

**PATRÍCIA VALENTE ARAÚJO**

**AVALIAÇÃO DO PADRÃO DE EMISSÃO DE  
LUZ DE APARELHOS  
FOTOPOLIMERIZADORES E SUA  
INFLUÊNCIA NA CONVERSÃO DE UMA  
RESINA COMPOSTA**

**BELO HORIZONTE  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
2004**

**PATRÍCIA VALENTE ARAÚJO**

**AVALIAÇÃO DO PADRÃO DE EMISSÃO DE LUZ DE APARELHOS  
FOTOPOLIMERIZADORES E SUA INFLUÊNCIA NA CONVERSÃO  
DE UMA RESINA COMPOSTA**

Dissertação apresentada ao Colegiado de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Minas Gerais como pré-requisito para obtenção de título de Mestre em Odontologia.

Área de concentração: Dentística

Orientador: Prof. Dr. Luiz Thadeu de Abreu Poletto

Co-orientador: Prof. Dr. Marcos Pinotti Barbosa

**Belo Horizonte**

**Faculdade de Odontologia da UFMG**

**2004**

“Feliz do homem que encontrou a sabedoria,  
Quem a ela se apega é um homem feliz.  
Foi pela sabedoria que o Senhor criou a terra,  
Foi com inteligência que Ele formou os céus.”

**Prov 3, 13-18-19**

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha mãe, exemplo de luta e força de vontade. Só tenho a agradecer todo o carinho e amor com que sempre me acompanhou e me incentivou.

Ao meu pai, meus irmãos, Titi e Felipe, ao Cristovam, ao Matheus e aos meus familiares, em especial à Vó Olga e ao Vô Edson. Amo todos vocês!!!

## **AGRADECIMENTO ESPECIAL**

Ao **Prof. Dr. Luiz Thadeu de Abreu Poletto**, obrigado pela confiança, pela amizade e pelo constante incentivo. Obrigado por sempre me fazer refletir, ao invés de repetir.

## AGRADECIMENTOS

Ao **Prof. Dr. Marcos Pinotti Barbosa**, meu co-orientador, pela paciência e pela amizade.

Ao **Prof. Dr. Lincoln Dias Lanza** e ao **Prof. Dr. Rodrigo de Castro Albuquerque**, pelo agradável convívio, sempre dispostos a ensinar. Obrigado pelo apoio e pelo exemplo a ser seguido.

À **Prof<sup>a</sup>. Dra. Glaura Goulart Silva**, por ter permitido a utilização do Laboratório de Materiais do Departamento de Química do ICEX/UFMG. Agradeço pela confiança e pelo carinho com que me recebeu.

Ao **Prof. Dr. Luis Alberto Curi**, do Departamento de Física do ICEX/UFMG, pela presteza e disposição.

Ao **Bruno**, pela colaboração.

À **Ju** e aos meus colegas de mestrado, **Jorge, Tite e Mauro**, pela ótima convivência e pelo companheirismo.

Aos funcionários da FO-UFMG, especialmente à **Gyo**.

Ao **Colegiado de Pós-Graduação** da FO-UFMG pelo apoio.

A todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

À **Deus**, por ter me permitido realizar mais este sonho.

## SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS	8
LISTA DE QUADROS	9
LISTA DE GRÁFICOS	10
LISTA DE FIGURAS	11
LISTA DE ABREVIATURAS	12
RESUMO	14
1. INTRODUÇÃO	15
2. REVISÃO DE LITERATURA	18
3. PROPOSIÇÃO	35
4. MATERIAL E MÉTODOS	36
4.1 Padrão de emissão de luz dos aparelhos	38
4.2 Medida da conversão de uma resina composta	41
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	51
6. CONCLUSÕES	69
ABSTRACT	71
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	72
8. ANEXO A	76
9. ANEXO B	79

## **LISTA DE TABELAS:**

1- Intensidade de luz média dos aparelhos fotopolimerizadores (mW) \_\_\_\_\_58



## **LISTA DE QUADROS:**

1- Dados dos aparelhos utilizados no experimento \_\_\_\_\_36

## LISTA DE GRÁFICOS:

- 1- Espectro de emissão da lâmpada dos aparelhos \_\_\_\_\_39
- 2- Resultado de uma medida pela DSC \_\_\_\_\_45
- 3- Espectro de emissão dos aparelhos comparados à janela de absorção da canforoquinona \_\_\_\_\_57
- 4- Média do calor de polimerização em função da profundidade (20 s) \_\_\_\_\_61
- 5- Média do calor de polimerização em função da profundidade (40 s) \_\_\_\_\_62
- 6- Efeito da variação do tempo de exposição na profundidade de polimerização utilizando o aparelho convencional \_\_\_\_\_63
- 7- Efeito da variação do tempo de exposição na profundidade de polimerização utilizando o LED com ponta acrílica \_\_\_\_\_64
- 8- Efeito da variação do tempo de exposição na profundidade de polimerização utilizando o LED com ponta de fibra óptica \_\_\_\_\_65

## LISTA DE FIGURAS:

1– Aparelhos fotopolimerizadores utilizados no estudo _____	37
2– Espectrômetro medindo espectro de emissão da lâmpada do HAL _____	38
3– Medidor de potência digital, medindo a potência do HAL _____	40
4– MDSC 2920 da TA Instruments® _____	42
5– (A) Forno e (B) plataformas do equipamento _____	42
6– Balança analítica Sartorius BP 210®, prensa e cadinho de alumínio _____	44
7– (A) Base da matriz; (B) Pino guia, matriz intermediária e tarugo _____	46
8– Matriz intermediária adaptada na base da matriz _____	47
9– Tampa da matriz _____	48
10– Ponta do fotopolimerizador adaptada na matriz _____	48
11– Condensador de Ward nº2 e inserção da resina na matriz _____	49
12– Amostras obtidas após abertura da matriz _____	50
13- Esquema da reação de polimerização por adição (estágio da indução) das resinas compostas _____	55

## LISTA DE ABREVIATURAS

<b>Bis-GMA</b>	bisfenolglicidilmetacrilato
<b>cal g<sup>-1</sup></b>	caloria por grama
<b>cm</b>	centímetro
<b>CQ</b>	canforoquinona
<b>°C</b>	graus Celsius
<b>°C/min</b>	graus Celsius por minuto
<b>DC</b>	grau de conversão
<b>DMAEMA</b>	dimetilaminoetilmetacrilato
<b>DSC</b>	calorimetria diferencial a varredura
<b>DTA</b>	análise térmica diferencial
<b><math>\Delta H_{\text{calc}}</math></b>	calor de polimerização calculado
<b><math>\Delta H_{\text{obs}}</math></b>	calor de polimerização observado
<b><math>\Delta H_p</math></b>	calor molar de polimerização
<b>FTIR</b>	espectroscopia de infravermelho transformada de Fourier
<b>g</b>	grama
<b>h</b>	hora
<b>HAL</b>	fotopolimerizador convencional de lâmpada halógena
<b>kcal/mol</b>	kilocaloria por mol
<b>kJ/mol</b>	kiloJoule por mol
<b>LMA</b>	laurilmetacrilato

<b>LED</b>	diódo emissor de luz
<b>LED A</b>	fotopolimerizador LED com ponta acrílica
<b>LED F</b>	fotopolimerizador LED com ponta de fibra óptica
<b>mg</b>	miligrama
<b>min</b>	minuto
<b>mJ/mg</b>	miliJoule por miligrama
<b>mm</b>	milímetro
<b>mW</b>	miliwatts
<b>mWcm<sup>-2</sup></b>	miliwatts por centímetro quadrado
<b>µm</b>	micrômetro
<b>nm</b>	nanômetro
<b>Pa</b>	pascal
<b>PC</b>	conversão de polimerização
<b>PDB</b>	percentual de duplas ligações pendentes
<b>s</b>	segundo
<b>TEGDMA</b>	trietilenoglicolmetacrilato
<b>UDMA</b>	uretanodimetacrilato

## **RESUMO:**

Este estudo se propôs a 1) determinar o padrão de emissão de luz de dois aparelhos fotopolimerizadores, um convencional (HAL) e um LED; 2) comparar a emissão de luz do aparelho LED utilizando duas pontas condutoras distintas, a ponta acrílica disponibilizada pelo fabricante (LED A) e uma ponta de fibra óptica adaptada do aparelho convencional (LED F) e 3) avaliar a influência do padrão de emissão de luz destes aparelhos na quantidade de monômero não reagido de uma resina composta, através da calorimetria diferencial a varredura (DSC). Determinou-se o espectro de emissão e a potência de cada aparelho. A seguir, espécimes de resina composta (Charisma<sup>®</sup>) foram fotopolimerizadas por 20 e 40s, em incremento único. Cada corpo de prova proporcionou três amostras representando cada um dos 3mm de sua profundidade. As amostras foram imediatamente submetidas à medida pela DSC. Os resultados obtidos mostraram que os LEDs apresentam uma densidade de potência menor que o aparelho convencional, mas o espectro de emissão destes aparelhos é semelhante ao espectro de absorção da canforoquinona. A mudança na ponta do aparelho LED melhorou a condução de luz e o LED F obteve resultados semelhantes ao aparelho convencional com 20s de exposição. O aumento do tempo de exposição não afetou os resultados para HAL e LED F e melhorou a polimerização para LED A, que necessitou de um tempo maior de exposição para conseguir a mesma conversão dos outros aparelhos. A eficácia de polimerização diminuiu com o aumento da profundidade, independente do aparelho avaliado.

# 1 INTRODUÇÃO

Por mais de vinte anos as unidades fotoativadoras à base de lâmpada halógena têm sido utilizadas na Odontologia para polimerização de resinas compostas (STAHL et al, 2000). Este aparelho compõe-se de uma lâmpada de filamento de tungstênio (bulbo e refletor), filtro, sistema de refrigeração e fibras ópticas para condução da luz. A lâmpada halógena produz luz por incandescência, onde o filamento de tungstênio é aquecido e causa a excitação de átomos, produzindo uma luz com energia dentro de uma larga faixa de comprimento de onda, entre 400 e 500nm. Filtros são, portanto, necessários para restringir a luz emitida para a região azul do espectro, que é a região de interesse na fotopolimerização (YOON et al, 2002). O bulbo da lâmpada tem uma vida útil média de aproximadamente cem horas. O bulbo, o refletor e o filtro sofrem degradação com o tempo, devido à produção de calor durante os ciclos de utilização. Como consequência, observa-se uma redução na efetividade da polimerização com o tempo de uso do aparelho, afetando negativamente as propriedades físicas da resina composta polimerizada (MILLS et al, 2002).

Recentemente, a utilização de outras fontes de luz vem sendo estudada, na tentativa de eliminar as principais desvantagens da luz halógena convencionalmente empregada. MILLS, em 1995, propôs a utilização de aparelhos baseados em diodos emissores de luz (LED) para fotopolimerização de materiais resinosos. Ao contrário da lâmpada halógena, o LED não produz luz visível por

aquecimento de filamentos metálicos, mas pelas características próprias de um semicondutor. O LED se constitui na combinação de dois diferentes semicondutores, um tipo n, que tem excesso de elétrons, e outro tipo p, que tem falta de elétrons, mas rico em lacunas ou “buracos receptores” de elétrons. Quando uma tensão é aplicada entre estes dois semicondutores, haverá a passagem de elétrons na junção pn, resultando em um fluxo de elétrons e buracos. Toda essa movimentação gera fótons em uma faixa estreita de comprimento de onda, próxima de 470nm (FRANCO e LOPES, 2003).

De acordo com ASMUSSEN e PEUTZFELDT (2002), o espectro de emissão dos LEDs é bem reduzido em comparação ao espectro obtido com lâmpadas halógenas. Como consequência, a intensidade de luz desses aparelhos deve ser bem menor. Entretanto, o espectro de emissão do LED tem quase a mesma forma e posição do espectro de absorção da canforoquinona (CQ), o fotoiniciador presente na maioria das resinas compostas. Por causa do alto grau de sobreposição do espectro de emissão do LED e do espectro de absorção da CQ a capacidade de ação de um LED pode ser maior, apesar da menor intensidade de luz.

Dentre as vantagens descritas para os LEDs, podemos citar a longa vida útil, de aproximadamente 10.000 horas (MILLS, JANDT e ASHWORTH, 2002) e a não deterioração do equipamento em função do uso, pois a emissão de calor é baixíssima, o que elimina a necessidade de um sistema de ventilação e previne danos pulpares. Além disso, o espectro de emissão em banda estreita elimina a necessidade de filtros e estes aparelhos apresentam baixo consumo de energia.



Uma adequada polimerização é um fator de crucial importância na obtenção de propriedades físicas ótimas e desempenho clínico satisfatório das resinas compostas. Três fatores essenciais são necessários para uma correta polimerização: intensidade de luz suficiente, comprimento de onda correto da luz visível e tempo de cura (KNEZEVIC et al, 2001).

Questionamentos quanto às propriedades físicas obtidas na fotopolimerização com lâmpadas diodo têm sido feitos por STAHL et al (2000), ASMUSSEN e PEUTZFELDT (2002), MILLS et al (2002), FRANCO e LOPES (2003).

Diante do exposto, este estudo se propôs a 1) determinar o padrão de emissão de luz de dois aparelhos fotopolimerizadores, um convencional e um LED; 2) comparar a emissão de luz do aparelho LED utilizando duas pontas condutoras distintas, a ponta acrílica disponibilizada pelo fabricante e uma ponta de fibra óptica adaptada do aparelho convencional e 3) avaliar a influência do padrão de emissão de luz destes aparelhos na quantidade de monômero não reagido de uma resina composta (Charisma<sup>®</sup>), através da calorimetria diferencial a varredura (DSC).

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

ANTONUCCI E TOTH (1983), avaliaram a possibilidade de se utilizar o método da calorimetria diferencial a varredura (DSC) para determinar a extensão da polimerização pelo monitoramento da entalpia, ou calor de reação, medida durante a polimerização de vários sistemas monoméricos experimentais quimicamente ativados. As amostras eram colocadas em um cadinho de alumínio e posicionadas na plataforma de aquecimento do equipamento (Perkin Elmer DSC-2<sup>®</sup>), o qual foi programado para um regime de aquecimento linear de 2,5°C/min. Um cadinho similar, porém vazio, era utilizado como referência. A calibração do equipamento foi efetuada a partir do calor de fusão do índio puro. Todas as amostras eram pesadas antes e depois do experimento, para assegurar que nenhuma perda de massa ocorreu durante o procedimento. O calor de polimerização observado  $\Delta H_{\text{obs}}$  (cal g<sup>-1</sup>) é dado pela área abaixo da curva monitorada durante o regime de aquecimento. O calor de reação liberado (entalpia) pela polimerização térmica dos monômeros de metacrilato é diretamente proporcional ao número de grupos vinílicos submetidos a essa reação de adição. O calor molar de polimerização,  $\Delta H_p$ , é o calor envolvido na completa polimerização de 1 mol de monômero. Para calcular o grau de conversão de monômeros em polímeros, o  $\Delta H_p$  do laurilmetacrilato (LMA) foi escolhido como padrão, assumindo-se que o calor liberado pela reação de conversão de um grupo vinílico (C=C) em uma ligação saturada de carbono (C-C) é a mesma para todos

os metacrilatos, e é proporcional ao número de grupos vinílicos. A partir desta padronização, calcula-se o  $\Delta H_{\text{calc}}$ , ou seja, o calor de reação estimado que seria liberado em 100% de conversão. Dividindo este valor pelo valor do  $\Delta H_{\text{obs}}$  e multiplicando por 100, encontraremos o grau de conversão de uma determinada amostra. O autor concluiu que a DSC é um método simples e rápido de determinar o grau de conversão de monômeros em polímeros e de se efetuar uma comparação entre a polimerização de vários sistemas monoméricos.

VAIDYANATHAN et al (1992) avaliaram diversas resinas compostas fotopolimerizáveis, incluindo compósitos comerciais, agentes adesivos e sistemas experimentais, quanto a variações na entalpia pela DSC, alterações dimensionais pela análise termomecânica (TMA) e alterações de peso pela termogravimetria (TG). Na medida pela DSC, o calor de cura foi determinado em um segmento isotérmico a 25°C sob um programa térmico controlado. As amostras, que pesavam entre 15 e 30mg, eram inseridas em um cadinho de alumínio e fotopolimerizadas com o ESPE Elipar Light<sup>®</sup>, e o calor resultante era medido durante a fotopolimerização e representava a produção total do sistema. Para isto, a ponta condutora de luz foi colocada acima do cadinho, de forma que tanto a amostra quanto a referência eram simultaneamente expostas à luz. A amostra fotopolimerizada foi novamente exposta à luz, para determinar a linha de base do calor associado à exposição de luz. A média dos dois resultados medidos pelas exposições sucessivas à luz foi usada como linha de base. O calor de cura foi determinado pela diferença entre o calor total produzido durante a primeira

irradiação e o calor determinado com linha de base, o qual foi determinado pela média dos valores obtidos na segunda e terceira exposições. Os resultados revelaram uma relação inversa entre o calor de cura, expansão térmica e alterações dimensionais e o conteúdo de carga presente nos materiais. A medida pela DSC revelou ainda a presença de uma cura secundária após a fotopolimerização, em função do aquecimento.

NOMOTO, UCHIDA e HIRASAWA (1994) avaliaram a influência da intensidade de luz na polimerização de três resinas compostas comerciais (Z100<sup>®</sup>, Silux Plus<sup>®</sup> e Clearfil Photo Posterior<sup>®</sup>) utilizando um aparelho fotopolimerizador de lâmpada halógena New Light VL II<sup>®</sup>, o qual teve sua intensidade mensurada com um medidor de luz. As intensidades eram variadas alterando-se a distância entre a ponta da unidade e a superfície da amostra. Para avaliação da profundidade de cura, os corpos de prova foram confeccionados em uma matriz de aço inoxidável com uma cavidade cilíndrica de 4mm de diâmetro e 8mm de profundidade. A cavidade era preenchida com o compósito e este era polimerizado por 10, 20, 40 ou 80s. A seguir, as amostras eram armazenadas a 23°C no escuro e após 180s eram removidas da matriz e a porção não polimerizada era retirada com uma espátula. A altura do cilindro polimerizado era medida com um micrômetro. Para avaliação do grau de conversão (DC), grau de polimerização (PC) e percentual de duplas ligações pendentes (PDB), as amostras foram confeccionadas como descrito acima e após armazenagem em ambiente escuro à 37°C por 23 h, elas foram cortadas em finas camadas de 0,15mm de espessura e

submetidas à análise pela espectroscopia de infravermelho acoplada à microscopia. Os resultados mostraram que a intensidade de luz foi inversamente proporcional ao quadrado da distância da ponta do fotopolimerizador à superfície da amostra. Para a profundidade de cura, DC, PC e PDB, quando o montante total de exposição, representado pelo produto da intensidade de luz pelo tempo de irradiação, manteve-se constante, os valores obtidos também permaneciam constantes, independente da intensidade e do tempo utilizado, sugerindo que uma polimerização efetiva poderia ser obtida pelo aumento do tempo de exposição e redução da distância entre a fonte de luz e o material.

MILLS (1995) propôs a utilização de diodos emissores de luz azuis para a fotopolimerização de resinas compostas. Uma amostra de resina composta de 5mm de diâmetro e 2mm de espessura foi irradiada por 80s e após este período ela pareceu estar polimerizada. O aparelho utilizado produzia uma luz com comprimento de onda de 450nm, através de uma ponta de 5mm de diâmetro, com uma potência de 1,2mW. O resultado foi considerado promissor e o autor considerou que um aparelho com propriedades otimizadas poderia ser desenvolvido, em virtude das vantagens apresentadas pelos LEDs, tais como baixo custo, vida útil longa e baixa produção de calor.

Segundo MAFFEZZOLLI e TERZI (1995), a DSC é uma técnica que permite a determinação direta da taxa de reação assumindo que o calor produzido pela polimerização é proporcional ao número de unidades de monômeros reagidos. Esta técnica também é aplicada na predição de uma polimerização incompleta,

onde a amostra já polimerizada é submetida a um regime de temperatura e observa-se a presença um pico de reatividade residual, indicando que a amostra não foi completamente polimerizada. A reação pode ser reiniciada em condições que permitem um aumento na mobilidade molecular, pelo simples aquecimento da amostra, mostrando que monômeros residuais permanecem após a fotopolimerização.

NOMOTO (1997) avaliou a influência do comprimento de onda na polimerização de uma resina composta experimental cujo sistema fotoiniciador era à base de canforoquinona/dimetilaminoetilmetacrilato (CQ/DMAEMA). A intensidade de luz do aparelho NewGC Light VL-II<sup>®</sup> foi medida sem o filtro. Filtros de interferência de banda estreita e filtros de densidade neutra foram utilizados para selecionar os comprimentos de onda. A resina composta foi inserida entre duas tiras de poliéster separadas por um espaçador de 40 $\mu$ m de espessura e fotopolimerizada por 5, 10, 20, 30, 60 ou 90s. As amostras eram armazenadas a 37°C no escuro por 24h e depois submetidas à análise pela espectroscopia de infravermelho para avaliação do grau de conversão (DC) e conversão de polimerização (PC). O espectro de absorção da CQ e do sistema CQ/DMAEMA foi medido em metanol e em uma resina sem carga baseada em Bis-GMA/TEGDMA com um espectrofotômetro UV-visível. As proporções de CQ/DMAEMA medidas foram 1/0,25; 1/0,5; 1/1 e 1/2. A absorção máxima da CQ foi em 467nm, independente das proporções avaliadas. Com um tempo de polimerização de 5s, quanto mais o comprimento de onda aumentava a partir de 410nm, maior era o

DC e PC. Aos 470nm, o DC máximo foi observado, decrescendo a partir daí com o aumento do comprimento de onda. Com o aumento do tempo de polimerização, o comprimento de onda de máximo DC não se alterou. O autor concluiu que o comprimento de onda adequado para fotopolimerização deve estar na faixa de 450 a 490nm.

SAKAGUCHI e BERGE (1998) avaliaram a relação entre a intensidade de luz de um fotopolimerizador, grau de conversão (DC) e contração de polimerização pós-gel de uma resina composta. A intensidade de luz do aparelho foi determinada e usada como grupo controle (grupo E). Filtros de interferência de densidade neutra foram inseridos para reduzir a intensidade inicial a 71% (grupo C), 49% (grupo B) e 34% (grupo A) e o tempo de exposição foi de 40s. Um quinto grupo (D) foi irradiado por 20s com 71% da intensidade seguido de mais 20s com a intensidade total. Seis amostras foram avaliadas para cada um dos cinco grupos. A amostra consistia de uma resina composta híbrida inserida dentro de um molde de 5,4mm de diâmetro e 1,7mm de espessura. A contração de polimerização linear foi medida com um medidor de tensão de resistência elétrica e o grau de conversão foi medido pela espectroscopia de infravermelho. O grau de conversão no topo da amostra foi significativamente diferente entre todos os grupos, exceto entre B e C. Na base da amostra, o grau de conversão para as duas intensidades mais altas (E e C) não foi diferente, ao contrário do DC encontrado para as outras intensidades. A contração de polimerização aumentou linearmente com o aumento da intensidade. Os autores concluíram que uma moderada redução (100 pra 71%) na intensidade de luz aparentemente resultou

em um efeito benéfico na contração de polimerização, sem, contudo, afetar o DC. Este efeito também foi observado no grupo D, onde duas intensidades de luz foram aplicadas.

MILLS, JANDT e ASHWORTH (1999), avaliaram o desempenho de dois aparelhos fotopolimerizadores, um LED, com uma potência de 82mW, composto por vinte e cinco diodos azuis contendo uma ponta acrílica de 6mm de diâmetro, e um aparelho convencional, Colt lux 4<sup>®</sup>, com uma potência de 229mW e ponta com 8mm de diâmetro. Utilizou-se três tipos de resina composta (Silux Plus<sup>®</sup>, cor U; P50<sup>®</sup>, cor U e Z 100<sup>®</sup>, cor A3,5) polimerizadas por 40, 60 e 40s respectivamente, de acordo com instruções do fabricante. Seis amostras de cada compósito polimerizadas por cada aparelho foram confeccionadas em uma matriz de 4mm de diâmetro e 6mm de profundidade. A profundidade de cura foi avaliada com um penetrômetro, o qual consiste de uma agulha de 0,5mm firmemente conectada a um peso de 1250g. Um mostrador digital calibrado com precisão de 0,01mm é conectado a este dispositivo. A medida é feita a partir da porção mais profunda da amostra, contrária à porção que ficou em contato com a ponta do fotopolimerizador. A agulha vai penetrando na porção pastosa não polimerizada e pára quando alcança uma camada rígida. A profundidade de cura é lida diretamente no mostrador digital. Os resultados mostram que, para cada compósito, a profundidade de cura foi melhor com o LED do que com o Colt lux 4<sup>®</sup>. Este aumento na profundidade foi em torno de 0,2mm para cada compósito. A profundidade de cura com a resina composta Z 100 foi, em média, 1,5mm maior



que para os outros dois materiais, para ambos os aparelhos. Os resultados sugerem que um LED, mesmo apresentando uma irradiação menor que um aparelho convencional, pode alcançar uma maior profundidade de polimerização. Porém, a irradiância do fotopolimerizador convencional era a mínima aceitável, em torno de  $300\text{mWcm}^{-2}$ , uma intensidade de luz mais baixa que a normalmente utilizada. A composição das resinas compostas também é um fator que interfere na profundidade de cura. Quanto maior a proporção de carga, maior a dificuldade para penetração da luz no interior da resina composta.

STAHL et al (2000) se propuseram a avaliar as propriedades flexurais de duas cores distintas de três resinas compostas comercialmente disponíveis (TPH Spectrum<sup>®</sup>, Z 100<sup>®</sup> e Solitaire<sup>®</sup>), fotopolimerizadas com um aparelho de lâmpada halógena e um LED, a fim de determinar a eficiência de polimerização destes aparelhos. Dez amostras para cada cor de cada compósito foram submetidas aos testes e calculou-se a resistência e módulo flexural de cada corpo de prova. Os resultados mostraram que a média das resistências e dos módulos flexurais de todas as amostras polimerizadas com o aparelho de lâmpada halógena foi significativamente melhor que a média destes parâmetros nas amostras polimerizadas com o LED. Entretanto, para uma mesma marca comercial esta diferença não foi significativa à exceção da cor A4 da resina Z100<sup>®</sup>. Todos os materiais apresentaram resultados satisfatórios, dentro das normas da ISO 4049 em termos de resistência flexural, independente do aparelho utilizado. Os autores consideraram o desempenho dos LEDs satisfatório, porque observou-se uma

discreta diferença no desempenho mecânico das resinas avaliadas, embora os LEDs apresentassem menos da metade da irradiância dos aparelhos convencionais.

IMAZATO et al (2001) compararam a eficácia de duas técnicas, a análise térmica diferencial (DTA) e espectroscopia de infravermelho (FTIR), em determinar o grau de conversão de resinas compostas fotoativadas. Três compósitos experimentais à base de Bis-GMA/TEGDMA nas proporções de 75/25, 70/30 e 50/50 por peso e três comercialmente disponíveis (Silux Plus, Photoclearfil A e Lite-Fill II) foram avaliados. Para a DTA, uma porção de cada resina composta foi colocada em um cadinho de alumínio com 2,43mm de profundidade por 5,60mm de diâmetro e a superfície coberta com matriz de poliéster. O cadinho foi colocado em uma das plataformas do termopar de um analisador térmico diferencial e uma amostra de referência pré-polimerizada por 10min foi colocada no outro termopar. Um cabo de fibra óptica dividido foi conectado a um aparelho fotopolimerizador (Heliomat<sup>®</sup>, Vivadent) e posicionado 1mm acima das amostras de teste e controle. As curvas diferenciais de temperatura foram tomadas durante e imediatamente após a fotopolimerização. As intensidades de luz das duas fibras ópticas era de 100 mWcm<sup>-2</sup> cada. Os compósitos experimentais foram polimerizados por 60s e os compósitos comerciais por 20 ou 60s. Após esta etapa, as amostras eram pesadas e o peso real de cada material foi determinado subtraindo-se do peso total o peso do cadinho e da matriz de poliéster. Usando o calor de fusão do índio puro (28,41mJ/mg), o calor de polimerização de 1g de cada compósito foi

calculado ( $\Delta H_{\text{obs}}$ ) a partir da área abaixo do pico da curva de temperatura diferencial. O calor molar de polimerização do LMA (13,6 kcal/mol=56,9kJ/mol) foi usado como valor padrão para o calor de polimerização de metacrilatos monofuncionais e o montante de calor teoricamente envolvido durante a completa polimerização de 1g de cada compósito foi calculado ( $\Delta H_{\text{calc}}$ ). A conversão foi determinada como o percentual do  $\Delta H_{\text{obs}}$  para o  $\Delta H_{\text{calc}}$ . Os testes foram repetidos três vezes para cada compósito experimental e cinco vezes para cada resina composta comercial. Para a FTIR, uma amostra de resina não polimerizada e amostras polimerizadas de cada material foram misturadas com brometo de potássio e calculou-se o pico de absorbância pelo método de transmissão. O percentual de duplas ligações carbônicas que não reagiram (%C=C) foi determinado pela razão da absorbância das ligações alifáticas contra um padrão interno antes e após a polimerização das amostras. Utilizaram-se as absorbâncias das ligações aromáticas C...C e das ligações N...H como padrão interno para o Bis-GMA e UDMA respectivamente. O grau de conversão foi determinado subtraindo-se (% C=C) de 100%. Comparando-se as duas técnicas, o grau de conversão medido pela DTA mostrou-se 3 a 10% maior do que o obtido pela FTIR. Segundo o autor, as técnicas apresentaram resultados semelhantes, embora DTA seja mais precisa para se calcular o grau de conversão de resinas compostas que apresentam resina pré-polimerizada em seu conteúdo de carga.

KNEZEVIC et al (2001) compararam o grau de conversão e variação da temperatura de quatro resinas compostas híbridas (Tetric Ceram<sup>®</sup>, Pertac II<sup>®</sup>,

Valux Plus<sup>®</sup> e Degufill Mineral<sup>®</sup>) após fotopolimerização com dois aparelhos de lâmpada halógena - Heliolux GTE<sup>®</sup> com  $600\text{mWcm}^{-2}$  e polimerização convencional e Elipar Highlight<sup>®</sup> com polimerização “soft-start” e  $100\text{mWcm}^{-2}$  (10s) e  $700\text{mW cm}^{-2}$  (30s) - e um aparelho com 16 LEDs com intensidade de  $12\text{mWcm}^{-2}$ . As avaliações foram feitas para a camada superficial da resina e para 1mm de profundidade. A potência dos aparelhos foi medida com um radiômetro e a temperatura foi medida com um termômetro multímetro HC-3500 T. Cinco medidas foram feitas para cada camada, por material. A resina composta não polimerizada era inserida entre duas matrizes de poliéster e comprimida com  $10^7\text{Pa}$  de pressão e fotopolimerizada por 40s com o fotoativador encostado sobre a matriz. Para simular a profundidade, uma cobertura de 1mm de espessura foi colocada acima da matriz de poliéster e a resina foi fotopolimerizada como descrito acima. As amostras foram avaliadas pela espectroscopia de infravermelho transformada de Fourier (Perkin Elmer Spectrometer Model 2000). A medida da temperatura foi feita durante os 40s de polimerização através de uma sonda que ficou presa na superfície da resina e na camada com 1mm de profundidade. Os resultados foram submetidos à análise de variância e o grau de conversão foi maior para todas as amostras polimerizadas com os aparelhos de lâmpada halógena, sendo que não houve diferença entre as camadas avaliadas. Os melhores resultados foram obtidos com a resina Pertac II<sup>®</sup> e os piores com a Valux Plus<sup>®</sup>, para todos os aparelhos. Um aumento de temperatura significativamente menor foi observado com o uso do LED e a temperatura na

camada superficial foi duas vezes maior que na camada mais profunda. O autor considerou que o LED apresentou resultados promissores quanto à variação de temperatura, porém, para assegurar uma adequada intensidade de luz são necessários mais LEDs com luz mais concentrada.

ASMUSSEN e PEUTZFELDT (2002) avaliaram a eficácia da polimerização de dois LEDs, comparados a um fotopolimerizador de luz halógena, a partir da avaliação da resistência flexural, profundidade de polimerização, contração de polimerização e grau de conversão de três diferentes resinas compostas polimerizadas por 20s (Z 250<sup>®</sup>, Pertac II<sup>®</sup> e Definite<sup>®</sup>). Inicialmente, mediu-se a potência dos três aparelhos: XL 3000<sup>®</sup> de luz halógena com  $400\text{mWcm}^{-2}$ ; e os LEDs Elipar FreeLight<sup>®</sup> com  $300\text{mWcm}^{-2}$  e e-Light<sup>®</sup> com  $290\text{mWcm}^{-2}$ . Quanto à resistência e módulo flexural, encontrou-se diferenças estatisticamente significantes tanto em relação ao tipo de aparelho quanto ao tipo de resina, sendo que o e-Light<sup>®</sup> obteve os piores resultados. A profundidade de polimerização foi menor com os LEDs, assim como a contração de polimerização, que foi mais lenta e menor nas resinas Pertac II<sup>®</sup> e Definite<sup>®</sup>. Tanto os aparelhos quanto o material influenciaram o grau de conversão. Quando o XL 3000<sup>®</sup> foi utilizado, o grau de conversão das resinas foi maior, sendo o melhor resultado alcançado pela Pertac II<sup>®</sup>.

CAUGHMAN e RUEGGERBERG (2002), afirmaram que o cirurgião-dentista deve conhecer os vários tipos de unidades fotoativadoras, a fim de definir um

protocolo clínico que assegure uma adequada polimerização. As unidades fotoativadoras atualmente disponíveis variam em sua emissão espectral e densidade de potência e as resinas compostas também diferem grandemente quanto à facilidade de polimerização. Aparelhos que utilizam luz halógena atualmente oferecem a opção de uma polimerização utilizando alta potência, na tentativa de reduzir o tempo clínico ou apresentam a função “soft-start”, onde a intensidade de luz inicial é pequena, tornando-se gradualmente maior. Esta variação no protocolo de polimerização tem como objetivo minimizar o estresse de contração de polimerização das resinas compostas. Aparelhos de arco de plasma produzem uma luz com um largo espectro, e estas unidades devem conter um filtro potente para barrar os comprimentos de onda indesejáveis. Estes aparelhos promovem uma polimerização muito rápida, o que aumenta o “stress” de contração de polimerização. Os diodos emissores de luz – LEDs – emitem uma luz em uma faixa estreita de comprimento de onda, faixa esta que se equivale ao espectro de absorção da canforoquinona, o fotoiniciador presente na maioria das resinas compostas. Os LEDs dispensam a utilização de filtros, são silenciosos, pois não necessitam de sistema de ventilação. Há duas desvantagens ao se utilizar os LEDs: primeiro, uma vez que o espectro de emissão é estreito, eles somente irão polimerizar materiais que utilizam a canforoquinona como fotoiniciador. Uma outra limitação é que eles são menos efetivos em polimerizar cores escuras de compósitos de micropartículas. Mesmo que o tempo de exposição seja aumentado, os compósitos não exibem o mesmo grau de conversão alcançado quando outras unidades fotoativadoras são utilizadas. Estes

problemas serão solucionados quando LEDs mais potentes forem desenvolvidos e quando LEDs com diferentes espectros de emissão forem disponibilizados para uso na Odontologia.

MILLS et al (2002) avaliaram a profundidade de cura através da dureza Barcol e resistência à compressão de duas cores distintas (A2 e A4) de uma resina composta fotopolimerizada por dois LEDs experimentais de alta potência, um LED comercial e um aparelho convencional. Duas amostras de cada cor do compósito (TPH Spectrum<sup>®</sup>) foram polimerizadas por 20 e 40s com cada um dos aparelhos avaliados e a dureza Barcol foi medida a cada milímetro, desde o milímetro inicial até 6mm de profundidade. Cinco medidas eram feitas em cada milímetro e a média destas medidas era determinada. Se o material apresentasse uma dureza de 90% ou mais do valor da dureza medida para o milímetro superficial, então esta dureza era considerada satisfatória. Uma máquina de testes Zwick<sup>®</sup> foi usada para medir a resistência à compressão. As potências e espectro de emissão dos aparelhos também foram determinados. Todas as unidades fotoativadoras polimerizaram as amostras na cor A2 até 3mm de profundidade, ao se utilizar um tempo de exposição de 40s. Os LEDs experimentais de alta potência polimerizaram até 4 mm. Já com a cor A4, a profundidade de polimerização aceitável foi de 2mm para o LED comercial e de 3mm para os LEDs experimentais e para o aparelho convencional. Com 20s de exposição, os LEDs experimentais polimerizaram as amostras de cor A2 até 2mm de profundidade, assim como o aparelho convencional e o LED comercial polimerizou apenas o primeiro milímetro.

Para a cor A4, o LED comercial não polimerizou nenhum milímetro adequadamente e os outros aparelhos apresentaram o mesmo desempenho independente da cor. Resultados semelhantes foram encontrados em relação à resistência compressiva, onde os LEDs experimentais e o aparelho de lâmpada halógena formaram um grupo homogêneo, sem diferenças significativas, enquanto que o LED comercial apresentou resultados bem inferiores. Quanto ao espectro de emissão, os LEDs apresentaram uma emissão bem mais concentrada e o aparelho convencional apresentou uma faixa mais larga de emissão. A potência dos LEDs experimentais foram 163mW e 221mW, respectivamente; a do LED comercial 57mW e a do aparelho convencional 302mW. Os autores consideraram surpreendente que apenas pequenas diferenças fossem encontradas em relação às propriedades mecânicas do material avaliado, embora as potências dos aparelhos sejam bastante diferentes e uma explicação para a eficiência dos LEDs mesmo apresentando menor irradiância é a semelhança entre o espectro de emissão destes aparelhos com o espectro de absorção da canforoquinona.

MILLS, UHL E JANDT (2002) compararam um LED experimental (com 63 LEDs de 3mm de diâmetro cada), um LED comercial (LUX0MAX<sup>®</sup>, com sete LEDs de 5mm cada) e um aparelho convencional (Coltolux 4<sup>®</sup>) a fim de determinar se todos apresentavam uma profundidade de cura similar, durante a polimerização de duas cores distintas de uma resina composta cujo fotoiniciador era a CQ. A potência e o espectro de emissão de luz dos aparelhos também foram determinados. Dez amostras de cada cor (A2 e A4, TPH Spectrum<sup>®</sup>) foram



fotopolimerizadas por 40s por cada aparelho, em uma matriz de aço de 4mm de diâmetro e 8mm de profundidade. A profundidade de cura foi medida com um penetrômetro. A análise do espectro mostrou que, embora os picos de emissão fossem semelhantes entre os aparelhos, 457nm para o LED experimental, 466nm para LUX0MAX<sup>®</sup> e 485nm para o Coltolux 4<sup>®</sup>, os LEDs operam em uma faixa mais estreita e concentrada de comprimento de onda. A potência de cada aparelho foi 310mW para o LED experimental, 60mW para o LED comercial e 428mW para o aparelho convencional. A análise de variância revelou que tanto as cores da resina quanto os aparelhos avaliados influenciaram significativamente na profundidade de cura. Para ambas as cores, o LUX0MAX<sup>®</sup> apresentou os piores resultados em relação à profundidade de cura. Os outros dois aparelhos tiveram o mesmo desempenho quando a cor A2 foi utilizada, porém, com a cor mais escura, o Coltolux 4<sup>®</sup> obteve um resultado ligeiramente melhor. O autor concluiu que o LED comercialmente disponível tem uma profundidade de cura de 2mm para cores claras, profundidade esta não alcançada nas cores mais escuras, sendo preferível, clinicamente, um aparelho com maior margem de segurança. Porém, o LED experimental teve desempenho semelhante ao aparelho convencional e os autores acreditam que a tecnologia dos LEDs azuis tem um futuro promissor na Odontologia.

FRANCO e LOPES (2003) publicaram uma revisão sobre os quatro tipos de aparelhos atualmente disponíveis para a fotopolimerização: luz halógena, arco plasma, laser de argônio e diodos emissores de luz – LEDs descrevendo as

características, vantagens, desvantagens e limitações de cada aparelho. A tecnologia LED difere bastante do convencional, uma vez que sempre foi consenso que aparelhos fotopolimerizadores deveriam emitir uma alta intensidade de luz para que conseguissem proporcionar uma polimerização adequada de uma resina composta. Os aparelhos à base de LED apresentam uma baixa densidade de potência, mas a luz produzida por eles apresenta um espectro de emissão em banda estreita, com o pico máximo próximo aos 470nm. Desta forma, mesmo tendo uma baixa densidade de potência, estes aparelhos emitem toda a luz dentro do espectro de absorção máxima da canforoquinona. É neste aspecto que se encontra a diferença do LED para os aparelhos convencionais, pois estes últimos produzem luz fora do espectro de absorção da CQ, energia esta que não é útil para a fotoativação. Segundo os autores, pesquisas visando avaliar a viabilidade do uso de LED para fotopolimerização de resinas compostas vêm sendo realizadas e os resultados têm sido favoráveis e similares aos alcançados com a luz halógena, especialmente se a porção de resina não exceder 2mm.

### 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi:

- 1) Determinar o padrão de emissão de luz de dois aparelhos fotopolimerizadores, um convencional e um LED, o qual foi avaliado com duas pontas condutoras distintas;
- 2) Comparar a emissão de luz do aparelho LED com duas pontas condutoras: a ponta acrílica disponibilizada pelo fabricante e uma ponta de fibra óptica adaptada do aparelho convencional;
- 3) Avaliar a influência do padrão de emissão de luz destes aparelhos na quantidade de monômero não reagido de uma resina composta (Charisma<sup>®</sup>), através da calorimetria diferencial a varredura (DSC).

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

Este estudo foi realizado em duas etapas, que serão explicadas separadamente para maior clareza. Na primeira etapa foi avaliado o padrão de emissão de luz dos aparelhos. Posteriormente, ao observarmos diferenças neste padrão, tanto em relação à potência quanto ao espectro de emissão da luz, decidimos avaliar a influência destes fatores na polimerização de uma resina composta.

O QUADRO 1 lista os equipamentos avaliados neste estudo.

### QUADRO 1

#### Dados dos aparelhos utilizados no experimento

APARELHOS	TIPO	FABRICANTE
Gnatus Optilight Digital <sup>®</sup>	Lâmpada halógena	Gnatus <sup>®</sup>
Optilight LD <sup>®</sup>	LED	Gnatus <sup>®</sup>

O fotopolimerizador convencional Gnatus Optilight Digital<sup>®</sup> à base de lâmpada halógena está ilustrado na FIG. 1A e será chamado de HAL.

O LED foi avaliado com duas pontas condutoras distintas, uma ponta acrílica que acompanha o modelo comercialmente disponível (LED A) e uma ponta de fibra ótica adaptada do fotopolimerizador convencional acima citado (LED F). Segundo o fabricante, o LED produz luz com comprimento de onda na faixa de

470 ± 25nm, possibilitando assim maior eficiência, segurança e economia no processo de polimerização das resinas compostas que usam a canforoquinona como fotoiniciador. Este aparelho é composto por sete LEDs e o meio ativo é um semicondutor índio-gálio-nitrogênio. Pode-se observar na FIG. 1B, que ilustra o aparelho LED disponibilizado pelo fabricante, um brilho ao redor da ponta do aparelho ligado demonstrando uma perda aparente de luz, prejudicando a sua condução. A partir desta observação, decidimos adaptar a ponta de fibra ótica do aparelho convencional ao LED, a fim de avaliar qual seria o efeito de se utilizar uma ponta com melhor condução na eficácia de polimerização deste aparelho. Pela FIG. 1C, podemos observar a perfeita adaptação da ponta de fibra ótica ao aparelho LED.



A



B



C

FIGURA 1 – (A) Aparelho convencional Gnatus Optilight Digital®; (B) Gnatus LED® com ponta condutora acrílica mostrando a perda de luz ao redor da ponta; (C) Gnatus LED® com ponta condutora de fibra ótica adaptada ao aparelho.

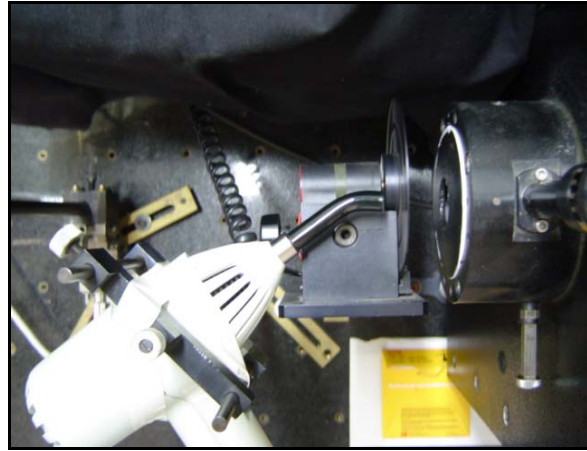
#### 4.1 Padrão de emissão de luz dos aparelhos

O espectro de emissão de cada aparelho foi determinado por um espectrômetro e a potência registrada por um medidor de potência digital (Optical Power Meter® - modelo 1830C/ Newport). Os equipamentos nos foram gentilmente disponibilizados pelo Laboratório de Semicondutores do Departamento de Física do Instituto de Ciências Exatas da UFMG.

O espectrômetro, ilustrado na FIG. 2A, possui um detector que opera na faixa do visível (400 a 600nm) e identifica a intensidade de luz em função de cada comprimento de onda emitido pela lâmpada. Como pode ser visto na FIG. 2B, uma presilha mantinha o aparelho a ser testado numa mesma posição fixa para a obtenção do espectro. Somente uma medida foi feita com o aparelho LED, utilizando a ponta acrílica, porque a modificação da ponta do aparelho não altera o espectro de emissão do mesmo, apenas afeta a condução da luz.



A



B

FIGURA 2 – (A) Espectrômetro; (B) Aparelho HAL fixado para medida do espectro.

Baseado no espectro de emissão, o medidor de potência foi ajustado ao comprimento de onda correspondente à posição de maior intensidade emitida pela luz. Para o fotopolimerizador convencional, o comprimento de onda determinado foi de 475nm e para o LED, independente da ponta avaliada, foi de 469nm. O medidor de potência pode ser visto na FIG 3A.

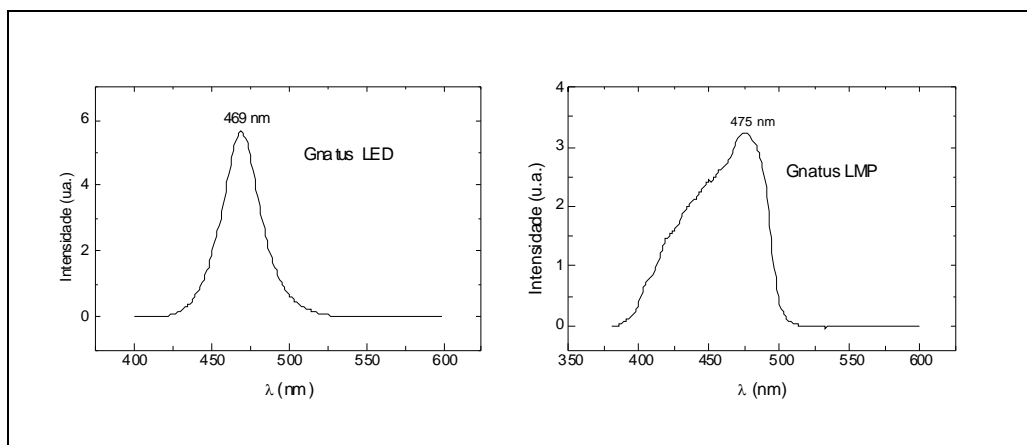


GRÁFICO 1- Espectro de emissão dos aparelhos fotopolimerizadores.

**Aparelho LED= GNATUS LED**

**Aparelho convencional = GNATUS LMP**

Foram realizadas vinte medidas com cada ponta (HAL, LED A e LED F). Os aparelhos fotoativadores foram fixados com a ponta encostada a parte mais central do sensor do medidor e foram mantidos nesta posição em todas as leituras. O aparelho era perfeitamente adaptado ao sensor que era fixado através de garras auxiliares para que não houvesse mudança de posição, como demonstra a FIG 3B.



**A**



**B**

**FIGURA 3 – (A) Medidor de potência digital Optical Power Meter®; (B) Aparelho encostado ao sensor, que era mantido fixo durante a medida.**

Ambos os aparelhos apresentam sonorizadores de tempo, com “bips” de 10 em 10s e com um tempo máximo de 90s, quando ele se desliga automaticamente. Para fins de padronização, cada leitura foi efetuada no primeiro segundo, ou seja,



imediatamente após ligar o fotopolimerizador e no último segundo antes deste se desligar, a saber, aos 89s. O aparelho era religado imediatamente após desligar-se, sem qualquer intervalo entre os ciclos. Para cada aparelho testado foram realizadas 10 medidas, perfazendo-se um total de trinta medidas. A potência de cada aparelho foi determinada pela média dos vinte valores obtidos durante os quinze minutos de avaliação. Em três das dez medidas efetuadas, acompanhou-se a variação da potência em relação ao tempo, a cada 10s, durante os 90s que o aparelho permanecia ligado, a fim de verificar se os valores obtidos realmente eram válidos para se determinar uma média.

#### **4.2 Medida da conversão de uma resina composta**

Foram confeccionados corpos de prova da resina composta Charisma<sup>®</sup> na cor A2 (lote 090063/ validade 11-2005), em formato cilíndrico, com 3mm de diâmetro e 3mm de profundidade. Para cada ponta condutora confeccionou-se duas amostras, sendo uma polimerizada por 20s, tempo recomendado pelo fabricante, e a outra por 40s. Os corpos de prova foram confeccionados e imediatamente submetidos à medida pela DSC.

Na DSC, o aquecimento da amostra de resina fotopolimerizada irá promover a polimerização térmica dos monômeros que não reagiram após a fotoativação. Uma vez que esta reação é exotérmica, a quantidade de calor

liberada pelo aquecimento da amostra é proporcional à quantidade de monômeros que não reagiram e é descrita como o calor de polimerização da amostra. Quanto maior o calor liberado, menos eficiente foi a fotopolimerização.

O equipamento utilizado foi a MDSC 2920 da TA Instruments® (FIG. 4), o qual dispõe, dentro do forno (FIG. 5A), de duas plataformas, uma para a amostra e uma para a referência (FIG. 5B).



FIGURA 4- MDSC 2920 da TA Instruments®.



A



B

FIGURA 5 – (A) O equipamento dispõe de um forno, dentro do qual há duas plataformas (B), uma para a amostra e uma para a referência.

Associada a cada uma dessas plataformas tem-se elementos aquecedores individuais, assim como dispositivos para mensurar a temperatura (termopares). A referência utilizada é um cadinho vazio. O forno é aquecido dentro de um regime linear de temperatura e o fluxo de calor é monitorado. Nesta avaliação, utilizamos uma rampa de aquecimento de  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , a partir da temperatura ambiente, até atingirmos  $240^{\circ}\text{C}$ . Quando a amostra sofre alguma transformação física e/ou química, ela irá absorver ou liberar calor. À medida que a temperatura da amostra desvia minimamente da temperatura da referência, o dispositivo detecta esta variação e reduz o fluxo de calor em uma plataforma e adiciona este fluxo de calor à outra plataforma, mantendo em zero a diferença de temperatura entre a amostra e a referência, estabelecendo um “balanço nulo”. A quantidade de energia elétrica por unidade de tempo que é necessária para o aquecimento das plataformas a fim de se manter este balanço nulo é considerada proporcional ao calor absorvido ou liberado pela amostra por unidade de tempo. Esta quantidade de energia se torna igual ao calor do evento que se deseja estudar após a correção realizada utilizando-se a constante de calibração do equipamento. A DSC utilizada pertence ao Laboratório de Materiais do Departamento de Química da UFMG.

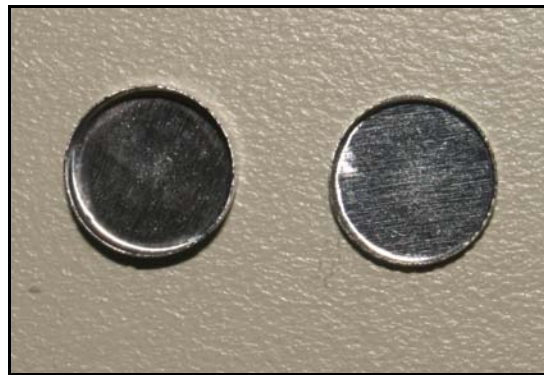
A calibração interna da DSC é normalmente baseada no ponto de fusão de metais puros. O metal utilizado para calibrar o equipamento por nós utilizado foi o índio puro, cujo ponto de fusão é de  $156,4^{\circ}\text{C}$  segundo ANTONUCCI e TOTH (1983). Coloca-se a amostra deste metal sob um regime de aquecimento até que ele atinja seu ponto de fusão. O calor de fusão experimental do índio puro, dado pela área do pico do gráfico, é utilizado para calcular a constante de calibração

levando em consideração o calor de fusão tabelado para o índio. Multiplicando-se esta constante pela quantidade de energia elétrica utilizada no aquecimento das plataformas, obtemos, no caso de nossos experimentos, o calor de polimerização liberado pela amostra de resina composta durante o regime de aquecimento em função do tempo.

Cada amostra foi inicialmente pesada em uma balança analítica SARTORIUS BP 210<sup>®</sup> (FIG. 6A) e inserida em um cadinho de alumínio. O cadinho possui um fundo e uma tampa (FIG. 6B) que são levados a uma prensa (FIG. 6C), que sela a amostra dentro do cadinho (FIG. 6D). A amostra selada pelo cadinho é colocada na plataforma, que fica em um compartimento fechado em uma atmosfera de gás Hélio, que tem seu fluxo monitorado durante as avaliações.



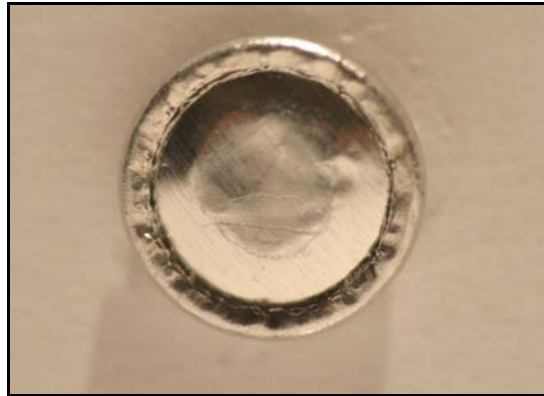
**A**



**B**



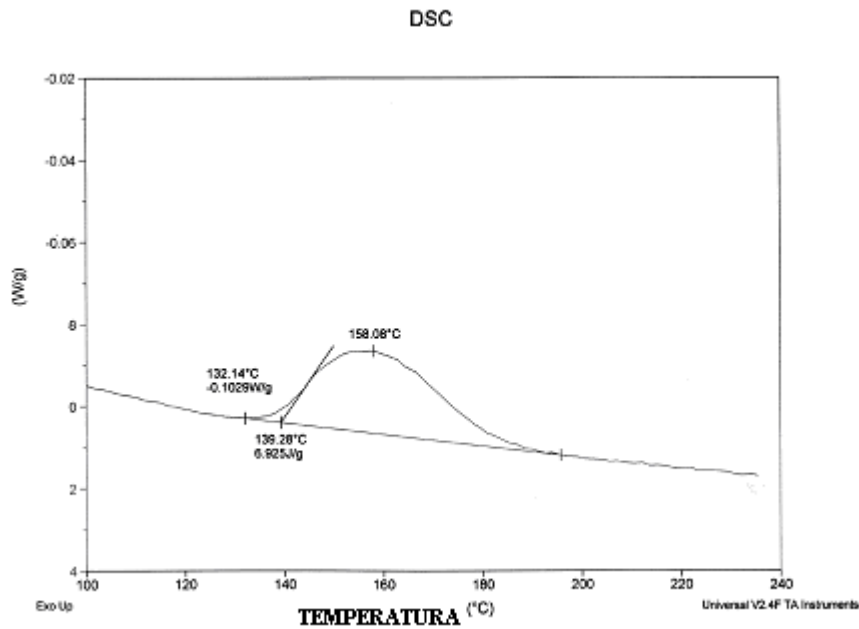
C



D

**FIGURA 6 – (A) Balança analítica Sartorius BP 210<sup>®</sup>; (B) Cadinho de alumínio (fundo e tampa) antes de ser levado à prensa (C); (D) Amostra selada dentro do cadinho, após a prensa.**

O calor liberado ou absorvido em uma reação é simplesmente a área abaixo do pico do gráfico. O eixo y do gráfico representa o fluxo de calor (W/g) durante a medida e o eixo x mostra a temperatura em função do tempo, como pode ser visto no gráfico abaixo (GRAF. 2). O gráfico ilustra o resultado obtido após a medida pela DSC de uma amostra de resina composta fotopolimerizada por 20s pelo aparelho LED com ponta acrílica (LED A). A amostra corresponde ao segundo milímetro de profundidade.



**GRÁFICO 2 – Curva típica obtida após medida pela DSC .**

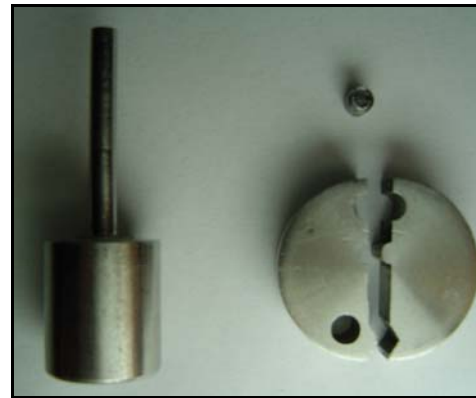
A matriz de aço inoxidável utilizada para confeccionar as amostras foi feita por uma máquina de eletroerosão a fio. Esta tecnologia permite a obtenção de uma superfície relativamente lisa, o que facilita a retirada do corpo de prova. Além disso, a precisão do corte e a lisura de superfície permitem um íntimo contato entre as paredes da matriz, prevenindo a passagem de luz ambiente. As outras partes da matriz, como base, tampa, pino de localização e tarugos foram feitas por torneamento convencional. Esta matriz foi desenvolvida e utilizada por ASSIS, 2002.

A base da matriz (FIG. 7A) apresenta uma depressão central com 19mm de diâmetro e 3mm de profundidade, servindo como nicho para o encaixe justaposto

das duas metades da matriz intermediária (FIG. 7B) que se adaptam, sob pressão, permitindo a inserção do compósito sem extravasamento. A base apresenta dois orifícios na parte inferior que são utilizados para remoção da matriz intermediária, que se desloca ao se inserir o pino guia na parte inferior da base e pressioná-lo de baixo para cima. O pino guia (FIG. 7B) serve como referência para o correto encaixe da matriz intermediária.



A

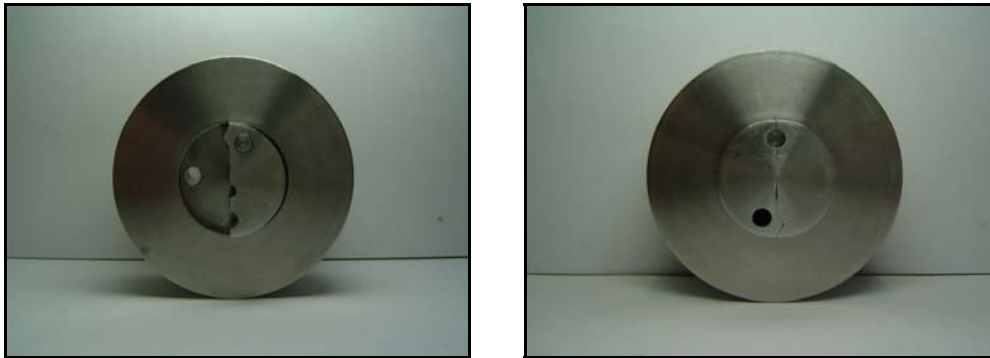


B

**FIGURA 7 – (A) A base da matriz recebe o pino guia, que servirá como referência para o correto encaixe da matriz intermediária (B). O tarugo utilizado para determinar a profundidade da amostra também está ilustrado.**

A matriz intermediária, com 19mm de diâmetro e 6mm de altura, é bipartida com dois orifícios periféricos. Um dos orifícios, onde os corpos de prova foram confeccionados, localiza-se entre as duas metades da matriz e possui 3mm de diâmetro e 6mm de profundidade. Como cada corpo de prova apresentava apenas 3mm de profundidade, adaptou-se um tarugo de aço de 3mm de altura, no orifício,

reduzindo assim a sua profundidade. O tarugo pode ser visto na FIG. 7B. O outro orifício serve como referência para encaixe do pino guia. Na FIG.8 podemos ver a matriz intermediária sendo adaptada à base da matriz.



**FIGURA 8 – Após devidamente fixada na base da matriz, a matriz intermediária está pronta para receber o compósito.**

A tampa da matriz, ilustrada na FIG. 9A, possui 14mm de altura e 43mm de diâmetro e apresenta um nicho central com as mesmas proporções da base, para se encaixar sobre a matriz intermediária. Apresenta, ainda, duas aberturas superiores, uma com 12mm de diâmetro, para adaptação do pino guia e a outra com 10,5mm de diâmetro, largura da ponta de fibra ótica avaliada (FIG. 9B).



**A**

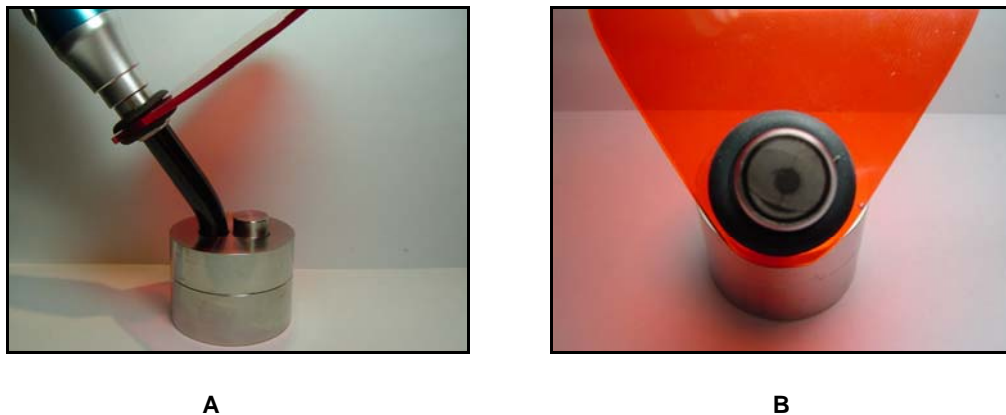


**B**



**FIG. 9 – (A) Tampa da matriz; (B) Encaixe da tampa da matriz e adaptação do pino guia.**

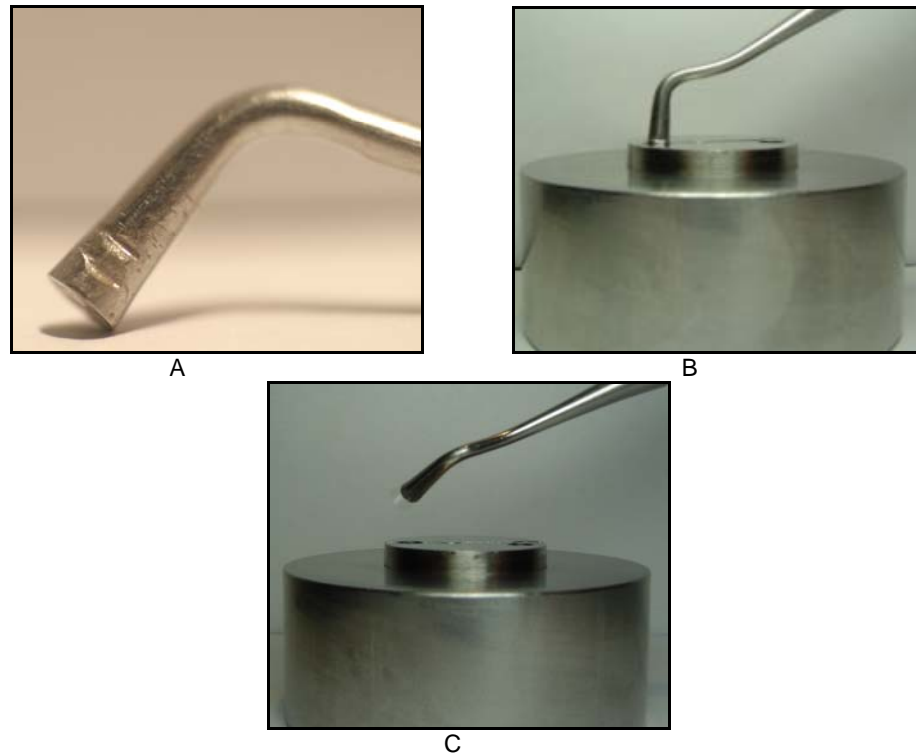
O encaixe da tampa da matriz e a adaptação do pino-guia proporcionam um correto alinhamento entre as partes da matriz, permitindo que o orifício onde são confeccionados os corpos de prova fique centralizado em relação à ponta condutora do fotopolimerizador (FIG. 10 A e B).



**FIG. 10 – (A) Ponta do fotopolimerizador adaptada na matriz; (B) Observe o correto alinhamento da parte central da ponta óptica do fotopolimerizador com o orifício da matriz onde será confeccionado o corpo de prova.**

Para avaliação da profundidade de polimerização, ao se confeccionar as amostras, uma tira de poliéster devidamente cortada nas dimensões da matriz foi colocada entre cada milímetro, de forma que, após a polimerização, uma amostra era separada em três. A ponta de um condensador de Ward n°2 foi milimetrada (FIG. 11A) e este instrumento foi utilizado para se condensar as porções de resina

inseridas na matriz, assegurando que cada corpo de prova ficasse com 1mm de altura (FIG. 11B). Uma tira de poliéster também foi colocada sobre o último incremento de resina, para evitar que a polimerização da camada superficial fosse afetada pela presença de oxigênio (FIG. 11C).



**FIGURA 11 – (A) Condensador de Ward nº2 com a ponta milimetrada; (B) Condensação das porções de resina inseridas na matriz; (C) Inserção de uma matriz de poliéster entre cada milímetro e sobre o último incremento.**

A resina composta foi polimerizada em incremento único e, ao final da fotoativação, o molde foi aberto (FIG.12A) e os três incrementos foram separados e devidamente anotados como sendo o primeiro, o segundo e o terceiro milímetro (FIG. 12B). Todas as medidas foram feitas em duplicata e um valor médio das duas medidas foi obtido.



A



B

**FIGURA 12 – (A) Após abertura da matriz, o cilindro de resina obtido foi separado perpendicularmente ao seu longo eixo em três partes (B), cada um representando um dos três milímetros de profundidade do corpo de prova.**

O intervalo máximo entre a fotopolimerização das amostras e a análise pela DSC foi de duas horas, uma vez que cada leitura leva aproximadamente uma hora. Portanto, como as amostras eram polimerizadas em incremento único e depois separadas em três partes, o primeiro milímetro era avaliado imediatamente após a fotoativação, o segundo milímetro após uma hora e o terceiro milímetro após duas horas. Essa ordem foi obedecida em todas as análises.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A técnica selecionada para avaliação da eficácia de polimerização foi a DSC devido à facilidade de preparo das amostras e interpretação dos resultados. A quantidade de monômeros que não foi consumida após a fotopolimerização sofre polimerização térmica durante o regime de aquecimento. Por se tratar de uma reação exotérmica com liberação de calor, conseguimos mensurar a eficiência da polimerização em função desta quantidade de calor liberado. Quanto mais calor for liberado pela amostra, menos efetiva foi a fotopolimerização.

ANTONUCCI e TOTH (1983) propuseram o uso da DSC para avaliação da extensão de polimerização das resinas compostas odontológicas, pois consideravam a espectroscopia de infravermelho um método delicado devido a dificuldades no preparo das amostras e na leitura dos resultados. O conteúdo inorgânico destas resinas compostas interfere nos picos de absorção de energia das ligações alifáticas, afetando os resultados. IMAZATO et al (2001) compararam os resultados obtidos para grau de conversão de resinas compostas medidos pela análise térmica diferencial e pela espectroscopia de infravermelho e concluíram que ambos os métodos são adequados, embora a análise térmica tenha se mostrado mais reproduzível e menos afetada pela complexa composição dos materiais avaliados.

VAIDYANATHAN et al (1992) afirmaram que uma diversidade de informações pode ser obtida através das análises térmicas. A DSC é eficaz em determinar as variações de entalpia de uma reação, podendo revelar tanto o calor

envolvido em uma reação durante a polimerização, quanto a quantidade de monômeros que não reagiram após a fotopolimerização, pelo monitoramento do calor liberado durante um regime de aquecimento. Consideramos esta técnica simples, tanto no preparo das amostras quanto na interpretação dos resultados, que é feita pela análise direta do gráfico obtido durante as medidas. Os resultados por nós encontrados estão de acordo com os estudos preliminares acima citados e a DSC nos parece uma alternativa bastante interessante para a avaliação do desempenho de aparelhos fotopolimerizadores.

Devemos ter em mente que, para determinarmos a eficiência de unidades fotoativadoras, não devemos avaliar apenas as características do aparelho. É correto afirmar que o desempenho clínico dos compósitos dentais é altamente influenciado pela qualidade do aparelho fotopolimerizador. Porém, o tipo de material utilizado tem grande influência na efetividade da polimerização. Fatores como a cor do compósito (MILLS et al, 2002), composição da matriz resinosa (NAGEM FILHO, 2000), conteúdo de carga (MILLS, JANDT e ASHWORTH, 1999) e tipo de sistema fotoiniciador (STAHL et al, 2000) devem ser considerados. Caminhamos para a busca de um protocolo de polimerização, onde tanto as características do aparelho quanto dos materiais sejam bem definidas pelos fabricantes, para que cada resina composta tenha informações suficientes em relação à quantidade de luz que elas necessitam para que uma adequada polimerização seja alcançada.

Os fatores que tendem a influenciar a magnitude e a qualidade da polimerização através da luz podem ser intrínsecos ou extrínsecos. Os fatores

intrínsecos estão relacionados com a composição e características da resina, como a cor, coeficiente de transmissão e tipo de partículas (NAGEM FILHO, 1999).

Ao utilizarmos a mesma resina composta para confecção de todas as amostras, o objetivo foi tentar minimizar a influência dos fatores intrínsecos do material. A resina composta selecionada (Charisma<sup>®</sup>, cor A2) tem sua matriz baseada em Bis-GMA e TEGDMA, contém 64% de carga (por volume) de vidro de bário-alumínio-fluor e dióxido de silício, e tem como sistema fotoiniciador a canforoquinona/DMAEMA. Porém, é importante ressaltar que o material selecionado foi uma resina composta comercial e não podemos esperar valores muito próximos entre as medidas, em função da heterogeneidade do material dentro do próprio tubo.

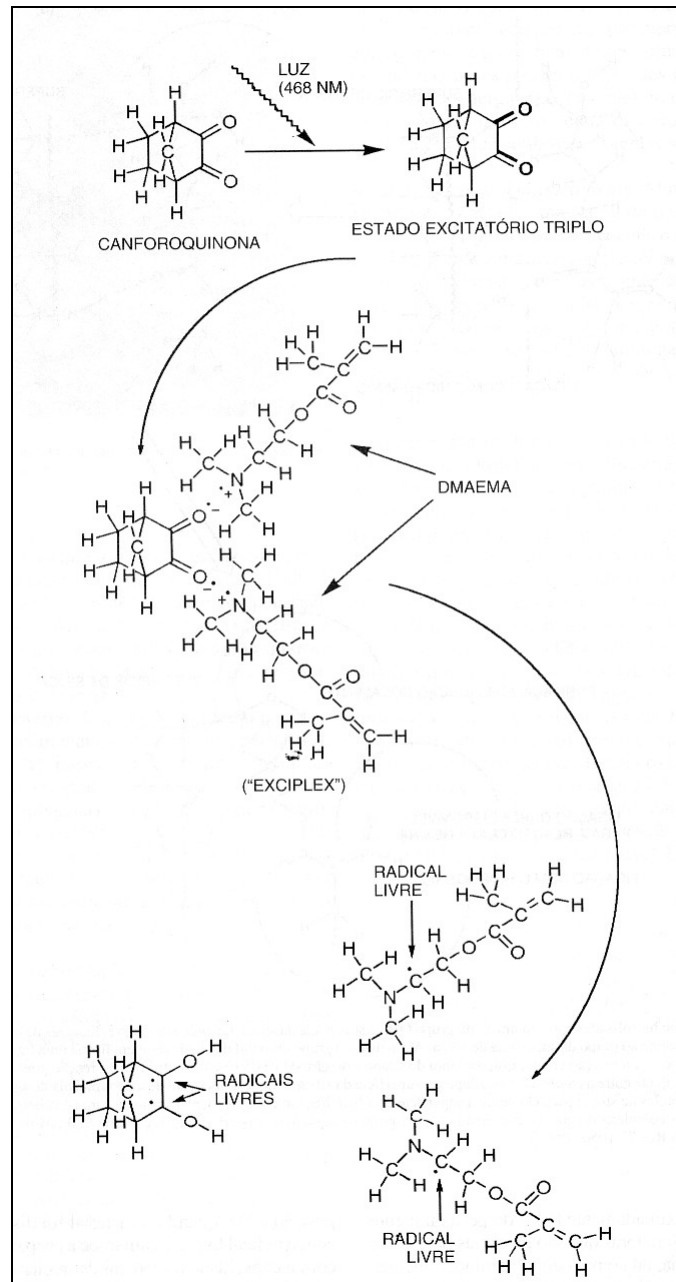
Os fatores extrínsecos referem-se à qualidade e quantidade da energia luminosa produzida pelo aparelho fotoativador. Para que estes tópicos possam ser discutidos, uma descrição do processo de polimerização das resinas compostas se faz necessária.

As resinas compostas sofrem polimerização por adição. Neste processo, as macromoléculas são formadas a partir de unidades pequenas ou monômeros, sem alteração na composição, ou seja, a estrutura do monômero se repete muitas vezes no polímero. O processo de polimerização por adição ocorre em quatro estágios: indução, propagação, terminação e transferência de cadeia. (ANUSAVICE,2000).

O sistema de indução das resinas compostas atuais é a ativação por luz visível. Neste estágio, fótons ativam o iniciador e geram radicais livres, que iniciam o processo de polimerização. As resinas compostas apresentam-se em um sistema de pasta única contida em uma seringa que as protege da luz durante o armazenamento. Na sua composição, existe uma molécula fotoiniciadora ou fotossensível, sendo a canforoquinona (CQ) a mais comumente utilizada. Quando exposta a uma luz com comprimento de onda entre 450-500nm, a CQ absorve energia e entra em um estado reativo, denominado estado excitatório triplo. Neste estágio, a CQ combina-se com uma amina redutora, dimetilaminoetilmetacrilato (DMAEMA), e forma um estado excitado complexo (exiplex), o qual quebra-se formando radicais livres (RUYTER, 1985). Estes radicais constituem-se de moléculas extremamente energéticas, com elétrons sem par, que buscam ligações com as unidades monoméricas (C=C). Assim, há uma quebra da ligação dupla do monômero, formando então um complexo radical-monômero, que procura fazer mais ligações com outros monômeros, resultando então em uma molécula maior, ou seja, o polímero. Este é o estágio da propagação, o qual promove o crescimento da cadeia.

A terminação pode ocorrer tanto por ligação direta, onde moléculas combinam-se entre si e tornam-se desativadas pela troca de energia; quanto pela transferência de um átomo de hidrogênio de uma cadeia em crescimento para a outra. Neste caso, uma ligação dupla é produzida quando um átomo de hidrogênio é transferido de uma cadeia para a outra. A terminação de uma cadeia também pode resultar da transferência de cadeia. Neste caso, o estado ativado é

transferido de um radical ativado para uma molécula inativa, e um novo núcleo para um futuro crescimento é criado.



**FIGURA 13 - Esquema da reação de polimerização por adição (estágio da indução) das resinas compostas.**

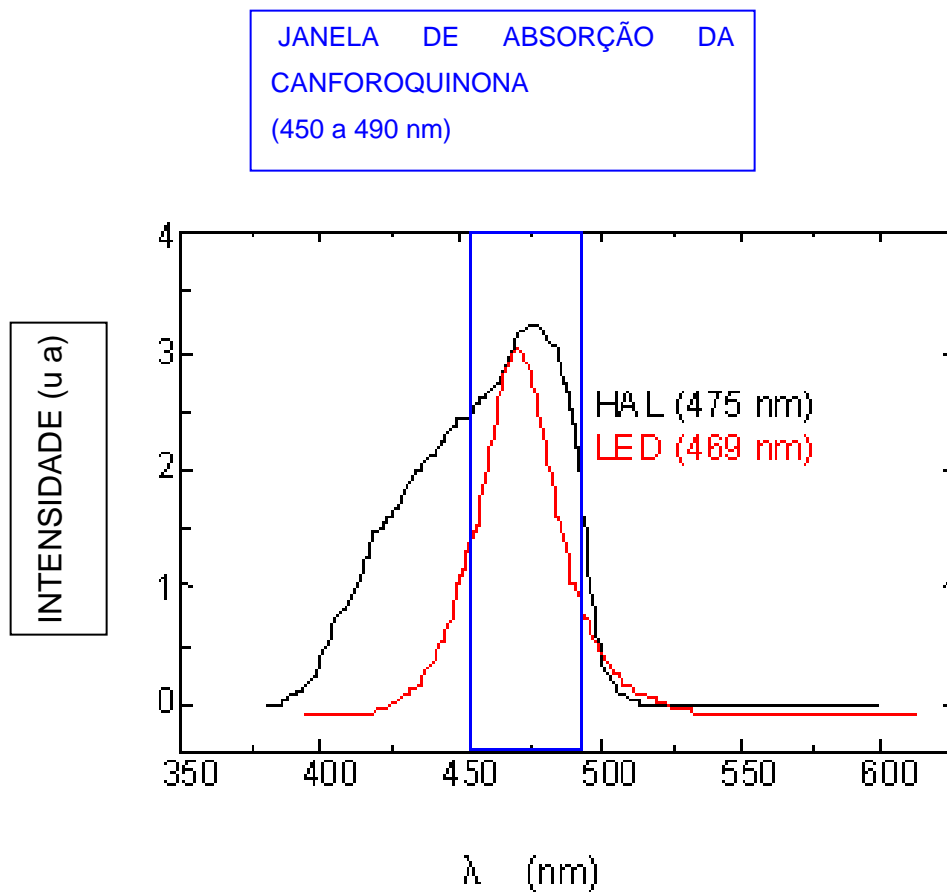


A eficiência da polimerização de um aparelho fotopolimerizador é totalmente dependente das características da luz por ele disponibilizada.

O espectro de emissão da lâmpada dos aparelhos avaliados demonstrou que o fotopolimerizador convencional à base de lâmpada halógena opera em um comprimento de onda de  $475 \pm 1\text{nm}$ , enquanto o LED opera em  $469 \pm 1\text{nm}$ .

Em relação à qualidade da energia disponibilizada, todos os aparelhos estão dentro da faixa de absorção da CQ, que segundo NOMOTO (1997) é de 450 a 490nm. Porém, uma análise do gráfico do espectro de emissão nos permite dizer que os LEDs tem uma emissão muito mais homogênea e concentrada numa faixa estreita de comprimento de onda, bem próximo ao pico de absorção da CQ, que é de 470nm (FRANCO e LOPES, 2003; NOMOTO, 1997), o que pode ser visto no GRAF.3. Apenas aqueles comprimentos de onda que são prontamente absorvidos pelo fotoiniciador contribuem para a fotopolimerização. Desta forma, praticamente toda a luz emitida pelos LEDs está dentro do espectro de absorção máxima da CQ, ao contrário dos aparelhos convencionais, que produzem luz fora da região espectral de interesse. Além desta luz não ser útil para a fotoativação, se torna necessária a utilização de filtros para barrar estes comprimentos de onda indesejados e a utilização de um sistema de ventilação, devido à produção de calor. Estes componentes se degradam com o tempo, levando a uma redução na efetividade de cura destes aparelhos (MILLS, JANDT e ASHWORTH, 1999; MILLS et al, 2002; MILLS, UHL e JANDT, 2002; STAHL et al, 2000).

Devido ao espectro de emissão dos LEDs ser estreito e concentrado em torno de 470nm, estes aparelho só irão polimerizar aqueles materiais que utilizam a canforoquinona como fotoiniciador, o que, segundo CAUGHMAN e RUEGGERBERG (2002) é uma limitação destes aparelhos.



**GRÁFICO 3 - Espectro de emissão dos aparelhos HAL e LED comparados à janela de absorção da CQ (região entre os traços azuis).**

A polimerização pelo sistema físico somente se efetiva nos locais onde houver incidência da luz. Uma polimerização inadequada está associada a

propriedades mecânicas inferiores, menor grau de biocompatibilidade e pior desempenho clínico (NAGEM FILHO, 1999).

NOMOTO (1997) afirma que, em uma faixa de comprimento de onda de 450 a 490nm, o que determina a eficácia da polimerização é a quantidade de energia dispensada pelo fotopolimerizador. Segundo este autor, o comprimento de onda só irá interferir negativamente na polimerização se estiver fora desta faixa ideal.

A quantidade de energia que chega a uma determinada região do compósito depende da intensidade de luz, espessura do incremento de resina e tempo de exposição.

A potência média e os desvio-padrão obtidos no estudo de 20 medidas para cada aparelho estão listadas na tabela 1. Os resultados obtidos em cada medida se encontram no ANEXO A.

#### **TABELA 1**

##### **Potência média dos aparelhos fotopolimerizadores (mW).**

APARELHO	POTÊNCIA	
	MÉDIA	DESVIO PADRÃO
HAL	101,47	2,89
LED F	45,43	0,72
LED A	23,03	0,63

**Legenda:** HAL - Gnatus Optilight Digital®;

LED F - Gnatus LED® com ponta condutora de fibra ótica;

LED A - Gnatus LED® com ponta condutora acrílica.

A potência média dos aparelhos avaliados nos mostra que o HAL apresenta uma potência muito maior que os LEDs. O LED A comercialmente disponível tem uma potência de aproximadamente um quarto do HAL. Ao se substituir a ponta ativadora acrílica do LED A por uma ponta de fibra ótica, observou-se um aumento na disponibilidade de potência luminosa na resina. O LED F apresentou o dobro da potência do LED A, provavelmente em função de uma melhoria na condução da energia, minimizando a perda de luz ao longo de seu percurso. Segundo MILLS, JANDT e ASHWORTH (1999), a ponta acrílica utilizadas nos LEDs utiliza o princípio da reflexão total interna para propagação de luz, assim como a fibra ótica. A ponta é afunilada e concentra a luz que penetra na extremidade mais larga, aumentando a intensidade de luz na extremidade mais estreita que é direcionada para o compósito. Porém, ainda assim há uma perda de energia no trajeto e a fibra ótica apresentou um melhor desempenho na condução da luz.

Acreditamos que a explicação para o emprego de pontas acrílicas nos aparelhos diodo parece ser econômica. Os fabricantes nacionais destes fotopolimerizadores utilizam a mesma ponta fabricada por um terceirizado, mantém o preço de mercado mais ou menos compatível entre si, mas com um resultado bastante comprometido. Nossos resultados levam a concluir que os fabricantes precisam urgentemente trocar as pontas condutoras de acrílico.

A intensidade de luz de um aparelho é o resultado da divisão da sua potência pela área da extremidade de saída de luz da ponta condutora. A intensidade de luz também pode ser denominada irradiância ou densidade de potência. O diâmetro da ponta utilizada no HAL e LED F era de 1,0cm e o diâmetro da ponta do LED A era de 0,8cm. Calculando-se a irradiância destes aparelhos, chegamos aos seguintes resultados: HAL:  $129\text{mW}/\text{cm}^2$ ; LED F:  $58\text{mW}/\text{cm}^2$  e LED A:  $46\text{mW}/\text{cm}^2$ . É importante lembrar que estas irradiâncias são válidas apenas para uma pequena faixa no comprimento de onda correspondente à posição de maior intensidade emitida pela luz dos aparelhos, a saber, 475nm para HAL e 469nm para os LEDs. Voltando ao gráfico do espectro de emissão, pode-se esperar que, ao medirmos a potência destes aparelhos em radiômetros que determinam a potência total do aparelho, independente do comprimento de onda, será observado um acréscimo considerável na potência do HAL. Para os LEDs este aumento não será significativo, pois estes aparelhos apresentam uma emissão de luz numa faixa estreita do espectro eletromagnético.

O efeito da intensidade de luz pode ser detectado avaliando-se a profundidade de cura obtida por cada aparelho. A profundidade de cura é menor

nos aparelhos com intensidades de luz menores, se tornando mais efetiva em função do aumento da intensidade. Uma profundidade de cura menor com LEDs de baixa potência também foi encontrada por ASMUSSEN e PEUTZFELDT (2002), MILLS, UHL e JANDT (2002) e MILLS et al (2002), que compararam estes aparelhos com aparelhos convencionais e com LEDs experimentais de alta potência.

Ainda em relação à profundidade de cura, nossos resultados de DSC mostram que a polimerização se torna menos efetiva com o aumento da profundidade, independente do aparelho avaliado (GRAF. 4 e 5). À medida que a luz penetra, ela gradualmente perde energia, que se dissipa de acordo com o coeficiente de transmissão do compósito. Essa perda de energia leva a uma redução na capacidade de estimular a polimerização em camadas mais profundas.

Os gráficos abaixo ilustram os resultados das leituras pela calorimetria diferencial a varredura (DSC) de amostras de resina composta fotopolimerizadas pelos três aparelhos avaliados (HAL, LED F e LED A). As colunas representam a quantidade de calor liberado pela amostra durante o regime de aquecimento. A quantidade de calor é expressa em Joules por grama (J/g).

O calor médio de polimerização liberado por cada amostra encontra-se no ANEXO B. Optou-se por não transformar os resultados obtidos em grau de conversão (percentual de duplas ligações consumidas) porque, para isto, seria necessário o conhecimento detalhado da composição química da resina composta utilizada, o que não foi disponibilizado pelo fabricante. Decidimos, portanto, efetuar

um estudo comparativo do padrão de resposta de cada aparelho avaliado em função do calor liberado após medida pela DSC.

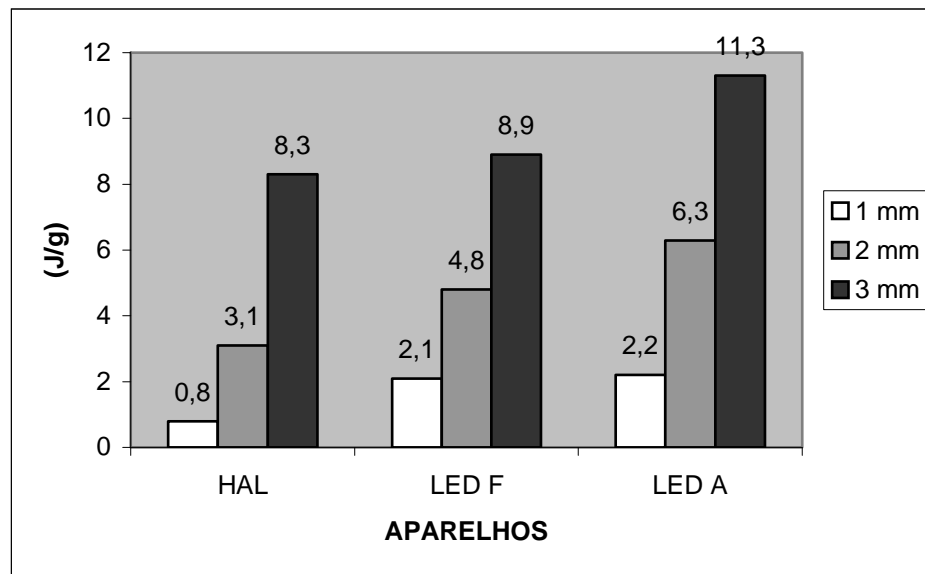
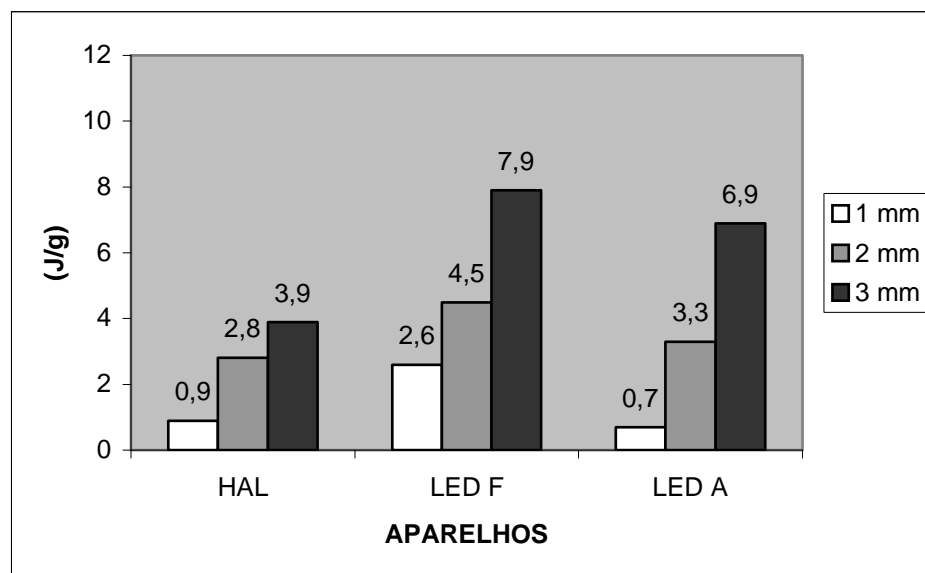


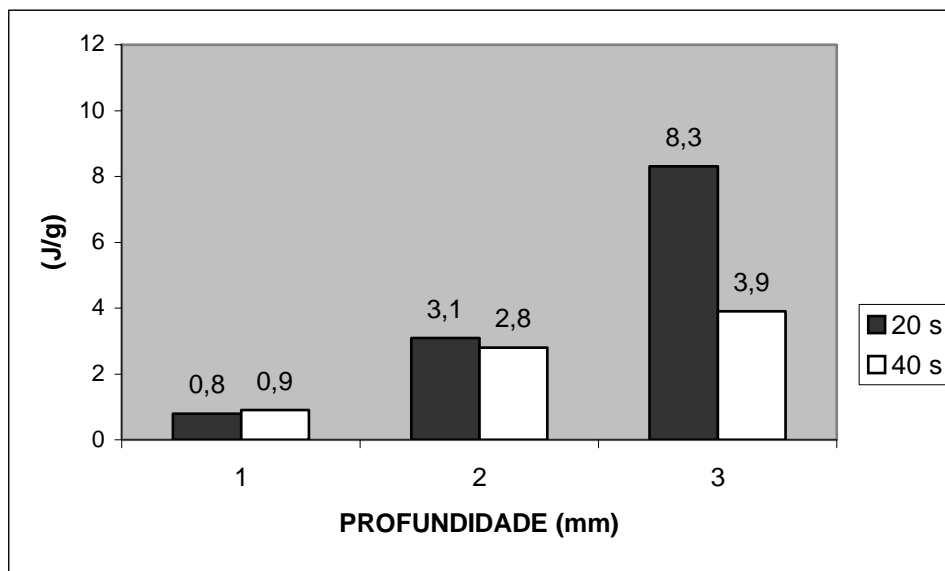
GRÁFICO 4 - Média do calor de polimerização obtido por DSC em função da profundidade (20s).



**GRÁFICO 5 - Média do calor de polimerização obtido por DSC em função da profundidade (40 s).**

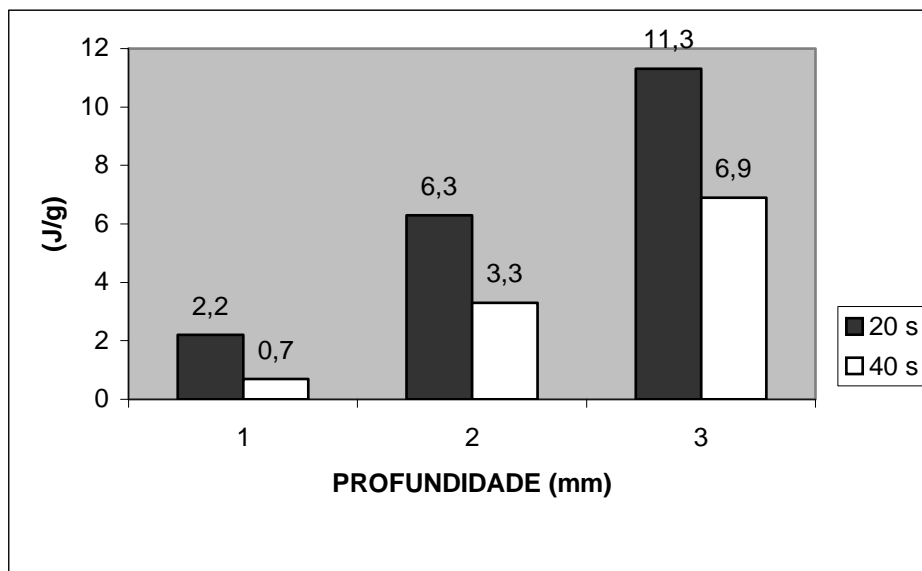
Os GRAF. 6,7 e 8 mostram a influência do tempo na polimerização. Aumentando-se o tempo de exposição de 20 para 40s, observamos que, para HAL (GRAF. 6), houve uma melhora na profundidade de cura. Nos dois milímetros superficiais não se observaram alterações em função do aumento do tempo de exposição. Apenas no terceiro milímetro observou-se uma redução no calor de polimerização liberado quando este aparelho foi utilizado, o que equivale a dizer que o aumento do tempo de exposição acarretou um aumento na profundidade de polimerização. O mesmo pode ser dito para os aparelhos tipo LED. Entretanto, deve-se salientar que para o HAL a diminuição do calor no terceiro milímetro foi mais efetiva. Estes achados estão de acordo com MILLS et al (2002), que observaram um aumento de dois para três milímetros na profundidade de polimerização quando o tempo de exposição aumentou de 20 para 40s, onde fotopolimerizadores convencionais e LEDs de alta potência foram avaliados.





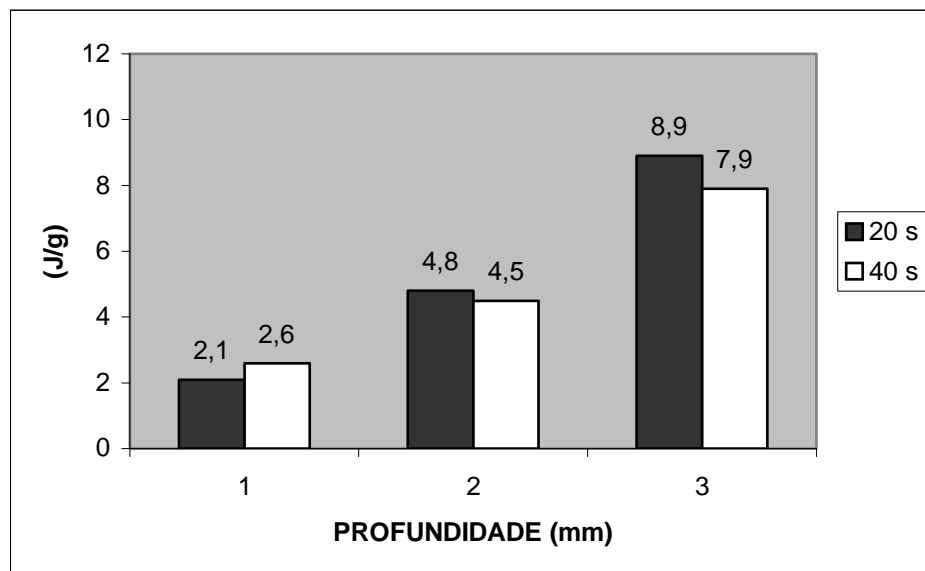
**GRÁFICO 6 –Efeito da variação do tempo de exposição na profundidade de polimerização quando o aparelho convencional foi utilizado (HAL), obtido por DSC.**

Para o LED A (GRAF. 7) uma melhora significativa da polimerização foi observada em todos os milímetros, em função do aumento do tempo de exposição. De acordo com NOMOTO, UCHIDA e HIRASAWA (1994), uma mesma profundidade de polimerização e um mesmo grau de conversão serão alcançados quando o montante total de exposição permanecer constante. O montante total de exposição é o produto da intensidade de luz pelo tempo de irradiação. Isto equivale a dizer que uma menor intensidade pode ser compensada aumentando-se o tempo de exposição, exatamente o que ocorreu quando avaliamos o desempenho do LED A. Com certeza, baseados na perda de eficiência da luz pela ponta, o aumento do tempo de exposição faz chegar mais energia.



**GRÁFICO 7 - Efeito da variação do tempo de exposição na profundidade de polimerização utilizando-se o LED comercialmente disponível (LED A), obtido por DSC.**

Para o LED F (GRAF. 8), o aumento do tempo de exposição parece não influenciar tão efetivamente como para os outros aparelhos. Como poderíamos explicar isso? Inicialmente, podemos inferir que a utilização de uma ponta de fibra otimizando a transmissão de luz associada a uma emissão de luz numa faixa estreita do espectro eletromagnético determinem este resultado. Em outras palavras, isto quer dizer que a quantidade de energia consumida pela resina parece ser a mesma independente do tempo.



**GRÁFICO 8 - Efeito da variação do tempo de exposição na profundidade de polimerização utilizando-se o LED com ponta de fibra ótica (LED F), obtido por DSC.**

Uma consideração importante em relação ao terceiro milímetro é que, durante o preparo das amostras, ao se retirar o cilindro de resina da matriz metálica observou-se que este milímetro apresentava-se pastoso, principalmente quando o tempo de exposição era de 20s. Isto dificultou a análise destas amostras, porque algumas vezes esta porção pastosa ficava aderida à matriz e a porção de resina que era levada ao cadinho nem sempre era representativa em termos de efetividade de polimerização. Com 40s de fotoativação, o terceiro milímetro apresentava-se mais consistente, embora visualmente fosse percebida uma diferença na cor entre este milímetro e os dois milímetros superficiais. Parece prudente a recomendação de limitarmos a espessura dos incrementos de resina em no máximo 2mm, assegurando uma cura efetiva em toda a extensão do material, independente do aparelho avaliado. Devemos nos lembrar que estas

observações foram constatadas em condições experimentais, as quais são bem mais controladas que as condições clínicas, onde devemos trabalhar sempre com uma margem de segurança.

Quando utilizamos aparelhos com maior intensidade de luz, como HAL, pode ter ocorrido uma passagem instantânea de um estado menos viscoso, pré-gel, para um estado rígido, pós-gel, propiciando uma rápida reação de polimerização do material. De acordo com LOVELL, MEWMAN e BOWAN (1999), um regime de entrelaçamento existe durante a reação de polimerização e a mobilidade do polímero fica extremamente limitada. À medida que a reação continua, a mobilidade das espécies reativas se torna cada vez mais baixa e a propagação da reação se torna controlada pela limitação da difusão. Este entrelaçamento das moléculas ocorreu nos primeiros 20s, por isso não houve alteração na polimerização devido ao aumento do tempo de exposição. Mesmo que a luz disponibilizada estivesse, ao longo do tempo, estimulando mais moléculas de CQ, a conversão final da polimerização torna-se controlada pela limitação da mobilidade das moléculas reativas e não pelo montante de monômeros não reagidos ou pela quantidade de fotoiniciador ativado.

Ainda sob este ponto de vista, também conseguimos uma explicação para o comportamento do LED A. A intensidade de luz é tão baixa que não consegue promover o enrijecimento da matriz resinosa em apenas 20s e um aumento no tempo de exposição permite um maior tempo para que estas moléculas, que ainda exibem uma certa mobilidade, possam se re-arranjar, otimizando o grau de conversão. Pelo fato da polimerização com intensidades de luz mais baixas

ocorrer mais lentamente, o aumento do tempo de exposição também pode contribuir para ativar mais CQ, que ainda serão aproveitadas na reação, pois ainda há uma certa mobilidade dos agentes reativos. Com 40s de exposição, o calor de polimerização liberado pelas amostras irradiadas com o LED A foi semelhante ao calor liberado pelas amostras irradiadas com HAL e LED F por 20s, principalmente nos dois milímetros superficiais.

Nos resta saber se esta polimerização mais lenta é benéfica em termos de propriedades mecânicas e “stress” de contração de polimerização das resinas compostas. A polimerização com o LED A por 40s obteve os mesmos resultados que a polimerização do HAL e LED F por 20s, em termos de grau de conversão. SAKAGUSHI e BERGE (1998) afirmaram que um grau de conversão satisfatório pode ser alcançado se baixas intensidades de luz forem aplicadas por um tempo maior, porém com a vantagem de se observar uma redução no “stress” de contração de polimerização à medida que a intensidade de luz diminui. De acordo com FRANCO e LOPES (2003) quando uma baixa intensidade de luz é aplicada sobre uma resina composta, há um prolongamento da fase pré-gel, que é a fase em que a resina consegue aliviar as tensões provenientes da contração de polimerização, fazendo com que a reação ocorra mais lentamente. Entretanto, quando se realiza uma polimerização com baixa intensidade de luz, as propriedades físicas e mecânicas dos materiais podem ser prejudicadas. Em contrapartida, ASMUSSEN e PEUTZFELDT (2002) encontraram valores semelhantes para resistência e módulo flexural de resinas compostas polimerizadas com LEDs e com aparelhos convencionais. Também STAHL et al

(2002) não encontraram diferenças estatisticamente significantes em relação à resistência flexural de materiais polimerizados por LEDs e aparelhos de lâmpada halógena, embora as irradiâncias dos dois aparelhos fossem diferentes. Porém, os LEDs avaliados tinham intensidades maiores do que as encontradas em nossa avaliação. Este efeito pode possivelmente ser explicado pela correlação entre o espectro de absorção da canforoquinona e o espectro de emissão dos LEDs. A luz produzida pelos LEDs pode ter menor quantidade de fótons (irradiância), porém todos os fótons gerados tem uma energia dentro da faixa de absorção da canforoquinona, o que contribui para o rendimento desta fonte de luz. Entretanto, estudos adicionais são necessários para que o efeito da redução da intensidade de luz nas propriedades dos materiais fique bem esclarecido.

Ao compararmos o desempenho de cada aparelho, pode-se afirmar que o HAL obteve melhor resultado independente da profundidade e do tempo de exposição, o que está de acordo com KNEZEVIC et al (2001). Comparando-se a eficiência de polimerização entre os LEDs, observamos que o LED F teve um melhor desempenho quando utilizado por 20s. Porém, quando o tempo de exposição aumentou para 40s, a polimerização do LED F não se alterou, ao contrário da polimerização do LED A, que apresentou uma melhora considerável, ultrapassando numericamente o desempenho do LED F neste tempo de fotoativação. Melhorar a condução de luz foi eficiente quando um tempo curto de polimerização foi utilizado. Portanto, o LED F não necessitou de um tempo de polimerização adicional, ao contrário do LED A. Porém, esta melhor condução da luz levou a uma polimerização mais rápida da resina composta. Mais uma vez, fica

a dúvida quanto às conseqüências deste tipo de polimerização nas propriedades finais das resinas compostas.

## 6 CONCLUSÕES

Com base nos dados obtidos na realização do nosso experimento, podemos concluir que:

- 1-** Os aparelhos de LED apresentaram uma densidade de potência menor que os aparelhos de lâmpada halógena, porém, o espectro de emissão destes aparelhos é praticamente igual à janela de absorção da canforoquinona.
- 2-** Para todos os aparelhos observou-se uma redução na efetividade da polimerização à medida que a profundidade aumentava.
- 3-** É aconselhável confeccionar restaurações com incrementos de até 2 mm de espessura, pois esta foi a profundidade de cura alcançada com todos os aparelhos avaliados.
- 4-** O aumento do tempo de exposição aumentou a profundidade de polimerização quando aparelhos com intensidade maior (Optilight Digital<sup>®</sup> e Gnatus LED<sup>®</sup> com ponta de fibra óptica) foram utilizados, sem, contudo, afetar a conversão.
- 5-** O Gnatus LED<sup>®</sup> com ponta acrílica necessita de um maior tempo de exposição para alcançar uma conversão semelhante à observada para o aparelho de lâmpada halógena e para o LED com ponta de fibra óptica.



- 6-** A mudança na ponta condutora do aparelho LED melhorou a condução de luz e o LED com ponta de fibra óptica apresentou o dobro da potência do LED com ponta acrílica comercialmente disponível.
- 7-** A DSC se mostrou uma técnica de fácil aplicação e de clara interpretação dos resultados e pode ser adequadamente utilizada para determinar o grau de conversão das resinas compostas.
- 8-** Estudos adicionais são necessários a fim de se determinar os reais benefícios e prejuízos de uma polimerização mais lenta, em termos de propriedades mecânicas e estresse de contração de polimerização das resinas compostas.

## **ABSTRACT**

The aim of this study was to compare the pattern of light emission of two light-curing units (a conventional Gnatus Optilight Digital<sup>®</sup>/HAL and a LED – Gnatus LED<sup>®</sup>) and to evaluate the influence of this factor in the number of non-reacting monomers of a composite resin (Charisma<sup>®</sup>) by differential scanning calorimetry (DSC). The LED was evaluated with two distinct light tips – the acrylic tip of the commercial source (LED A) and an optical fiber tip which was adapted to the conventional device (LED F). Both the emission spectra and the power output of each source were then determined. Specimens of composite resin were photocured for 20 and 40s. Each specimen supplied three samples representing each one of the 3mm of its depth. The samples were then immediately subjected to measurement by DSC. The results obtained showed that the LEDs presented smaller irradiance than did the conventional source but the spectrum of emission of these light-curing units is similar to the absorption spectrum of canphoroquinone. The change in the LED tip improved the light conduction and the LED F obtained results similar to those of the conventional source at 20s exposure. The increase in exposure time didn't affect the results for HAL and LED F and improved the polymerization for LED A, which demanded a longer exposure time to achieve the same conversion of the others light-curing units. The effectiveness of polymerization decreased with the increase of depth, independent of the source evaluated.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 ANTONUCCI, J. M.; TOTH, E. E. Extent of Polymerization of Dental Resins by Differential Scanning Calorimetry. **J. Dent. Res.**, Washington, v. 62, n. 2, p. 121-25, 1983.
- 2 ANUSAVICE, K. J. **Phillips: Materiais Dentários**. 10<sup>a</sup> ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, Caps 10 e 12, 1998.
- 3 ASMUSSEN, E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. **Scand. J. Dent. Res.**, Copenhagen, v. 90, n.6, p. 490-96, 1982.
- 4 ASMUSSEN, E.; PEUTZFELDT, A. Light –emitting diode curing: Influence on selected properties of resin composites. **Quint. Int.**, Copenhagen, v.34, n.1, p.71-5, 2002.
- 5 ASSIS, B. R. P. **Avaliação da influência de duas potências de fotoativação no grau de conversão de “resinas compactáveis”, pela espectroscopia de infravermelho**. 85 p. (Mestrado-Dentística), Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2002.
- 6 CAUGHMAN, W. F.; RUEGGERBERG, F. A. Shedding New Light on Composite Polymerization. **Oper. Dent.**, Geórgia, v. 27, n.4, p. 636-8, 2002.

- 7 FRANCO, E. B.; LOPES, L. G. Conceitos atuais na polimerização de sistemas restauradores resinosos. **Biodonto**, Brasil, v.1, n. 2, 51 p., 2003.
- 8 IMAZATO, S. et al. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. **Dent. Mater.**, New York, v.17, n.2, p.178-183, 2001.
- 9 KNEZEVIC et al. Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. **J. Oral. Rehabil.** Zagreb, v.28, n. 6, p. 586-91, 2001.
- 10 LOVELL, L. G.; MEWMAN, S. M.; BOWMAN, C. N. The Effects of Light Intensity, Temperature, and Comonomer Composition on the Polymerization Behavior of Dimethacrylate Dental Resins. **J.Dent. Res.**, Denver, v.78, n. 8, p.1469-76, 1999.
- 11 MAFFEZZOLI, A.; TERZI, R. Thermal analysis of visible-light-activated dental composites. **Thermochimica Acta**, Italy, v.269/270, p. 319-335, 1995.
- 12 MILLS, R. W. Blue light emitting diodes - another method of light curing? **Brit. Dent. J.**, Wiltshire, v.178, n.5, p.169, 1995.
- 13 MILLS, R. W.; JANDT, K.D.; ASHWORTH, S. H. Dental composite depth of cure with halogen and blue light emitting diode technology. **Brit. Dent. J.**, Bristol, v.186, n.8, p. 388-391, 1999.

- 14 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. **Biomaterials.**, Bristol, v.23, n.3, p. 2955-2963, 2002.
- 15 MILLS, R. W.; UHL, A.; JANDT, K.D. Optical power outputs, spectra and dental composite depths of cure, obtained with blue light emitting diode (LED) and halogen light curing units (LCUs). **Brit. Dent. J.**, Bristol, v.193, n.8, p. 459-63, 2002.
- 16 NAGEM FILHO, H. **Materiais Dentários: Resinas Compostas.** 2<sup>a</sup> ed., Bauru: Produções Artes gráficas, 90 p, 2000.
- 17 NAGEM FILHO, H. **Materiais Dentários: Resinas Compostas: contração volumétrica de polimerização.** Bauru: Produções Artes gráficas, 58 p, 2000.
- 18 NOMOTO, R.; UCHIDA, K.; HIRASAWA, T. Effect of Light Intensity on Polymerization of Light-cured Composite Resins. **Dent. Mat. J.**, Japan, v.13, n.2, p. 198-205, 1994.
- 19 NOMOTO, R. Effect of Light Wavelength on Polymerization of Light-cured Composite Resins. **Dent. Mat. J.**, Japan, v.16, n.1, p. 60-73, 1997.
- 20 RUYTER, I. E. Monomer systems and polymerization. In: VANHERLE, G.; SMITH, D. C. (Ed.) **Posterior Composite Resin Dental Restorative Materials.** St Paul, Dental products division, 3M, 1985, p.109-137.

- 21 SAKAGUSHI, R. L.; BERGE, H. X. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. **J. Dent.**, Portland, v.26, n.8, p. 695-700, 1998.
- 22 SPEYER, R. F. **Thermal analysis of materials**. New York, Marcel Dekker, Cap 3, 1994.
- 23 STAHL et al. Light-emitting diode (LED) polymerisation of dental composites: flexural properties and polymerisation potential. **Biomaterials**, Bristol, v.21, n 3., p. 1379-1385, 2000.
- 24 VAIDYANATHAN, J. et al. Thermoanalytical characterization of visible light cure dental composites. **J. Oral. Rehabil.** New Jersey, v.19, n.1, p. 49-64, 1992.
- 25 YOON, T. H. et al. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. **J. Oral. Rehabil.** Seoul, v. 29, n.12, p.1165-1173, 2002.

## 8 ANEXO A

### Medida das potências dos aparelhos avaliados:

#### Aparelho fotopolimerizador Gnatus Optilight Digital® (HAL).

Comprimento de onda : 475 nm

MEDIDAS	INICIO (1s)	TERMINO (89s)
1	104,02	99,96
2	103,1	100,05
3	104,3	99,96
4	106,65	99,5
5	105,84	99,88
6	104,72	97,84
7	104,98	98,31
8	101,98	98,23
9	102,03	98,07
10	102,23	97,78

Média: 101,5 mW

Desvio padrão: 2,9 mW

TEMPO (s)	3a MEDIDA	6aMEDIDA	9a MEDIDA
1	104,3	104,72	102,03
10	102,61	101,41	99,54
20	101,19	99,73	98,48
30	100,14	98,28	97,9
40	100,02	97,9	98,17
50	99,73	97,99	98,36
60	99,94	98,04	98,28
70	99,81	97,99	98,07
80	100,37	98,22	98,22
89	99,96	97,84	98,07

Acompanhamento da variação da potência em função do tempo, em três das dez medidas efetuadas.

**Aparelho fotopolimerizador Gnatus LED® com ponta de fibra ótica  
(LED F).**

Comprimento de onda: 469 nm

MEDIDAS	INICIO (1s)	TERMINO (89s)
1	47,68	46,12
2	45,82	45,43
3	45,54	45,17
4	45,73	45,1
5	45,63	44,87
6	45,47	44,8
7	45,83	44,74
8	45,59	44,6
9	45,75	44,5
10	45,73	44,57

Média: 45,4 mW

Desvio padrão: 0,7 Mw

TEMPO (s)	3a MEDIDA	6a MEDIDA	9a MEDIDA
1	45,54	45,47	45,75
10	46,12	45,73	45,16
20	45,83	45,44	44,95
30	45,67	45,28	44,83
40	45,55	45,15	44,74
50	45,44	45,06	44,68
60	45,36	44,98	44,62
70	45,29	44,91	44,57
80	45,23	44,86	44,53
89	45,17	44,8	44,5

Acompanhamento da variação da potência em função do tempo, em três das dez medidas efetuadas.



**Aparelho fotopolimerizador Gnatus LED® com ponta acrílica (LED A).**

Comprimento de onda: 469 nm

MEDIDAS	INICIO (1s)	TERMINO (89s)
1	24,16	23,56
2	24,19	23,15
3	23,54	22,92
4	23,43	22,82
5	23,3	22,68
6	23,21	22,47
7	23,4	22,33
8	23,35	22,27
9	23,17	22,05
10	22,9	21,79

Média: 23,0 mW

Desvio padrão: 0,6 mW

TEMPO (s)	3a MEDIDA	6a MEDIDA	9a MEDIDA
1	23,54	23,21	23,17
10	23,62	23,07	22,59
20	23,55	22,91	22,46
30	23,34	22,82	22,37
40	23,16	22,73	22,32
50	23,12	22,65	22,27
60	23,06	22,59	22,23
70	23,01	22,54	22,18
80	22,96	22,51	22,08
89	22,92	22,47	22,05

Acompanhamento da variação da potência em função do tempo, em três das dez medidas efetuadas.

## 9 ANEXO B:

### Calor de polimerização liberado por amostras de resina composta, após análise pela DSC.

H, A e F representam os aparelhos HAL, LED A e LED F respectivamente.

1,2 e 3 representam as profundidades (milímetros).Valores expressos em joule por grama (J/g).

(20 s)	1 <sup>A</sup> MEDIDA	DUPLICATA	MÉDIA	DESVIO-PADRÃO	(J/g)
H1	0,9673	0,5782	0,77275	0,275135	0,8 ± 0,3
H2	2,967	3,221	3,094	0,179605	3,1 ± 0,2
H3	9,067	7,533	8,3	1,084702	8,3 ± 1,1
A1	2,002	2,453	2,2275	0,318905	2,2 ± 0,3
A2	6,925	5,597	6,261	0,939038	6,3 ± 1,0
A3	13,7	8,819	11,2595	3,451388	11,3 ± 3,5
F1	1,161	3,066	2,1135	1,347038	2,1 ± 1,4
F2	4,196	5,368	4,782	0,828729	4,8 ± 0,8
F3	8,133	9,64	8,8865	1,06561	8,9 ± 1,1

#### Tempo de polimerização: 20 s

(40 s)	1 <sup>A</sup> MEDIDA	DUPLICATA	MÉDIA	DESVIO-PADRÃO	(J/g)
H1	0,9164	0,8026	0,8595	0,080469	0,9 ± 0,1
H2	2,635	2,883	2,759	0,175362	2,8 ± 0,2
H3	4,301	3,42	3,8605	0,622961	3,9 ± 0,3
A1	0,7891	0,6331	0,7111	0,110309	0,7 ± 0,1
A2	3,06	3,481	3,2705	0,297692	3,3 ± 0,3
A3	6,589	7,103	6,846	0,363453	6,9 ± 0,4
F1	1,514	3,502	2,508	1,405728	2,6 ± 1,4
F2	4,05	4,842	4,446	0,560029	4,5 ± 0,6
F3	7,358	8,421	7,8895	0,751655	7,9 ± 0,8

#### Tempo de polimerização: 40 s