciadores, que poderiam ser incompatíveis com o comprimento de onda da luz emitida pelos aparelhos de luz utilizados neste experimento. Os resultados apresentados na Tabela 6 e Gráfico 5 evidenciaram que a lâmpada halógena (84,82%) apresentou um valor médio de grau de conversão melhor que o sistema à base de LEDs (82,5%). Leonard et al. (2002) verificaram que para se obter 80% de polimerização, os corpos-de-prova deveriam ter espessuras de 2 mm e uma distância de 4 mm entre a ponta ativa do fotopolimerizador e a resina composta. Estudos anteriores demonstraram que a lâmpada halógena apresentou uma melhor eficiência de polimerização quando comparada com o sistema à base de LEDs (NOMOTO; UCHIDA; HIRASAWA, 1994; NOMOTO, 1997; SAKAGUCHI; BERGE, 1998, EMAMI; SÖDERHOL, 2003, BENNETT; WATTS, 2004) em corpos-de-prova com espessuras de 2 mm de resina composta.

Os resultados mostrados na Tabela 7 e ilustrados no Gráfico 6 demonstram que independente da cor da resina composta, a porcentagem de monômeros residuais nos três tempos de fotoativação (10, 20 e 40 s) permaneceu a porcentagem semelhante. Estudos feitos por Nomoto (1997) e Calheiros et al. (2004) demonstraram que com 5 s de incidência da luz fotoativadora iniciou-se a ativação da canforoquinona e que o aumento do tempo de fotoativação não melhorou o grau de conversão, apenas aumentou a contração de polimerização. O aumento do tempo de exposição à luz não aumenta o grau de conversão e fato de se obter uma reação de saturação das cadeias poliméricas da resina composta (CALHEIROS et al., 2004). De modo geral, o tempo de exposição é importante para melhorar as propriedades mecânicas das resinas compostas, como recomendam os fabricantes, porém a intensidade de luz é um fator relevante para uma efetiva polimerização e os melhores resultados alcançados foram com 20 e 30 s e irradiação de 500 e 600 mW/cm² (YAP; SENEVIRATNE, 2001).

É importante se conseguir uma adequada polimerização da resina composta para o sucesso das restaurações e a longevidade destas. Caso contrário, inadequada polimerização poderia resultar em propriedades físicas inferiores (LEONARD et al., 2002; MILLS et al., 2002; YOON et al., 2002; ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2003b; PRICE; FELIX; ANDRIOU, 2003; UHL et al., 2004; BENNETT; WATTS, 2004). A combinação de pequenas partículas com diferentes geometrias (micro híbridas) foi importante para aumentar a resistência ao desgaste sem comprometer a porcentagem de ligações duplas de carbono (TURSSI; FERRACANE; VOGEL, 2005). Esta comparação (Tabela 8 e Gráfico 7) leva ao raciocínio que as propriedades físicas dos materiais estão diretamente relacionadas a um maior grau de conversão, porém os

monômeros que estão livres na cadeia polimérica também poderiam apresentar perda de estrutura e diminuir a longevidade do material (YOSHIDA; GREENER; 1994; FERRACANE, 1985). Trabalhos feitos por Conti et al. (2005) em resinas compostas micro híbridas mostraram que se aumentando o tempo de exposição à luz de 10 s para 40 s os valores de conversão permaneceram constantes e independentes da fonte de luz utilizada.

Segundo Sideridou; Tserki e Papanastasiou (2002) as combinações de Bis-GMA/TEGDMA mostraram a taxa máxima do limite de grau de conversão. As duas cores de resina composta selecionadas para este estudo apresentaram as mesmas matrizes, porém pode conter pequenas cargas que fazem com que a luz se disperse, diminuindo a efetividade da luz ativadora. Os pigmentos incorporados às resinas compostas determinam a cor destas e podem influenciar na qualidade de polimerização (RUEGGEBERG; CAUGHAMAN; CURTIS, 1994; MILLS; JANDT; ASHWORTH, 1999).

Outro fator que poderia ser levado em consideração são as partículas inorgânicas, responsáveis pelo “efeito branco”, uma vez irradiado, reflitam a energia fornecida em todas as direções, ou seja, inclusive e principalmente para o interior do corpo-de-prova contribuindo para o aumento da eficiência de todo o processo, o que proporcionaria um aumento no grau de conversão (BENNETT; WATTS, 2004; ATAL; WATTS; ATAL, 2005).

O comportamento das resinas compostas está diretamente relacionado ao modo como estas são polimerizadas. Esta pesquisa foi realizada com dois tipos de fontes de luz, uma lâmpada halógena (500 mW/cm²) e outra à base de LEDs (650 mW/cm²)-Tabela 9 e Gráfico 8. Diversos estudos têm demonstrado que a efetividade de polimerização está relacionada

ao comprimento de onda emitido pela unidade fotopolimerizadora (LEONARD et al., 2002; UHL; SIGUSH; JANDT, 2004; TURSSI; FERRACANE; VOGEL, 2005). Pesquisa anterior (RUEGGEBERG; CRAIG, 1998) mostrou um grau máximo de conversão de 51% analisada através de espectrometria no infravermelho. Nesta pesquisa a intensidade de luz foi um fator importante para se obter um grau de conversão superior a 80%, independente do tempo de exposição à luz .

Os resultados representados na Tabela 10 e ilustrados no Gráfico 9, observou-se que existiu diferença estatística entre os grupos experimentais fotoativados com o sistema LED e lâmpada halógena. Para as duas cores resinas, o uso da lâmpada halógena promoveu uma conversão mássica na faixa de 2 a 3% superior ao sistema à base de LEDs. A resina composta Charisma[®] cor A2 fotoativada com aparelho à base de LEDs apresentou resultados com diferença estatística com uma maior quantidade de monômeros residuais comparada a resina composta cor SL fotoativadas com lâmpada halógena, demonstrando que os valores encontrados para os aparelhos à base de LEDs não foram capazes de excitar os fotoiniciadores presentes na composição da resina composta quanto a fonte de lâmpada halógena. De acordo com a análise estatística é possível afirmar que, nos estudos realizados, a lâmpada halógena se mostrou mais eficiente que o sistema à base de LEDs.

A resina composta Charisma[®] cor SL utilizada neste experimento (como mostra a Tabela 11 e os Gráficos 10 e 11) apresentou uma maior conversão quando comparada com a resina composta Charisma[®] cor A2 nos três tempos de fotoativação. Estudos anteriores demonstraram que aparelhos à base de LEDs de segunda geração utilizados durante um tempo de 40 s apresentaram resultados semelhantes de conversão da resina composta

comparada a lâmpada halógena quando a espessura do incremento foi diminuída de 2,0 para 1,6 mm (PRICE; FELIX; ANDREOU, 2003; EMAMI; SÖDERHOLM, 2005). Neste experimento, a distância de 4 mm da ponta do fotoativador aos corpos-de-prova (2 mm de espessura) apresentou resultados diferentes para as resinas escolhidas composta Charisma[®] A2 e SL e aparelhos de luz, porém nos três tempos de fotoativação o valor médio de grau de conversão permaneceu semelhante.

Esta pesquisa foi importante para estimar qual cor de resina composta ativada por lâmpada halógena e à base de LEDs apresentou melhor resultado. Sendo assim, buscou-se correlacionar dados. Para tanto, foi utilizado, como se pode observar na Tabela 11 a correlação entre as variáveis aparelho fotopolimerizador, cor de resina composta e tempo de fotoativação. A análise estatística evidenciou que apenas dois grupos não apresentavam homogeneidade, portanto foi aplicado o teste de Games Howel.

A correlação entre as variáveis aparelhos de fotoativação, resina composta e tempo (Tabela 11 e Gráficos 10 e 11), indicam que os valores de grau de conversão para o aparelho de lâmpada halógena foram estatisticamente superiores, em comparação com o sistema à base de LEDs, concordando com os trabalhos de Assmussen e Peutzfeldt 2003b; Leonard et al. 2002. A diferença nos valores médios neste estudo foi em torno de 3 % para a resina composta Charisma[®] cor SL com luz halógena, independente do tempo de ativação.

Os aparelhos de luz halógena representam um importante equipamento de fotopolimerização para a odontologia atual. Sabe-se que a grande maioria dos equipamentos de luz halógena utilizados em consultórios odontológicos necessitaria de uma maior manutenção. Um problema apresentado por este tipo de

fonte luminosa é o calor dissipado pela lâmpada devido ao aquecimento necessário do filamento (MM OPTICS, 2003). Estas altas temperaturas alcançadas também podem provocar a rápida degradação do filamento e por conseqüência, uma vida útil menor (LUIZ, 2003).

De acordo com suas características, os LEDs foram classificados em primeira, segunda e terceira gerações, sendo esta uma classificação baseada na intensidade de luz do aparelho, respectivamente: 150 mW/cm², 350 a 500 mW/cm² e acima de 600 mW/cm² (RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CURTIS, 1994; PRICE; FELIX; ANDREOU, 2003). Com uma intensidade de luz acima de 800 mW/cm², surgiu a quarta geração de LEDs. A alta intensidade destes aparelhos está em desenvolvimento junto com a capacidade de ampliar seu espectro de luz, desta maneira abrangendo um maior intervalo de comprimento de onda. A utilização de radiômetros próprios para os equipamentos à base de LEDs deveria fazer parte do equipamento para possibilitar aferições constantes na prática diária do consultório.

Para um melhor desempenho na polimerização dos materiais resinosos, novos aparelhos à base de LEDs foram lançados, com a perspectiva de melhorar a qualidade de polimerização. As indústrias nacionais estão em busca de equipamentos com maior efetividade de polimerização. Os resultados encontrados neste estudo, as fontes de lâmpada halógena representam ainda uma excelente alternativa de fotoativação de resinas compostas.

Sabe-se que os aparelhos de fotoativação à base de LEDs surgiram no mercado odontológico com a proposta de substituir os aparelhos convencionais, com a perspectiva de qualidade de polimerização. Já em 1994, Rueggeberg et al. recomendavam que os aparelhos com intensidade de luz inferior a 233 mW/cm² e um tempo de fotoativação menor que 60 s não deveriam ser utilizados como rotina

clínica. As ligações de carbono que não foram ativadas pela luz do fotoativador e permaneceram livres na cadeia polimérica representam um fator de preocupação. Várias pesquisas estão sendo desenvolvidas para observar a qualidade de polimerização das resinas compostas polimerizadas com aparelhos à base de lâmpada halógena e à base de LEDs (MILLS; JANDT; ASHWORTH, 1999; KURACHI et al., 2000; STAHL et al., 2000; FRENTZEN; FOOL; BRAUN, 2001; LEONARD et al., 2002; MILLS et al. 2002; YOON et al., 2002; PRICE; FELIX; ANDREOU, 2003; UHL; SIGUSH; JANDT, 2004; BENNETT; WATTS, 2004). Porém os testes feitos com relação às propriedades mecânicas mostraram que os aparelhos de lâmpada halógena representam uma importante fonte de luz atualmente (MILLS; JANDT; ASHWORTH, 1999; STAHL et al., 2000; FRENTZEN; FOLL; BRAUN, 2001; UHL; SIGUSH; JANDT, 2004; BENNETT; WATTS, 2004).

Realizando uma análise mais detalhada sobre os resultados obtidos nesta pesquisa, observou-se que as resinas compostas com diferentes cores independem do tipo de fonte de luz, provavelmente pelo tipo e tamanho das partículas inorgânicas (SILVA; MENDES ; FERREIRA, 2004; SIDERODOU; TESRKI; PAPANASTASIOU, 2003). Para aumentar os valores de irradiância das fontes de luz os fabricantes estão diminuindo o tempo de fotoativação e fabricando fontes de luz mais eficientes (KNEŽEVIĆ et al., 2001; EMAMI; SÖDERHOL, 2005). No presente estudo, a interação entre as cores, fontes de luz e tempos de fotoativação promoveu efeitos significativos sobre os valores de grau de conversão. Entre resina e fontes de luz, não existiu diferença entre os três tempos de fotoativação.

Os valores encontrados nos Gráfico 10 e 11 demonstram que a polimerização com aparelho de lâmpada halógena em resina composta

extraclara, como a resina SL utilizada neste experimento. Foi utilizado equipamento de luz halógena para obter uma melhor conversão, contrariando pesquisas realizadas que demonstraram que os sistemas à base de LEDs apresentaram uma rede maior de polímeros comparados a luz halógena (TEDESCO, 2002; QUIROZ, 2004; UHL; et al., 2004; CONTI et al., 2005) com incrementos de resina composta na espessura de 2 mm.

De modo geral, o grau de conversão das resinas compostas pode ser influenciado por diversos fatores. Nesta pesquisa, a cor da resina composta SL estudada influenciou nos resultados e deve ser considerado na prática clínica. Os valores obtidos expressos em porcentagem de conversão do monômero, juntamente com as pesquisas de eficiência dos aparelhos fotopolimerizadores oferece à odontologia a oportunidade de se pesquisar futuramente qual o efeito que clinicamente os monômeros residuais poderiam apresentar ao dente.

É importante ressaltar que as fontes de luz à base de LEDs, atualmente representam uma nova tecnologia, porém para serem adotadas em consultórios odontológicos deveriam ser mais pesquisados pelas indústrias antes de serem incorporadas à prática clínica. A utilização de resina composta extraclara como a resina composta Charisma[®] cor SL apresenta uma opção para restaurações diretas, e portanto não necessitam de maiores cuidados desde que se utilizem equipamentos de lâmpada halógena e aferidos constantemente para oferecer uma adequada polimerização das resinas compostas.

7 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos nas condições estabelecidas na metodologia empregada, pôde-se concluir que:

a) a resina composta Charisma[®] apresentou duplas ligações de carbono que não formaram a cadeia polimérica quando analisadas por espectrometria no infravermelho;

b) a resina composta Charisma[®] cor SL apresentou um maior grau de conversão do que a resina composta Charisma[®] cor A2;

c) os três tempos de fotoativação não influenciaram no grau de conversão de monômeros residuais na resina composta Charisma[®] fotoativada com o aparelho de lâmpada halógena e à base de LEDs;

d) a resina composta Charisma[®] cor SL apresentou um maior grau de conversão quando fotoativada com o aparelho de lâmpada halógena e sistema à base de LEDs nos três tempos de fotoativação.

REFERÊNCIAS

ALLINGER, N. L. **Química orgânica**. Rio de Janeiro : Guanabara Dois, 1978.

ASMUSSEN E.; PEUTZFELDT A. Two-step curing: influence on conversion and softening of a dental polymer. **Dent Mater**; v. 19, n. 6, p. 466-70, sep. 2003a.

ASMUSSEN E.; PEUTZFELDT A. Influence of specimen diameter on the relationship between subsurface depth and hardness of a light-cured resin composite. **Eur J Oral Sci**, v.11, p. 543-546, jul. 2003b

ASMUSSEN E.; PEUTZFELDT A. Light-emitting diode curing: influence on select properties of resin composites **Dent Mater**, v. 43, n.1, p.71-75, aug. 2003c.

ATAL, M.; WATTS, D .C.; ATAL, Z. Sinkage strain-rates of dental resin-monomer and composite systems. **Biomaterials**, v 6, p. 5015-5020, jan. 2005.

BAGIS, Y. H.; RUEGGEBERG, F. R. Effect of post-cured temperature and heat duration on monomer conversion of photo activated dental resin composite. **Dent Mater**, v. 13, p. 228-232, jul. 1997.

BENNETT, A. W.; WATTS, D. C. Performance of two blue light-emitting-diode dental light curing units with distance and irradiation-time. **Dent Mater**, v.20, p.72-79, april 2004.

CAVALHEIROS, F. C.; Relationship between contraction stress and degree of conversion in restorative composites. **Dent Mater**, v. 20, p. 936-946, march. 2004.

CONTI, C. et al. Spectroscopic and mechanical properties of dental resin composites cured with different light sources. **J Mol Struc**, v. 744, p. 641-646, 2005.

CREWS, P.; RODRÍGUES, J., JASPARS, M. **Organic Struture Analysis**,New York: Oxford University Press, 1998.

EMAMI, N.; SÖDERHOL, K. M. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. **Eur J Oral Sci**, v. 111, p. 536-542, jul 2003.

EMAMI N.; SÖDERHOL, K. M. Influence of light-curing procedures and photo-initiator/ co-initiator composition on the degree of conversion of light resins. **J Mat Sci**, v. 16, p. 47-52, 2005.

FERRACANE, J. L. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. **Dent Mater**, v.1 n.1, p.11-14, 1985.

FERRACANE, J. L.; GREENER. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. **J Bio Mat Res**, v. 20, p.121-131, 1986.

FERRACANE ,J. L.; GREENER. Fourier transform Infrared Analysis of Degree of Polymerization in Unfilled Resins-Methods Comparison. **Dent Res**, v. 63, n. 7, p.1093-1095, jul 1984.

FERRACANE, J. L.; FERRACANE, L.L.; MUSANJE, L. Effect of light activation on flexural properties of dental composite **Am J Dent**, v. 16, n.5, p. 318-322, 2003.

FERRACANE, J. L.; et al. Wear and Marginal Breakdown of composites with various degree of cure. **J Dent Res**, v. 76, n. 8, p.1508-1516, august 1997.

FRANCO, E. B.; LOPES, L. G. Conceitos atuais na polimerização de sistemas restauradores resinosos **Rev Biodonto** v.1, n. 2, p. 9-61, 2003.

FRENTZEN, M.; FOLL V.; BRAUN, A. Photopolymerization of composite resin using LED technology. **J Oral Laser Applications**, v. 1, n. 3, p. 189-194, oct. 2001.

HERAEUS KULZER. Charisma®: Scientific documentation. [s.l.]. 2002. 46 p.

IMAZATO, S. et al. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. **Dent Mat** v.17 n.2, p. 178-183, march 2001.

KORAN, P.; KÜRSCHNER, R. Effect of sequential versus continuous of irradiation of a light-cured resin composite on shrinkage, viscosity, adhesion, and degree of polymerization. **Am J Dent**, v. 11, n.1, p.17-22, feb. 1998.

KURACHI, C. et al. Hardness evolution of dental composite polymerized with experimental LED-based devices **Dent Mater**, v.14, n.5, p. 286-295, 2000.

KNEŽEVIC', A. et al. Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. **J Rehabilitation**, v. 28, p. 586-591, 2001.

KNOBLOCH, L. A. et al. Two-body wear resistance and degree conversion of laboratory-processed composite materials. **The International J Prosth**, v.12, n. 5, nov. 1999.

LEONARD, D. L. et al. Polimerazation efficiency of LED curing lights. **J Esthet Restor Dent**, v.14, p. 286-295, 2002.

LOWELL, L. G. et al. The effect of cure on the rate mechanical properties of dental resins. **Dent Mater**, n.17, p. 504-511, 2001.

LUIZ, K. M. B.; SOLDI, V.; PIRES, A. T. N. Caracterização, grau de cura e microdureza de material restaurador odontológico fotopolimerizável submetido a diferentes condições no processo de reticulação. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 7., 2003, Águas de Lindóia. **Anais...** Águas de Lindóia, 2003, p. 242-243.

MILLS, R. W.; JANDT K.D.; ASHWORTH S. H. Dental composite depth of cure with halogen and blue light emitting diode technology. **British Dent J** v.186, n.8, p. 388-391, apr. 1999.

MILLS, R. W.; et al. High power light emitting diode (LED) arrays versus halogen light polymerization of oral biomaterials: Barcol hardness, compressive strength and radiometric properties. **Biomater**, v.23, p. 2955-2963, jan 2002.

MM OPTCS LTDA- Ampliando conhecimento -www.mmo.com.br (julho 2003).

MUSANJE, L.; FERRACANE, J. L. Effects of resin formulation and nanofiller surface treatment on the properties of experimental hybrid resin composite. **Biomater**, v. 25, p. 4065-4071, nov. 2004.

MORGAN, D. R. et al. Analysis of a dimethacrylate copolymer (Bis-GMA and TEGDMA) network by DSC and solution and solid-state NMR spectroscopy. **Biomater**, v. 21, p. 1897-1903, jan 2000.

NITTA, K. Effect of light guide tip diameter of LED-light curing unit on polymerization of light-cured composites, **Dent Mater**, v.21, p.217-223, 2005.

NOMOTO, R.; UCHIDA, K.; HIRASAWA, T. Effect of light of polymerization of light-cured composite resins. **Dent Mater J**, v.13, n 2, p. 198-205, 1994.

NOMOTO, R. Effect of light walenth on polymerization of light-cured resins. **Dent Mat J**, v.16, n.1, p.60-73, 1997.

NORTHELFER, W. **Scientific Documentation**. Munich: Heraeus Kulzer , 2002.

OBICI, A. C. **Avaliação de propriedades físicas e mecânicas de compósitos restauradores odontológicos fotoativados por diferentes métodos**. 2002, 100f. Tese (Doutorado em Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia, Unicamp, Piracicaba , 2003.

PARK, S. H.; LEE, C. S. The difference in degree of conversion between light-cured and additional heat-cured composites. **Oper Dent**, v. 21, p. 213-217, 1996.

PEREIRA,S.K. et al. Intensidade de luz e profundidade de polimeização de aparelhos fotopolimerizadores. **Revista da Associação Paulista de cirurgiões dentistas**, v.51, n. 3, p.257-260, maio/jun. 1997.

PEUTZFELDT, A.; ASMUSSEN, E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. **J Dent**, v. 28, n. 6, p. 447-52, aug 2000.

PIRES, J. A. F. et al. Effects of curing tip distance intensity and composite resin microhardness. **Quintessence International**, v. 24, n.7, p. 517-21, 1993.

PRICE, R. B. T.; FELIX, C. A.; ANDREOU, P. Evaluation of a second-generation LED curing light, **J Can Dent Assoc**, v. 69, n.10 p.666, 2003.

QUIROZ, A. M. S. **Avaliação da conversão da resina composta polimerizada com luz halógena e LED com Espectrometria do infravermelho**. 2004 100f.

Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) - Faculdade Estadual Paulista "Júlio Mesquita Filho", Araraquara, 2004.

RAHIOTIS, C. et al. Curing efficiency of various types of light-curing. **Eur J Oral Sci**, v. 112, p. 89-94, sep 2004.

RUEGGERBERG, F.A.; CRAIG, R. G . Correlation of parameters used to estimative monomer conversion in a light-cured composite. **J Dent Res**, v. 67, n. 6, p. 932-937, june. 1988.

RUEGGERBERG, F. A.; CAUGHMAN, W .F.; CHAN, D. C.N. Novel approach to measure composite conversion kinetics during exposure or continuous light-curing **J Esthet Dent**, v. 11, n. 4 ,1999

RUEGGERBERG, F. A.; CAUGHMAN, W. F.; CURTIS JR., J.W. Effect of light intensity and exposure on cure of resin composite. **Oper Dent**, v.19, p . 26-32 ,1994.

RUEGGERBERG, F. A.; et al. A predictive model for the polymerization of photo-activated resin composites **Int J Prosthodont**, v. 7, p. 159-166, 1994.

SAKAGUCHI, R. L.; BERGE, H. X. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaing degree of conversion in composites. **J Dent**, v. 26, p. 695-700, 1998.

SIDERIDOU, I., TSERKI V, PAPANASTASIOU, G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials**, v. 24, p. 655-665, 2003

SIDERIDOU, I., TSERKI, V; PAPANASTASIOU, G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials**, v. 23, p.1819-1829, 2002.

SILVA, F. F.; MENDES, L.C.; FERREIRA, M Avaliação do grau de conversão dos compósitos dentais utilizando espectrometria de infravermelho. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 7., 2003, Águas de Lindóia. **Anais...** Águas de Lindóia, 2003, p.434-435.

SILVERSTEIN, R. M.; WERSTER, F. X. Espectrometria no ultravioleta e infravermelho. In:____. **Identificação espectrometrica de compostos**

orgânicos. 6. ed. Rio de Janeiro: Livro Técnico e Científico Editora, 2000, p. 67-135.

SOH, M. S.; YAP A. U. J.; SLOW, K. S. The effectiveness of cure of LED and halogen curing lights at varying cavity depths. **Oper Dent**, v. 28, n. 6 p. 707-715, 2003.

STAHL, F. et al. Light-emitting diode (LED) polymerization of dental composites: flexural properties and polymerization potential. **Biomater**, v.21, p.1379-1385, jan 2000.

STANSBURG, J. Curing dental resins composites by photopolymerization. **J Esthet Dent**, v.12, p. 300-308, 2000.

TARUMI, H., et al. Post-irradiation polymerization of composites containing Bis-GMA and TEGDMA. **Dental Materials**, v. 15, p. 238-242, march. 1999.

TEDESCO. A. D. **Avaliação do grau de conversão monomérica de compósitos de alta densidade em diferentes profundidades por espectroscopia no infravermelho**. 2002, 100 f. Dissertação (Mestrado de Dentística) – Faculdade de Odontologia, Universidade do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2002.

TURSSI, C. P.; FERRACANE, J. L.; VOGEL, K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. **Biomater**, v. 26, p. 4932-4937, jan. 2005.

UHL, A.; SIGUSH, B .W.; JANDT, K.D. Second generation LEDs for the polymerization of oral biomaterials. **Dent Mater**, v. 20, p. 80-87, 2004.

UHL, A. et al. The influence of storage and indenter load on the Knoop hardness of dental composites polymerized with LED and halogen technologies. **Dent Mater**, v. 20, p. 21-28, 2004.

VANDEWALLE, K.S. et al. Thermal emission and curing efficiency of LED and halogen curing lights. **Oper Dent** , v.30, n. 2, p. 257-264, 2005.

WITZEL, M. F. et al. Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in ethanol and contraction stress of resin-based materials. **J Dent**, v.1, n. 7, p. 1-7. feb. 2005.

YAP, A.; LEE, H. K.; SABAPATHY, R. Release of methacrylic acid from dental composites. **Dent Mater**, v.16, p.172-179, 2000.

YAP, A; SENEVIRATNE, C; Influence of light energy density on effectiveness of composite cure. **Oper Dent**, v.26, p.460-466, 2001

YOON, T. H. et al. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. **J Oral Rehabilitation**, v. 29, p. 1165-1173, 2002.

YOSHIDA, K.; GREENER, H. Effect of photoinitiator on degree of conversion of unfilled light-cured resin. **J Dent**, v. 22, p. 296-299, 1994.

APÊNDICE A - Análise descritiva do grau de conversão segundo resina composta e tempo de fotoativação

COMPARAÇÃO MÚLTIPLA
 PORCENTAGEM DE GRAU DE CONVERSÃO
 Games-Howell

A2 10 seg.	A2 20 seg.	-2,1225	1,385695	0,64717	-6,32358	2,078578
	A2 40 seg.	-2,876	1,293585	0,25431	-6,78436	1,032359
	SL 10 seg.	-10,8975	0,857008	0	-13,4936	-8,30142
	SL 20 seg.	-11,2775	1,125112	0	-14,6577	-7,89728
	SL 40 seg.	-11,8105	0,973885	0	-14,7339	-8,88706
A2 20 seg.	A2 10 seg.	2,1225	1,385695	0,64717	-2,07858	6,323578
	A2 40 seg.	-0,7535	1,593937	0,99683	-5,53757	4,03057
	SL 10 seg.	-8,775	1,265597	0	-12,681	-4,86904
	SL 20 seg.	-9,155	1,460531	0,00001	-13,5579	-4,75213
	SL 40 seg.	-9,688	1,347489	0	-13,7907	-5,5853
A2 40 seg.	A2 10 seg.	2,876	1,293585	0,25431	-1,03236	6,784359
	A2 20 seg.	0,7535	1,593937	0,99683	-4,03057	5,53757
	SL 10 seg.	-8,0215	1,164022	0	-11,6014	-4,44164
	SL 20 seg.	-8,4015	1,373449	0,00001	-12,5317	-4,27127
	SL 40 seg.	-8,9345	1,252572	0	-12,7338	-5,13515
SL 10 seg.	A2 10 seg.	10,8975	0,857008	0	8,301423	13,49358
	A2 20 seg.	8,775	1,265597	0	4,869036	12,68096
	A2 40 seg.	8,0215	1,164022	0	4,441637	11,60136
	SL 20 seg.	-0,38	0,973377	0,9987	-3,34797	2,587972
	SL 40 seg.	-0,913	0,79375	0,85664	-3,30845	1,482447
SL 20 seg.	A2 10 seg.	11,2775	1,125112	0	7,897276	14,65772
	A2 20 seg.	9,155	1,460531	0,00001	4,752131	13,55787
	A2 40 seg.	8,4015	1,373449	0,00001	4,271274	12,53173
	SL 10 seg.	0,38	0,973377	0,9987	-2,58797	3,347972
	SL 40 seg.	-0,533	1,077707	0,99606	-3,77857	2,71257
SL 40 seg.	A2 10 seg.	11,8105	0,973885	0	8,887058	14,73394
	A2 20 seg.	9,688	1,347489	0	5,585299	13,7907
	A2 40 seg.	8,9345	1,252572	0	5,135153	12,73385
	SL 10 seg.	0,913	0,79375	0,85664	-1,48245	3,308447
	SL 20 seg.	0,533	1,077707	0,99606	-2,71257	3,77857

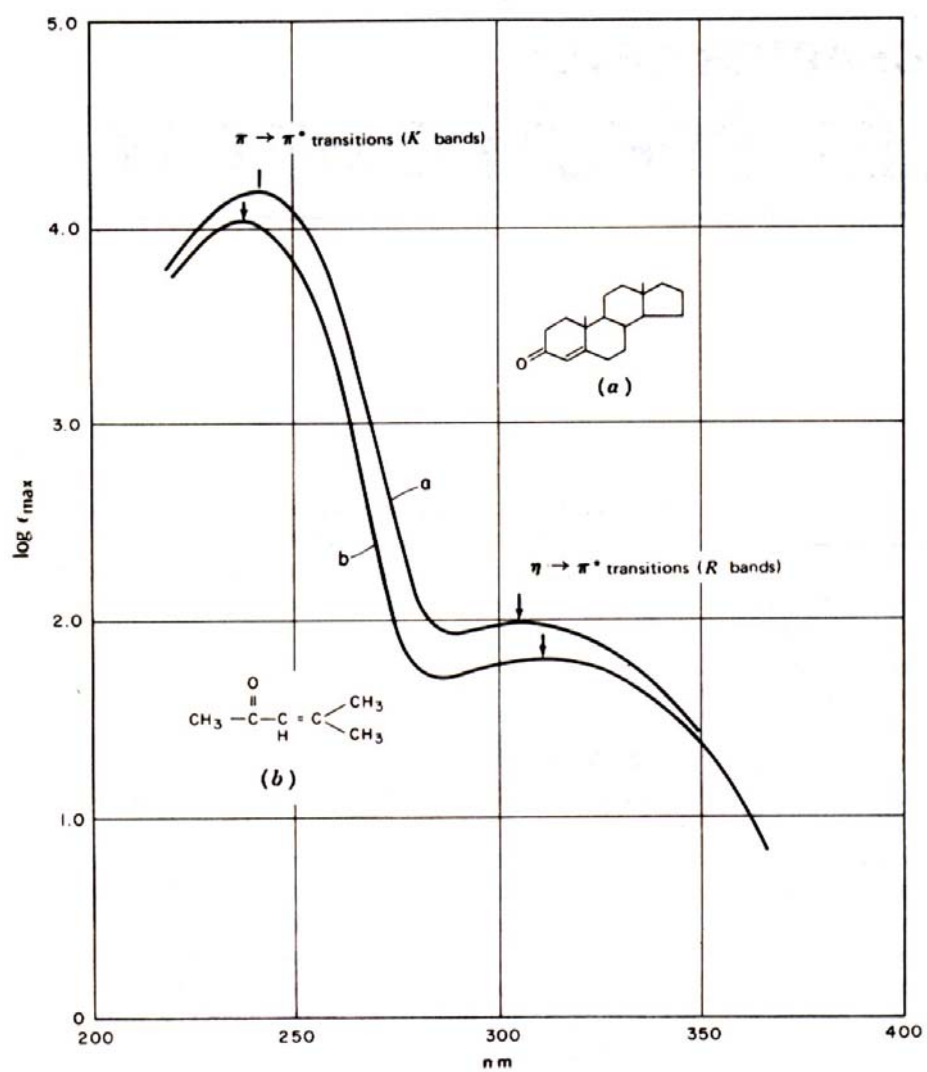
APÊNDICE B – Análise descritiva do grau de conversão segundo resina composta e aparelhos de fotoativação

COMPARAÇÃO MÚLTIPLA
 PORCENTAGEM GRAU DE CONVERSÃO
 Games-Howell

RESINA		DESVIO		INTERVALO DE CONFIANÇA		
A2 Halógei	A2 Halógei	-2,761	2,12622	0,96384	-11,2054	5,683421
	A2 Halógei	-2,905	1,92193	0,91227	-10,4527	4,642737
	A2 LED 10	2,439	1,375592	0,81112	-2,74521	7,623206
	A2 LED 20	0,955	1,382687	0,99983	-4,25888	6,168882
	A2 LED 40	-0,408	1,455192	1	-5,92792	5,111918
	SL Halógei	-10,734	1,096782	0	-14,8229	-6,64509
	SL Halógei	-10,25	1,890707	0,00427	-17,6608	-2,83921
	SL Halógei	-11,98	1,31494	0	-16,9129	-7,04706
	SL LED 10	-8,622	0,861865	0,00002	-12,0849	-5,15912
	SL LED 20	-9,866	0,9243	0	-13,439	-6,29302
	SL LED 40	-9,202	0,969152	0	-12,8861	-5,51789
A2 Halógei	A2 Halógei	2,761	2,12622	0,96384	-5,68342	11,20542
	A2 Halógei	-0,144	2,626672	1	-9,9436	9,655605
	A2 LED 10	5,2	2,25784	0,51381	-3,49986	13,89986
	A2 LED 20	3,716	2,26217	0,86704	-4,99391	12,42591
	A2 LED 40	2,353	2,3072	0,99433	-6,46669	11,17269
	SL Halógei	-7,973	2,099647	0,06861	-16,3798	0,433772
	SL Halógei	-7,489	2,603913	0,22944	-17,2101	2,232073
	SL Halógei	-9,219	2,221409	0,03156	-17,838	-0,59996
	SL LED 10	-5,861	1,987058	0,25586	-14,1779	2,455899
	SL LED 20	-7,105	2,014924	0,11631	-15,4322	1,222225
	SL LED 40	-6,441	2,035889	0,18608	-14,7816	1,899553
A2 Halógei	A2 Halógei	2,905	1,92193	0,91227	-4,64274	10,45274
	A2 Halógei	0,144	2,626672	1	-9,6556	9,943605
	A2 LED 10	5,344	2,066603	0,3617	-2,52979	13,21779
	A2 LED 20	3,86	2,071332	0,7638	-4,02632	11,74632
	A2 LED 40	2,497	2,120419	0,98361	-5,52499	10,51899
	SL Halógei	-7,829	1,892491	0,03786	-15,3269	-0,33112
	SL Halógei	-7,345	2,439952	0,18323	-16,4316	1,741641
	SL Halógei	-9,075	2,026736	0,01589	-16,8474	-1,30262
	SL LED 10	-5,717	1,76675	0,17672	-13,0914	1,657418
	SL LED 20	-6,961	1,798033	0,07012	-14,3503	0,428309

SL LED 10 A2 Halógei	8,622	0,861865	0,00002	5,159115	12,08488
A2 Halógei	5,861	1,987058	0,25586	-2,4559	14,1779
A2 Halógei	5,717	1,76675	0,17672	-1,65742	13,09142
A2 LED 10	11,061	1,148844	0,00007	6,347405	15,77459
A2 LED 20	9,577	1,157329	0,00026	4,826607	14,32739
A2 LED 40	8,214	1,243049	0,00185	3,092373	13,33563
SL Halógei	-2,112	0,794052	0,34479	-5,27761	1,053608
SL Halógei	-1,628	1,732733	0,99598	-8,85668	5,600682
SL Halógei	-3,358	1,07548	0,19565	-7,75302	1,03702
SL LED 20	-1,244	0,53096	0,48851	-3,26141	0,773408
SL LED 40	-0,58	0,605677	0,99645	-2,92003	1,760029
SL LED 20 A2 Halógei	9,866	0,9243	0	6,293017	13,43898
A2 Halógei	7,105	2,014924	0,11631	-1,22222	15,43222
A2 Halógei	6,961	1,798033	0,07012	-0,42831	14,35031
A2 LED 10	12,305	1,196395	0,00001	7,539471	17,07053
A2 LED 20	10,821	1,204546	0,00005	6,01971	15,62229
A2 LED 40	9,458	1,287125	0,00043	4,294623	14,62138
SL Halógei	-0,868	0,861416	0,99481	-4,16805	2,432047
SL Halógei	-0,384	1,764619	1	-7,62849	6,860485
SL Halógei	-2,114	1,126133	0,75371	-6,57113	2,343129
SL LED 10	1,244	0,53096	0,48851	-0,77341	3,261408
SL LED 40	0,664	0,691638	0,99683	-1,92207	3,250068
SL LED 40 A2 Halógei	9,202	0,969152	0	5,51789	12,88611
A2 Halógei	6,441	2,035889	0,18608	-1,89955	14,78155
A2 Halógei	6,297	1,821496	0,12122	-1,111	13,705
A2 LED 10	11,641	1,231376	0,00002	6,817292	16,46471
A2 LED 20	10,157	1,239296	0,00008	5,298562	15,01544
A2 LED 40	8,794	1,319703	0,00075	3,582731	14,00527
SL Halógei	-1,532	0,909375	0,85196	-4,96299	1,89899
SL Halógei	-1,048	1,788521	0,99995	-8,31223	6,216228
SL Halógei	-2,778	1,163229	0,46911	-7,30324	1,747242
SL LED 10	0,58	0,605677	0,99645	-1,76003	2,920029
SL LED 20	-0,664	0,691638	0,99683	-3,25007	1,922068

APÊNDICE C – Gráfico do espectro no ultravioleta-visível



APÊNDICE D – Comportamento de uma reta na espectrometria no ultravioleta-visível

