



ANÁLISE DA DISTRIBUIÇÃO DE POTÊNCIA LUMINOSA NAS PONTAS-GUIA DE TRÊS FOTOPOLIMERIZADORES ODONTOLÓGICOS À BASE DE LED

Thales Ribeiro de Magalhães Filho

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientadores: Célio Albano da Costa Neto
Marysilvia Ferreira da Costa

Rio de Janeiro
Junho de 2015

ANÁLISE DA DISTRIBUIÇÃO DE POTÊNCIA LUMINOSA NAS PONTAS-GUIA DE
TRÊS FOTOPOLIMERIZADORES ODONTOLÓGICOS À BASE DE LED

Thales Ribeiro de Magalhães Filho

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ
COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS
NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM CIÊNCIAS EM
ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Profa. Marysilvia Ferreira da Costa, D.Sc.

Prof. Célio Albano da Costa Neto, Ph.D.

Prof. Marcelo Martins Werneck, Ph.D.

Profa. Rossana Mara da Silva Moreira Thiré, D.Sc.

Prof. Marcelo Henrique Prado da Silva, D.Sc.

Prof. Larissa Maria Assad Cavalcante, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

JUNHO DE 2015

Magalhães Filho, Thales Ribeiro de

Análise da distribuição de potência luminosa nas pontas-guia de três fotopolimerizadores odontológicos à base de LED/ Thales Ribeiro de Magalhães Filho. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2015.

XIV, 96 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Célio Albano da Costa Neto

Marysilvia Ferreira da Costa

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2015.

Referências Bibliográficas: p. 78-88.

1. Potência Luminosa. 2. Fotopolimerização. 3. Compósito odontológico. I. Costa Neto, Célio Albano da *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materias. III. Título.

DEDICATÓRIA:

À minha esposa, pois, lutando junto foi incansável, nunca deixando de acreditar no sucesso da nossa jornada, uma boa jornada! Preocupada com todos os detalhes, sempre se fez presente e participativa tanto nos elogios como nas críticas.

Ao meu filho que cresceu durante esta jornada, se tornando cada vez mais companheiro e atento aos anseios de seus pais.

Ao meu pai, pois, tudo começou com ele quando me abriu as portas da faculdade e hoje vê que todo o seu sacrifício valeu a pena. Afinal, só sabemos o alcance do amor de um pai quando nós mesmos passamos a sê-lo.

“A vaidade – a valorização das aparências em nós e nos outros – quando se torna um hábito, marca as fontes de felicidade em nós e nos outros.

Avanços científicos, progresso tecnológico, crescimento econômico, aumento de bens de consumo – também isso é vaidade, se com eles não crescerem valores como a convivência, a justiça, a solidariedade e o respeito”

Monsenhor Paulo Daher
Vigário-Geral da Diocese de Petrópolis

AGRADECIMENTOS:

Agradeço primeiramente aos meus orientadores, Profa. Marysilvia e Prof. Célio Albano, que me aceitaram para mais esta jornada e me muniram de todo o aparato necessário, norteando o meu caminho, me ajudando a levantar nos tropeços e a desviar dos obstáculos.

A todo o pessoal do Laboratório de Polímeros, principalmente, Luiza Sancier, sempre disponível para ajudar; Christine Rabello, muito paciente nas trocas de horário no durômetro; Agmar Silva, erudito na arte de utilizar a polidora automática e Geovâneo Oliveira, devo esta tese a ele, pois, me ensinou pacientemente todos os segredos do durômetro. Todos com uma qualidade imprescindível à amizade, interesse pelo seu trabalho.

Ao Prof. Ricardo Barthen do Instituto de Física que com o seu conhecimento, dedicação e interesse iluminou o escopo desta tese.

Aos amigos Domingos Marcelus e Bessie Ribeiro do Laboratório de Instrumentação e Fotônica (LIF) pela ajuda na utilização do OSA. Ao Prof. Marcelo Werneck por disponibilizar este equipamento e acompanhar as análises.

À Profa. Bluma Guenther por disponibilizar o seu laboratório no IMA, bem como aos alunos Adriana e Matheus pelas análises feitas no equipamento de TGA.

Ao Roberto Medeiros da oficina mecânica que mesmo assoberbado de trabalho arranjava um tempo para as minhas amostras e dispositivos.

Ao secretário de pós-graduação Francisco de Assis, uma pessoa organizada, amiga, doce e sempre pronto a ajudar e resolver as poucas burocracias do programa.

À Dentsply que forneceu os compósitos testados.

À Gnatus que prontamente emprestou os fotopolimerizadores LED.

Agradeço, também, ao Prof. Reynaldo Motta que sempre acreditou no meu potencial e me mostrou o caminho certo a seguir.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D.Sc.)

ANÁLISE DA DISTRIBUIÇÃO DE POTÊNCIA LUMINOSA NAS PONTAS-GUIA DE TRÊS FOTOPOLIMERIZADORES ODONTOLÓGICOS À BASE DE LED

Thales Ribeiro de Magalhães Filho

Junho/2015

Orientadores: Célio Albano da Costa Neto

Marysilvia Ferreira da Costa

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Este estudo investigou a distribuição de potência luminosa de três LEDs e mediu seus efeitos na dureza, módulo de elasticidade e resistência à flexão.

Três LEDs foram escolhidos por seus diferentes padrões de projeção do feixe de luz. Foram nomeados como LEDC1, LEDB2 e LEDB3. Cada LED foi analisado por três métodos diferentes: 1) Observação visual da projeção em uma superfície branca e plana, 2) Medida do comprimento de onda e irradiância média utilizando um espectrômetro (McPherson 2061) na fonte de luz e distante da mesma, 3) Medida da potência de luz utilizando um analisador espectral ótico diretamente da superfície da ponta-guia. Os dois últimos métodos são quantitativos. O LEDC1 mostrou a maior irregularidade no feixe de luz e a menor potência dos três LEDs. O LEDB2 possui a maior homogeneidade na distribuição e potência intermediária. O LEDB3 possui a região de maior potência mais centralizada e concentrada dos três LEDs.

As propriedades mecânicas foram medidas pela microdureza instrumentada e resistências à flexão (RF). As propriedades mecânicas seguiram a distribuição de potência do feixe de luz, mas os maiores módulos de elasticidades foram semelhantes entre todos os LEDs, enquanto que os menores módulos variaram para cada LED.

As amostras para a RF foram fotopolimerizadas pela técnica recomendada pela ISO e movimento contínuo (MC). Todas as amostras foram polimerizadas por 20 s, como sugerido pelo fabricante. Análise Termogravimétrica, Calorimetria exploratória Diferencial e Espectroscopia de Infravermelhos Transformada de Fourier também foram realizadas para investigar as mudanças nas propriedades causadas pelo processamento e nenhuma diferença significativa foi detectada.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

ANALYSIS OF LIGHT POWER DISTRIBUTION IN TIPS END OF THREE DENTAL
LED LIGHTS CURING UNIT

Thales Ribeiro de Magalhães Filho

June/2015

Advisors: Célio Albano da Costa Neto

Marysilvia Ferreira da Costa

Department: Metallurgical and Materials Engineering

This study investigated the light power distribution in light source of three LED-LCUs and measured its effect on hardness, elastic modulus and flexure strength.

Three LED-LCUs were chosen due to their differences in the pattern irradiation's projection. They were named as LEDC1, LEDB2 and LEDB3. Each LED-LCUs was analysed by three different methods, namely, 1) visual observation over a white paper (qualitative), 2) measure wave length and average irradiance using a Spectrometer (McPherson 2061) at the end tip and far from it; 3) measure the beam power via an Optical Spectrometer Analyser (OSA) – last two methods are quantitative. The LEDC1 showed the highest beam profile irregularity and lower power among the two other. The LEDB2 had a homogeneous distribution and an intermediate power, while the LEDB3 possessed the highest power in a very narrow region.

The mechanical properties were measured by instrumented microindentation and three points flexural strength. The mechanical properties followed the power beam distribution, but the highest elastic modulus was almost the same for all LEDs, while the lowest elastic modulus varied for each LED.

The photopolymerization was conducted as recommended by ISO and by the continuous movement of the light source. All samples were photopolymerized for 20s, as mandatory by material's manufacture. Flexure strength, thermogravimetric analysis, differential scanning calorimetry and Fourier transform infrared spectroscopy were carried out to investigate change in properties caused by the two processing route, and no significant difference was found.

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS:.....	10
ÍNDICE DE TABELA	13
1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 OBJETIVO	3
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1 COMPÓSITOS.....	4
2.2 FOTOPOLIMERIZAÇÃO	7
2.3 FOTOPOLIMERIZADORES	9
2.4 INFLUÊNCIA DA CARGA NO PROCESSO DE FOTOPOLIMERIZAÇÃO	13
2.5 COMPORTAMENTO MECÂNICO	17
3 METODOLOGIA	24
3.1 ANÁLISE DOS FOTOPOLIMERIZADORES.....	24
3.1.1 COMPRIMENTO DE ONDA E IRRADIÂNCIA MÉDIA	25
3.1.2 MEDIÇÃO DA INTENSIDADE DE LUZ NO PLANO DA PROJEÇÃO	27
3.1.3 MEDIÇÃO DA INTENSIDADE DE LUZ DIRETAMENTE NA PONTA GUIA DE CADA LED	29
3.1.4 ÍNDICE DE HOMOGENEIDADE DE POTÊNCIA LUMINOSA: FATOR TOPO PLANO (FTP).....	31
3.2 ANÁLISES DO COMPÓSITO POLIMERIZADO	31
3.2.1 ANÁLISES TÉRMICAS (DSC e TGA).....	32
3.2.2 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	34
3.2.3 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS	35
4 RESULTADOS	44
4.1 FOTOPOLIMERIZADORES	44

4.1.1 COMPRIMENTO DE ONDA E IRRADIÂNCIA MÉDIA	44
4.1.2 INTENSIDADE DE LUZ MEDIDA NO PLANO DA PROJEÇÃO.....	46
4.1.3 INTENSIDADE DE LUZ MEDIDA DIRETAMENTE NA PONTA GUIA	48
4.1.4 ÍNDICE DE HOMOGENEIDADE DE POTÊNCIA LUMINOSA - FATOR TOPO PLANO (FTP).....	51
4.2 COMPÓSITOS.....	54
4.2.1 ANÁLISES TÉRMICAS.....	54
4.2.2 FTIR.....	58
4.2.3 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS	59
5 DISCUSSÃO.....	65
6 CONCLUSÃO	76
7 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS:.....	77
8 BIBLIOGRAFIA:.....	78
9 ANEXO:	89
9.1 ESTATÍSTICA:	89
10 LISTA DE TRABALHOS:.....	96

INDICE DE FIGURAS:

Figura 1 Estrutura dos monômeros mais comuns (Adaptado de FERRACANE, 2006).	5
Figura 2: Faixa de comprimento de luz visível ao olho humano. A faixa entre 400 e 500 nm, de cor azul, sensibiliza a conforoquinona.....	10
Figura 3: Forma hipotética do THF=1 (A) e THF=0,5 (B).	12
Figura 4: Gráfico esquemático de Força de indentação-Deslocamento do indentador. (Adapatado de OLIVER e PHARR, 2004).	20
Figura 5: Esquema ilustrando a formação de borda, “Pile-up”.....	20
Figura 6: Esquema ilustrando o processo de descarregamento e formação de retração, “sink-in”. (Adaptado de OLIVER e PHARR, 2004).....	21
Figura 7: Padrões de luz projetados pelas pontas-guia dos fotopolimerizadores testados. LEDC1 (A), LEDB2 (B) e LEDB3 (C).	25
Figura 8: Esquema de medição da resposta espectral dos LEDs no espectrômetro. ...	26
Figura 9: Esquema da medição da irradiância média dos LEDs, utilizando o sensor calibrado descrito.....	27
Figura 10: Esquema de medição da distribuição da irradiância na projeção, utilizando o mesmo sensor calibrado descrito, porém a medição foi feita no plano da projeção, distante das pontas ativas dos LEDs.	28
Figura 11: Medição da potência de luz diretamente na ponta ativa do fotopolimerizador. (A) Posição da ponta-guia em relação à fibra ótica presa no transladador xy. (B) OSA, ao fundo, registrando a medição.....	29
Figura 12: Detalhe da ponta ativa do fotopolimerizador em relação à fibra ótica (A) e esquema de medição da área da ponta-guia, onde as interseções representam os pontos de medição distando 0,25 mm entre eles.	30
Figura 13: Matriz flexível com o molde de 1 mm de diâmetro por 1 mm de profundidade, com as macacões em círculo para posicionamento das pontas-guias nas áreas de maior (A) e menor (B) potência.....	33

Figura 14: posição do LED preso a uma barra estabilizadora.	36
Figura 15: Detalhe da posição do LED em relação a amostra.....	36
Figura 16: Localização das indentações no LEDC1 (A), LEDB2 (B) e LEDB3 (C).....	38
Figura 17: matriz metálica bipartida	39
Figura 18: Matriz metálica bipartida (A) durante a fotopolimerização , mostrando a tira de poliéster (B) e a placa de vidro de 0,1 mm de espessura (C).	39
Figura 19: Esquema de fotopolimerização segundo a ISO 4049, mostrando a sobrepolimerização nas áreas mais escuras.....	40
Figura 20: Fotopolimerizador posicionado para polimerização pela técnica de MC.....	41
Figura 21: Dispositivo de flexão em perfeito alinhamento com o LVDT.	42
Figura 22: Amostra posicionada no dispositivo de flexão com o LVDT em contato com a face inferior.	42
Figura 23: Espectro de comprimento de onda dos três fotopolimerizadores e curva de absorção da canforoquinona. (A curva de absorção da canforoquinona foi adquirida no site da 3M).	45
Figura 24: Exemplo da Curva de Calibração utilizada para o LEDB3.....	46
Figura 25 Irradiância Média (IM) e irradiância (mW/cm^2) ao longo da ponta-guia dos LEDC1 (A e B), LEDB2 (C e D) e LEDB3 (E e F). As Figuras (A, C e E) representam a medição feita no eixo y e as Figuras (B, D e F) representam a medição feita no eixo x.	47
Figura 26: Gráfico 3D da potência luminosa e gráfico 2D da projeção da área das pontas-guia dos LEDs C1, B2 e B3.....	49
Figura 27: Gráfico 3D da potência luminosa após atravessar o compósito. LEDC1 (A), LEDB2 (B) e LERB3 (C).....	50
Figura 28: Fração de potência luminosa dos três LEDs. A linha pontilhada representa a distribuição puramente Gaussiana, enquanto que a tracejada representa a distribuição perfeita do FTP = 1.	52
Figura 29:. Fração de Potência truncada de dois LEDs. A linha pontilhada representa a	

distribuição puramente Gaussiana, enquanto que a tracejada representa a distribuição perfeita do FTP = 1.	53
Figura 30: Análise de degradação térmica (TGA) do compósito. Compósito não polimerizado (A), compósito pelo LEDC1 (B), pelo LEDB2 (C) e pelo LEDB3 (D).....	56
Figura 31: Gráfico do TGA com as curvas das derivadas dos compósitos polimerizados pelas áreas de maior intensidade (AI) dos três LEDs: LEDC1, LEDB2 e LEDB3;.....	57
Figura 32: Módulo elástico (Eit) e dureza de indentação (HV) em função da potência emitida por uma específica região da área da ponta-guia dos LEDC1, LEDB2 e LEDB3.	61
Figura 33: Gráfico das resistências à flexão dos grupos GI, GII e GIII polimerizados pelas técnicas da ISO e MC.....	63
Figura 34: Gráfico dos módulos de elasticidade dos grupos GI, GII e GIII polimerizados pelas técnicas da ISO e MC.....	63
Figura 35: Fractografias dos CPs polimerizados pelas técnicas da ISO e MC. (A) Grupo I, (B) Grupo II e (C) Grupo III. As setas indicam as áreas espelhadas, seguidas pelas linhas de Hackle.	64
Figura 36: Intervalo de confiança para desvio padrão da RF. A amostra 1 representa a técnica da ISO e a amostra 2 representa a técnica MC.	89
Figura 37: Gráfico de interação dos (EF) módulos de elasticidade em tensão de flexão (GPa) entre os grupos e técnicas de polimerização.	90
Figura 38: Gráfico de interação das (RF) resistências à flexão (MPa) entre os grupos e técnicas de polimerização.....	90
Figura 39: Normalidade dos dados de resistência à flexão dos CPs polimerizados pelos três fotopolimerizadores testados e pelas técnicas da ISO e MC.	91
Figura 40: Normalidade dos dados de módulo de elasticidade (EF) em flexão dos CPs polimerizados pelos três fotopolimerizadores testados e pelas técnicas da ISO e MC.	91

ÍNDICE DE TABELA

Tabela 1: Classificação dos compósitos de acordo com o tamanho de partícula:	13
Tabela 2: Aparelhos fotopolimerizadores com LED utilizados:	24
Tabela 3: Compósito resinoso nanohíbrido utilizado na pesquisa. Dados fornecidos pelo fabricante.	32
Tabela 4: Potência Média (PM), Irradiância Média (IM) e Sensibilidade no centro da curva espectral (Sc) de cada LED:.....	46
Tabela 5: Parâmetros utilizados e FTP da potência de luz ao longo da ponta-guia dos LEDC1, LEDB2 e LEDB3.....	51
Tabela 6: Parâmetros e FTP da potência de luz truncada ao longo das pontas-guia dos LEDC1 e LEDB2.....	53
Tabela 7: Valores do Grau de conversão (%) dos compósitos polimerizados pelas regiões de alta intensidade (AI) e baixa intensidade (BI) de luz dos três LEDs. Entre parênteses é o desvio padrão.	58
Tabela 8: Valores de resistência à flexão (RF), módulo de elasticidade (EF) e desvio padrão entre parêntesis dos RBCs polimerizados pelos três fotopolimerizadores utilizando as técnicas da ISO 4049 e movimentação contínua (MC).	62
Tabela 9: Tabela ANOVA, Teste Tukey com 95% de confiança do módulo de elasticidade em flexão (EF):.....	89
Tabela 10: Tabela ANOVA, Teste Tukey com 95% de confiança da resistência à flexão (RF):	89
Tabela 11: Teste de Kruskal-Wallis para os módulos de elasticidade dos compósitos polimerizados das técnicas de polimerização por movimento contínuo (MC) e ISO: ...	92
Tabela 12: Teste de Kruskal-Wallis para as resistências à flexão dos compósitos polimerizados das técnicas de polimerização por movimento contínuo (MC) e ISO: ...	92
Tabela 13: Teste de Kuskal-Wallis para o Grau de Conversão nas áreas de Alta Potência (AI) e Baixa Potência (BI) dos três LEDs testados.	92

Tabela 14: Resposta Espectral do LEDC1.	93
Tabela 15: Resposta Espectral do LEDB2.	94
Tabela 16: Resposta Espectral do LEDB3.	95

1 INTRODUÇÃO

Os primeiros compósitos resinosos utilizados para restauração dentária possuíam sua polimerização ativada quimicamente através da mistura de dois reagentes. Isto fazia com que o dentista tivesse um determinado tempo, normalmente insuficiente, para manipulação e inserção do material ainda amolecido na cavidade dentária tomando o devido cuidado para não faltar material nem exceder muito a quantidade necessária, dificultando o acabamento. Além disso, a necessidade de manipulação para misturar os reagentes geralmente levava à incorporação de bolhas de ar, tornando o material ainda mais poroso. Como o oxigênio é um inibidor da reação, a polimerização dos compósitos autopolimerizáveis poderia ficar prejudicada. Isto poderia levar à piora das propriedades mecânicas e aumento das reações alérgicas provenientes da liberação, em maior grau, dos monômeros residuais (ANUSAVICE, 2013).

Atualmente, os compósitos resinosos dentais fotopolimerizáveis são os materiais preferidos para a grande maioria das restaurações dentárias diretas. Isto se deve à facilidade de inserção na cavidade dentária, ao absoluto controle do tempo de polimerização e, principalmente, a sua maior capacidade de mimetizar a cor dentária original frente às resinas autopolimerizáveis (FERRACANE, 2011). Para tal, diversos tipos de fotopolimerizadores surgiram no mercado desde o início de 1970, como os de luz ultravioleta, já retirados do mercado devido à maior potencialidade de causar danos na visão do dentista, limitada profundidade de polimerização, curta vida útil e baixa resistência à microinfiltração (JANDT e MILLS, 2013). Este foi rapidamente substituído pelos de luz halógena que apresentava menor dano à saúde e maior eficiência na polimerização (RUGGEBERG, 2011). A partir de 2000, os de LED vem aos poucos substituindo os de luz halógena pela sua maior durabilidade, menor consumo de energia e menor geração de calor sem perder a eficiência (JANDT, 2013).

Surgiram ainda, recentemente, os a Laser e Arco de plasma, que possuem muito mais potência, maior custo e dificuldade de manutenção. Além do mais, a maior potência luminosa não resulta em maior eficiência e sim em majoração de alguns problemas como contração de polimerização com conseqüente descolamento da interface dente-restauração e infiltração (REIS e LOGUÉRCIO, 2007).

O fotopolimerizador ideal para restaurações dentárias diretas ainda não é uma realidade. Apesar de todo avanço tecnológico, os diversos tipos de fotopolimerizadores possuem suas vantagens e desvantagens, não existindo ainda um tipo que reúna todas as características desejadas. Alguns requisitos básicos seriam a capacidade de polimerizar completamente o compósito resinoso no menor tempo possível, bem como maior profundidade de polimerização, sendo capaz de polimerizar tanto a superfície como o fundo da cavidade sem a necessidade de várias camadas. Tal eficiência resultaria em uma restauração dentária estética e resistente a esforços mecânicos e a agressões químicas (JANDT & MILLS, 2013). Seria também desejável que este fotopolimerizador possuísse a mesma potência luminosa por toda a área de sua ponta ativa, pois uma polimerização incompleta e propriedades mecânicas aquém das ideais podem ser conseqüência de uma distribuição irregular desta potência. Uma vez que esta irregularidade não seja considerada, as falhas poderiam ser erroneamente relacionadas ao material.

A presente tese utilizou somente fotopolimerizadores à base de LED devido a sua já conhecida eficiência na polimerização dos compósitos resinosos dentais, maior durabilidade e menor custo de manutenção do fotopolimerizador. Além disso, a literatura atual é escassa e demonstra certa deficiência de informação sobre a distribuição da potência de luz ao longo da ponta ativa dos fotopolimerizadores e a influência desta distribuição nas propriedades mecânicas dos compósitos fotopolimerizados por esses LEDs.

1.1 OBJETIVO

O objetivo geral desta tese foi medir a potência luminosa e avaliar a distribuição desta em três fotopolimerizadores à base de LED facilmente encontrados no mercado.

O objetivo específico foi investigar se esta distribuição resulta em compósitos regularmente polimerizados. Para tal, alterações químicas foram investigadas utilizando-se ensaios de DSC, TGA e grau de conversão e as propriedades mecânicas, utilizando-se dureza instrumentada e resistência à flexão.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Os compósitos fotopolimerizáveis de base resinosa utilizados em restaurações dentárias possuem diversas vantagens, já relatadas anteriormente, e o seu sucesso está baseado no fato de que basta uma luz de comprimento de onda ideal e potência o atinja, por certo período de tempo, que estará pronto para enfrentar o inóspito meio bucal. Contudo, diversos fatores influenciam este processo de fotopolimerização: os monômeros utilizados, a carga de reforço, o fotopolimerizador e, principalmente, a potência luminosa e a sua distribuição ao longo da ponta-guia desse fotopolimerizador.

2.1 COMPÓSITOS

Os materiais utilizados para restauração dentária devem resistir tanto a esforços mastigatórios quanto às agressões da cavidade oral, meio úmido, ácido e com rápidas variações de temperatura, principalmente na hora da alimentação (YAP, 2000). Além disso, este material, devido à demanda estética dos usuários, deve mimetizar a cor da estrutura dentária em que está sendo utilizado, bem como protegê-lo de futuras infiltrações, mantendo a sua integridade (FERRACANE, 2011). Os compósitos de base resinosa fotopolimerizáveis, doravante chamados somente de compósitos, são os materiais eleitos atualmente para esta função, especialmente quando a restauração é feita diretamente no elemento dentário, ou seja, sem o recurso de fazer um molde e um modelo para polimerização da restauração fora da boca e posterior fixação no dente preparado (RUEGGEBERG, 2011).

Os compósitos são geralmente compostos de uma matriz polimérica aglutinante (Figura 1), à base de dimetacrilato de glicidila bisfenol A (Bis-GMA), dimetacrilato etoxilato bisfenol A (Bis-EMA) ou dimetacrilato de uretano (UDMA) em cerca de 35% em volume ou 20% em peso. Também possuem um monômero de baixa viscosidade, como o dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA), que é adicionado à

mistura para facilitar a manipulação pelo odontólogo e aumentar o índice de conversão da resina (STANSBURY e DICKENS, 2001). Partículas de reforço, em geral denominadas cargas, estão presentes em vários tamanhos de acordo com a indicação do compósito. Em linhas gerais, as cargas de menores tamanhos compõem os compósitos indicados para restaurações anteriores, pois, onde a estética é mais valorizada, a facilidade de polimento assume uma importância estratégica. Já as de maiores tamanhos compõem os compósitos indicados para restaurações em dentes posteriores onde a resistência, por sua vez, é mais valorizada e o polimento nem tanto (RASTELLI, 2005; REIS & LOGUERCIO, 2007, SIDERIDOU, 2009; JANDT, 2009). Mais adiante os compósitos serão propriamente classificados.

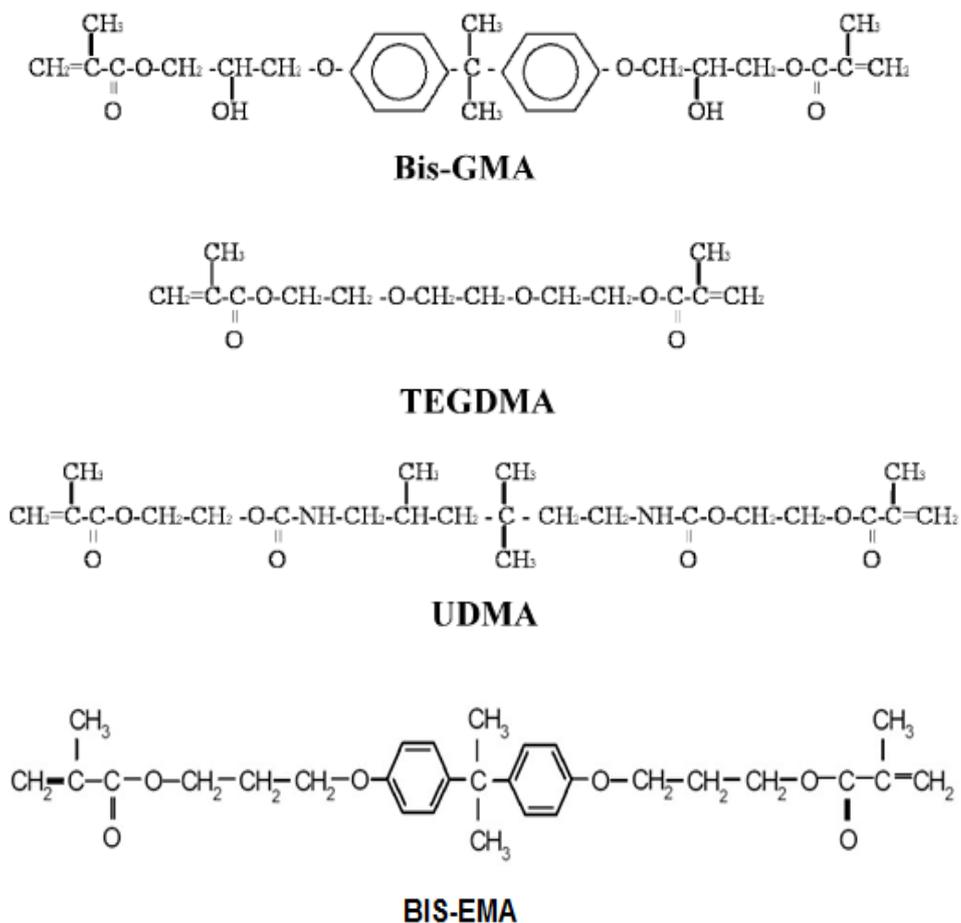


Figura 1 Estrutura dos monômeros mais comuns (Adaptado de FERRACANE, 2006).

O aumento da quantidade de TEGDMA aumenta também a contração de polimerização devido a sua maior mobilidade, que favorece a ocorrência de ligações cruzadas, quando devidamente polimerizados. Este processo de contração de polimerização dos materiais à base de resina pode ser definido como a diminuição de volume gerada pela formação de novas ligações covalentes entre os monômeros. Essas ligações aproximam as cadeias, diminuindo a distância intermolecular em cerca de três vezes. De acordo com PEUTZFELT (1997) e NOVERO (2001) esta distância passa de valores entre 0,3 a 0,4 nm para 0,15 nm. Convém ressaltar que, como o compósito para restauração dentária possui carga, a contração volumétrica é da ordem de 1 até 5% dependendo do tipo de resina (DAVIDSON e FEILZER, 1997).

Outra importante influência do TEGDMA é na penetração de luz durante a polimerização. Segundo SHORTALL *et al.* (2008), quanto maior a quantidade de TEGDMA, maior o atraso para alcançar a máxima taxa de transmissão de luz. Isto se deve a sua maior mobilidade, que diminui a viscosidade do compósito e a velocidade inicial da reação. Apesar desta menor velocidade, o compósito alcançará maior grau de conversão com este monômero. Para misturas mais viscosas, a máxima taxa de transmissão de luz ocorre mais rapidamente devido à maior dificuldade de mobilidade das moléculas. SHORTALL relacionou, também, a quantidade de TEGDMA com o Índice de Refração (IR), relatando que, durante a fotopolimerização, o IR aumenta mais quando a resina possui mais TEGDMA e que diminuindo a diferença deste IR para a carga, aumenta também a transmissão de luz através do compósito. Sendo assim, quanto menor for a diferença entre o IR do TEGDMA e o IR da carga, maior será a profundidade de polimerização.

O monômero UDMA, devido a sua maior mobilidade, possui algumas vantagens em relação ao Bis-GMA, como uma viscosidade reduzida, aumento da quantidade possível de carga a ser inserida, maior tenacidade e um maior grau de conversão (KERBY *et al.*, 2009). ASMUSSEN e PEUTZFEULDT (1998) afirmaram que quando o monômero Bis-GMA foi substituído totalmente pelo UDMA, as resistências à

tração e à flexão aumentaram em cerca de 9% e módulo de elasticidade diminuiu também cerca de 9%. A desvantagem está na maior contração de polimerização do UDMA. Esta contração gera tensões que podem levar à falha no selamento dente-restauração ou fratura do elemento dentário. Segundo BOARO *et al.* (2010) quanto maior a concentração de monômeros de alto peso molecular, como o Bis-GMA, mais baixa será a quantidade de ligações duplas de carbono por volume, menor será também a mobilidade do monômero e conseqüentemente o índice de conversão será menor, contribuindo para uma menor contração de polimerização. Sendo assim, é lícito pensar que o ideal seria um monômero que não sofresse contração ao polimerizar ou que esta contração fosse a menor possível.

2.2 FOTOPOLIMERIZAÇÃO

Para se estudar a polimerização dos compósitos resinosos, é preciso considerar o iniciador da reação. Hoje em dia, na odontologia, os compósitos utilizados são os fotopolimerizáveis devido à facilidade de esculpi-los antes da polimerização. O fotoiniciador mais utilizado é a canforoquinona (STAHL *et al.*, 2000; RUEGGERBERG, 2011). Esta reage com uma amina ativadora, presente na composição, e inicia a reação na presença de uma luz actínica com cerca de 400 a 500 nm de comprimento de onda (FERRACANE, 2011). A canforoquinona tem um máximo de absorção em 470 nm de comprimento de onda, região do azul no espectro de luz visível (NOVERO, 2001). Este fotoiniciador é ativado utilizando-se um aparelho emissor de luz, o fotopolimerizador. A ativação por luz é iniciada pela transferência de energia para a canforoquinona que, no seu estado excitado, interage com a amina ativadora abstraindo prótons e produzindo radicais livres que iniciam uma reação de adição com o monômero (NEUMANN *et al.*, 2005; ANUSAVICE, 2013). Estes radicais livres são moléculas reativas, com elétrons sem par, que buscam ligação com outros

monômeros. Quando encontram com os monômeros, ocorre uma quebra da ligação dupla do carbono (C=C), formando um complexo radical-monômero que procura fazer mais ligações com outros monômeros ou outros radicais livres disponíveis. No caso de se ligarem com os monômeros, estes se tornarão também reativos e a reação vai se propagando. Este processo é contínuo e quanto maior for a potência luminosa do aparelho fotopolimerizado, maior será a formação de radicais livres e mais reticulada será a cadeia polimérica (LEPRINCE *et al.*, 2012; HAENEL *et al.*, 2015). Entretanto, esta reação nunca é completa, pois, nem todos os monômeros são convertidos. O fim da reação pode ser uma consequência do acoplamento direto entre duas cadeias com radicais livres ou pela troca de um átomo de hidrogênio de uma cadeia em crescimento pela outra (ANUSAVICE, 2013). Sendo assim, monômeros e radicais livres ficariam impossibilitados de seguirem com a reação devido à extrema dificuldade de mobilização entre as cadeias formadas (LEPRINCE, 2012).

Diversos autores (MIYAZAKI *et al.*, 1996; FRANCO e LOPES, 2000; HALVORSON *et al.*, 2002; EMAMI & SODERHOLM, 2003) defendem a relação direta de uma dada dose de energia (J/cm^2) com a máxima polimerização de um compósito. Se um compósito precisasse de $16 J/cm^2$ para a sua máxima polimerização, bastaria utilizar uma irradiância de 400 mw/cm^2 por 40 s ($400 \times 40 = 16000 \text{ mJ/cm}^2 = 16 J/cm^2$) ou 800 mw/cm^2 por 20 segundos e assim por diante no caso de fotopolimerizadores mais potentes. Este raciocínio encontra bases na Lei da Reciprocidade. Esta lei foi introduzida por BUNSEN & ROSCOE em 1854 (FINDLAY, 1948) a partir de uma pesquisa onde o escurecimento de filmes fotográficos possuía uma relação linear com a dose de exposição à luz. Dentro deste raciocínio, os dentistas foram estimulados a utilizarem fotopolimerizadores com maior irradiância por menor tempo.

Entretanto, diversos outros autores começaram a questionar a aplicabilidade da Lei da Reciprocidade à reação de fotopolimerização dos compósitos odontológicos (MUSANJE & DARVELL, 2003; PEUTZFEULD E ASMUSSEN, 2005). Relataram que a relação entre dose de energia (J/cm^2) e grau de conversão não é linear, ou seja,

quanto maior for a irradiância utilizada na polimerização, mais tempo será necessário para atingir o mesmo nível de grau de polimerização. Os autores afirmam que uma irradiância maior por um tempo menor poderá resultar em menor grau de conversão e influenciar as propriedades mecânicas (LEPRINCE *et al.*, 2012). Isto se deve a relação inexorável entre a maior potência luminosa e a maior geração de radicais livres, onde essa maior geração não garante maior conversão. A reação de polimerização do metacrilato é de alta complexidade, os radicais livres ficariam rapidamente isolados pela reticulação das cadeias formadas não conseguindo prosseguir com a reação, resultando em menor grau de conversão (WYDRA *et al.*, 2014).

Para uma polimerização mais completa em um compósito resinoso, não só a intensidade de luz, o tempo de irradiação e a distância da ponta fotoativadora devem ser considerados, mas também a espessura desse compósito (ANUSAVISE, 2013). Diversos autores já estudaram a influência da espessura na polimerização dos compósitos resinosos (SANTOS, 2000; TSAI, 2004; PRICE, 2005; RODE, 2006) e concluíram que, com o aumento da espessura ocorre a diminuição da dureza e do grau de conversão. Tal fenômeno acontece devido à menor quantidade de fótons que atingem as camadas mais profundas do compósito durante a fotopolimerização (EMAMI, 2005; SANTOS, 2008).

2.3 FOTOPOLIMERIZADORES

Existem vários tipos de aparelhos fotopolimerizadores no mercado, que possuem diversas potências luminosas: o que utiliza luz halógena, os LEDs (*Light Emitting Diodes*), laser argônio e o arco de plasma (CHAIN, 2004), sendo que estes dois últimos equipamentos foram desenvolvidos mais recentemente e, portanto, são menos utilizados. Aparelhos como o laser argônio e arco de plasma apresentam alta irradiância, cerca de 2400 mW/cm² contra 500 a 1400 mw/cm² dos LED e luz

halógena, o que provoca, além dos problemas relatados acima, alta contração e tensão de polimerização que podem levar a dor pós-operatória, descolamento da interface dente-restauração ou fratura da estrutura dentária (REIS & LOGUERCIO, 2007; JORGE *et al.*, 2008, MICHAUD, 2014).

Já os fotopolimerizadores à base de luz halógena e LEDs são mais utilizados devido ao seu menor custo e facilidade de manutenção. Os de Luz Halógena utilizam uma lâmpada incandescente de quartzo e tungstênio e apresentam um largo espectro de comprimento de onda, sendo inclusive necessária a incorporação de um filtro de luz que permita a passagem de luz apenas na faixa do azul de 400 a 550 nm (RUEGGERBERG, 2011). Faixa esta requerida para ativar a canforoquinona (Figura 2).

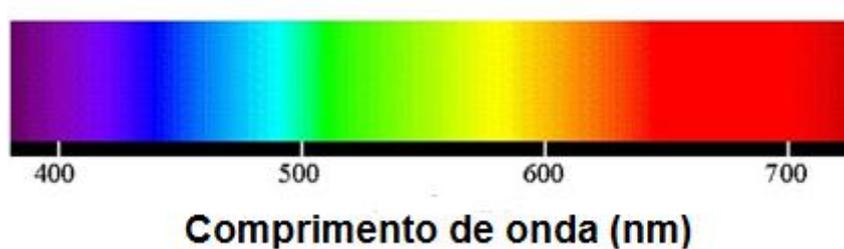


Figura 2: Faixa de comprimento de luz visível ao olho humano. A faixa entre 400 e 500 nm, de cor azul, sensibiliza a canforoquinona.

Recentemente surgiram os fotopolimerizadores à base de LED, os conhecidos “Light Emitting Diodos”, onde a luz é produzida por eletroluminescência através de semicondutores que geram baixo calor (REIS & LOGUERCIO, 2007; JANDT & MILLS, 2013).

Um aparelho fotopolimerizador eficiente deve produzir não somente uma luz actínica com comprimento de onda na faixa de 400 nm e irradiância de pelo menos 300 mW/cm² (SHAWKAT *et al.*, 2009; PRICE, 2013), mas deve possuir uniformidade na potência luminosa ao longo da ponta-guia do fotopolimerizador utilizado. Sendo assim, o dentista somente colocará a ponta ativa ligada sobre a restauração, respeitando a espessura máxima, a irradiância e o tempo recomendado pelo fabricante, e terá o compósito bem polimerizado. Mas se não possuírem esta

uniformidade, uma restauração dentária de compósito resinoso com aproximadamente 4 mm de largura mesio-distal polimerizada por uma ponta ativa com potência luminosa irregular poderá levar a diversos problemas como a mudança de cor muito rápida (SHIN & HAWLAS, 2009), descolamento e microinfiltração pela interface dente-restauração ou desgaste excessivo (SANTIS *et al.*, 2010), devido à contração volumétrica e módulo de elasticidade irregulares durante a fotopolimerização (WEIR *et al.*, 2012; CALHEIROS *et al.*, 2008). Outros problemas como um crescimento excessivo de bactérias e reações alérgicas (SANTINI *et al.*, 2012; MANOJLOVIC *et al.*, 2011) devem ser considerados em uma polimerização insuficiente dos compósitos resinosos dentais, pois a lixiviação de monômeros residuais para a polpa dentária e/ou meio bucal pode provocar irritação nos tecidos moles e promover reações alérgicas (BORGES, 2011). Ou seja, é de suma importância que um compósito esteja bem polimerizado em todo o seu volume e não somente sob a área de maior intensidade da ponta fotoativadora.

Um meio bastante efetivo de analisar a distribuição de potência luminosa ao longo da ponta-guia é através de um índice de homogeneidade. VANDERWALLE (2005) propôs um índice baseado em valores de potência normalizados, chamado “TOP HAT FACTOR (THF)”. Quando o THF é igual a 1 (um), fora da área de irradiação da ponta-guia não existe potência luminosa e dentro dessa área, todos os valores de potência são iguais, descrevendo a forma de uma cartola, em inglês “Top Hat”, sendo esta situação considerada hipotética (Figura 3-A). Quando o valor do THF é igual a 0,5, descreve uma forma Gaussiana, sendo esta situação mais real (Figura 3-B). Já, ARIKAWA (2008) propôs um índice baseado na razão entre a maior e a menor potência luminosa medida na superfície da ponta-guia, onde esta razão varia de zero a um, sendo zero a situação mais homogênea.

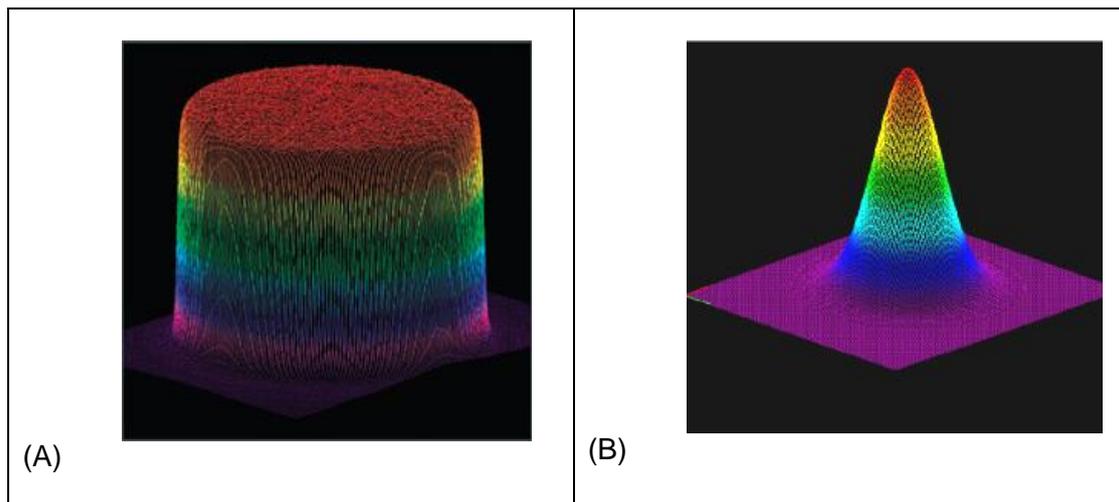


Figura 3: Forma hipotética do THF=1 (A) e THF=0,5 (B).

Para a presente Tese utilizou um índice de homogeneidade chamado de FATOR TOPO PLANO (FTP), semelhante ao THF, e baseado no índice M^2 , muito utilizado na caracterização de feixes de laser (JOHNSTON, 1998). O Índice M^2 é um fator de qualificação do feixe de laser que utiliza a razão entre a divergência do feixe no campo longínquo e a divergência de um feixe puramente Gaussiano ($M^2 = 1$) com o mesmo raio na cintura.

Mesmo com a publicação destes índices, a literatura sobre a regularidade da distribuição de potência luminosa ao longo das pontas ativas é bastante incipiente, ficando relegada à medida de intensidade de luz média pelos radiômetros (BENNETT e WATTS, 2004) ou medidas de eficiência de polimerização feitas por teste de dureza, grau de conversão e profundidade de polimerização (FLURY, 2012; RODRIGUES NETO, 2007). Tais propriedades também sofrem influência direta das cargas de reforço, tanto do ponto de vista do tamanho médio, como da distribuição e forma deste reforço.

2.4 INFLUÊNCIA DA CARGA NO PROCESSO DE FOTOPOLIMERIZAÇÃO

Os compósitos resinosos podem ser classificados pelo tamanho médio das partículas do reforço em: nanoparticulado, microparticulado, partículas pequenas, híbrido e macroparticulado (ANUSAVICE, 2013). Os mais utilizados, os compósitos híbridos, possuem esta denominação devido ao fato de possuírem dois ou mais tipos de partículas inorgânicas, permitindo, assim, a sua utilização tanto em dentes anteriores como em posteriores (SIDERIDOU, 2008). Os tamanhos médios estão expostos na Tabela 1. A quantidade total da carga pode variar de 75 a 80% em peso (ANUSAVICE, 2005).

Tabela 1: Classificação dos compósitos de acordo com o tamanho de partícula:

Carga de reforço	Tamanho médio
NANOPARTICULADO	1 a 100 nm
MICROPARTICULADO	0,04 a 0,4 μm
PEQUENAS	0,1 a 10 μm
HÍBRIDO	Mistura de partículas pequenas com micro e/ou nano.
MACROPARTICULADO	10 a 100 μm

Atualmente, alguns compósitos têm sido classificados como nanoparticulados e nanohíbridos. Os nanoparticulados possuem somente partículas de tamanho nanométricos (1 a 100 nm) e os nanohíbridos podem possuir partículas de tamanhos maiores que 1 μm , além das partículas nanométricas (REIS E LOGUERCIO, 2007). O uso de partículas nanométricas não é novo e já é utilizado pelos microparticulados e híbridos há mais de dez anos (JANDT & SIGUSCH, 2009). O nome “microparticulado”

é impreciso, mas deve ter sido relacionado ao fato das partículas serem “microscópicas” e na época de seu lançamento não havia o conceito “nano” bem estabelecido. A diferença está no tamanho médio das partículas, onde no microparticulado é da ordem de 40 a 400 nm e no nanoparticulado é da ordem de 1 a 100 nm (FERRACANE, 2011). JANDT & SIGUSCH (2009) dizem que, para evitar a aglomeração a que estão sujeitas estas cargas, pode-se carregá-las de maneira a provocar repulsão em vez de atração ou, antes de adicioná-las à resina, utilizar-se a estratégia de quebrá-las através de choques com pequenas partículas de metal ou cerâmica. Esta técnica é chamada de “*pear mill*”. Dentro desse mesmo raciocínio, ANDRADE *et al.* (2011) relataram que partículas isoladas e de aglomerados, também formados por partículas nanométricas, possibilitam o aumento de carga e melhoram as propriedades mecânicas. Esta observação foi relatada, também, por CURTIS *et al.* (2009) que, além de relacionarem os aglomerados com o aumento das propriedades mecânicas, afirmaram que quando foram totalmente infiltrados com silano, sua união com a matriz polimérica se tornou muito mais forte. Esses aglomerados infiltrados são oriundos de cargas nanométricas que ao sofrerem uma calcinação parcial formam grandes cargas cheias de microporos que são infiltradas com silano antes de incorporadas ao compósito. Essas cargas têm a habilidade de se deformarem e colapsarem nesses microporos e a partir de progressivas fragmentações absorvem e dissipam a propagação de trincas. Estas estratégias possibilitam um aumento considerável na razão carga/matriz nos compósitos nanoparticulados em relação aos microparticulados. Sendo assim, o uso de compósitos nanoparticulados resulta em melhor estética, melhor polimento e maior dificuldade de manchamento. Alguns autores (SIDERIDOU *et al.*, 2011; ANDRADE *et al.*, 2011) também relataram melhoria das propriedades mecânicas como a resistência ao desgaste, devido à maior dificuldade de remoção desta carga, tenacidade a fratura e adesão ao elemento dentário, fator muito importante em um compósito dentário de restauração direta.

KARABELA e SIDERIDOU (2011) após sintetizar vários compósitos resinosos baseados em Bis-GMA, UDMA e TEG-DMA, variando o tamanho e a quantidade de cargas entre 7 e 40 nm, chegaram à conclusão que a diminuição do tamanho das partículas aumenta a área de superfície desta carga, resultando no aumento da quantidade de silano, enfraquecimento o compósito. Uma vez que o fabricante consiga colocar grande quantidade de cargas nanométricas, mesmo que por meio de aglomerados, o compósito aumentará a sua resistência mecânicas.

Outro importante fator que as cargas de reforço influenciam é o espalhamento da luz incidida sobre o compósito. De acordo com ANUSAVICE (2013), a atenuação da luz também pode variar de acordo com o tamanho e o tipo de carga utilizado pelo compósito e que a profundidade de polimerização fica limitada entre 2 a 3 mm de espessura, não importando a potência luminosa utilizada pelo fotopolimerizador.

Esta dificuldade de transmissão de luz em um compósito pode ser explicada pela diferença do Índice de Refração (IR) entre a carga e matriz polimérica (TAIRA, 1994), ou seja, quanto menor for esta diferença, menor será a opacidade e, portanto, maior será a transmissão de luz no compósito, aumentando a profundidade de polimerização (SHORTALL *et al.*, 2008). Segundo o mesmo autor, é possível a fabricação de um compósito onde a diferença de IR de cargas e matriz é mínima tanto para não polimerizadas como para polimerizadas, tendo como resultado uma ótima transmissão de luz, mínima mudança de cor após polimerização e um alto índice de conversão.

Segundo EMAMI (2005), o espalhamento de luz aumenta quando a fração volumétrica de carga também aumenta e, uma vez que os compósitos com maior fração volumétrica possuem cargas maiores e a variação do índice de refração dos tipos de carga foi desprezível, o tamanho da carga é o maior responsável por este espalhamento de luz. Dentro deste mesmo raciocínio, os compósitos com cargas grandes são mais sensíveis à espessura ideal para fotopolimerização, devendo o dentista estar ciente de que precisará de várias camadas finas para completar uma

restauração dentária bem polimerizada. Já, segundo RASTELLI (2012), quando a análise é entre compósitos nanoparticulados e nanohíbridos, a fração volumétrica de carga é mais importante na determinação das propriedades mecânicas do que o tamanho. Entretanto, o fato de que a radiação luminosa penetra mais nos compósitos nanoparticulados e espalha mais em cargas grandes não deve ser desprezado e com certeza é um fator importante no desenvolvimento das propriedades mecânicas.

Entretanto, o tamanho médio, concentração e distribuição das cargas são alguns dos diversos parâmetros que alteram o comportamento mecânico dos compósitos. As propriedades químicas, físicas e mecânicas dos monômeros, matriz polimérica e agente de união carga-matriz também são também responsáveis, ao lado da natureza e concentração dos iniciadores da reação, irradiância, tempo de fotopolimerização e comprimento de onda.

O sucesso de qualquer material restaurador dentário depende da combinação entre as suas propriedades mecânicas (resistência, desgaste, tenacidade, etc), moldabilidade, inércia química (dificuldade ao manchamento, ser inerte, biocompatibilidade, etc) e custo (ELIAS E LOPES, 2007). A avaliação mecânica deve tentar corresponder aos estados de tensão que atuam durante o processo mastigatório, sendo que este não é trivial. Por exemplo, a trituração do bolo alimentar, devido à natureza inclinada da anatomia das cúspides dentárias e aos movimentos de torção durante a mastigação, resulta em tensões normais e de cisalhamento (ANUSAVICE, 2005), as quais podem ter uma caráter mais monotônico ou dinâmico.

Ensaio típicos utilizados para avaliar o comportamento mecânico de materiais dentários incluem compressão, flexão e dureza (CRAIG e POWERS, 1983; ZHAO *et al.*, 1997; JANDT e SIGUSCH, 2000; YAP *et al.*, 2002; KARABELA e SIDERIDOU, 2011). Dado o elevado custo dos materiais dentários (cerca de R\$ 15,00 por grama) (HEBLING & TRENTIN, 2013), a recomendação da ISO 4049 é pela utilização de corpos de prova de pequenas dimensões, os quais, por sua vez, são até maiores em volume do que as restaurações feitas com os mesmos. A escolha do método de teste

deveria ser dependente da propriedade a ser medida e sua correlação com o comportamento mastigatório; todavia, uma parcela considerável da literatura utiliza os ensaios mecânicos de forma comparativa. Exemplos deste cenário podem ser observados pelos trabalhos de RAPTIS *et al.* (1979), BRIANT e MAHLER (1986), DELLA BONA (1995), KIM (2002), KOUPIS *et al.* (2006), PICK (2010) e SIDERIDOU *et al.* (2011).

A seguir será detalhada a fundamentação dos ensaios de flexão e dos ensaios de dureza instrumentada, os quais serão utilizados na realização desta tese.

2.5 COMPORTAMENTO MECÂNICO

Os compósitos resinosos aqui utilizados apresentam comportamento linear elástico até a fratura e quase não possuem ductilidade; isto é, são materiais frágeis (PETZFELDT, 1997; WEINMANN, 2005). A dificuldade em se realizar ensaios de tração nestes materiais conduz à realização de ensaios de flexão, pois neste existe tanto a componente trativa como a compressiva, mas a fratura regularmente se origina sob a componente trativa da viga (ASHBY E JONES, 1980; MC CABE E WALLS, 2006).

O ensaio de resistência à flexão recomendado pela ISO 4049 é o de três pontos, com o carregamento central ocorrendo no meio da distância entre os apoios. Neste ensaio, a tensão normal máxima ocorre em uma linha abaixo do rolete central de carregamento. A virtude deste tipo de carregamento é a simplicidade da montagem do dispositivo de teste, sendo considerado por YILMAZ (2007) como o primeiro passo para prever o desempenho clínico de um compósito. Convém ressaltar a dificuldade de fotopolimerização de uma amostra extensa, 25 mm, por um dispositivo com diâmetro de 8 mm, onde a recomendação, devidamente descrita na metodologia, é

fazer sobreposições por toda a extensão dessa amostra (PALIN, 2003; PICK, 2010; PAINS, 2011).

Já a dureza pode ser definida como a resistência à deformação permanente provocada por um indentador (DIETER, 1981). Existem vários métodos de medir a dureza, por exemplo: MOHS, BRINELL, ROCKWELL, VICKERS, KNOPP, SHORE e etc. Dentre as durezas citadas, a dureza Vickers vem sendo muito aplicada em praticamente todas as classes de materiais (DIETER, 1981; XU *et al.*, 2000; SHAHDAD *et al.*, 2007; WACHTMAN *et al.*, 2009). O indentador Vickers possui um formato piramidal de base quadrada, com ângulos de 136° entre suas faces (DIETER, 1981) e seu resultado da dureza é calculado pela Equação 1:

$$Dv = \frac{P}{A} = \frac{1,8544P}{d^2} \quad (1)$$

Onde:

Dv é a dureza Vickers (MPa);

A é a área de impressão (mm²);

P é a força incidida (N);

d é a média das diagonais (mm);

O teste de dureza combina simplicidade e deformação permanente do material, podendo ser utilizado para avaliar tanto áreas grandes como muito pequenas. Uma evolução no método foi executada por OLIVER E PHARR (1992), cujo resultado foi a instrumentação do método para carga micro e nano, possibilitando a medição do módulo de elasticidade e dureza, em regiões diminutas, de forma automática, sem a necessidade da medição da impressão. Este teste de microdureza instrumentada é baseado na relação força-deslocamento do indentador com a superfície da amostra, tanto na penetração como na remoção. O referido durômetro permite o controle das taxas de carregamento e descarregamento até a carga máxima, manutenção desta

carga máxima por longos ou curtos períodos de tempo e ensaios sequenciais pré-determinados, localizados visualmente ou não (FRANCO Jr, 2003).

Para fins de modelagem, OLIVER E PHARR (2004) assumem que durante o carregamento a deformação é tanto plástica como elástica enquanto a impressão permanente é formada. Durante o descarregamento somente o deslocamento elástico é recuperado. Esta natureza elástica da curva de descarregamento facilita a análise e é por esta razão que este método não se aplica a materiais com deformação plástica durante o descarregamento.

Três importantes medidas podem ser extraídas da curva força-deslocamento do indentador (Figura 4): Força máxima (P_{max}), deslocamento ou profundidade máxima (h_{max}) e rigidez durante o descarregamento elástico (S), segundo a Equação 2:

$$S = dP/dh \quad (2)$$

Onde:

S é o coeficiente angular da porção inicial da curva de descarregamento (Figura 4).

A precisão da medida de dureza e módulo de elasticidade depende da eficiência das medidas desses parâmetros. Outro parâmetro importante é o da profundidade final, h_f , que é a profundidade após o total descarregamento do indentador.

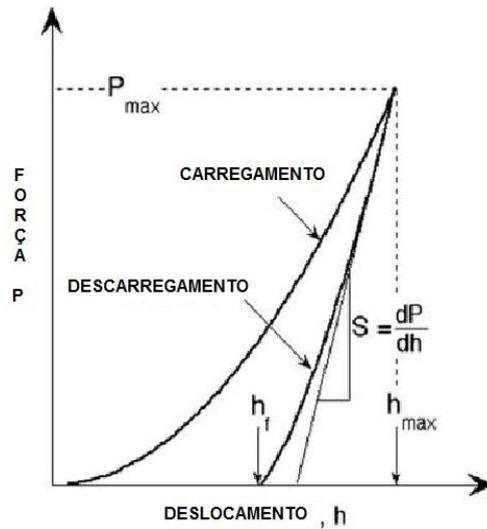


Figura 4: Gráfico esquemático de Força de indentação-Deslocamento do indentador. (Adaptado de OLIVER e PHARR, 2004).

A curva de descarregamento é uma curva distinta e reflete a área remanescente que não se mantém constante com a remoção do indentador. Portanto esta curva não é linear. Segundo OLIVER E PHARR (2004), o uso da relação das leis da potência (Equação 3) é eficiente na linearização desta curva:

$$P = \alpha(h-h_f)^m \tag{3}$$

Onde:

α e m são constantes de ajuste da lei das potências.

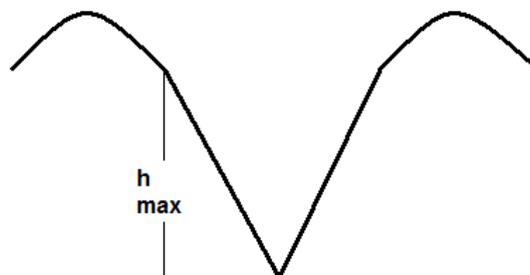


Figura 5: Esquema ilustrando a formação de borda, "Pile-up".

O fato de desconsiderar que o material ao redor da indentação pode formar bordas, “pile-up” (Figura 5), limita o uso do método, pois alguns materiais elástico-plásticos formam estas bordas. OLIVER e PHARR (2004) consideram o “pile-up” desprezível e que a quantidade de retração, “sink-in” (Figura 6), é dada pela Equação 4:

$$hs = \epsilon \frac{P_{max}}{s} \quad (4)$$

Onde:

ϵ é uma constante que depende da geometria do indentador.

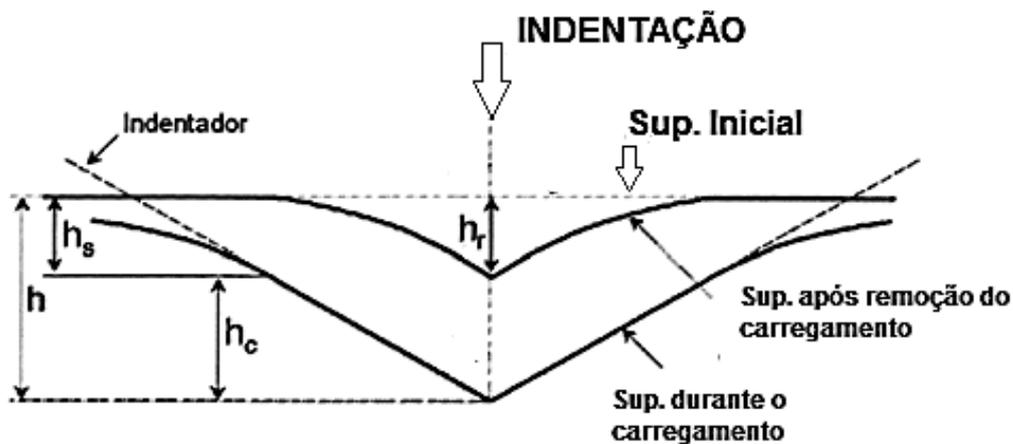


Figura 6: Esquema ilustrando o processo de descarregamento e formação de retração, “sink-in”. (Adaptado de OLIVER e PHARR, 2004).

De acordo com a Figura 6 o contato efetivo entre o indentador e o material, h_c , é dada pela Equação 5.

$$hc = h_{max} - As = h_{max} - \epsilon \frac{P_{max}}{s} \quad (5)$$

Segundo FRANCO Jr (2003), para determinar a área de contato, A_c , entre o indentador e a superfície é preciso substituir o valor de h_c na Equação 6:

$$A_c = F(h_c) \quad (6)$$

Onde:

F é uma função de área do indentador. Esta função é determinada seguindo os procedimentos sugeridos por OLIVER E PHARR (1992).

Uma vez que a área de contato foi determinada, a dureza pode ser estimada pela Equação 7. OLIVER E PHARR (1992) relatam ainda que devido a este valor de dureza ser baseado na efetiva área de contato durante o carregamento podem ser encontradas diferenças em relação às durezas tradicionais se existir significativa recuperação elástica durante o descarregamento, sendo isto importante somente em materiais com valores extremamente baixos de E (módulo de Elasticidade)/ D (Dureza).

$$D = \frac{P}{A} \quad (7)$$

Onde:

D = a dureza;

P = força;

A = área

A determinação do Módulo de Elasticidade (E) baseia-se na relação entre a área de contato e a medida de rigidez durante o descarregamento através da Equação 8:

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (8)$$

Onde:

E_r módulo elástico reduzido

β é uma constante referente ao formato do indentador.

Uma vez conseguido o módulo reduzido, através da Equação 8, o módulo de Elasticidade pode ser determinado pela Equação 9:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E} \quad (9)$$

Onde:

E_r = módulo reduzido

E_i = módulo do penetrador (1140 GPa)

E = módulo do material

O módulo reduzido leva em conta o fato de a deformação elástica acontecer tanto no material como no indentador. Apesar de o método original ter sido feito para contatos elásticos, já foi demonstrado seu efetivo uso para contatos elasto-plásticos, onde a formação de borda e a retração não influenciam o resultado.

Vale ressaltar que a relação diretamente proporcional do teste de dureza com o grau de polimerização do material (MASUDA *et al.*, 1999 e XU *et al.*, 2000) e a quantidade de carga (MANHART *et al.*, 2001), onde quanto mais polimerizado e quanto maior a quantidade de carga, maior será a sua dureza, facilita muito a análise comparativa entre compósitos resinosos.

Este estudo deseja mostrar que a distribuição de potência luminosa ao longo da ponta ativa dos fotopolimerizadores não é homogênea e que esta falta de homogeneidade prejudica as propriedades mecânicas dos compósitos.

3 METODOLOGIA

A fotometria é a medição da luz que é uma radiação eletromagnética na faixa visível ao olho humano, ou seja, com um comprimento de onda entre 360 e 830 nm (KIRKPATRICK, 2005) cuja intensidade foi aferida, nesta tese, em irradiância (mW/cm^2) e em potência (nW).

3.1 ANÁLISE DOS FOTOPOLIMERIZADORES

Foram analisados três fotopolimerizadores à base de LED regularmente encontrados no mercado, Tabela 2. Todos os três LEDs possuem apenas um grande diodo gerador de energia luminosa na faixa azul e 8 mm de diâmetro na ponta-guia de luz. Dois deles possuem uma bateria recarregável (B2 e B3) como fonte de energia elétrica e um possui um cabo (C1) que o mantém conectado à fonte de energia elétrica durante o seu funcionamento.

Tabela 2: Aparelhos fotopolimerizadores com LED utilizados:

	LEDC1	LEDB2	LEDB3
NOME COMERCIAL	<i>LD MAX</i>	<i>Optilight MAX</i>	<i>DB 686</i>
FABRICANTE	<i>GNATUS</i>	<i>GNATUS</i>	<i>DABI</i>
FONTE DE ENERGIA	<i>CABO</i>	<i>BATERIA RECARREGÁVEL</i>	<i>BATERIA REGARREGÁVEL</i>

Por uma questão de classificação, a radiação eletromagnética, doravante chamada de luz, emitida por cada LED foi projetada em uma folha de papel branco. Essas projeções de luz emitidas por suas respectivas pontas ativas obedeceram a três padrões diferentes, de acordo com a Figura 7. O primeiro, LEDC1, possui a área de luz mais intensa deslocada do centro, apresentando um padrão visual totalmente

irregular de distribuição de luz. O segundo, LEDB2, possui a área de luz mais intensa bem ao centro limitado por um halo largo de baixa intensidade, apresentando um padrão visual irregular, porém, mais simétrico de distribuição de luz. O terceiro, LEDB3, possui áreas mais intensas de luz descrevendo halos do centro até a borda da projeção, apresentando também um padrão visual simétrico de distribuição de luz.

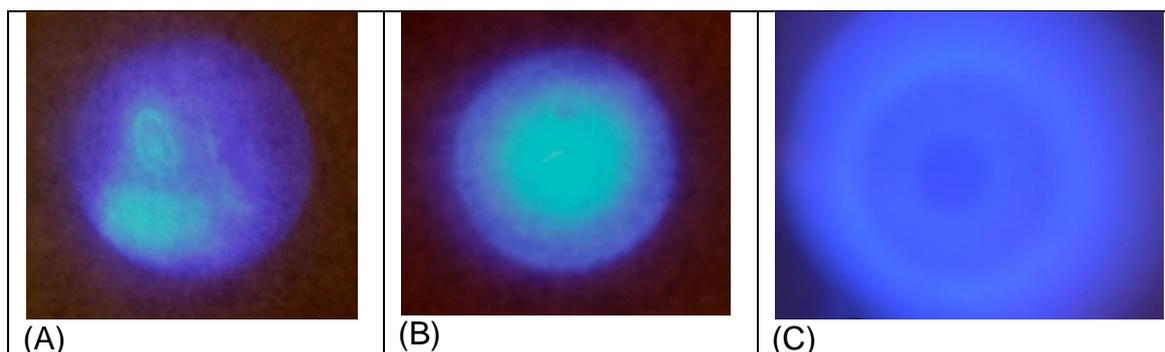


Figura 7: Padrões de luz projetados pelas pontas-guia dos fotopolimerizadores testados. LEDC1 (A), LEDB2 (B) e LEDB3 (C).

3.1.1 COMPRIMENTO DE ONDA E IRRADIÂNCIA MÉDIA

Uma vez classificados os padrões de projeções, foi preciso medir os espectros de comprimento de onda, para conferir se estavam aptos a sensibilizar o monômero iniciador da reação de polimerização, a canforoquinona. Para tal, foi utilizado o espectrômetro ótico Mc Pherson 2061, Figura 8.

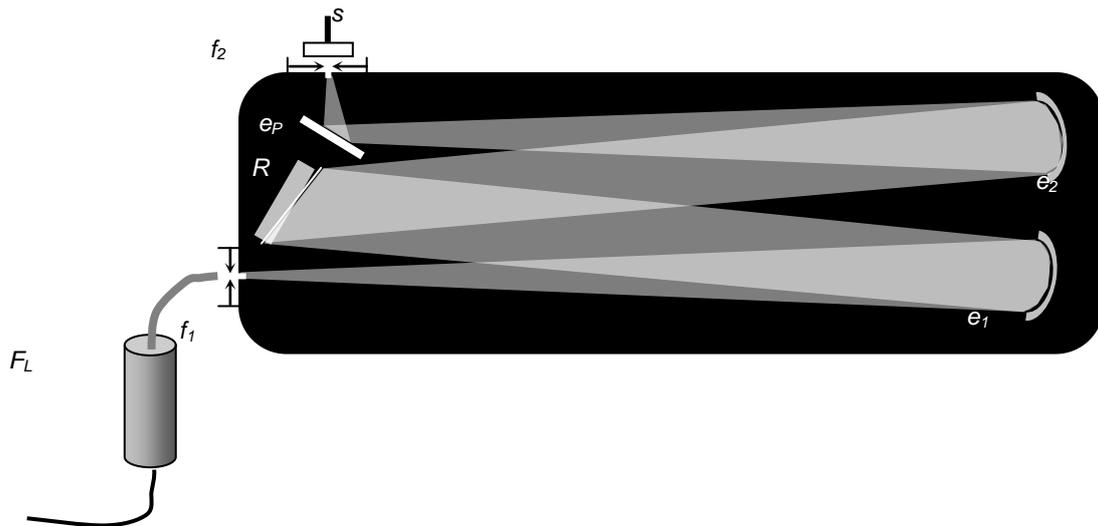


Figura 8: Esquema de medição da resposta espectral dos LEDs no espectrômetro.

Onde:

F_L = Fonte de luz

f_1 = Fenda de entrada

f_2 = Fenda de saída

e_1 = Espelho Côncavo

e_2 = Espelho Côncavo

R = Rede de Difração (1200//mm)

e_p = Espelho Plano

S = Sensor

Para a medição da irradiância média (IM) foi utilizado um sensor calibrado (Absolute Spectral Response, Centralab Semiconductor) ligado a um multímetro (Tektronix DM250) que mediu esta irradiância em mA, Figura 9.

Uma curva de calibração se fez necessária para uma perfeita apuração do S_c , que é a sensibilidade (mA) por potência (mW) no centro da curva espectral de comprimento de onda, Equação 10:

$$S_c = f(\lambda) \text{ [mA/mW]} \quad (10)$$

Onde:

S_c = sensibilidade, medida em miliampere (mA) por miliwatts (mW).

λ = comprimento de onda [nm].

Já para a análise da distribuição de potência desta luz ao longo da ponta ativa dos fotopolimerizadores foram utilizadas duas metodologias. Uma mediu a irradiância ao longo da projeção, ou seja, distante 14 cm da fonte. A outra mediu a potência diretamente da área da ponta-guia de luz de cada fotopolimerizador LED.

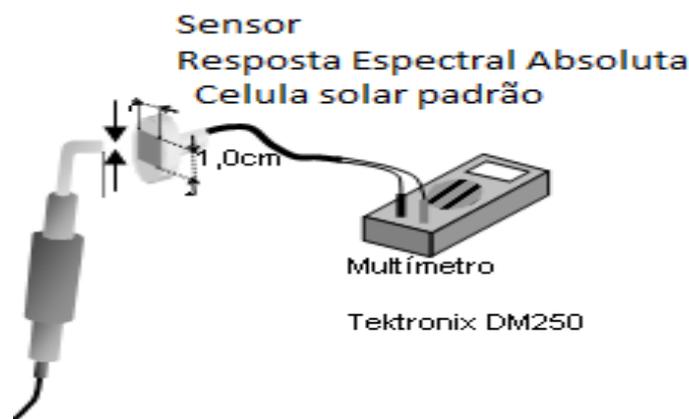


Figura 9: Esquema da medição da irradiância média dos LEDs, utilizando o sensor calibrado descrito.

3.1.2 MEDIÇÃO DA INTENSIDADE DE LUZ NO PLANO DA PROJEÇÃO

Neste método, a irradiância foi medida utilizando o mesmo sensor calibrado e multímetro, fazendo as medições no plano das projeções e não em contato com as pontas ativas, de acordo com a Figura 10. As medições foram feitas somente nos eixos x e y e não por toda a área da projeção, distante 14 cm da fonte de luz LED.

Cada LED foi preso a um suporte metálico que mantinha a superfície da ponta-guia em uma posição perpendicular ao sensor. Este, por sua vez, foi mantido estabilizado por uma haste metálica, sendo deslocado manualmente no eixo x e y, fazendo as medições.

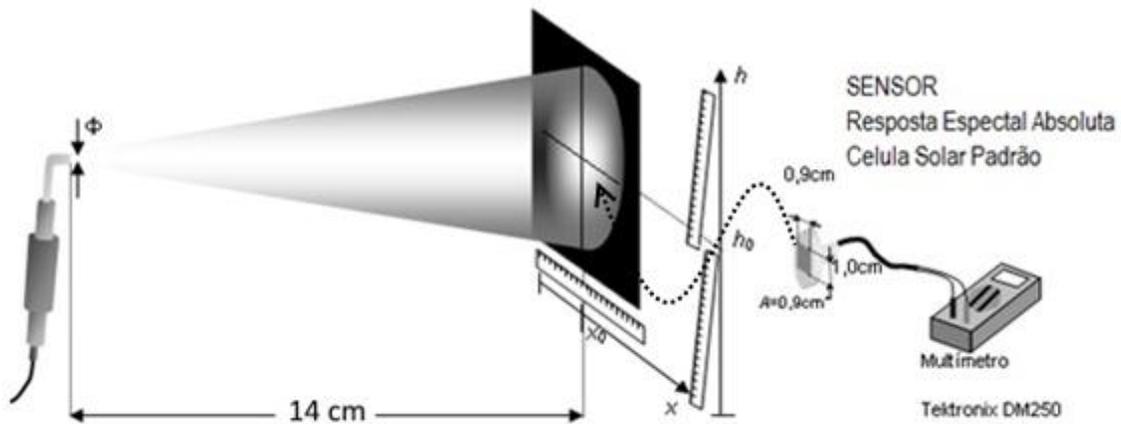


Figura 10: Esquema de medição da distribuição da irradiância na projeção, utilizando o mesmo sensor calibrado descrito, porém a medição foi feita no plano da projeção, distante das pontas ativas dos LEDs.

Em seguida, levando-se em consideração a posição vertical (x), horizontal (y) na projeção, e a área do sensor (A) construíram-se os gráficos de irradiância/deslocamento de acordo com as Equações 11:

$$i_c = i - i_{\text{fundo}}; \quad (11)$$

Onde:

$i_{\text{fundo}} = 14,5 \mu\text{A}$, corrente elétrica gerada pela luz ambiente;

i_c = corrente elétrica corrigida;

$I = i_c / 1000 (\mu\text{A}/\text{mA}) / S_c / A$, irradiância medida (mW/cm^2)

$A = 0,9 \text{cm}^2$

S_c = valor da sensibilidade (mA) por potência (mW) no centro da curva espectral.

3.1.3 MEDIÇÃO DA INTENSIDADE DE LUZ DIRETAMENTE NA PONTA GUIA DE CADA LED

Neste método a potência de luz foi medida ponto a ponto, diretamente da área da ponta guia dos LEDs, utilizando-se uma fibra ótica multimodal de diâmetro externo de 125 μm e núcleo de 50 μm de diâmetro. Uma ponta foi ligada em um analisador espectral ótico (OSA - YOKOGAWA-AQ6373: 350-1200 nm) e a outra ponta presa a um transladador x-y.

O fotopolimerizador foi posicionado de forma que a ponta ativa ficasse perfeitamente paralela ao eixo de varredura do plano xy do dispositivo de translação, onde estava presa a fibra ótica e o mais próximo possível, porém sem encostar, de acordo com as Figuras 11 e 12.

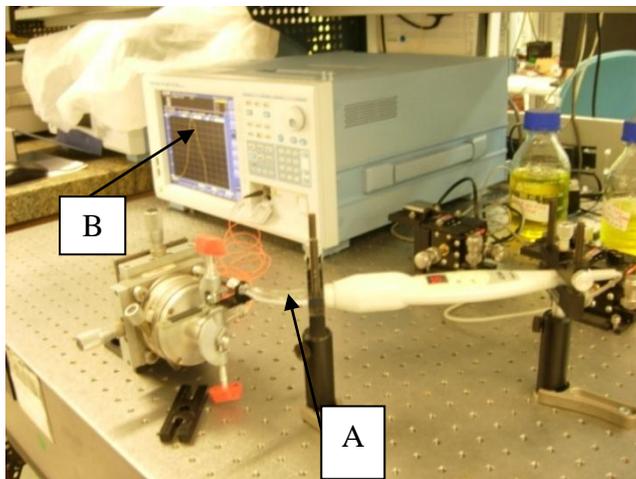


Figura 11: Medição da potência de luz diretamente na ponta ativa do fotopolimerizador. (A) Posição da ponta-guia em relação à fibra ótica presa no transladador xy. (B) OSA, ao fundo, registrando a medição.

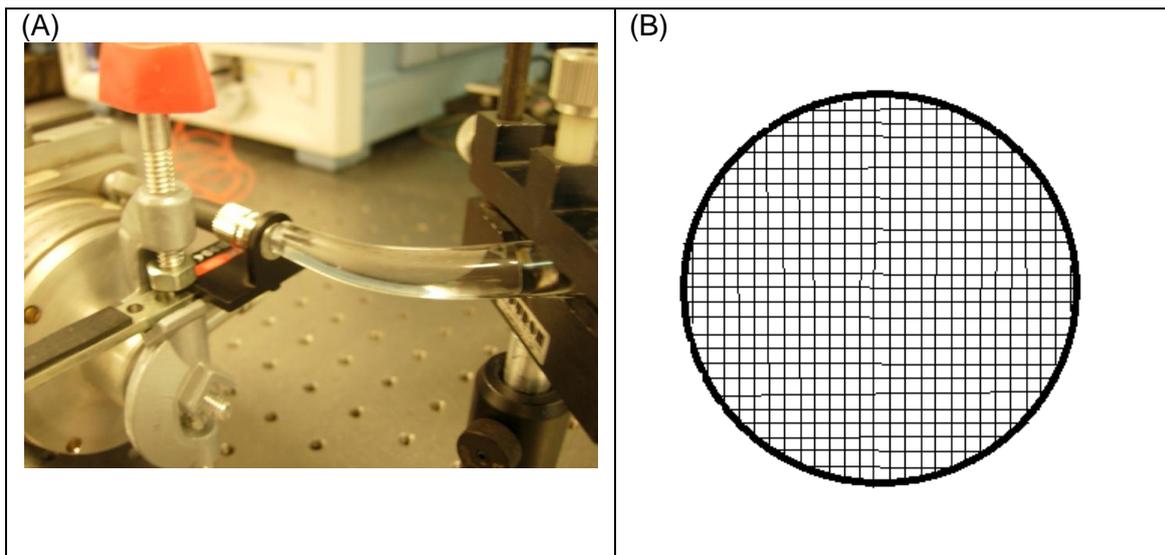


Figura 12: Detalhe da ponta ativa do fotopolimerizador em relação à fibra ótica (A) e esquema de medição da área da ponta-guia, onde as interseções representam os pontos de medição distando 0,25 mm entre eles.

A medição da potência foi feita a cada 0,25 mm, tanto no eixo x quanto no y, escaneando assim toda a área da ponta-guia dos fotopolimerizadores, de acordo com a Figura 12-B.

Após os registros das potências luminosas em nW, foram construídos gráficos em 3D e 2D para a visualização espacial da distribuição desta potência ao longo das pontas ativas, possibilitando análises comparativas entre os fotopolimerizadores e entre os métodos. A partir destes gráficos em 2D foi possível localizar as áreas de maior e menor potência, possibilitando o planejamento das localizações das identificações para análise das propriedades mecânicas do compósito polimerizado por cada grupo.

Além disso, para analisar como a luz se difunde no compósito resinoso, foi feita uma única amostra deste compósito para os três LEDs do mesmo tamanho das pontas-guia, 8 mm de diâmetro por 0,5 mm de espessura. Este único corpo de prova foi colocado sobre a saída da ponta-guia de cada LED, como uma tampa, e levado ao OSA para medição da potência luminosa através do compósito.

3.1.4 ÍNDICE DE HOMOGENEIDADE DE POTÊNCIA LUMINOSA: FATOR TOPO PLANO (FTP)

O cálculo do FTP foi realizado da seguinte forma: vários níveis de potência de zero à potência máxima medida foram definidos arbitrariamente. Para evitar redundância, cada nível foi definido sem interseções entre eles. Em seguida, o histograma dos dados de potência de luz medidos sobre toda a área da ponta ativa dos LEDs foi calculado a partir da contagem do número de pixels que possuem potências que caem dentro de cada nível definido acima. O valor de potência média foi calculado como a relação entre a soma de todos os valores de medição para o número total de pixels. Em seguida, multiplicando cada valor de contagem pelo valor de potência, foi possível extrair o histograma ponderado. Finalmente, a curva da fração de energia foi determinada pela soma ponderada do histograma decrescente de cada nível de potência definido anteriormente. O FTP foi calculado tomando a proporção da soma de todos os valores do histograma ponderado, ou a área sob a curva. Portanto, o FTP é uma medida numérica da qualidade de um perfil de feixe de luz emitido pelo fotopolimerizador. É um valor normalizado que compara o perfil do feixe real contra um perfil de feixe perfeito, ou seja, de bordas definidas. O valor de um feixe perfeito é $FTP = 1$ e o de um feixe perfeitamente Gaussiano é $FTP = 0,5$.

3.2 ANÁLISES DO COMPÓSITO POLIMERIZADO

Foi utilizado um compósito nanohíbrido à base de BIS-GMA cujas características, como fornecida pelo fabricante, são mostradas na Tabela 3.

Tabela 3: Compósito resinoso nanohíbrido utilizado na pesquisa. Dados fornecidos pelo fabricante.

	TPH 3/DENTSPLY
LOTE	L398907C
MATRIZ	Bis-GMA , Bis-EMA e TEGDMA
CARGA	Sílica, Vidros de bário alumínio e fluoralumínio borosilicato silanizado.
TAMANHO	1 nm a 10 µm
PESO	75%
VOLUME	60%
MONÔMERO INICIADOR	Canforoquinona

No intuito de identificar as diferenças de propriedades físicas, químicas e mecânicas nos compósitos polimerizados pelos três LEDs, bem como polimerizados pelas áreas de diferentes potências luminosas dentro dos LEDs, foram feitas análises térmicas, calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise termogravimétrica (TGA), análises do grau de conversão por espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) com refletância total atenuada (ATR) e testes mecânicos de dureza instrumentada e resistência à flexão. Esta última, polimerizando os corpos de prova pelo método estático, recomendada pela ISO-4049 e por movimentação contínua da fonte de luz (MC).

3.2.1 ANÁLISES TÉRMICAS (DSC e TGA)

As amostras para estes testes foram feitas em um molde com 1 mm de diâmetro a partir de uma perfuração em uma matriz plástica flexível de 1 mm de profundidade. A matriz flexível permitiu a fácil remoção das amostras depois de

polimerizadas. Foram produzidas 6 amostras para cada LED, sendo 3 fotopolimerizadas pela área de maior potência luminosa (A) e 3 fotopolimerizadas pela área de menor potência luminosa (B) de cada LED, sem interferência de uma área pela outra. Uma tira transparente de poliéster foi colocada em uma das superfícies do molde, em seguida o molde foi preenchido com o compósito e uma outra tira transparente de poliéster foi colocada por cima. Antes da fotopolimerização as amostras sofreram uma pequena compressão para a remoção do excesso e em seguida foram fotopolimerizadas por 20s, tempo recomendado pelo fabricante do compósito (Dentsply). Para que as pontas-guia pudessem ser facilmente posicionados nas áreas de maior e menor potência luminosa, foi marcado na matriz um círculo de 8 mm de diâmetro com o auxílio de um compasso. O molde localizado no centro era referente às áreas de maior intensidade dos LEDs B2 e B3 e a área localizada na borda da marcação era referente às áreas de menor intensidade dos LEDs B2 e B3 e maior do LEDC1. Para posicionar este último molde nas áreas de maior ou menor intensidade bastava girar 180° a matriz flexível, de acordo com o esquema da Figura 13.

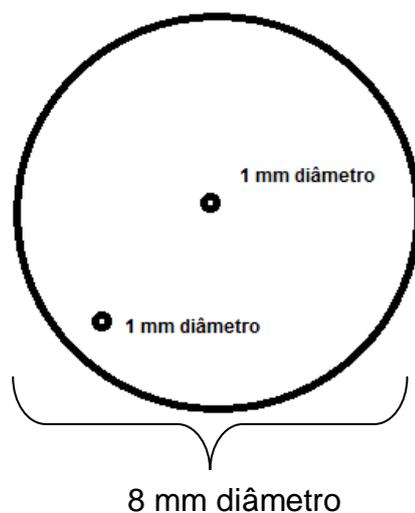


Figura 13: Matriz flexível com o molde de 1 mm de diâmetro por 1 mm de profundidade, com as marcações em círculo para posicionamento das pontas-guias nas áreas de maior (A) e menor (B) potência.

O TGA (TA Instruments - TGA Q50 V 20.10) foi feito no intervalo compreendido entre a temperatura ambiente até 700°C com uma rampa de aquecimento de 20°C/min. Com os resultados do TGA pôde-se identificar e comparar as taxas máximas de degradação do compósito polimerizado pelos diferentes fotopolimerizadores.

Para o DSC (Perkin Elmer, DSC 8000) a amostra foi aquecida até 200°C por duas vezes com uma rampa de aquecimento de 10°C/min e de esfriamento de 20°C/min.

3.2.2 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

As análises por FTIR (NICOLET 6700) com refletância total atenuada (ATR) foi feito com o objetivo de medir o grau médio de conversão das ligações duplas de carbono dos compósitos fotopolimerizados pelas áreas de maior e menor potência luminosa de cada LED.

Utilizou-se um molde com uma cavidade circular de 2 mm de diâmetro e 1 mm de espessura que foi posicionado sobre o cristal de seleneto de zinco na mesa de ATR. Esta cavidade circular foi preenchida de compósito e desta forma o mesmo ficou sobre a superfície do cristal, para, em seguida ser escaneado 64 vezes antes e depois da polimerização. O contato íntimo com o cristal não foi desfeito depois da fotopolimerização para que a reflexão não fosse prejudicada. Foi escaneada a superfície oposta à irradiação luminosa do fotopolimerizador. Foram fotopolimerizados 6 amostras para cada LED, sendo três pela área de menor potência luminosa e três pela de maior potência. Os LEDs foram posicionados sobre o compósito estando preso a um suporte estabilizador. Utilizando o mesmo método de localização das áreas de maior e menor potência do TGA e DSC.

Através da Equação 12, pode-se chegar à relação entre os picos de absorvância das ligações duplas aromáticas na faixa 1608 cm⁻¹ de comprimento de ondas, que praticamente não mudam, com as alifáticas, na faixa 1636 cm⁻¹ (KNOBLOCH *et al.*, 2004; XIONG *et al.*, 2011) , que se rompem e em seguida unem-se a cadeia polimérica com o progresso da reação de polimerização, diminuindo o valor deste pico.

$$GC\% = 100 - \frac{[Abs(c=c)1636/abs(c=c)1608]polimerizada}{[Abs(c=c)1636/abs(c=c)1608]n\tilde{a}o\ polimerizada} \times 100 \quad (12)$$

3.2.3 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

3.2.3.1 DUREZA INSTRUMENTADA E MÓDULO DE ELASTICIDADE

Os compósitos polimerizados foram divididos em grupos de acordo com o LED utilizado para sua polimerização, ou seja, o compósito do grupo I (GI) foi polimerizado pelo LEDC1, o grupo II (GII) pelo LEDB2 e o grupo III (GIII) pelo LEDB3.

Um molde de elastômero com uma cavidade de 8 mm de diâmetro por 2mm de espessura foi produzidos (Figura 13). Esta cavidade foi preenchida com um compósito híbrido (TPH 3 – Dentsply), coberto com uma fita de poliéster transparente e uma microplaca de vidro transparente de 0,1 mm de espessura durante a fotopolimerização para garantir uma superfície plana e o mais lisa possível, sem prejudicar a penetração de luz. Os LEDs foram presos a uma haste metálica para que a sua posição não variasse durante a fotopolimerização, mantendo a superfície da ponta-guia perfeitamente paralela à superfície superior da amostra, Figuras 14 e 15.

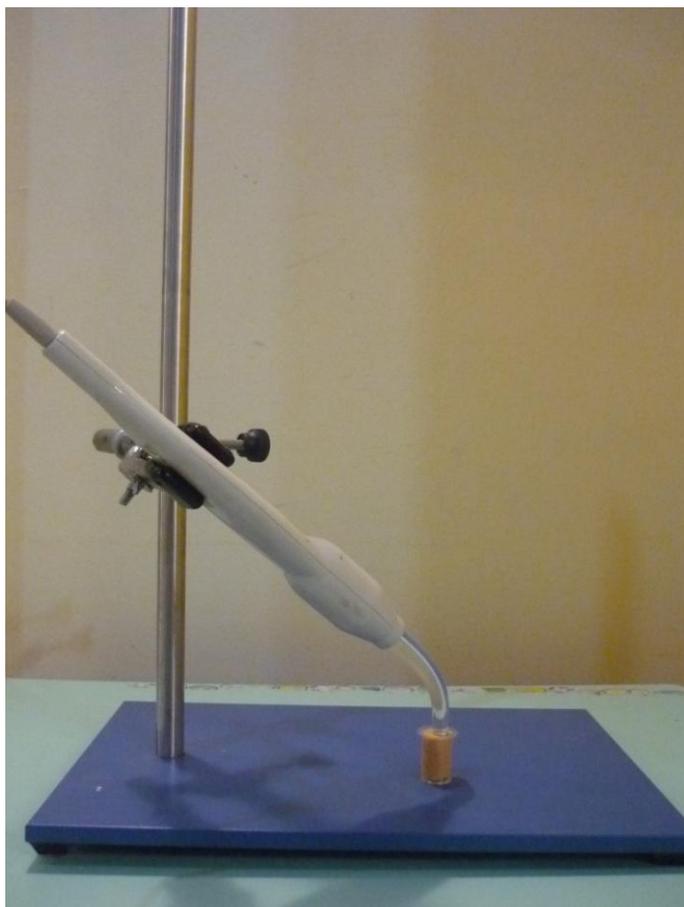


Figura 14: posição do LED preso a uma barra estabilizadora.



Figura 15: Detalhe da posição do LED em relação a amostra.

O tempo de fotopolimerização foi de 20s, como recomendado pelo fabricante. Para garantir uma superfície perfeitamente polida e planificada das amostras, fator importante para as medidas de microdureza e módulo, foi utilizado um recipiente exclusivo para inclusão em resina fria compatível com a polidora automática BUEHLER, modelo ECOMET 250, sendo cada amostra incluída em um recipiente. As amostras foram polidas com as lixas de 600 e 1200 e Alumina de 1 μ m. As indentações foram feitas em um Durômetro Instrumentado CSM Instruments, com ponta Vickers, e foram calculados os valores de dureza instrumentada (HIT) e módulo de elasticidade (EIT). Como foi descrito anteriormente, as amostras foram divididas em três grupos de acordo com o LED utilizado para fotopolimerização. As regiões que sofreram as indentações foram definidas de acordo com a potência de luz medida no OSA pelo 2º método, sendo feitas obedecendo a uma linha reta que cruzasse tanto as menores potências luminosas como também as maiores, como mostra a Figura 16. Nesta Figura, as cores vermelhas representam as maiores potências e as azuis as menores. Para os LEDs B2 e B3, esta linha reta das indentações cruzou o meio da amostra. Já para o LEDC1, esta linha se mostrou inclinada e não cruzou o meio da amostra, visto que a sua maior potência se encontrava deslocada do centro em um padrão assimétrico de distribuição. A inclinação desta reta foi definida de acordo com o maior diâmetro da área de maior potência luminosa. Os parâmetros utilizados durante cada indentação foram: força de contato 10 mN; velocidade de aproximação 8000nm/min; carga máxima 300mN; taxa de carregamento 1000mN; tempo de espera em força máxima 10 s; tempo de penetração do indentador 35 segundos. Testes prévios foram realizados para definir tais parâmetros.

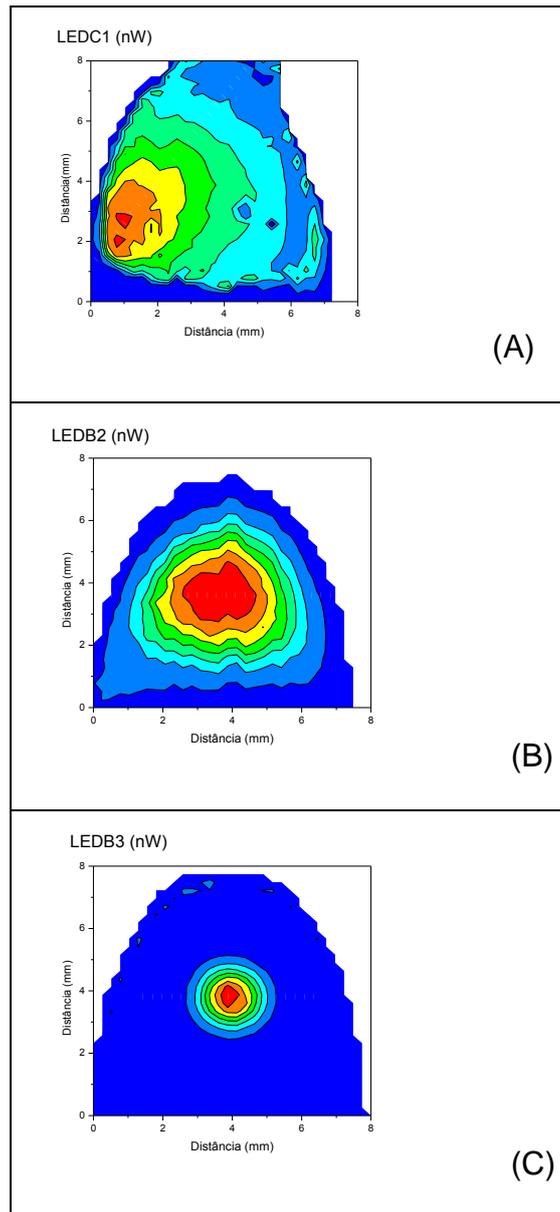


Figura 16: Localização das indentações no LEDC1 (A), LEDB2 (B) e LEDB3 (C).

3.2.3.2 RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Amostras de 25x2x2 mm foram produzidas a partir de uma matriz metálica bipartida, Figura 17. Sobre cada uma das duas superfícies, superior e inferior, foi colocada uma tira de poliéster transparente e, durante a fotopolimerização, uma placa de vidro de 0,1 mm de espessura para garantir uma superfície a mais plana e polida possível, sem diminuir a potência luminosa sobre a amostra, como mostrado na Figura 18.



Figura 17: matriz metálica bipartida

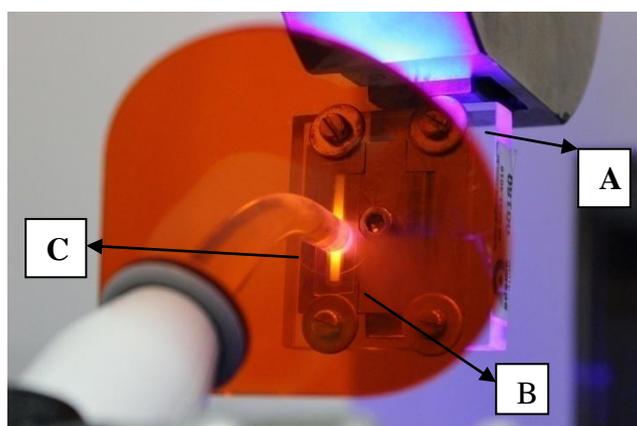


Figura 18: Matriz metálica bipartida (A) durante a fotopolimerização, mostrando a tira de poliéster (B) e a placa de vidro de 0,1 mm de espessura (C).

Foram produzidos 20 CPs para cada grupo, sendo 10 polimerizados pela técnica estática recomendada pela normativa ISO-4049 e 10 polimerizados pela técnica de movimentação contínua (MC) proposta por esta pesquisa. A técnica da ISO preconiza uma polimerização em partes, começando pelo meio do corpo de prova e movendo a metade do diâmetro da ponta ativa a cada polimerização para cada lado até percorrer todo o comprimento do CP, sobrepondo metade da área da ponta-guia a cada fotopolimerização, de acordo com o esquema da Figura 19. O tempo de polimerização em cada etapa foi de 20 s, de acordo com o recomendado pelo fabricante do compósito resinoso utilizado.

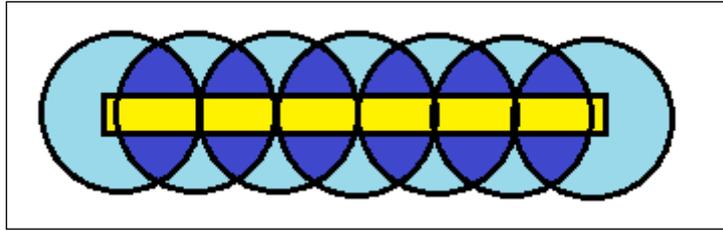


Figura 19: Esquema de fotopolimerização segundo a ISO 4049, mostrando a sobrepolimerização nas áreas mais escuras.

Já a técnica da movimentação contínua (MC) pretende evitar a sobrepolimerização que ocorre na técnica da ISO. O fotopolimerizador foi preso a uma garra presa, por sua vez, em uma haste metálica para manter uma posição fixa, tal que a superfície da ponta-guia ficasse perfeitamente paralela à superfície da amostra durante todo o processo de fotopolimerização. Foi calculada a velocidade de movimentação da matriz metálica (Equação 13), estando esta presa a uma máquina universal de ensaios INSTRON, para que cada parte da amostra recebesse os mesmos 20 s de exposição de luz recomendados pelo fabricante (Figura 20).

$$V = \Delta D / \Delta T. \quad (13)$$

Onde :

V= velocidade da barra da INSTRON

ΔD = Diâmetro da ponta-guia

ΔT = Tempo de fotopolimerização (20 s)

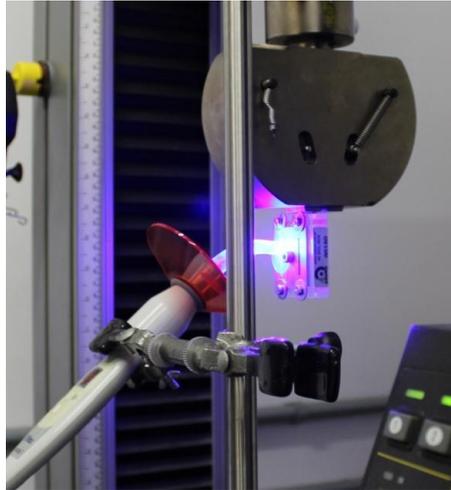


Figura 20: Fotopolimerizador posicionado para polimerização pela técnica de MC.

Como o deslocamento é igual ao diâmetro da ponta ativa de 8 mm e o intervalo de tempo os 20 s da fotopolimerização, a velocidade utilizada foi de 0,4 mm/s, sendo necessário cerca de 60 s para fotopolimerizar todo o corpo de prova. Considerou-se, porém, que na técnica da ISO a sobrepolimerização recomendada dobra o tempo de exposição à luz, portanto a técnica MC também teria que dobrar este tempo para 40 s, por uma questão de equivalência de densidade de energia emitida para cada amostra, sendo necessário, por conseguinte, cerca de 120 s para fotopolimerizar toda a amostra, neste caso. Entretanto, o tempo de funcionamento máximo dos LEDs B2 e B3 é de 20 s e o do LEDC1 90 s. Sendo assim, a amostra foi polimerizada pela técnica da movimentação contínua (MC) por duas vezes cada superfície, para que houvesse o mínimo de interrupções possíveis durante a fotopolimerização.

Uma vez polimerizados e removidos da matriz, as arestas dos CPs foram aparadas com lixa 600. O ensaio de flexão a três pontos foi feito a uma velocidade de 1 mm/min. Para medição da deformação das amostras, foi instalado um LVDT (Linear Variable Displacement Transducer) em contato com a face inferior da amostra e em perfeito alinhamento com o dispositivo de flexão, de acordo com as Figuras 21 e 22. Tal dispositivo foi produzido especialmente para este teste, garantindo que o espaço entre os suportes da amostra, recomendado pela ISO-4049, fosse de 20 mm.

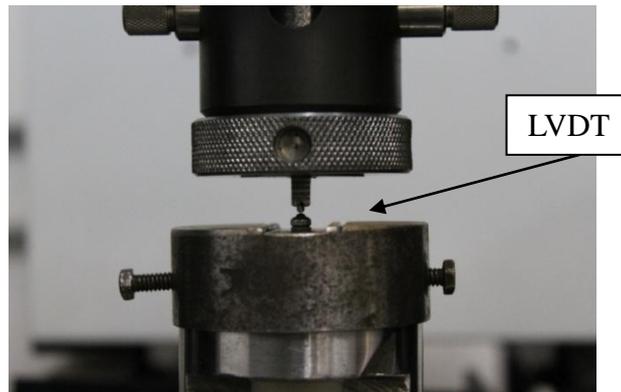


Figura 21: Dispositivo de flexão em perfeito alinhamento com o LVDT.

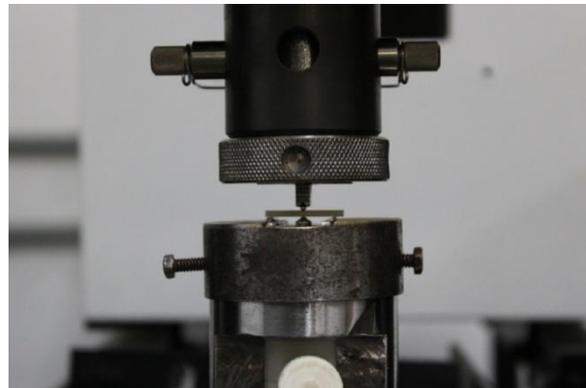


Figura 22: Amostra posicionada no dispositivo de flexão com o LVDT em contato com a face inferior.

O cálculo da resistência à flexão, σ , foi feito segundo a Equação 14:

$$\sigma = \frac{3 F L}{b h^2} \quad (14)$$

Onde:

F é a carga máxima, em newtons, exercida sobre a amostra;

L é a distância em milímetros entre os suportes, com precisão de $\pm 0,01$ mm,
20 mm;

b é a largura da amostra, em milímetros, 2 mm;

h é a altura da amostra, em milímetros, 2 mm.

Com o uso do LVDT para medir, com precisão, a deformação da amostra, foi possível fazer o cálculo do módulo de flexão segundo a Equação 15:

$$E = \frac{F' \beta}{4bh^3 d} \quad (15)$$

Onde:

F' é a carga, em newtons.

d é a deflexão, em milímetros, sob a carga F' ;

b e h são iguais ao anterior.

Após o teste de flexão em três pontos, algumas das amostras fraturadas foram levadas ao MEV para análise fractográfica, visando entender melhor o processo de fratura.

4 RESULTADOS

4.1 FOTOPOLIMERIZADORES

4.1.1 COMPRIMENTO DE ONDA E IRRADIÂNCIA MÉDIA

A avaliação do comprimento de onda do feixe de luz de cada LED utilizando um espectrômetro ótico é apresentada na Figura 23, que mostra a potência luminosa para um comprimento de onda específico. Na mesma Figura, é apresentado o espectro de absorção da canforoquinona (linha tracejada). Observa-se que o espectro de emissão de cada LED tem uma distribuição Gaussiana e cai na faixa de absorção da canforoquinona que, como já foi relatado anteriormente, é o iniciador da fotopolimerização mais comumente utilizado em compósitos odontológicos (ANUSAVICE, 2005). Para canforoquinona, 25% de absorção ocorre no comprimento de onda de 410 nm, atingindo o máximo de 93% de absorção em 465 nm e, em seguida, caindo para 36% em 489 nm. A emissão de energia para os três LEDs é próxima a zero para comprimentos de ondas maiores ou menores que os extremos da região do espectro de comprimento de onda avaliado, o que significa que nenhuma cura ocorrerá nessas regiões, apesar da molécula de iniciador absorver energia.

A emissão média de potência luminosa para os LEDs C1, B2 e B3 são 210, 340 e 390 mW a 445, 454 e 459 nm, respectivamente, correspondendo a 77%, 88% e 91% da absorção da canforoquinona. Neste quadro, é razoável assumir que todo processo de polimerização irá acontecer em um curto intervalo de comprimento de onda, centrado nos limites da potência máxima. Outra característica importante a ser notada é a irradiância mínima necessária para polimerizar as resinas, que tem de ser maior que 300 mW/cm^2 , como recomendado pelos fabricantes (PRICE, 2013). A partir das curvas de calibração, exemplificada na Figura 24, foi possível aferir as densidades de

potência medidas aqui foram 420, 680 e 780 mW/cm² para os LEDs C1, B2 e B3, respectivamente. Portanto, com base nesses parâmetros, deve-se esperar uma polimerização adequada. Esta técnica de aferição do feixe de luz pelo espectrômetro ótico quantifica a potência associada a um comprimento de onda específico e a irradiância média (Tabela 4), mas não dá qualquer informação sobre a distribuição da potência emitida pela área da ponta-guia.

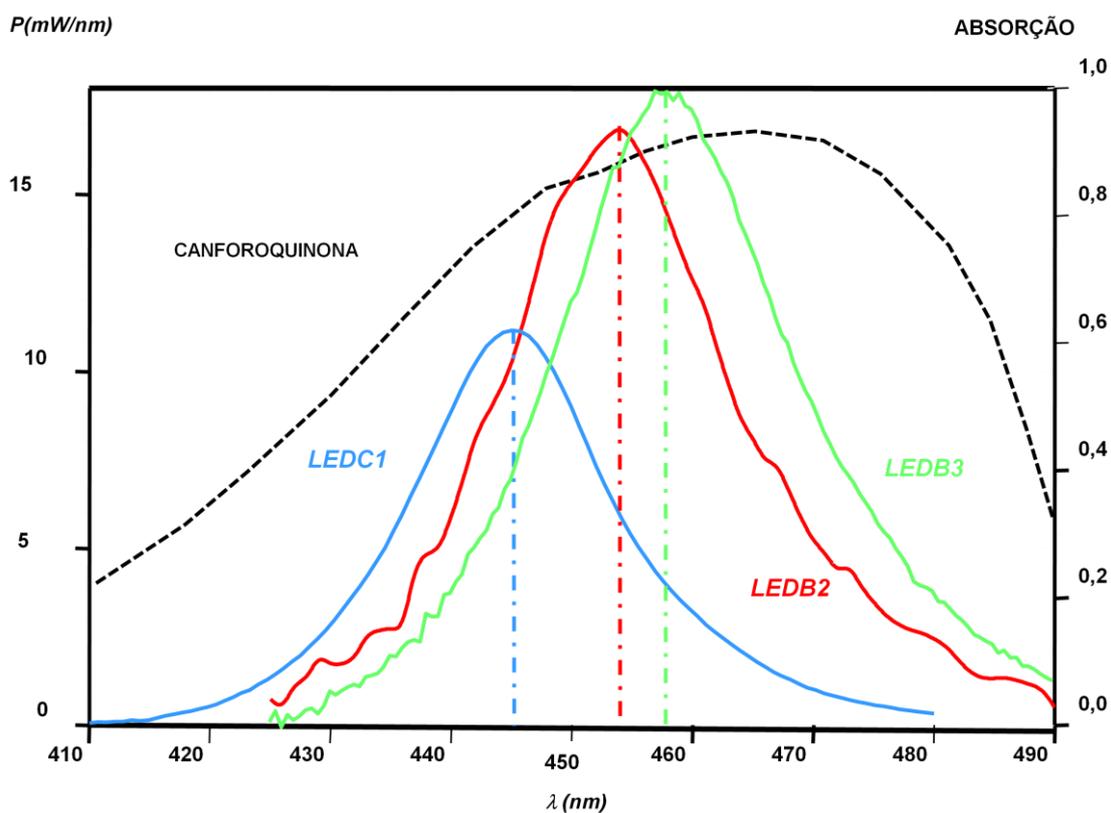


Figura 23: Espectro de comprimento de onda dos três fotopolimerizadores e curva de absorção da canforoquinona. (A curva de absorção da canforoquinona foi adquirida no site da 3M).

As Tabelas 14, 15 e 16, demonstram os valores das respostas espectrais dos LEDC1, LEDB2 e LEDB3, respectivamente.

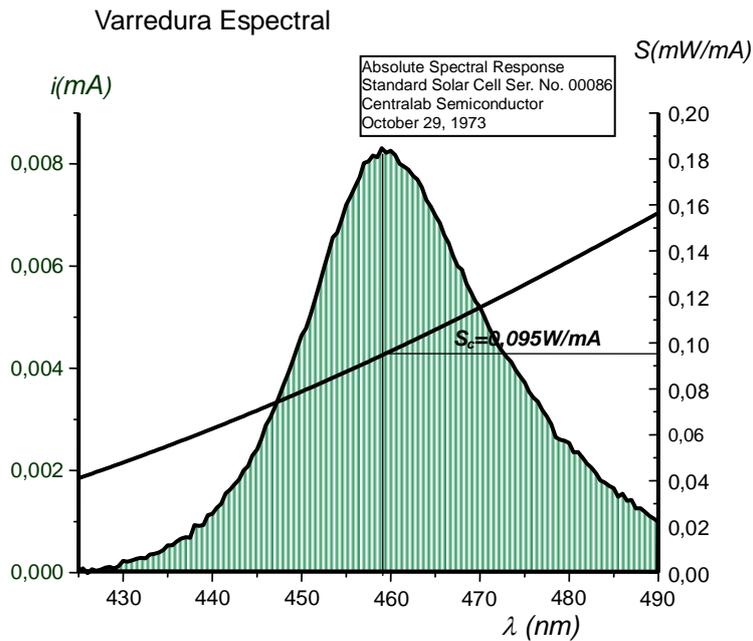


Figura 24: Exemplo da Curva de Calibração utilizada para o LEDB3.

Tabela 4: Potência Média (PM), Irradiância Média (IM) e Sensibilidade no centro da curva espectral (S_c) de cada LED:

	LEDC1	LEDB2	LEDB3
PM(mW)	210	340	390
IM(mW/cm ²)	420	680	780
Comprimento de onda (nm)	445	454	459

4.1.2 INTENSIDADE DE LUZ MEDIDA NO PLANO DA PROJEÇÃO

A Figura 25 representa as irradiâncias (mW/cm²) medidas nos planos das projeções a uma distância de 14 cm da fonte de luz para os três LEDs testados. As Figuras com letra A, C e E representam as medições no plano vertical e as com letra B, D e F no plano horizontal. Foi inserida nos gráficos uma imagem da projeção do feixe de luz, no intuito de facilitar a localização das medições.

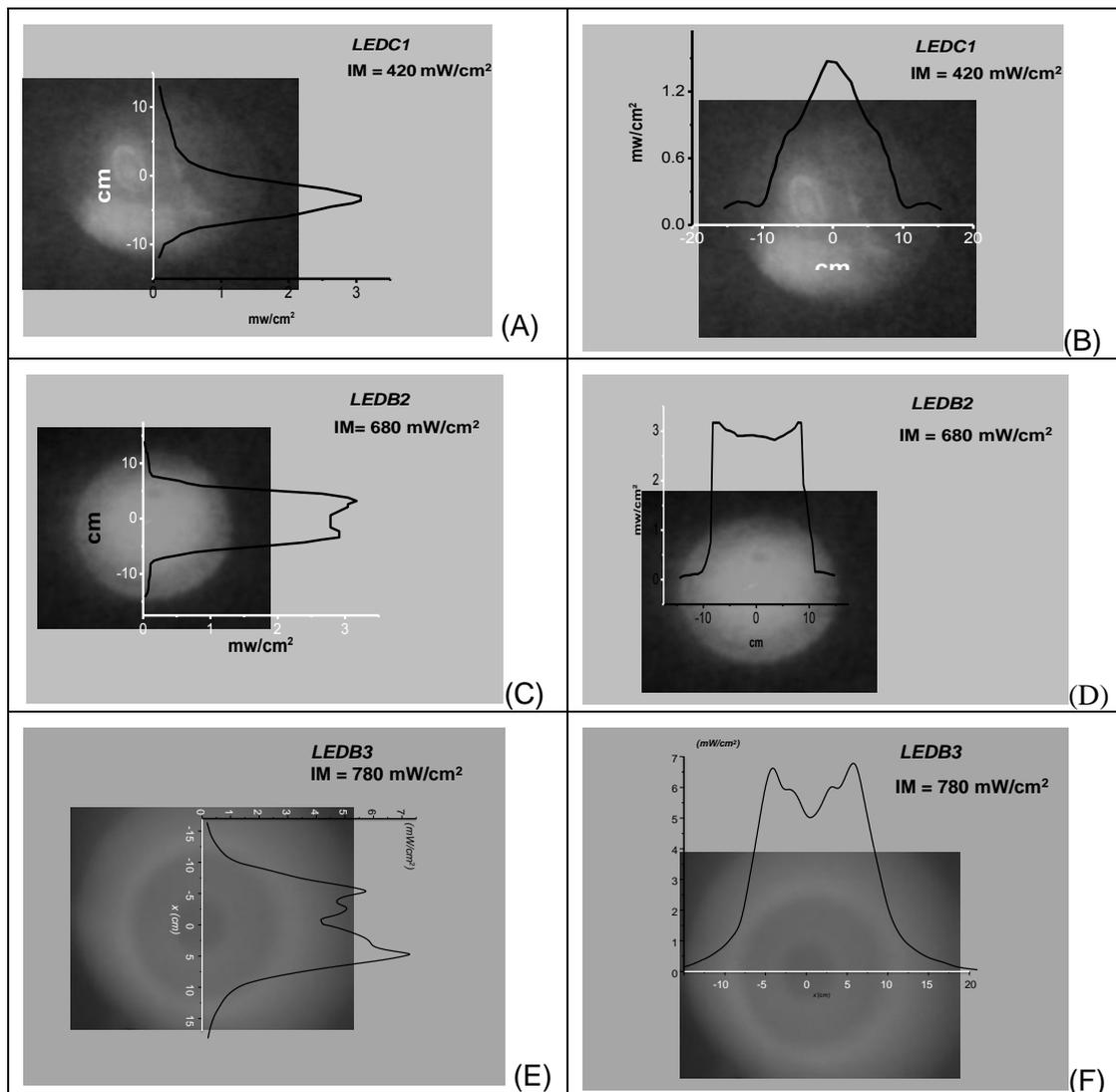


Figura 25: Irradiância Média (IM) e irradiância (mW/cm^2) ao longo da ponta-guia dos LEDC1 (A e B), LEDB2 (C e D) e LEDB3 (E e F). As Figuras (A, C e E) representam a medição feita no eixo y e as Figuras (B, D e F) representam a medição feita no eixo x.

Percebe-se nos gráficos apresentados que a maior irradiância do LEDB3 está na faixa de $7 mW/cm^2$, enquanto que os LEDs C1 e B2 possuem a sua maior irradiância na faixa de $3 mW/cm^2$. Porém, na horizontal do LEDC1 a maior irradiância ficou pouco acima de $1,2 mW/cm^2$, bem menor que na vertical, atestando sua irregularidade total. Os LEDs B2 e B3 se apresentaram menos irregulares, pois as irradiâncias máximas na vertical e na horizontal foram similares. Diante dessa irregularidade linear foi preciso analisar a área total da ponta-guia dos LEDs, que será mostrado no item seguinte (4.1.3).

4.1.3 INTENSIDADE DE LUZ MEDIDA DIRETAMENTE NA PONTA GUIA

A potência luminosa proveniente de cada ponta-guia de cada LED é mostrada nos gráficos da Figura 26, onde, em 3D, são mostrados os gráficos de potência (nW) em função do ponto xy de medição na superfície (mm) e em 2D a projeção correspondente à área das pontas-guia. O perfil de distribuição de cores foi arbitrariamente normalizado da seguinte maneira: branco para potências abaixo de 0,1 nW, e do azul, cor fria, ao vermelho, cor quente, para potências a partir de 0,1 nW até as potências mais elevadas do feixe. Assim, a gama de cores, é a mesma para todos os LEDs, mas a mesma cor não significa que o valor de potência seja igual. Por exemplo, a maior potência para os LEDs C1, B2 e B3 é de 11,1 nW, 27,3 nW e 40 nW, respectivamente, todas elas representadas pela cor vermelho. Vale a pena notar que o método OSA quantifica a potência luminosa inserida na área da ponta-guia, uma medição muito precisa, e que o seu perfil concorda qualitativamente com a projeção de luz mostrada na Figura 25.

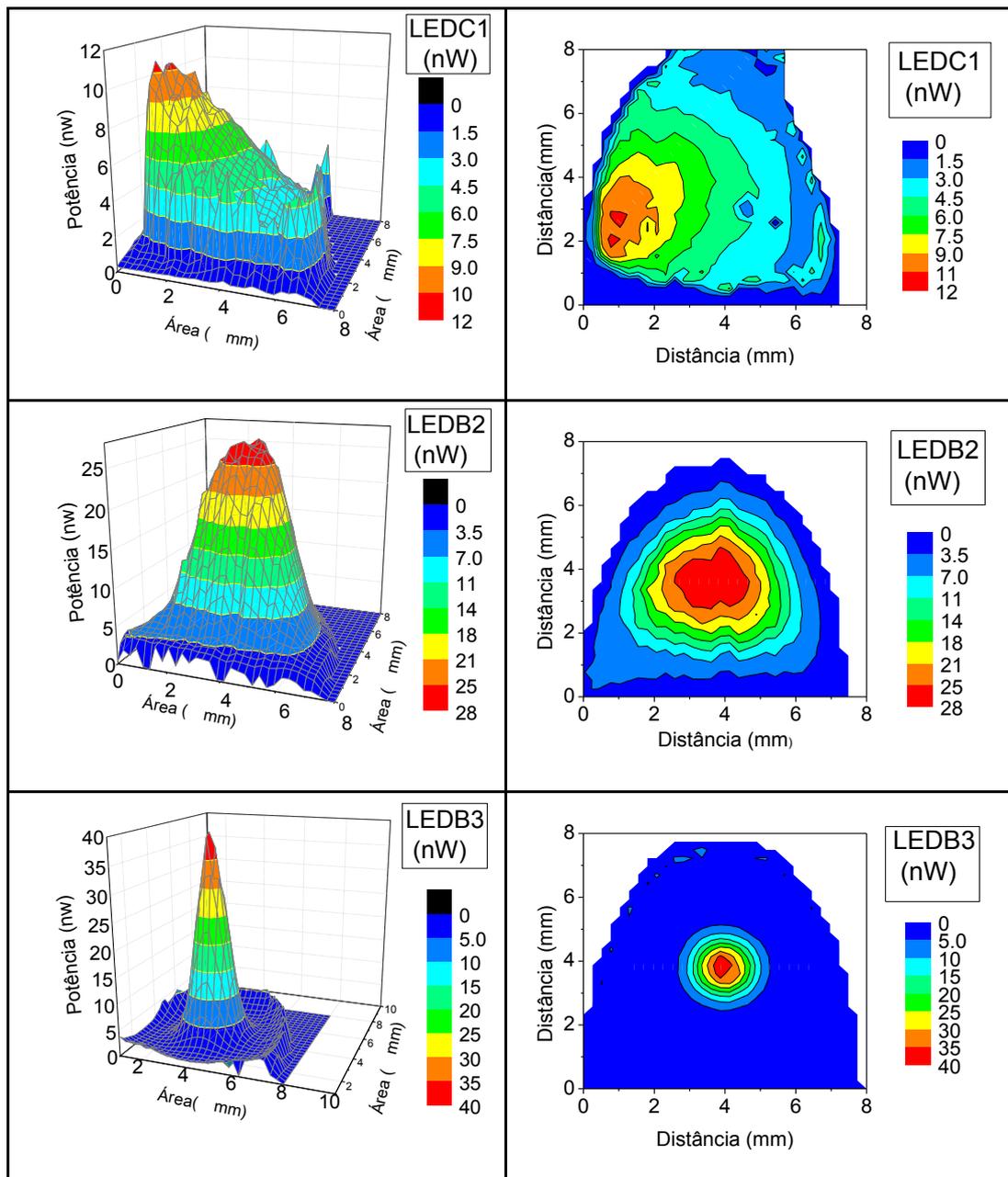


Figura 26: Gráfico 3D da potência luminosa e gráfico 2D da projeção da área das pontas-guia dos LEDs C1, B2 e B3.

O LEDC1 (Figura 26) possui uma distribuição de potência muito heterogênea, com o pico mais alto deslocado do centro. A área irradiada acima de 0,1 nW é cerca de 6 mm de diâmetro, com um comprimento de onda entre 410 e 480 nm, dentro do espectro de absorção da canforoquinona. O diâmetro em que a irradiação ficou acima 7,7 nW (70% da potência máxima) foi de 2,1 mm, o que significa que apenas 12,2% da área total é irradiada com mais de 70% da potência máxima. Este tipo de distribuição

heterogênea do perfil da potência já foi relatado por PRICE *et al.* (2010), que analisou o perfil de irradiância de cinco LCUs e encontrou resultados semelhantes.

O perfil da potência para o LEDB2 na Figura 26 é, novamente, muito semelhante à mostrada na Figura 25-B e C, ou seja, uma distribuição irregular, porém Gaussiana e simétrica com a maior potência bem centralizada. O diâmetro irradiado acima de 0,1 nW foi de 6,6 mm, enquanto o diâmetro de 70% de potência máxima, 19,1 mW, foi de 3,1 mm, o que significa que 21,3% da área recebeu o feixe de potência mais elevado.

O perfil do LEDB3 mostrou ter a maior potência luminosa máxima entre todos, equivalente a quatro vezes a máxima do LED C1. A sua distribuição foi semelhante a do LEDB2, mas muito mais estreita e concentrada, resultando na maior queda de potência em uma pequena distância do centro para as bordas. O diâmetro superior a 0,1 mW irradiado foi de 6,9 mm, mas o diâmetro correspondente a 70% da potência máxima, 28nW, foi de 1,34 mm, mostrando que apenas 3,8% da área total recebeu a maior potência.

No intuito de analisar como a radiação luminosa de cada LED se comporta ao atravessar um compósito resinoso com 0,5 mm de espessura, previamente polimerizado para evitar perda pelo processo de polimerização, uma nova medição de potência luminosa foi feita, no OSA, após a radiação atravessar o referido compósito, Figura 27.

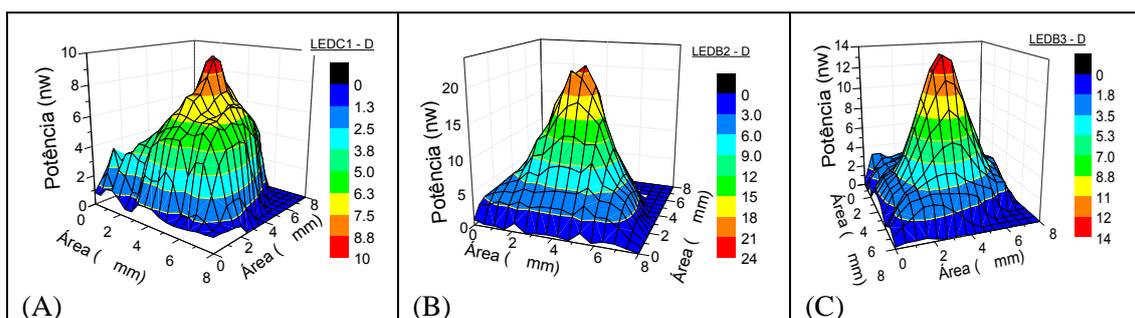


Figura 27: Gráfico 3D da potência luminosa após atravessar o compósito. LEDC1 (A), LEDB2 (B) e LEDB3 (C).

Comparando a Figura 26 com a Figura 27, podemos atestar que a queda de potência foi bem maior para o LEDB3 do que para os outros dois LEDs, pois, a potência máxima caiu de 39 nW para 13,83 nW, ou seja, 65% menor. Já, para o LEDB2 caiu de 27 nW para 20,54 nW, cerca de 25% e para o LEDC1 caiu de 11 nW para 9,72 nW. Sendo que o LEDC1 teve a menor queda de potência, cerca de 12%.

4.1.4 ÍNDICE DE HOMOGENEIDADE DE POTÊNCIA LUMINOSA - FATOR TOPO PLANO (FTP)

A partir dos dados obtidos com as medições de potência de luz de cada LED, o FTP foi calculado utilizando o procedimento descrito na metodologia. A Tabela 5 resume os resultados:

Tabela 5: Parâmetros utilizados e FTP da potência de luz ao longo da ponta-guia dos LEDC1, LEDB2 e LEDB3.

Parâmetros/LED	LEDC1	LEDB2	LEDB3
Irradiância Média (mW/cm ²)	420	680	780
Pico de Potência (nW)	10,21	27,14	39,82
Área total (cm ²)	0,5	0,5	0,5
Potência total (mW)	210	340	390
FTP	0,51	0,55	0,27

O gráfico da Figura 28 descreve o índice de homogeneidade FTP a partir dos valores de potências luminosas normalizados, de acordo com a metodologia descrita.

A linha tracejada descreve o comportamento ideal, $FTP = 1$, considerado utópico. A linha pontilhada descreve um comportamento Gaussiano, $FTP = 0,5$, considerado o mínimo aceitável na polimerização do compósito. De acordo com o gráfico da Figura 28, pode-se perceber que o LEDB3, que possui a maior irradiância média, também possui o pior FTP, abaixo da linha gaussiana, devido a sua potência ser muito centralizada e concentrada:

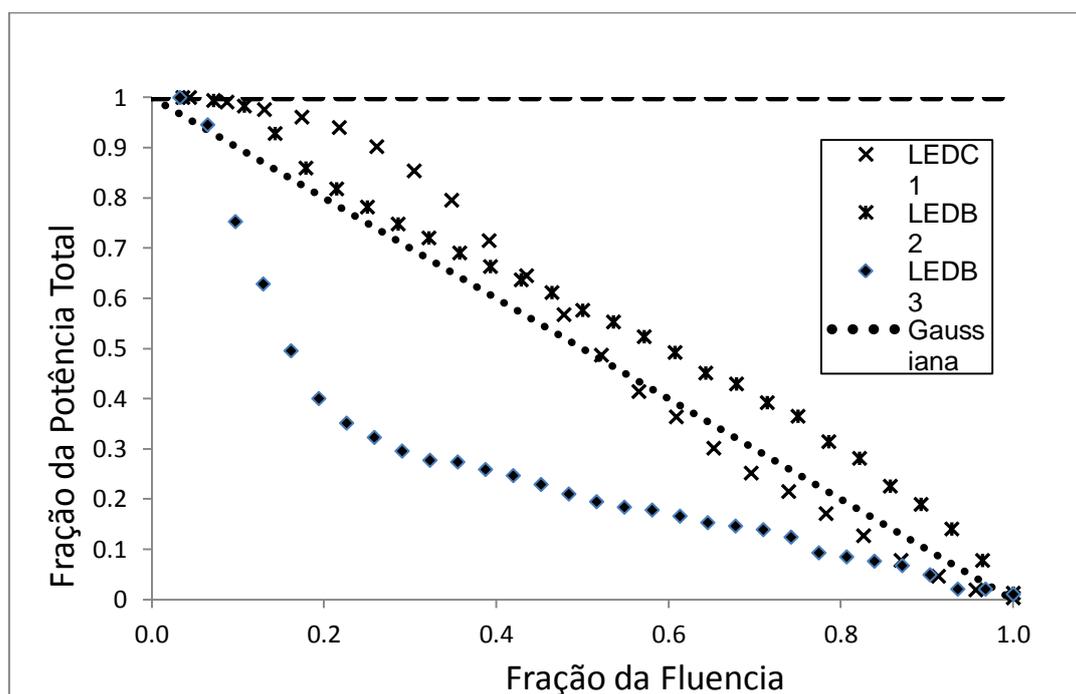


Figura 28: Fração de potência luminosa dos três LEDs. A linha pontilhada representa a distribuição puramente Gaussiana, enquanto que a tracejada representa a distribuição perfeita do $FTP = 1$.

Entretanto, nenhum dos LEDs obteve um FTP ideal ou perto do ideal, sendo o LEDB2 o melhor dos três LEDs com $FTP=0,55$. Para minimizar o efeito da heterogeneidade, foi simulada uma máscara sobre a área da ponta-guia. Para tal, os valores foram truncados, desprezando-se os da borda e utilizando somente os valores próximos à maior potência luminosa, com cerca de 4 mm de diâmetro. O objetivo foi eliminar as menores potências e aumentar o FTP, aproximando do FTP ideal e melhorando a homogeneidade da distribuição de potência luminosa ao longo da ponta-guia. Este novo FTP não pôde ser feito para o LEDB3 por causa de seu espectro

estreito e muito centralizado. A Tabela 6 resume os promissores resultados:

Tabela 6: Parâmetros e FTP da potência de luz truncada ao longo das pontas-guia dos LEDC1 e LEDB2

Parâmetros/LED	LEDC1	LEDC1 Truncado	LEDB2	LEDB2 Truncado
Potência Total (mW)	210	103	340	272
FTP	0,51	0,68	0,55	0,65
Irradiância (mW/cm ²)	420	820	680	2165

A exclusão dos menores valores de potência localizados nas bordas das pontas-guias resultou no aumento de cerca de 15% no FTP, tanto para o LEDC1 como para o LEDB2. O gráfico do novo FTP, na Figura 29, apresenta todos os valores de fração de potência acima da linha gaussiana.

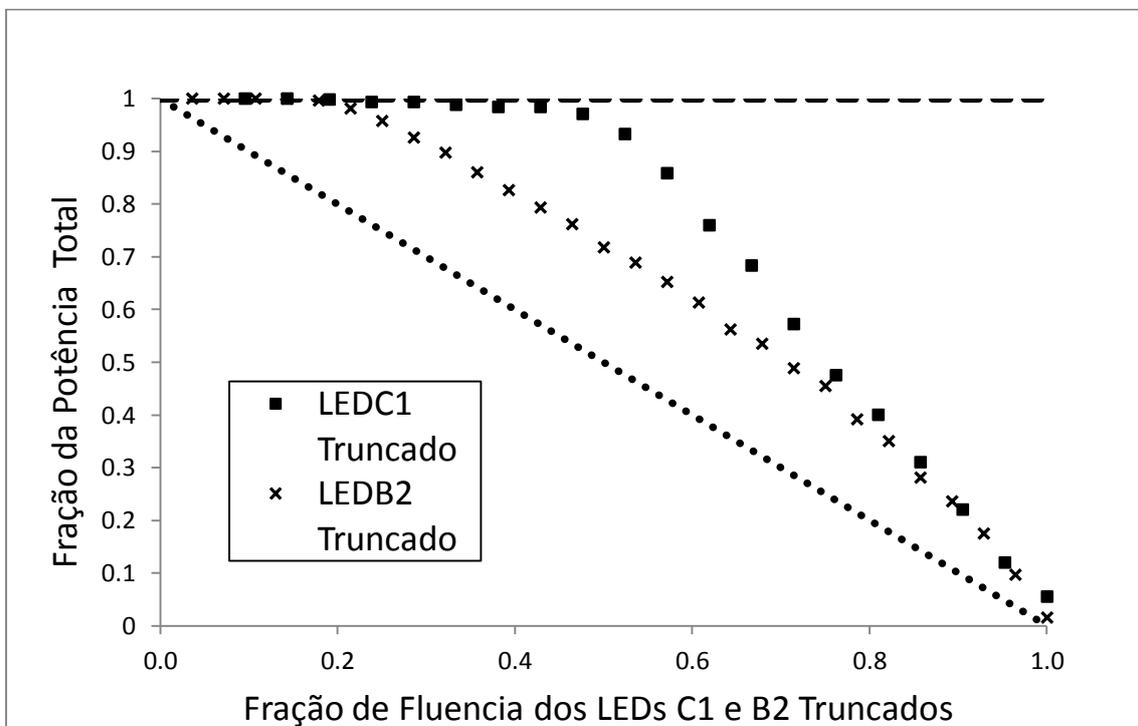


Figura 29: Fração de Potência truncada de dois LEDs. A linha pontilhada representa a distribuição puramente Gaussiana, enquanto que a tracejada representa a distribuição perfeita do FTP = 1.

4.2 COMPÓSITOS

4.2.1 ANÁLISES TÉRMICAS

4.2.1.1 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

As análises termogravimétricas (TGA) feitas nas amostras polimerizadas pelas regiões de maior (A1) e menor potência de luz (B1) dos LEDC1 e LEDB3 apresentaram uma pequena diferença nos picos das derivadas, de acordo com os gráficos das Figura 31 e 33, respectivamente. Já o LEDB2 não apresentou diferença alguma no pico das derivadas das curvas A1 e B1, Figura 32. Outrossim, no gráfico do TGA do compósito não polimerizado (NP) podemos ver os três picos da derivada provenientes da degradação térmica em três fases referentes aos solventes e monômeros como o TEGDMA, Bis-EMA e Bis-GMA (Figura 30). Os dois primeiros picos são referentes a degradação do TEGDMA, começando em 150° à 250°C e o segundo de 250° à 350°C. Já para o Bis-EMA e Bis-GMA o comportamento seria parecido, apresentando somente um pico entre 375° à 475°C. Tal degradação térmica também já foi relatada por ACHILIAS *et al.* (2008) e por SIDERIDOU *et al.* (2011).

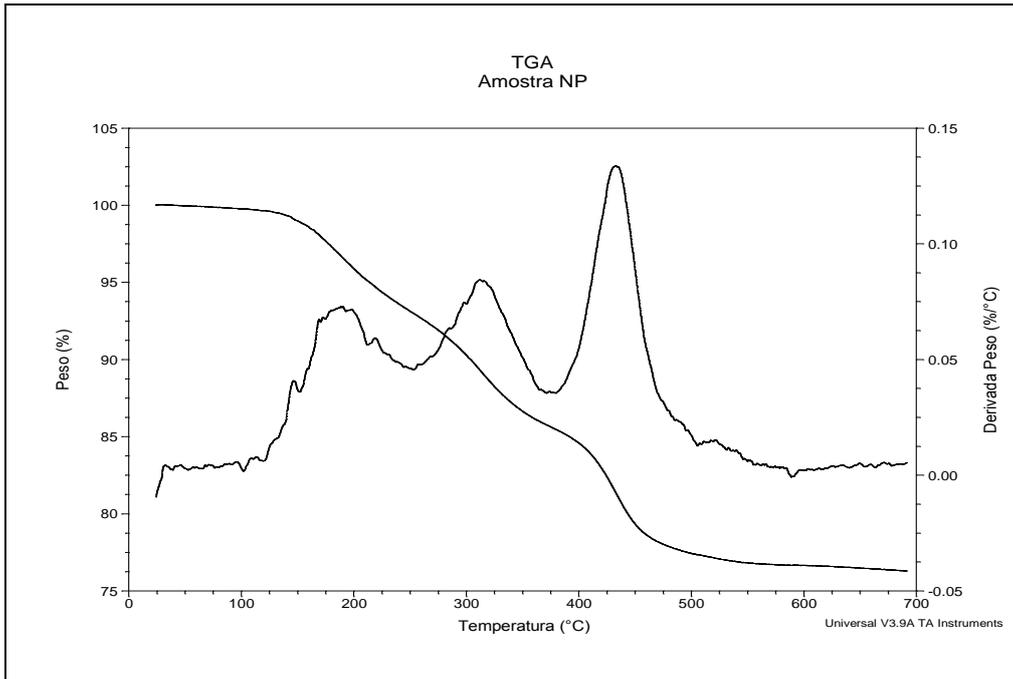


Figura 30: Análise de degradação térmica (TGA) do compósito não polimerizado.

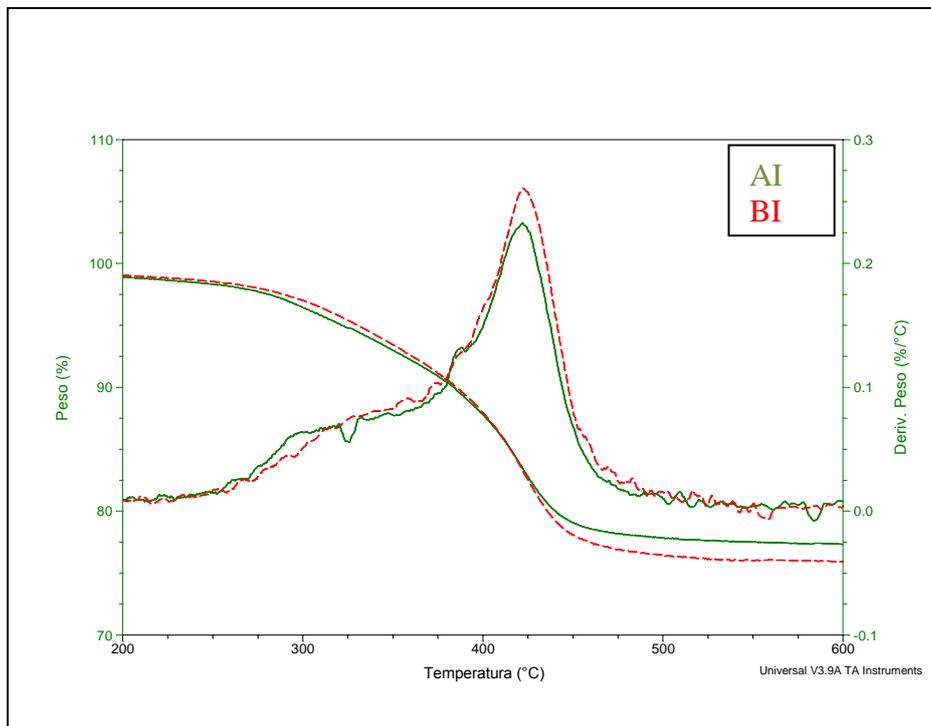


Figura 31: Análise de degradação térmica (TGA) do compósito polimerizado pelo LEDC1. Área de Alta potência (AI) e Baixa potência (BI)

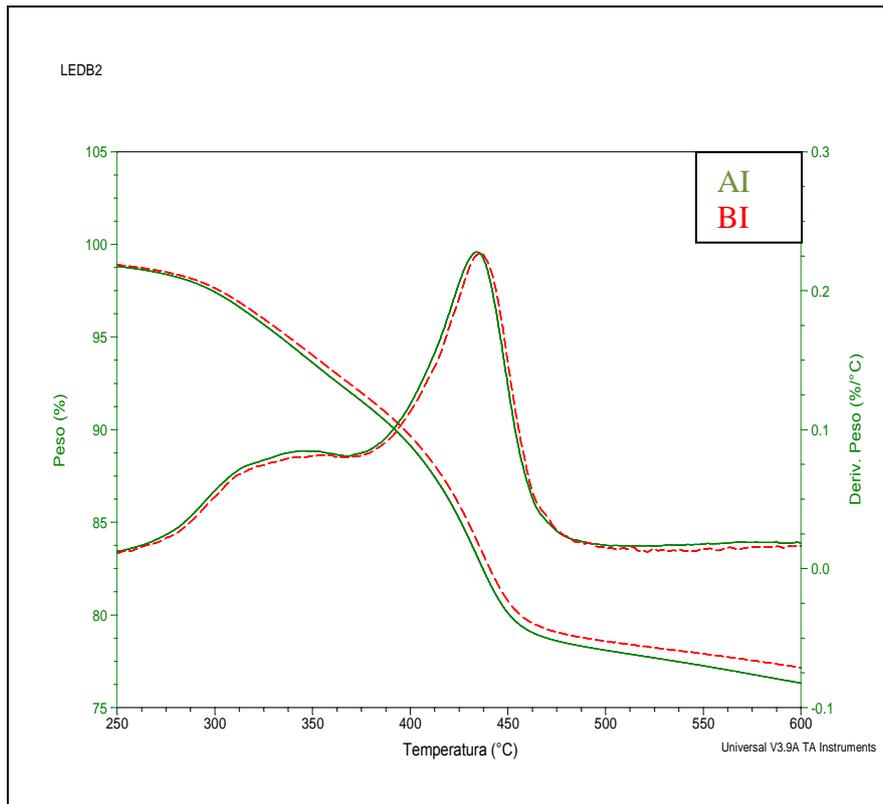


Figura 32: Análise de degradação térmica (TGA) do compósito polimerizado pelo LEDB2. Área de Alta potência (AI) e Baixa potência (BI)

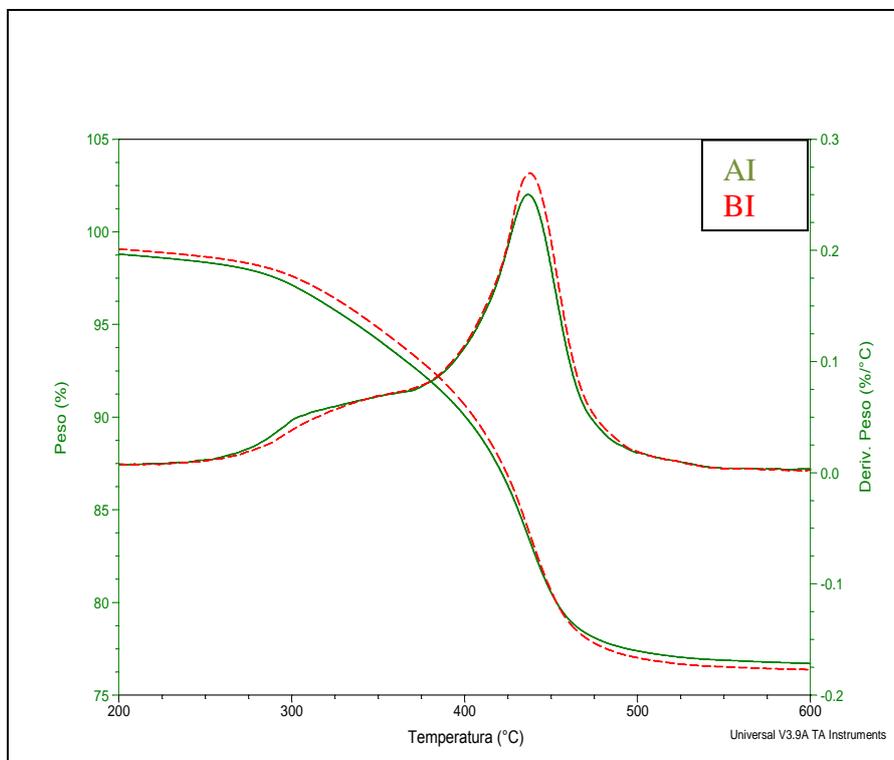


Figura 33: Análise de degradação térmica (TGA) do compósito polimerizado pelo LEDB3. Área de Alta potência (AI) e Baixa potência (BI)

Uma vez polimerizados, os picos referentes ao TEGDMA praticamente desaparecem, pois este se ligou, em sua maioria, à cadeia principal do compósito, composta principalmente por Bis-EMA e Bis-GMA.

A Figura 34 mostra o gráfico das derivadas da variação de peso pela temperatura dos compósitos polimerizados pelas áreas de maior potência luminosa dos três LEDs. Os compósitos polimerizados pelos LEDB2 e LEDB3 possuem a temperatura da taxa máxima de degradação térmica muito próxima entre si, 435°C e 436°C, respectivamente, e não apresentaram diferença de comportamento térmico entre si. Porém, o LEDC1 apresentou uma temperatura inferior na taxa máxima de degradação térmica, 422°C, indicando uma menor resistência à degradação térmica.

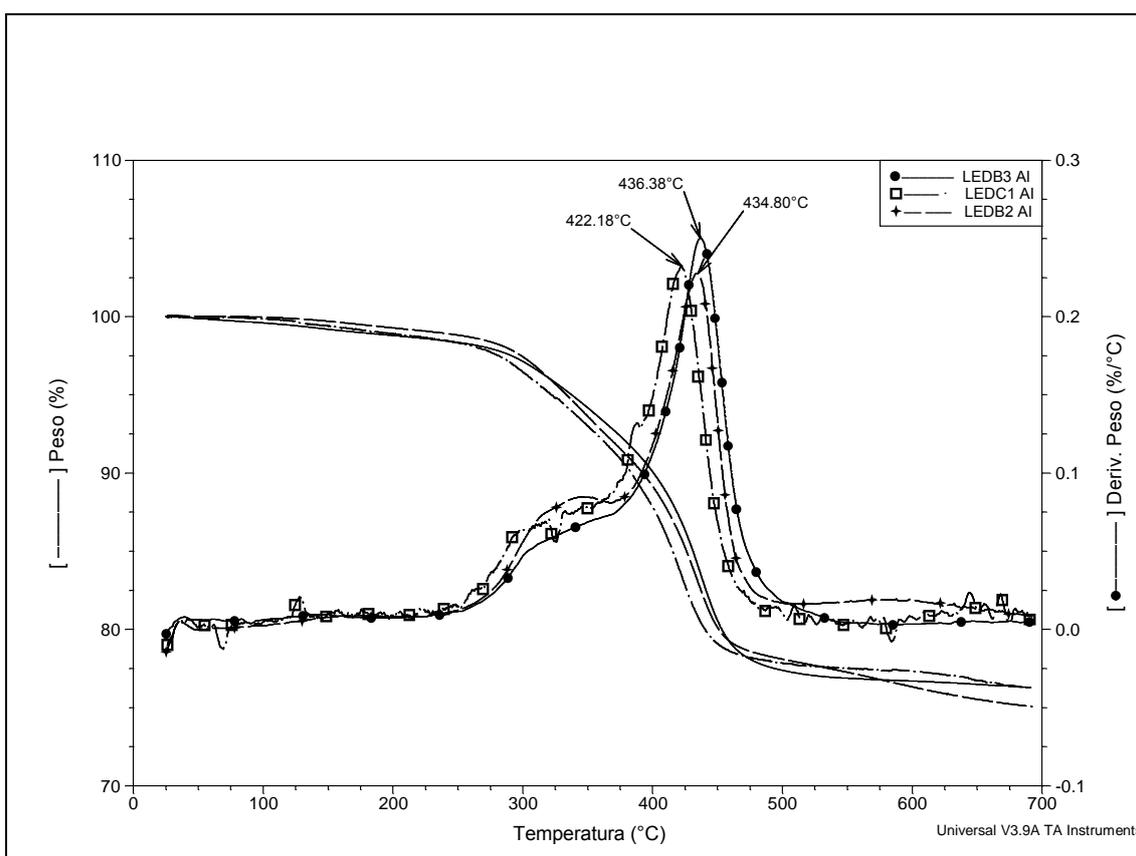


Figura 34: Gráfico do TGA com as curvas das derivadas dos compósitos polimerizados pelas áreas de maior intensidade (AI) dos três LEDs: LEDC1, LEDB2 e LEDB3.

4.2.1.1 DSC

Os resultados dos ensaios em DSC dos CPs polimerizados pelos três tipos de fotopolimerizadores não acusaram nenhuma reação na faixa de 0° a 200 °C. Faixa esta que, de acordo com o TGA, não ocorre nenhum tipo de degradação nociva ao aparelho de DSC.

4.2.2 FTIR

A análise de FTIR por ATR teve como objetivo a obtenção do grau de conversão (GC) das ligações duplas de carbono para os compósitos polimerizados pelas regiões de alta (AI) e baixa intensidade (BI) de luz dos três LEDs. A Tabela 7 mostra os valores de GC apurados:

Tabela 7: Valores do Grau de conversão (%) dos compósitos polimerizados pelas regiões de alta intensidade (AI) e baixa intensidade (BI) de luz dos três LEDs. Entre parênteses é o desvio padrão.

GC (%)	LEDC1	LEDB2	LEDB3
AI	34(0,98)	33(0,42)	31(1,42)
BI	31(3,34)	33(0,84)	31(1,03)

Pode-se notar que o GC dos compósitos polimerizados pelo LEDB3 foi o menor dos três e que o GC dos compósitos polimerizados pela área de maior potência do LEDC1 foi o maior dos três LEDs, apesar desta diferença não ser estatisticamente significativa, Tabela 13 em anexo. Dada a maior potência do LEDB3 e a menor do LEDC1, pode-se concluir que os valores de GC possuem uma relação inversa com os valores de potência luminosa. Isto pode estar relacionado, principalmente, com o maior ângulo de divergência do feixe do LEDB3.

Os graus de conversão dos compósitos polimerizados pelas áreas AI e BI dos LED B2 e B3 exibiram a menor variação de valores, sendo que o GC dos compósitos polimerizados pelo LEDB2 obteve o menor desvio padrão. Já os compósitos polimerizados pelo LEDC1 apresentaram a maior discrepância de GC entre as regiões AI e BI.

4.2.3 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.2.3.1 MICRODUREZA INSTRUMENTADA e MÓDULO DE ELASTICIDADE

Considerando que a localização das indentações seguiu uma linha reta passando tanto pelas áreas polimerizadas pelas regiões de menores e maiores potências, emitidas pela ponta-guia de cada LED, foi possível correlacionar esta potência emitida por uma região específica do feixe com o seu efeito sobre as propriedades mecânicas na mesma região.

Nos gráficos de letra A da Figura 35, o eixo Y esquerdo mostra a potência do LED e no eixo Y direito são mostrados os valores do módulo de elasticidade. Os dois eixos estão associados com o eixo x, representando a distância (mm) da borda da amostra. Os gráficos de letra B da mesma Figura 35 são semelhantes ao da letra A, mas no eixo Y direito são mostrados os valores de dureza. Os pontos ao redor do perfil de potência luminosa de cada LED representam a dureza de cada ponto cuja localização foi descrita na metodologia. É bastante claro que as marcas dos pontos pretos seguem o mesmo perfil da potência dos LEDs, isto é, a dureza e o módulo são maiores nas áreas em que o compósito foi fotopolimerizado por uma potência mais alta. Para o LEDB1, a menor potência foi de 1,9 nW e resultou em 2,5 GPa de módulo de elasticidade, e com a maior potência de 10,4 nW o módulo foi de 12,7 GPa, um aumento de cinco vezes em 3,45 mm. Parece também existir um transiente abrupto

para o módulo de elasticidade que sai de 2,5 para 7,6 GPa quando a potência passa de 1,9 para 3,6 nW, entre menos de 1 mm. Os dados da dureza seguem a mesma tendência que o módulo de elasticidade, mas o aumento foi de três vezes na dureza, menos do que a observada para o módulo elástico com a mesma potência.

No LEDB2, a potência de 3 nW, apesar de baixa, resultou em um módulo de elasticidade de 9,8 GPa e dureza de 411 MPa. Como aumento da potência, ambas as propriedades aumentaram. Na maior potência (27 nW), o módulo elástico e dureza correspondente atingiu 14 GPa e 857 MPa, respectivamente. Este aumento de três vezes ocorreu ao longo de 3,2 milímetros. Para o LEDB3, uma potência baixa de 0,9 nW resultou em um módulo de 11 GPa e dureza de 499 MPa. A maior potência foi de 40 nW resultando em um módulo de 14,6 GPa e dureza de 899 MPa em uma distância de apenas 2,1 mm do valor mais baixo.

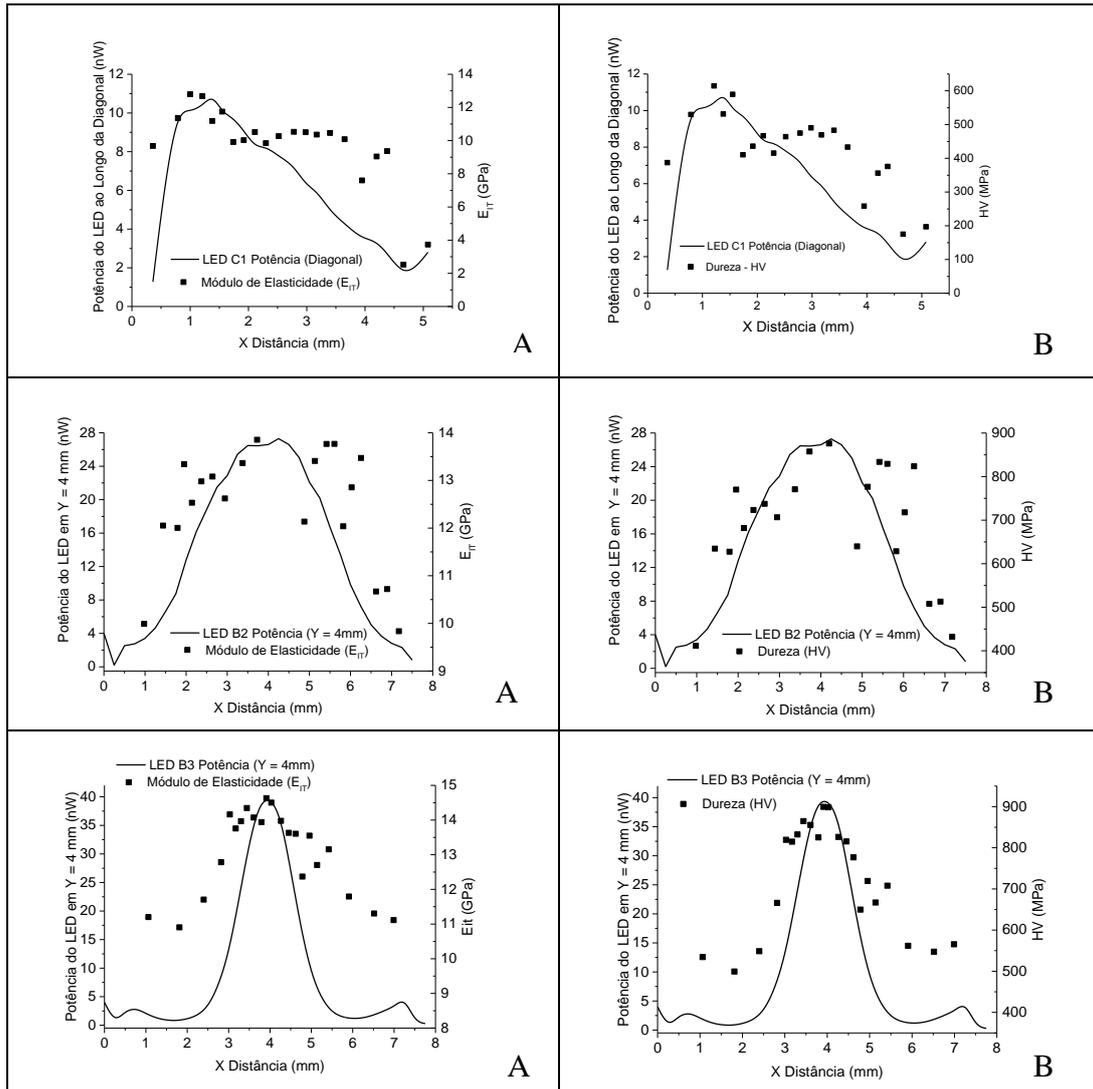


Figura 35: Módulo elástico (Eit) e dureza de indentação (HV) em função da potência emitida por uma específica região da área da ponta-guia dos LEDC1, LEDB2 e LEDB3.

4.2.3.2 RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Os resultados da resistência à flexão de três pontos (RF) e módulo de elasticidade (EF) dos compósitos polimerizados pelos três fotopolimerizadores utilizando as técnicas da ISO e de Movimentação Contínua (MC) estão expostos na Tabela 8.

Tabela 8: Valores de resistência à flexão (RF), módulo de elasticidade (EF) e desvio padrão entre parêntesis dos RBCs polimerizados pelos três fotopolimerizadores utilizando as técnicas da ISO 4049 e movimentação contínua (MC).

	GRUPO I		GRUPO II		GRUPO III	
	RF (MPa)	EF (GPa)	RF (MPa)	EF (GPa)	RF (MPa)	EF (GPa)
ISO	124,66 (13,47)	8,67 (0,7)	104,24 (15,83)	8,38 (0,86)	104,90 (18,74)	9,32 (1,1)
MC	119,02 (16,83)	6,56 (0,48)	120,46 (8,04)	8,12 (0,54)	117,79 (6,95)	9,11 (0,47)

Após análise estatística de Tukey, com nível de confiança de 95% (Tabelas 9 e 10, em anexo) e análise do intervalo de confiança (Figura 39, em anexo), apurou-se que quando as amostras foram polimerizadas pela técnica estática da ISO e da técnica de movimentação contínua (MC) não houve diferença estatística em relação à resistência à flexão (RF). Igualdade esta que para o módulo de elasticidade em flexão (EF) só se confirmou entre os grupos II e III, Figuras 37 e 40, esta em anexo. Nestas mesmas Figuras percebe-se que o EF em MC do grupo I foi bem menor do que os grupos II e III. A RF em ISO do grupo I foi um pouco maior do que nos grupos II e III, como pode ser vista na Tabela 8 e na Figura 36. Além disso, o grupo I apresentou maior desvio padrão de RF em MC e os desvios padrão de resistência e do módulo para os grupos II e III das amostras polimerizadas pela técnica da movimentação contínua (MC) foram menores em relação à técnica de fotopolimerização da ISO, como mostra a Tabela 8 e os gráficos das Figuras 37 e 41.

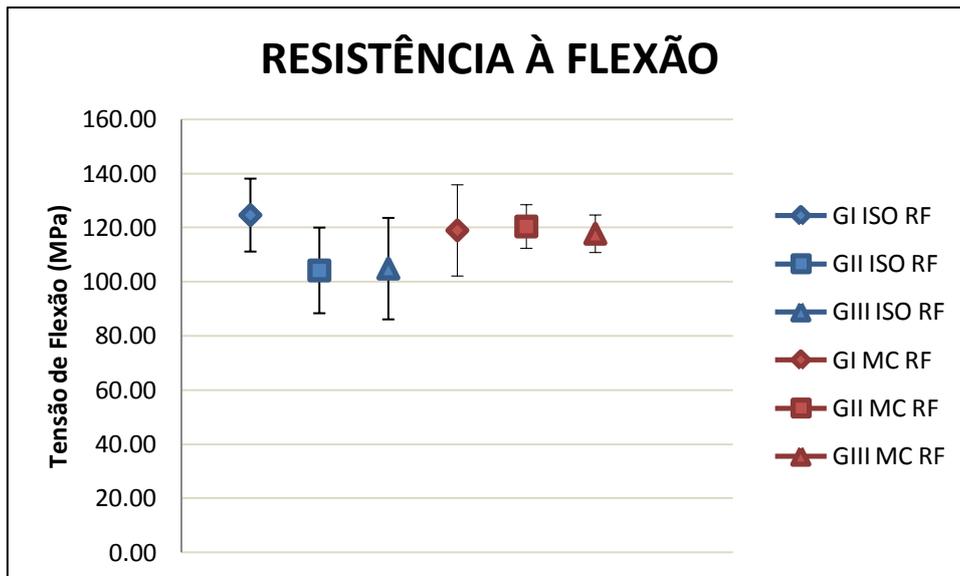


Figura 36: Gráfico das resistências à flexão dos grupos GI, GII e GIII polimerizados pelas técnicas da ISO e MC.

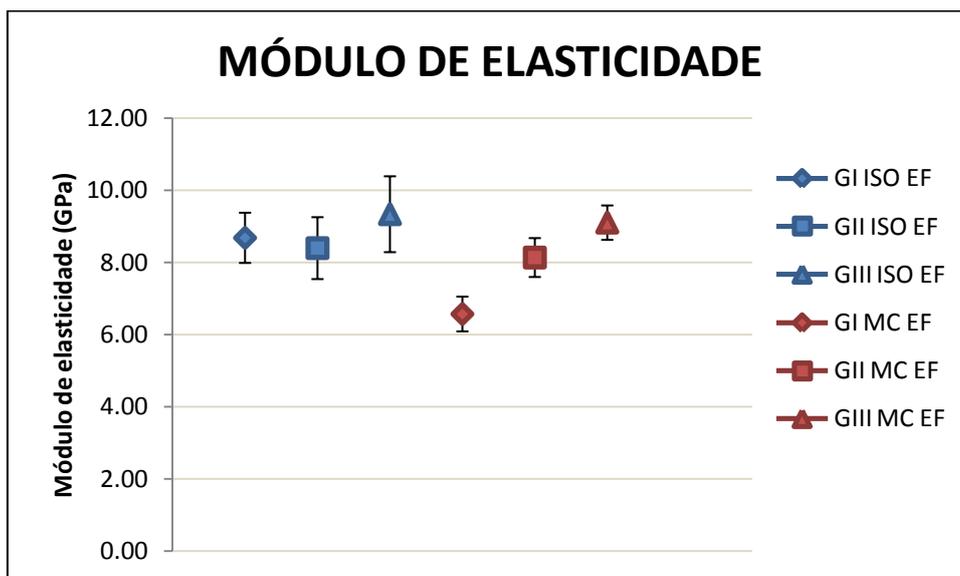


Figura 37: Gráfico dos módulos de elasticidade dos grupos GI, GII e GIII polimerizados pelas técnicas da ISO e MC

No intuito de confirmar os testes estatísticos anteriores aplicou-se o teste estatístico de Kruskal-Wallis, com nível de confiança de 95%. Este também atestou diferença entre os módulos de elasticidade dos compósitos polimerizados pela técnica da ISO e pela técnica MC, Tabela 11. Já, quando os dados advêm das resistências à flexão, nenhuma diferença foi detectada, Tabela 12 em anexo.

Outrossim, os testes de normalidade dos dados tanto para a resistência à flexão (RF) como para o módulo de elasticidade (EF) expostos na Figura 42 e 43 (anexo), respectivamente, validam os resultados obtidos.

4.2.3.2.1 FRACTOGRAFIA

A análise das superfícies fraturadas demonstrou diferentes padrões de progressão da fratura entre a técnica da ISO e MC. Pode-se ver áreas espelhadas e linhas de Hackles mais definidas para as amostras polimerizadas pelas técnicas da ISO do que para as amostras polimerizadas em MC, como mostrado na Figura 38.

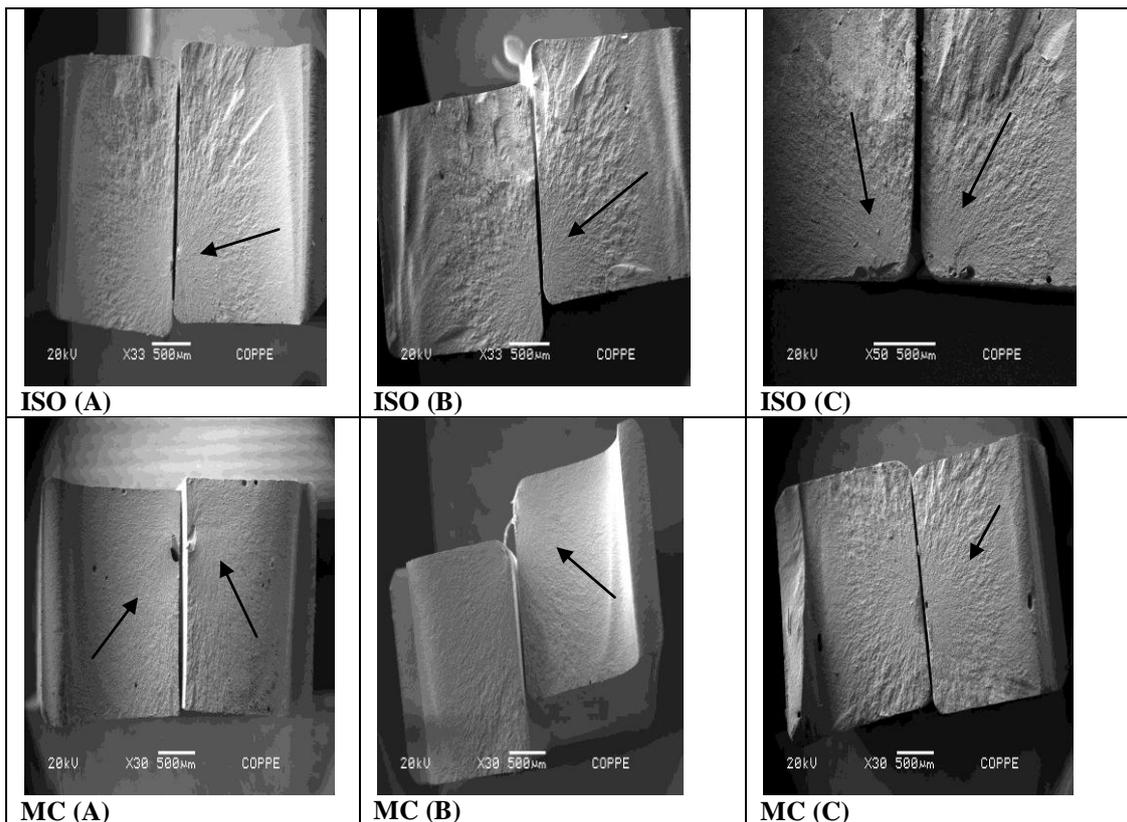


Figura 38: Fractografias dos CPs polimerizados pelas técnicas da ISO e MC. (A) Grupo I, (B) Grupo II e (C) Grupo III. As setas indicam as áreas espelhadas, seguidas pelas linhas de Hackle.

5 DISCUSSÃO

Atualmente, as restaurações dentárias são feitas, em sua maioria, utilizando-se os compósitos resinosos fotopolimerizáveis. Conhecer os detalhes não só do procedimento de fotopolimerização, mas também da distribuição de potência emitida pela ponta-guia do fotopolimerizador utilizado é uma condição “sine qua non” para que tanto a biocompatibilidade do compósito resinoso como as suas propriedades mecânicas se desenvolvam da maneira esperada.

Alguns trabalhos na literatura (MILLS *et al.*, 2002; BENNETT *et al.*, 2004; SANTIS *et al.*, 2010) avaliam a eficácia dos fotopolimerizadores (FT) medindo a irradiância média emitida pelas respectivas pontas-guia. Porém, em consonância com MICHAUD *et al.* (2014) e HAENEL *et al.* (2015), a presente pesquisa mostrou que a irregularidade da potência luminosa ao longo da ponta-guia dos FTs a base de LED é um fato. Esta irregularidade, por sua vez, é um importante fator de influência nas propriedades mecânicas dos compósitos. Portanto, a avaliação da eficiência de qualquer tipo de FT deve passar pela análise da distribuição de potência luminosa ao longo da ponta-guia dos mesmos e não somente pela medição da irradiância média.

Os dois novos métodos de análise da distribuição da potência luminosa ao longo da superfície da ponta-guia dos LEDs utilizados nesta pesquisa combinam a simplicidade visual do método de projeção, com a precisão e tecnologia do método de medição no OSA. Ambos mostraram a simetria aliada à falta de homogeneidade dos LEDB2 e LEDB3, bem como a irregularidade total sem simetria do LEDC1. Outros estudos de distribuição da potência luminosa das pontas-guia dos FTs (PRICE, 2010; ARIKAWA, 2011) encontraram a mesma falta de homogeneidade com simetria nos LEDs Bluephase 16i (Ivoclar Vivadent) e Flashlite Magna (Discus Dental), mas PRICE (2010b) só encontrou irregularidade sem simetria quando a faixa espectral foi

analisada em LEDs com mais de um comprimento de onda, Bluephase G2 (Ivoclar Vivadent), Valo (Ultradent) e G-Light (GC).

A Irradiância Média (IM) (Tabela 1) dos três LEDs estudados foi maior do que o valor médio recomendado pelo fabricante do compósito testado nesta pesquisa (Dentsply), garantindo a eficiência destes, ou seja, garantindo a fotopolimerização. O LEDB3 apresentou a maior IM dos LEDs testados, o pior FTP (índice de homogeneidade) e quando a potência luminosa foi medida após transpassar a amostra de compósito, apresentou a maior perda e a maior mudança de forma no perfil 3D (Figura 27-C). Uma vez que a amostra de compósito foi a mesma para os experimentos com os três LEDs, e que tomou-se o cuidado para expor a mesma à radiação por um tempo longo, 120s, para que a máxima polimerização fosse atingida de forma a evitar absorção de radiação pelo processo de polimerização, esta maior perda de intensidade e alteração do perfil 3D deve ser explicada pelo maior ângulo de divergência da radiação luminosa emitida pelo LEDB3. Segundo VANDERWALLE (2010) e LEPRINCE *et al.* (2012), a consequência desta maior divergência pode se refletir na pouca eficiência para fotopolimerizar o compósito na espessura recomendada de 2 mm, bem como, em situações em que não for possível posicionar a guia de luz o mais próximo possível do compósito. Esta última situação é extremamente comum na clínica diária dos dentistas, devido a inclinações e anatomia dos dentes (BENNET e WATTS, 2004). Segundo VANDERWALLE *et al.* (2005), fotopolimerizadores que emitem luz minimamente divergentes são mais efetivos na polimerização dos compósitos. Esta maior divergência da radiação luminosa do LEDB3 foi demonstrada já nas imagens de projeção do feixe de luz. Uma vez que tanto a distância para aquisição das imagens da projeção como o diâmetro das pontas-guia é o mesmo para os três LEDs, é justo concluir que o LEDB3 por possuir a imagem com maior diâmetro, possua também o maior ângulo de divergência de seu feixe de luz.

O gráfico 2D e o gráfico 3D do LEDC1 na Figura 26, foram considerados tão incomuns como preocupantes, porque além da já relatada irregularidade sem simetria, mostrou a menor potência luminosa e os menores valores de dureza e módulo de elasticidade dos compósitos polimerizados pelas regiões de baixa potência luminosa, como mostrado nos gráficos da Figura 32. Além disso, nos testes de flexão manteve o maior desvio padrão tanto para a técnica da ISO como para a técnica em movimentação contínua (MC), enquanto que os outros LEDs diminuíram o desvio padrão quando foram polimerizados pela técnica MC, como pode ser comprovado na Tabela 8. Este maior desvio padrão tanto em ISO como em MC atesta a profunda influência de sua potência luminosa totalmente irregular, sem simetria, nas propriedades mecânicas do compósito.

Já, o gráfico da Figura 35 mostra que a dureza e módulo de elasticidade do compósito polimerizado pela região de alta potência foram maiores do que na área polimerizada pela região de baixa potência da mesma ponta-guia para todos os grupos. O mesmo foi atestado por ARIKAWA *et al.* (2008). Esta diferença significa que a polimerização por uma fonte de luz irregular não é eficiente quando a área de baixa potência luminosa é aplicada sobre o compósito. Mesmo em condições adequadas “in vivo” ou “in vitro”, ou seja, quando for possível aproximar ao máximo a fonte de luz do compósito, esta fotopolimerização ineficiente pode levar a menor resistência ao desgaste, infiltrações, alterações de cor em um período mais curto de tempo e outros problemas relacionados às propriedades mecânicas aquém das recomendadas (FLURY *et al.*, 2012; SOARES *et al.* 2007). Entretanto, no grupo GII, composto pelas amostras polimerizadas pelo LEDB2, essa diferença de resistência mecânica ao longo da superfície do compósito é a menor dos três grupos e a análise da distribuição da potência luminosa do LEDB2, pelos dois métodos, mostrou que este possui a maior extensão da região de alta potência, fato este confirmado pelo seu maior FTP comparado aos demais LEDs testados. De acordo com ARIKAWA *et al.* (2008), a

maior homogeneidade na distribuição da potência luminosa, garante restaurações dentárias mais duráveis, devido ao aumento da resistência mecânica dos compósitos resinosos. O LEDB2 além de possuir uma distribuição de potência mais homogênea, pois, 50% da superfície dos compósitos foi irradiada por pelo menos 50% da maior potência luminosa, resultou em cerca de 80% dos maiores valores de módulo e dureza. O LEDC1 também alcançou a distribuição de dureza semelhante ao LEDB2, mas com valores menores para a dureza e módulo. Como exemplo, podemos citar que o LEDC1 obteve 672 MPa de dureza e 12,8 GPa de módulo de elasticidade na área polimerizada pela maior potência luminosa, enquanto que o LEDB2 obteve 876 MPa de dureza e 14,2 GPa de módulo na mesma região. Convém ressaltar que, no LEDC1, a área de maior potência encontra-se deslocada do centro, o que dificulta o melhor posicionamento do LED durante a fotopolimerização. Já o LEDB3 alcançou a pior distribuição de potência, dureza e módulo, pois apenas aproximadamente 20% da superfície do compósito foi irradiada por 50% da maior potência, sendo seguida por cerca de 70% dos maiores valores de dureza e módulo, respectivamente, 879 MPa e 14,9 GPa, ou seja, os outros 80% de área restante polimerizada obtiveram os menores valores de dureza e módulo de elasticidade.

A Figura 35 mostrou que o módulo de elasticidade e dureza seguiram o mesmo perfil de potência luminosa de cada LED, de modo que ambas as propriedades respondem da mesma forma ao mesmo efeito no processo de polimerização. Observa-se que a elevada potência de 27 nW (LEDB2) e 40 nW (LEDB3) resultou em aproximadamente as mesmas propriedades elásticas e de dureza, mostrando um limite para a eficiência da potência luminosa independente do comprimento de onda. Quando os dados relacionados com a região de baixa potência são analisados de 0,5 a 5 nW, é bem possível que a polimerização se torne dependente do comprimento de onda. Por exemplo, 1,9 nW gerou 2,05 GPa de módulo elástico para os compósitos polimerizados pelo LEDC1, enquanto que para o LEDB3, 0,9 nW resultou em 11 GPa.

Então, se a potência for o único fator ou o mais importante no processo de polimerização, as propriedades mecânicas devem ser diretamente relacionadas a ele, o que não foi observado. Esta grande diferença nas propriedades mecânicas ao longo de uma distância muito curta sugere a formação de tensões internas, provavelmente de contração, onde o descolamento seguido de microinfiltrações na interface dente-restauração poderiam ser formados facilmente, conduzindo a uma falha mais rápida da restauração dentária, como observado por FLURY *et al.* (2012). Além disso, a dureza abaixo de um certo valor nas superfícies pode reduzir em demasiado a resistência do compósito ao desgaste; e os resultados presentes concordaram com PRICE *et al.* (2010) e ARIKAWA *et al.* (2008), que relataram grande variação na dureza quando a heterogeneidade da distribuição de potência luminosa também aumenta.

Continuando com a análise de emissão de radiação luminosa, apesar da diferença dos métodos de análise desta distribuição, eles são válidos e têm vantagens e desvantagens. Ambos os métodos detectaram o deslocamento do centro da área de maior intensidade do LEDC1, a menor irregularidade do LEDB2 e a maior potência do LEDB3. Porém, no método direto na ponta-guia, a potência foi mais intensa no meio da área da guia de luz e no método de medição no plano da projeção a maior irradiância se apresentou contornando o centro da guia de luz. Estas pequenas diferenças de forma entre os métodos se devem à distância do sensor de medição que, em um foi de 14 cm e, no outro, foi o mais perto possível sem entrar em contato. Os resultados não devem ser interpretados como díspares ou contraditórios, mas sim complementares. Além disso, quando os dados são observados sobre a forma de gráficos 3D, a visualização é mais fácil, o que configura uma vantagem deste método em relação ao outro. Entretanto, o método visual é extremamente fácil de ser utilizado pelos dentistas quando estiverem adquirindo uma nova unidade de fonte de luz, porque, na verdade, eles só precisam de um radiômetro para medir a IM e uma folha

em branco para ver a projeção, procurando irregularidades na distribuição de luz ou, pelo menos, uma distribuição mais simétrica. Outros métodos indiretos propostos por ARYKAWA *et al.* (2008), PRICE *et al.* (2010), LEPRINCE *et al.* (2010), FLURY *et al.* (2012) e mesmo os utilizados nesta pesquisa, como o teste de microdureza instrumentada e equipamentos de alta tecnologia e precisão (OSA), estão ao alcance dos fabricantes e, por este motivo, os mesmos deveriam divulgar tabelas e gráficos que informem aos dentistas e pesquisadores sobre a distribuição de potência do seu aparelho fotopolimerizador.

Em uma análise da irregularidade de distribuição da potência luminosa ao longo das pontas-guias dos LEDS, sob a ótica do FTP (Figura 28), é possível concluir que os compósitos polimerizados pelo LEDB3 devem resultar em uma polimerização também irregular, devido a sua fração total de potência estar abaixo da linha de distribuição gaussiana, como pode ser visto nos gráficos de dureza e módulo elástico do compósito em relação ao perfil de potência na Figura 35. Com isso, podem desenvolver frequentes infiltrações em restaurações dentárias e erros na avaliação de falhas imputadas ao material e não ao dispositivo de polimerização deste material. O mesmo se aplica para o LEDC1, que se manteve acima da linha gaussiana, porém, com tal proximidade que a cruza na metade da potência, resultando em um FTP de 0,51. O melhor resultado foi do LEDB2, que apresenta a fração total de potência sempre acima da linha Gaussiana, com um FTP = 0,55.

Todos os três LEDs analisados estão bem longe da situação ideal, polimerizando mais rápido e eficientemente no centro da exposição do que nas bordas, com exceção do LEDC1 que possui a sua área de maior potência luminosa deslocada do centro da ponta-guia. Sabendo que uma polimerização irregular pode produzir uma amostra com diferentes microestruturas e uma falha poderia ser erroneamente relacionada ao material, pesquisadores deveriam prestar especial atenção à distribuição de intensidade de luz dos fotopolimerizadores utilizados em

suas pesquisas no intuito de evitar erros de avaliação das propriedades do material, bem como os odontólogos em suas clínicas onde a durabilidade da restauração passa não somente pela técnica utilizada, mas também pela qualidade dos dispositivos de polimerização.

Uma vez que uma ponta-guia de luz com FTP igual a 1 parece ser utópico e sabendo-se que o tamanho méso-distal médio das restaurações dentárias em posteriores é de 5 mm (TANTBIROJN *et al.*, 2004), uma guia de luz onde, pelo menos a parte central seja mais regular com um FTP o mais próximo possível de 1, é a situação o mais ideal possível de exposição homogênea de luz resultando em uma polimerização também mais homogênea.

Uma solução para o problema da heterogeneidade da distribuição seria a utilização de uma máscara que excluísse as menores potências luminosas. Para tal, a simulação desta máscara sobre a área da ponta ativa obteve resultados realmente promissores (FTP truncado). Com uma abertura de 50% da abertura original, coincidindo com o tamanho médio das restaurações posteriores, aumentou-se em 15% o FTP para os dois LEDs, duplicou-se a irradiância para o LEDC1 e triplicou-se para o LEDB2. Esta máscara pode realmente aperfeiçoar a polimerização dos compósitos de base resinosa. Apesar de tal recurso não ter sido utilizado experimentalmente para validar os resultados, vale lembrar que tal simulação foi efetiva para o LEDC1 e LEDB2, mas para o LEDB3 não pôde ser feita por causa de sua distribuição de intensidade de luz extremamente centralizada, não sendo, portanto, efetivo tal recurso.

A relação entre intensidade de luz e propriedade mecânica não é linear (WYDRA *et al.*, 2014). Em consonância com tal afirmação, vários autores (MUSANGE & DARVELL, 2003; PEUTZFEULD & ASMUSSEN, 2005; LEPRINCE, 2013) não concordam com a relação direta proposta pela Lei da Reciprocidade, que afirma, em linhas gerais, que na fotopolimerização do compósito, ao aumentarmos a irradiância

podemos diminuir o tempo de exposição a esta irradiância. Já os resultados desta tese concordam com a não linearidade da relação entre potência luminosa e propriedade mecânica e vai ao encontro do trabalho de HAENEL *et al.* (2015), que demonstraram que quanto maior a intensidade, maior a dureza e módulo elástico. Não obstante, os resultados do Grau de Conversão por FTIR-ATR apresentaram valores contrários ao aumento da potência luminosa, ou seja, o LEDB3, que possui a maior potência e a maior irradiância, obteve o menor grau de conversão. Da mesma maneira, o LEDC1, que possui a menor potência e a menor irradiância obteve o maior grau de conversão.

Tais resultados encontram consonância no trabalho de WATTS *et al.* (2015) e SELIG *et al.* (2015). SELIG *et al.* Utilizaram a espectroscopia de infravermelho, coletando dados em tempo real durante a fotopolimerização com diversos níveis de irradiâncias, a uma taxa de 8,5 pontos por segundo e conseguiram concluir que aumentando a irradiância e mantendo o tempo, o grau de conversão não seguiu a Lei da Reciprocidade, exceto para tempos muito longos, cerca de 170 s, ou irradiâncias extremamente baixas. De acordo com WYDRA (2014), em reações de polimerização onde a reação depende da geração de radicais livres, baixas irradiâncias geram uma concentração de radicais livres suficiente para converter as ligações duplas nas terminações das cadeias, que por sua vez levam a um grau de conversão proporcional à irradiância emitida pelo fotopolimerizador. O aumento da irradiância gera maior concentração de radicais livres que não resulta em maior grau de conversão, devido ao excesso de radicais frente à quantidade de ligações duplas disponíveis e ao isolamento desses radicais provocado pela falta de mobilidade das cadeias poliméricas já formadas. A consequente perda de atividade desses radicais em excesso leva a uma queda da taxa de polimerização. Em outras palavras, um fotopolimerizador com maior irradiância precisa de mais tempo para alcançar o mesmo grau de conversão do que um FT com menor irradiância.

Outra explicação para a maior potência do LEDB3 não resultar em maior grau

de conversão, seria, o fato do FTIR-ATR fazer a varredura da amostra pela superfície oposta à superfície irradiada e como o referido LED possui maior ângulo de divergência da radiação luminosa emitida pela ponta-guia do LEDB3, não alcança profundidade suficiente para que o grau de conversão seja maior também. Sendo assim, sugiro que a dureza e módulo elástico em dureza sejam investigados também pela superfície oposta à irradiação. Já, XIONG *et al.* (2011) relatam que o grau de conversão aumenta muito durante os primeiros 20 s, assim como a tensão de contração de polimerização, estando neste período a correlação entre microestrutura e melhores propriedades mecânicas.

Os dados de TGA dos compósitos polimerizados pelas áreas de alta e baixa potência luminosa do LEDC1 e do LEDB3 foram comparados em um gráfico da derivada do peso/temperatura, Figuras (31 e 33), e apresentaram uma pequena diferença de perda de massa em função da degradação térmica, por volta dos 450°C, diferença esta considerada muito pequena. O mesmo foi feito para o LEDB2, Figura 32, e a degradação térmica das amostras fotopolimerizadas pelas áreas de maior e menor potência luminosa foi rigorosamente igual. Apesar desses resultados não serem conclusivos, devido à dificuldade de, durante a polimerização, localizar a amostra em regiões com interfaces sem limites definidos entre alta e baixa potência, podemos identificar uma tendência à maior homogeneidade na distribuição da potência luminosa ao longo da ponta-guia do LEDB2.

Outra evidência desta maior homogeneidade apareceu quando da análise do ensaio de resistência à flexão, considerado de fundamental importância na previsão do desempenho clínico dos compósitos, devido às tensões de compressão e tração incidentes no corpo de prova durante o ensaio (ALMEIDA, 2007; YILMAZ *et al.*, 2007). Segundo BELLI *et al.* (2014), tal comportamento mecânico é análogo aos esforços mastigatórios. Além disso, a resistência à flexão não deve apresentar variação quando um mesmo material é polimerizado por diferentes métodos (YILMAZ *et al.*, 2007). No

caso desta tese, as amostras foram polimerizadas por três LEDs com comprimentos de onda compatíveis com a canforoquinona (RASTELLI *et al.*, 2006; JANDT & MILLS, 2013), porém com diferentes irradiâncias médias e distribuição de potência luminosa ao longo das pontas-guia, que podem provocar variações na resistência à flexão.

O tamanho do corpo de prova recomendado pela ISO-4049, 25x2x2mm, pode ser considerado de grande extensão. Para que todo o corpo prova receba a mesma quantidade de irradiação luminosa é preciso uma programada sobrepolimerização, pois o diâmetro da ponta-guia dos fotopolimerizadores é de cerca de 3 (três) vezes menor que a extensão do corpo de prova. Esta sobrepolimerização pode resultar em uma polimerização heterogênea (FERRACANE & MITCHEM, 1994; PICK *et al.*, 2010; HAHNEL *et al.* 2012). Na tentativa de sanar tal problema, esta pesquisa comparou o método da ISO com um método de fotopolimerização com movimento constante (MC). Ao analisar as Figuras 36 e 37, o GII (compósitos polimerizados pelo LEDB2) e GIII (compósitos polimerizados pelo LEDB3) quando polimerizados pelo método MC obtiveram menor variação, ou seja, menor desvio padrão (Tabela 8), sugerindo maior homogeneidade na microestrutura fotopolimerizada. O mesmo não foi observado para o GI (compósitos polimerizados pelo LEDC1), que apresentou muita variação entre os métodos e alto desvio padrão para a RF. Tal comportamento se deve à total irregularidade de potência luminosa, sem simetria, ao longo da ponta-guia do LEDC1, resultando em uma microestrutura polimerizada bastante heterogênea para os dois métodos. Portanto, com exceção do LEDC1, o método MC parece polimerizar mais homogeneamente as amostras, podendo substituir o método estático com sobrepolimerização proposto pela ISO-4049. Outra alternativa seria a utilização do teste biaxial com amostra cilíndrica. Segundo PICK (2010), neste tipo de ensaio a forma do corpo de prova se ajusta melhor a forma da ponta-guia, por ser cilíndrico e como a tensão é feita no centro da amostra, os defeitos localizados nas bordas não influenciam os resultados.

De uma forma geral os compósitos polimerizados pelo LEDC1 (GI) apresentaram maior variação dos dados, devido, provavelmente, a sua maior irregularidade de distribuição da potência ao longo da ponta-guia. Entretanto, estes compósitos obtiveram a mesma média de resistência à flexão que os grupos GII e GIII, quando polimerizados pela técnica da movimentação contínua. Esta semelhança nas médias pode estar relacionada à polimerização sem interrupções da irradiação, pois, somente o LEDC1 tem a possibilidade de ajustar o tempo para 90 segundos.

Segundo HAHNEL *et al.* (2012), o corpo de prova proposto pela ISO-4049 para o teste de resistência à flexão de três pontos é de fácil execução, porém, as tensões de tração se concentram na superfície inferior, acentuando os efeitos da condição desta superfície nos resultados do teste. Este fato está em concordância com PICK (2010), que relatou grande influência de defeitos localizados na superfície do corpo de prova, nos resultados, pois concentram tensões e reduzem a resistência à flexão. A análise fractográfica nos corpos de prova desta tese revelou um material com alguns poros, onde as fraturas começaram na superfície ou próximo dela, sendo acompanhadas de uma clara área espelhada seguida das linhas de Hackle. De acordo com a normativa para análise fractográfica em cerâmicas, C 1322 – 05b (ASTM, 1984), áreas espelhadas bem definidas seguidas das linhas de Hackle radiais revelam uma microestrutura de granulação fina, porém com mecanismos de fratura distintos entre os corpos de prova polimerizados pela técnica da ISO e MC (Figura 38). Tal normativa foi utilizada, pois, os compósitos para restauração dentária são materiais frágeis como a cerâmica.

6 CONCLUSÃO

- A distribuição da potência luminosa emitida pelas pontas-guia dos LEDs testados não é homogênea, concentrando sua maior potência no centro e a menor nas bordas no caso do LEDB2 e B3. Já para o LEDC1 a área de maior potência está deslocada do centro.

- A irregularidade da distribuição de potência luminosa ao longo da área da ponta-guia prejudica as propriedades mecânicas dos compósitos polimerizados.

- A irradiância média medida como um valor único não reflete a realidade da distribuição de potência e não pode ser usada por si só para caracterizar um determinado fotopolimerizador.

- Os dois métodos de análise da distribuição da potência luminosa ao longo da ponta-guia de cada LED são efetivos. A simples projeção do feixe de luz em uma superfície plana e branca já se configura como um meio de avaliação da regularidade do feixe emitido por um determinado fotopolimerizador.

- A fotopolimerização em movimentação constante (MC) das amostras para o teste de resistência à flexão se mostrou como uma possível solução para o problema de sobreposição na técnica proposta pela ISO.

- O LEDC1 se apresentou mais irregular do que os outros LEDs e os compósitos polimerizados por este LED desenvolveram menor resistência mecânica, principalmente nas áreas referentes às menores potências luminosas. No teste de flexão em três pontos, o alto desvio padrão tanto para a técnica da ISO como para MC refletiu a influência desta irregularidade nos resultados.

- O LEDB2 se apresentou menos irregular do que o LEDC1 e o LEDB3.

- O LEDB3, apesar de possuir a maior irradiância média, apresentou o pior índice de homogeneidade de distribuição de potência (FTP).

- O índice FTP é de fácil execução e interpretação dos resultados. Além disso, o FTP truncado foi uma excelente ferramenta na proposta de solução ao problema da irregularidade de distribuição de potência ao longo da ponta-guia dos LEDs B2 e C1.

7 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS:

- Investigar mais a difração de luz através de diversos tipos de compósitos com diferentes tamanhos de carga, correlacionando a divergência do feixe de luz com a profundidade de polimerização.

- Investigar o efeito da heterogeneidade com o aumento da espessura da amostra

- A utilização da técnica de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) em que a amostra possa ser aquecida até, pelo menos, 500°C, para que as alterações térmicas, frente à irregularidade de potência, fiquem bem caracterizadas.

- Investigar a efetividade da utilização de uma máscara física que elimine as menores potências localizadas em uma faixa de cerca de 2 mm nas bordas das pontas-guia dos fotopolimerizadores, a exemplo do proposto pelo FTP truncado.

- Comparar o método de ensaio de resistência à flexão biaxial, com amostra cilíndrica, com o método proposto pela ISO-4049, devido aos problemas de sobrepolimerização e acabamento das amostras longas e retangulares deste último.

8 BIBLIOGRAFIA:

ACHILIAS, D. S., KARABELA, M. M., SIDERIDOU, I. D., “Thermal degradation of light-cured dimethacrylate resins Part I. Isoconversional kinetic analysis”, *Thermochimica Acta*, v. 472, pp. 74–83, 2008.

ANDRADE, A. K. M. DUARTE, R. M., SIVA, F. D. S. C. M., *et al.*, “30-month randomised clinical trial to evaluated the clinical performance of nanofill and nanohybrid composite”, *Journal of Dentistry*, v. 39, pp. 8-15, 2011.

ANUSAVICE, K. J., Materials Dentários-Phillips, 11ed. RJ, ELSEVIER, 2005.

ANUSAVICE, K. J., Materials Dentários-Phillips, 12ed. RJ, ELSEVIER, 2013.

ARIKAWA, H., KANIE, T., FUJII, K., *et al.*, “Effect of Inhomogeneity of Light from Light Curing Units on the Surface Hardness of Composite Resin”, *Dental Materials Journal*, v. 27, n. 1, pp. 21 –28, 2008.

ASHBY, M. F., JONES, D. R. H., “Engineering Materials: An introduction to their properties and applications”, 1 ed, Oxford, Ed. Pergamon Press, 1980.

ASMUSSEN, E., PEUTZFELDT, A., “Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites”, *Dent Mater*, v.14, n. 1, pp. 51–56, 1998.

ASTM, “C 1322 – 05b: *Standard Practice for Fractography and Characterization of Fracture Origins in Advanced Ceramics.*” ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States, 1984.

BELLI, R, PETSCHLT, A., LOHBAUER, U., “Are linear elastic material properties relevantpredictors of the cyclic fatigue resistance of dentalresin composites?”, *Dental Materials*, V. 30, pp. 381–391, 2014.

BENNETT, A.W., WATTS, D.C., “Performance of two blue light-emitting-diode dental light curing units with distance and irradiation-time”, *Dental Materials*, v. 20, pp. 72–79, 2004.

BOARO, L. C. C., GONÇALVES, F., GUIMARÃES, T. C., *et al.*, “Polymerization stress, shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites”, *Dental Materials*, v. 26, pp. 1144-50, 2010.

BORGES, M.A.P., MATOS, I.A.C., MENDES, L.C., *et al.*, “Degradation of polymeric restorative materials subjected to a high caries challenge”, *Dental Materials*, v. 27, pp.244–52, 2011.

BRANDT, W. C., MORAES, R. R., CORRER-SOBRINHO, L., *et al.*, “Effect of different photo-activation methods on push out force, hardness and cross-link density of resin composite restorations”, *Dental Materials*, v. 24, pp. 846–850, 2008.

BRYANT, R. W., MAHLER, D. B., “Modulus of elasticity in bending of composites and amalgams”, *J Prosthet Dent*, v. 56, pp. 243-48, 1986.

BOUSCHLICHER, M. R., RUEGGEBERG, F.A., WILSON, B.M., “Correlation of bottom-to-top surface microhardness and conversion ratios for a variety of resin composite compositions.” *Oper Dent*, v. 29, n. 6, pp.698–704, 2004.

CALHEIROS, F. C., DARONCH, M., RUEGGEBERG, F. A., *et al.*, “Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system”, *Dental Materials*, v. 24, pp. 1164–1168, 2008.

CHAIN, M. C., REBELATTO, C., “LEDS em odontologia: Uma nova alternativa”. www.dentalgaucho.com.br, 5 de Abril, 2004.

COBB, D. S., *et al.* “As propriedades físicas das resinas compostas posteriores compactáveis e convencionais: uma comparação”. *The journal of Dental American Association*. v.4, n.1, pp. 13-18, jan/fev 2001.

CRAIG, R. G., O'BRIEN, W. J., POWERS, J. M., Materiais Dentários: Propriedades e manipulação., 3ª Ed, Rio de Janeiro, Ed, Guanabara koogan S.A., 1983.

CURTIS, A.R., *et al.*, “The mechanical properties of nanofilled resin based: the impact of dry and wet cyclic pré-loading on bi-axial flexural strength” *Dental Materials*, v. 25, pp.188-197, 2009.

DAVIDSON, C. L., FEILZER, A.”Polymerization and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives”.*J. Dent.* v.25,n.6, pp.435-440,1997.

DELLA BONA, A., VAN NOORT, R., “Shear vs. Tensile Bond Strength of Resin Composite Bonded to Ceramic”, *J Dent Res*, v. 74,n. 9, pp. 1591-1596, 1995.

DIETER, G. E., Metalúrgica Mecânica, 2ed., RJ, Ed. Guanabara Koogan, 1981.

ELIAS, C. N., LOPES, H. P., Materias Dentários: Ensaio Mecânicos, 1ed., SP, Ed. Livraria Santos, 2007.

EMAMI, N., SODERHOLM, K. J. M., “How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites”, *Eur J Oral Sci*, v. 111, pp. 536–542, 2003.

EMAMI, N., SJÖDAHL, M., SÖDERHOLM, K. J., “How filler properties, filler fraction, sample thickness and light source affect light attenuation in particulated filled resin composites”, *Dental Materials*, v. 21, pp. 721-30, 2005.

FERRACANE, J.L., “Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks”, *Dental Materials*, v. 22, pp. 211–222, 2006.

FERRACANE, J.L., “Resin composite – State of art”, *Dental Materials*, v. 27, p. 29-38, 2011.

FINDLAY, A., A Hundred Years of Chemistry, 1948- Disponível em: <<https://archive.org/stream/hundredyearsofch029685mbp#page/n7/mode/2up,>>
Acesso em: 13 de Abril de 2015.

FLURY, S., HAYOZ, S., PEUTZFELDT, A., *et al.*, “Depth of cure of resin composites: Is the ISO 4049 method suitable for bulk fill materials?” *Dental Materials*, v. 28, pp. 521–528, 2012.

FRANCO, B. E., LOPES, L. G., “Contração de polimerização x adaptação marginal de restaurações em resina composta: abordagem atual”. *Revista Fac. Odont. Univ. Passo Fundo*. V.5, n.1, pp.37-41, jan/jun 2000.

FRANCO JUNIOR, A.R. *Obtenção de revestimento duplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços ferramenta AiSi D2 e AISI H13*. Tese de D.Sc., Escola Politécnica, USP, São Paulo, 2003.

HAENEL, T, HAUSNEROVÁ, B., STEINHAUS, J., *et al.*, “Effect of the irradiance distribution from lightcuring units on the local micro-hardness of the surface of dental resins”, *Dental Materials*, v. 31, pp. 93–104, 2015.

HALVORSON, R. H., ERICKSON, R. L., DAVIDSON, C. L., “Energy dependent polymerization of resin-based composite”, *Dental Materials*, v. 18, pp. 463-469, 2002.

HEBLING, E & TRENTIN, E. F., “Análise de custo de materiais utilizados em restaurações dentárias em resina composta”, *Rev Odontol UNESP.*, v. 42, n. 3, pp. 144-151, 2013.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, *ISO-4049: Resin-based filling materials*. Switzerland 1988.

JANDT, K., SIGUSCH, W., “Future perspectives of resin-based dental materials”, *Dental Materials*, v. 25, pp. 1001–1006, 2009.

JANDT, K. & MILLS, R. W., “A brief history of LED photopolymerization”, *Dental Materials*, v. 26, n. 6, pp. 605-617, 2013.

JOHNSTON JR., T. F., “M² concept characterizes beam quality,” *Laser Focus*, v. 26, pp. 173–183, 1990.

JORGE, A.L.C., BATISTA, G.R., ARAÚJO, M.A.M., *et al.*, “Interferência dos métodos de fotopolimerização na microinfiltração marginal de restaurações de resina composta”, *Cienc Odontol Bras*, v. 11, n. 2, pp. 36-43, abr./jun, 2008.

KARABELA, M.M., SIDERIDOU, I.D., “Synthesis and study of properties of dental resin composites with different nanosilica particles size”, *Dental Materials*, v. 27, n. 8, pp. 825-35, 2011.

KERBY, R.E., KNOBLOCH, L.A., SCHRICKER, S., *et al.*, "Synthesis and evaluation of modified urethane dimethacrylate resins with reduced water sorption and solubility", *Dental Materials*, v. 25, pp. 302–313, 2009.

KIM, K.H., "The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites", *J Prosthet Dent*, v. 87, pp. 642-9, 2002.

KNOBLOCH, LA • KERBY, RE, CLELLAND, N, *et al.*, "Hardness and Degree of Conversion of Posterior Packable Composites", *Operative Dentistry*, v. 29, n. 6, pp. 642-649, 2004.

KOUPIS, N. S., MARTENS, L. C., VERBEECK, R. M. H., "Relative curing degree of polyacid modified and conventional resin composites determine by surface Knoop hardness", *Dental Materials*, v. 22, pp. 1045-50, 2006.

LEPRINCE, J., SPRINGUEL, G., PALIN, W.M., *et al.*, "Exposure reciprocity law: Influence of viscosity on different materials properties", *Dental Materials*, v. 26, Suplemento 1, pp. e30, 2010.

LEPRINCE, J. G., PALIN, W. M., HADIS, M. A., *et al.*, "Review, Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency", *Dental Materials*, v. 29, n. 2, pp. 139-56, 2013.

MANHART, J., CHEN, H.Y., HICKEL, R., "Propriedades dos materiais resinosos compactáveis para restaurações posteriores", *JADA-Brasil*, v.4, n.4, pp. 224-30, 2001.

MANOJLOVIC, D., RADISIC, M., VASILJEVIC, T, *et al.*, "Monomer elution from nanohybrid and ormocer-based composites cured with different light sources", *Dental Materials*, v. 27, pp. 371–378, 2011.

MASUDA, M. S., MALUF, W. I., MUENCH, A., "Dureza Knoop de Resina Compostas em Função do Tempo de Irradiação, das Espessuras das Camadas, da Idade e da Profundidade", *RPG*, v.6, n.1, pp. 25-30, Jan./Mar. 1999.

MC CABE, J. F., WALLS, A. W. G., "Materiais Dentários Diretos: Princípios básicos à aplicação clínica, 8 ed, São Paulo, Ed Santos, 2006.

MICHAUD, P. L., PRICE, R. B. T., LABRIE, D., *et al.*, “Localised irradiance distribution found in dental light curing units”, *Journal of dentistry*, v. 42, pp. 129–39, 2014.

MIYAZAKIL, M., OSHIDA, Y., MOORE, B. K., *et al.*, “Effect of light exposure on fracture toughness and flexural strength of light-cured composites”, *Dent Mater*, v. 12, pp. 328-332, 1996.

MUSANJE, I. & DARVELL, B. W., “Polymerization of resin composite restorative materials: exposure reciprocity”, *Dental Materials*, v. 19, pp. 531–541, 2003.

NEUMANN, M. G., MIRANDA, W. G., SCHIMITT, C.C., *et al.*, “Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiators and light curing units.” *J Dent.*, v. 33, n. 6, pp. 525-32, 2005.

NOVERO, L. P., “Polimerización de las resinas compuestas”. *Revista asoc. Odontol. Argentina.*, v. 89, n.2, pp.185-191, mar/abril 2001.

OLIVER, W.C., PHARR, G.M., “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments.”, *Journal of Materials Research*, v. 7, n. 6, pp. 1564-83, 1992.

OLIVER, W.C., PHARR, G.M., “ Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements of methodology”. *J. Mater Res.*, v.19, n.1, pp. 3-20, 2004.

PAINS, M. B., *Influência do método experimental na resistência flexural de materias restauradores: ensaio mecânico, análise por elementos finitos e fractografia*. Tese de M. Sc., Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia , 2011.

PALIN, W. M., FLEMING, G. J. P., BURKE, F. J. T., *et al.*, “The reliability in flexural strength testing of a novel dental composite”, *Journal of Dentistry*, v.31, pp. 549–557, 2003.

<http://multimedia.3m.com/mws/mediawebserver?mwsId=66666UuZjcFSLXTtNxM_nxMyEVuQEcuZgVs6EVs6E666666--&fn=P90%20Study%20Booklet.pdf>, Acesso em: 5 de abril de 2011, 17:00 h.

PEUTZFELDT, A., “Resin composites in dentistry: the monomer systems”. *Eur. J. Oral Sci.*, v.105, pp.97-116, 1997.

PEUTZFELDT, A. & ASMUSSEN, E., “Resin Composite Properties and Energy Density of Light Cure”, *J. Dent Res*, v. 84, n. 7, pp. 659-662, 2005.

PICK, O. B., *Tenacidade à fratura, crescimento subcrítico de trinca e limite de fadiga de compósitos resinosos experimentais com diferentes tamanhos de partículas de carga*, Tese de D. Sc., Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

PRICE, R. B. T., FELIX. C. A., ANDREOU, P., “Knoop hardness of ten resin compostes irradiated with high-power LED and quartz-tungsten-halogen lights”, *Biomaterials*, v. 26, pp. 2631-41, 2005.

PRICE, R.B.T., RUEGGERBERG. F.A., LABRIE, D., “Irradiance Uniformity and Distribution from Dental Light Curing Units”, *J. Esthet Restor Dent*, v. 22, pp. 86-103, 2010.

PRICE, R. B., “Avoiding Pitfalls When Using a Light-Curing Unit”, *Compendium of Continuing Education in Dentistry*, v. 3, n. 4, pp. 304-305, 2013.

RAPTIS, C., FAN, P. L., POWERS, J. M.” Properties of microfilled and visible light-cured composite resins”, *J Am Dent Assoc*, v. 99, pp. 631-33, 1979.

RASTELLI, A. N. S., JACOMASSI, D.P., FALONI, A. P. S., *et al.*, “The Filler Content of the Dental Composite Resins and Their Influence on Different Properties”, *MICROSCOPY RESEARCH AND TECHNIQUE* , v.75, pp. 758–765, 2012.

REIS, A., LOGUERCIO, A.D., “Materiais Dentários Restauradores Diretos: dos fundamentos a aplicação clínica”. 1 ed., São Paulo, Editora Santos, 2007.

RODE, K.M., *Estudo do efeito da distância da ponta de aparelhos fotoativadores na microdureza e no grau de conversão da resina composta usando luz halógena, laser de argônio e LED*, Tese de D. Sc., USP, São Paulo, 2006.

RODRIGUES NETO, E., ELOSSAIS, A. E., CHÁVEZ, O. F. M., *et al.*, “Estudo comparativo de aparelhos fotopolimerizadores para determinar o grau de conversão de resinas compostas utilizando o espectrofotômetro de infravermelho”, *RGO*, v. 5, n. 4, pp. 357-361, 2007.

RUGGEBERG, F. A., “State-of-the-art: Dental photocuring—A review”, *Dental Materials*, v. 27, n. 1, pp. 39-52, 2011.

SANTINI, A., MILETIC, V., SWIFT, M.D., *et al.*, “Degree of conversion and microhardness of TPO-containing resin-based composites cured by polywave and monowave LED units”, *Journal of Dentistry*, v. 40, pp. 577 – 84, 2012.

SANTIS, R., GLORIA, A., PRISCO, D., *et al.*, “Fast curing of restorative materials through the soft light energy release”, *Dental Materials*, v. 26, pp. 891–900, 2010.

SANTOS, G. B., MONTE ALTO, RV, SAMPAIO FILHO, H. E. *et al.*, “Light transmission on dental resin composite”, *Dental Materials*, v. 24, pp. 571-76, 2008.

SANTOS, L. A., TURBINO, M.L., YOUSSEF, M.N. *et al.*, “Microdureza de resina composta: efeito de aparelhos e tempos de polimerização em diferentes profundidades”, *Pesq Odont Brás*, v. 14, n. 1, pp. 65-70, jan./mar. 2000.

SELIG, D, HAENEL, T, HAUSNEROV, B, *et al.*, “Examining exposure reciprocity in a resin based composite using high irradiance levels and real-time degree of conversion values”, *Dental Materials*, v. 31, pp. 583–593, 2015.

SHAHDAD, S. A., MCCABEA, J. F., BULL, S., “Hardness measured with traditional Vickers and Martens hardness methods”, *Dental Materials*, v. 23, pp. 1079-85, 2007.

SHAWKAT, E.S., PALIN, W.M., SHORTALL, A.C., *et al.*, "Oxygen inhibition and incremental layer bond strengths of resin composites", *Dental Materials*, v. 25, pp. 1338–1346, 2009.

SCHNEIDER, L. F., MORAES, R. R., CAVALCANTE, L. M., *et al.*, Cross-link density evaluation through softening tests: Effect of ethanol concentration", *Dental Materials*, v. 24, pp. 199–203, 2008.

SHIN, D. H., RAWLS, H.R., "Degree of conversion and color stability of the light curing resin with new photoinitiator systems", *Dental Materials*, v. 25, pp.1030–1038, 2009.

SHORTALL , A.C., PALIN, W.M., BURTSCHER, P., "Refractive Index Mismatch and Monomer Reactivity Influence Composite Curing Depth", *J Dent Res*, v. 87, n. 1, pp. 84-88, 2008.

SIDERIDOU, I.D., KARABELA, M.M., MICHELIOU, C.N., *et al.*, "Physical properties of a hybrid and a nanohybrid light-cured resin composite", *J. Biomater Sci*, v. 20, pp. 1831-44, 2009.

SIDERIDOU, I.D., KARABELA, M.M., VOUVOUDI, E.C., "Physical properties of a current dental nanohybrid and nanofill light-cured resin composite", *Dental Materials*, v. 27, p. 598-607, 2011.

STAHL, F., ASHWORTH, S. H., JANDT, K. D., *et al.*, "Light-emitting diode (LED) polymerisation of dental composites: flexural properties and polymerisation potential", *Biomaterials*, v. 21, pp. 1379-1385, 2000.

STANSBURY, J. W., DICKENS, S. H., "Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy". *Dent Mater*. v. 17, n.1, pp.71-79, jan. 2001.

TAIRA, M., SUZUKI, H., TOYOOKA, H., *et al.*, "Refractive index of inorganic fillers in seven visible-light-cured dental composite resins", *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE LETTERS*, v. 13, pp. 68-70, 1994.

TSAI, P. C. L., MEYERS, I. A ., WALSH, L. J., “Depth of cure and surface microhardness of composite resin with blue LED curing lights”, *Dental Materials*, v. 20, pp. 364-69, 2004.

VANDEWALLE, K.S., ROBERTS, H.W., ANDRUS, J.L., *et al.*, “Effect of Light Dispersion of LED Curing Lights on Resin Composite Polymerization”, *J Esthet Restor Dent*, v.17, n. 4, pp. 244–255, 2005.

WACHTMAN, J. B, CANNON, W. R., MATTHEWSON,M.J., “Mechanical Properties of Ceramics”, 2 ED, John Wiley & Sons, USA, 2009.

WATTS, D.C., “Let there be More Light!”, *Dental Materials*, v. 31, pp. 315–316, 2015.

WEINMANN, W., THALACKER, C., GUGGENBERGER R., “Siloranes in dental composites”, *Dental Materials*, v. 21, pp. 68-74, 2005.

WEIR, M.D., MOREAU, J.L., LEVINE. E.D., *et al.*, “Nanocomposite containing CaF₂ nanoparticles: Thermal cycling, wear and long-term water-aging”, *Dental Materials*, v. 28, pp. 642–652, 2012.

WYDRA, J. W., CRAMER, N. B., STANSBURY, J. W., *et al.*, “The reciprocity law concerning light dose relationships applied to BisGMA/TEGDMA photopolymers: Theoretical analysis and experimental characterization”, *Dental Materials*, v. 30,n. 6, pp. 605–612, 2014.

XIONG, J., SUN, X., LI, Y., *et al.*, “Polymerization Shrinkage, Stress, and Degree of Conversion in Silorane- and Dimethacrylate-Based Dental Composites”, *Journal of Applied Polymer Science*, v. 122, pp.1882–1888, 2011.

XU, H. H. K., SMITH, D. T., SCHUMACHER, G. E., *et al.*, “Indentation Modulos and Hardness of Whisker-Reinforced Heat-Cured Dental Resin Composites”, *Dental Materials*, v.16, pp.248-254, 2000.

YAP, A.U., LOW, J.S., ONG, L.F.K.L., "Effect of food-simulating liquids on surface characteristics of composite and polyacid-modified composite restoratives". *Oper Dent.*, v. 25, pp. 170-6, 2000 (a).

YAP, A.U., CHEW, C.L., ONG, L.F.K.L., *et al.*, "Environmental damage and occlusal contact area wear of composite restoratives.", *J Oral Rehabil*, v. 29, pp. 87-97, 2002.

YILMAZ, H., AYDIN, C., GUL, B. E., "Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics", *J Prosthet Dent*, v. 98, n. 2, pp. 120-128, 2007.

ZHAO, D., BOTSIS, J., DRUMMOND J. L., "Fracture studies of selected dental restorative composites", *Dental Materials*, v. 13, pp. 198-207, 1997.

9 ANEXO:

9.1 ESTATÍSTICA:

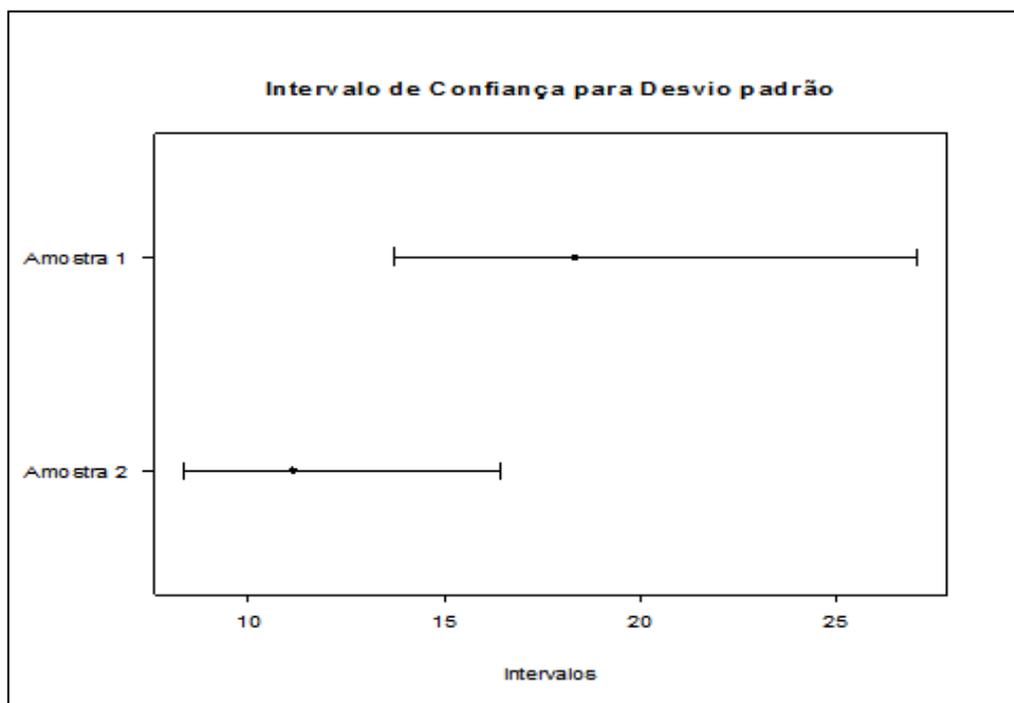


Figura 39: Intervalo de confiança para desvio padrão da RF. A amostra 1 representa a técnica da ISO e a amostra 2 representa a técnica MC.

Tabela 9: Tabela ANOVA, Teste Tukey com 95% de confiança do módulo de elasticidade em flexão (EF):

Tabela da Anova					
	.L.	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	Estat. F	P-valor
Fator		4852.865355	970.573071	18.9579043	0.0000000000772
Resíduos	4	2764.59597	51.19622167		

Tabela 10: Tabela ANOVA, Teste Tukey com 95% de confiança da resistência à flexão (RF):

Tabela da Anova					
	.L.	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	Estat. F	P-valor
Fator		3647.550836	729.5101673	3.710836316	0.005847811
Resíduos	4	10615.81425	196.5891527		

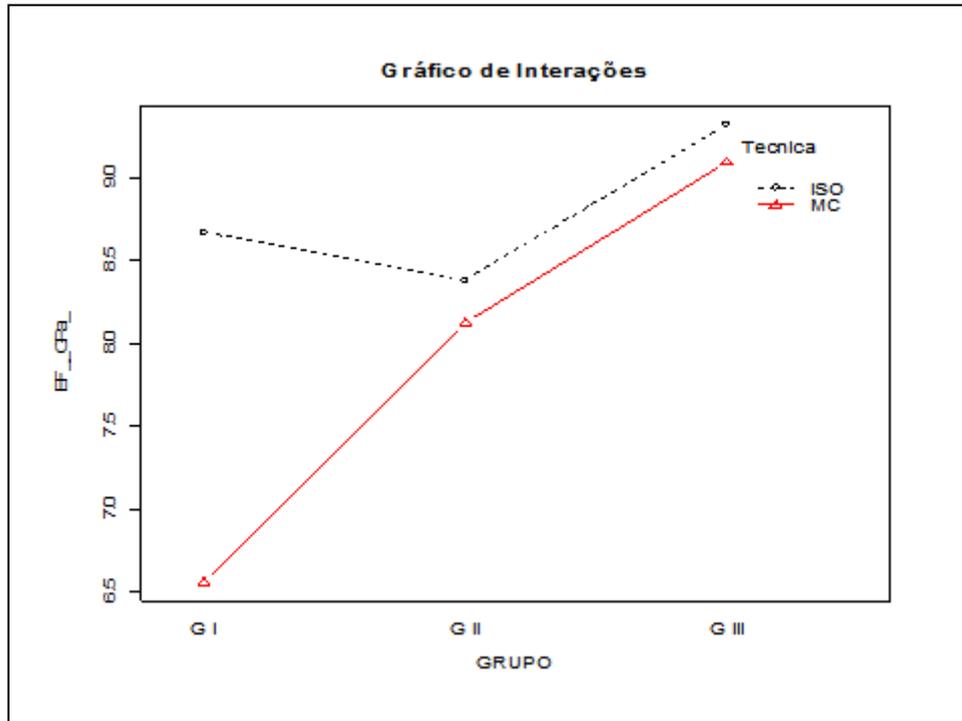


Figura 40: Gráfico de interação dos (EF) módulos de elasticidade em tensão de flexão (GPa) entre os grupos e técnicas de polimerização.

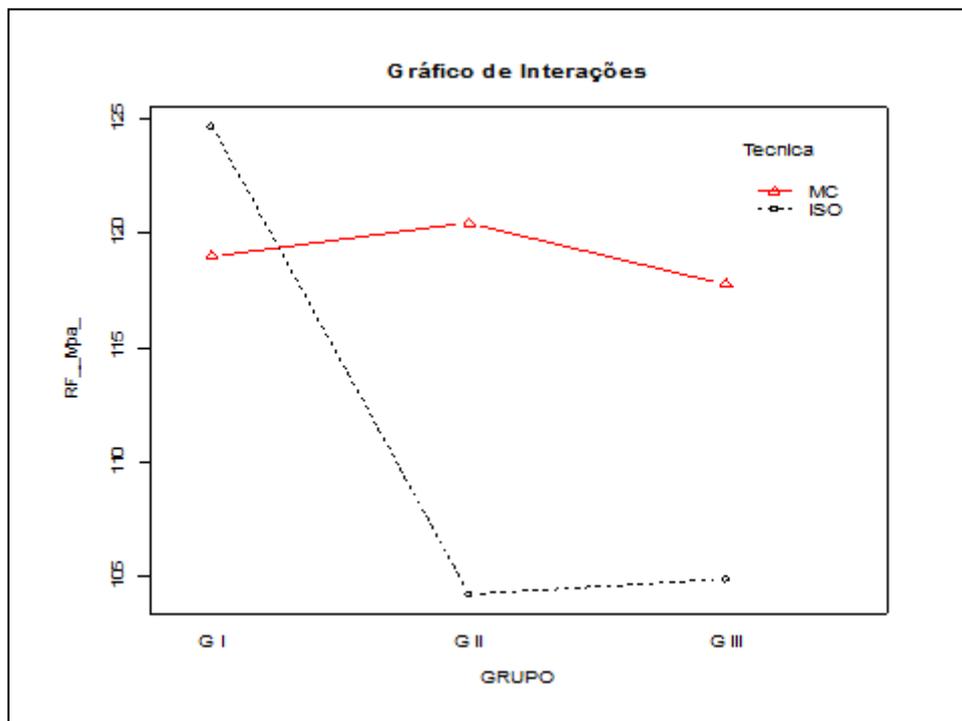


Figura 41: Gráfico de interação das (RF) resistências à flexão (MPa) entre os grupos e técnicas de polimerização.

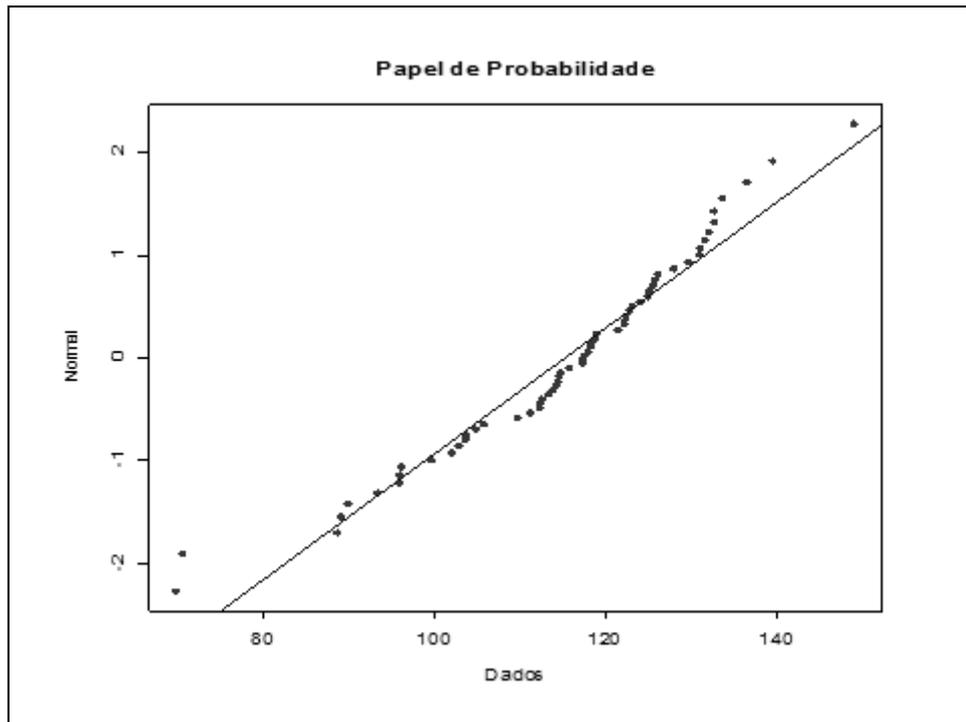


Figura 42: Normalidade dos dados de resistência à flexão dos CPs polimerizados pelos três fotopolimerizadores testados e pelas técnicas da ISO e MC.

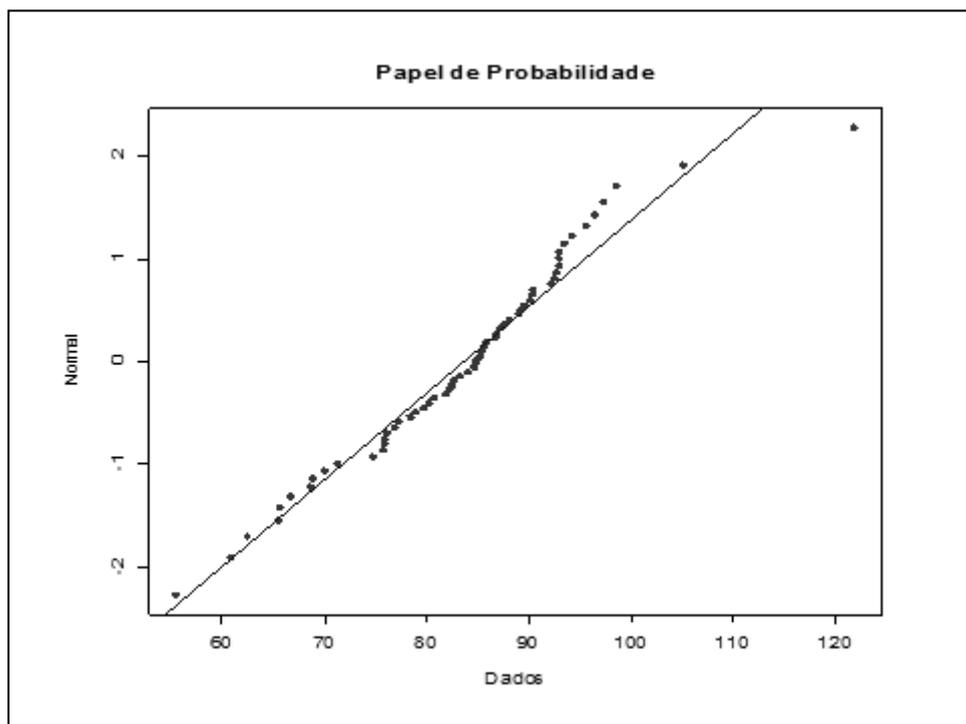


Figura 43: Normalidade dos dados de módulo de elasticidade (EF) em flexão dos CPs polimerizados pelos três fotopolimerizadores testados e pelas técnicas da ISO e MC.

Tabela 11: Teste de Kruskal-Wallis para os módulos de elasticidade dos compósitos polimerizados das técnicas de polimerização por movimento contínuo (MC) e ISO:

<i>Informação</i>	<i>Valor</i>		
Kruskal-Wallis qui-quadrado	6.964619745		
Graus de Liberdade	1		
P-valor	0.00831371		
<i>Fatores Comparados</i>	<i>Diferença Observada</i>	<i>Diferença Crítica</i>	<i>Diferença</i>
ISO - MC	11.9	8.837967113	Sim

Tabela 12: Teste de Kruskal-Wallis para as resistências à flexão dos compósitos polimerizados das técnicas de polimerização por movimento contínuo (MC) e ISO:

<i>Informação</i>	<i>Valor</i>		
Kruskal-Wallis qui-quadrado	0.267759563		
Graus de Liberdade	1		
P-valor	0.604838651		
<i>Fatores Comparados</i>	<i>Diferença Observada</i>	<i>Diferença Crítica</i>	<i>Diferença</i>
ISO - MC	2.333333333	8.837967113	Não

Tabela 13: Teste de Kuskal-Wallis para o Grau de Conversão nas áreas de Alta Potência (AI) e Baixa Potência (BI) dos três LEDs testados.

<i>Fatores Comparados</i>	<i>Diferença Observada</i>	<i>Diferença Crítica</i>	<i>Diferença</i>
LEDB2 AI - LEDB2 BI	2	12,79423786	Não
LEDB2 AI - LEDB3 AI	7,333333333	12,79423786	Não
LEDB2 AI - LEDB3 BI	9,666666667	12,79423786	Não
LEDB2 AI - LEDC1 AI	2,333333333	12,79423786	Não
LEDB2 AI - LEDC1 BI	8,333333333	12,79423786	Não
LEDB2 BI - LEDB3 AI	5,333333333	12,79423786	Não
LEDB2 BI - LEDB3 BI	7,666666667	12,79423786	Não
LEDB2 BI - LEDC1 AI	4,333333333	12,79423786	Não
LEDB2 BI - LEDC1 BI	6,333333333	12,79423786	Não
LEDB3 AI - LEDB3 BI	2,333333333	12,79423786	Não
LEDB3 AI - LEDC1 AI	9,666666667	12,79423786	Não
LEDB3 AI - LEDC1 BI	1	12,79423786	Não
LEDB3 BI - LEDC1 AI	12	12,79423786	Não
LEDB3 BI - LEDC1 BI	1,333333333	12,79423786	Não
LEDC1 AI - LEDC1 BI	10,66666667	12,79423786	Não

Tabela 14: Resposta Espectral do LEDC1.

$\lambda(\text{nm})$	$i(\text{mA})$	$S(\text{mA/mW})$	$c(\text{mW})$	$l(\text{mW/nm})$
410,0	8,60000E-7	0,02218	0,00517	0,05816
410,7	1,38000E-6	0,02302	0,00799	0,08994
411,4	1,33333E-6	0,02385	0,00745	0,08384
412,1	1,67333E-6	0,02470	0,00903	0,10163
412,8	1,73333E-6	0,02554	0,00905	0,10179
413,5	2,68000E-6	0,02639	0,01354	0,15231
414,2	2,33333E-6	0,02725	0,01142	0,12845
414,9	2,74667E-6	0,02811	0,01303	0,14659
415,6	4,01333E-6	0,02897	0,01847	0,20780
416,3	5,36667E-6	0,02984	0,02398	0,26980
417,0	6,40000E-6	0,03071	0,02779	0,31260
417,7	7,48667E-6	0,03159	0,03160	0,35552
418,4	8,56000E-6	0,03247	0,03515	0,39545
419,1	1,02933E-5	0,03336	0,04114	0,46287
419,8	1,18333E-5	0,03425	0,04607	0,51826
420,5	1,39133E-5	0,03515	0,05278	0,59379
421,2	1,67733E-5	0,03605	0,06204	0,69792
421,9	1,94600E-5	0,03696	0,07020	0,78980
422,6	2,30333E-5	0,03787	0,08109	0,91227
423,3	2,59333E-5	0,03879	0,08914	1,00278
424,0	3,06333E-5	0,03972	0,10284	1,15692
424,7	3,48000E-5	0,04065	0,11415	1,28417
425,4	3,98867E-5	0,04159	0,12788	1,43871
426,1	4,57467E-5	0,04253	0,14342	1,61349
426,8	5,21000E-5	0,04348	0,15977	1,79745
427,5	5,87400E-5	0,04443	0,17626	1,98297
428,2	6,72000E-5	0,04539	0,19738	2,22051
428,9	7,54133E-5	0,04636	0,21688	2,43989
429,6	8,48533E-5	0,04734	0,23901	2,68882
430,3	9,56733E-5	0,04832	0,26401	2,97016
431,0	1,08053E-4	0,04930	0,29221	3,28734
431,7	1,20640E-4	0,05030	0,3198	3,59777
432,4	1,34133E-4	0,05130	0,34864	3,92218
433,1	1,48627E-4	0,05230	0,37887	4,26232
433,8	1,64953E-4	0,05332	0,41250	4,64062
434,5	1,82140E-4	0,05434	0,44693	5,02792
435,2	2,02380E-4	0,05537	0,48738	5,48300
435,9	2,23233E-4	0,05640	0,52774	5,93709
436,6	2,47327E-4	0,05744	0,57411	6,45869
437,3	2,71007E-4	0,05849	0,6178	6,95028
438,0	2,95427E-4	0,05954	0,66154	7,44235
438,7	3,20320E-4	0,06060	0,70472	7,92809
439,4	3,47300E-4	0,06167	0,75083	8,44689
440,1	3,74960E-4	0,06275	0,79673	8,96326
440,8	4,03360E-4	0,06383	0,84254	9,47856
441,5	4,30653E-4	0,06492	0,88445	9,95001
442,2	4,55702E-4	0,06602	0,92037	10,35416
442,9	4,78727E-4	0,06712	0,95093	10,69792
443,6	4,97847E-4	0,06824	0,97280	10,94395
444,3	5,13180E-4	0,06935	0,98658	11,09904
445,0	5,24300E-4	0,07048	0,99186	11,15838
445,7	5,3154E-4	0,07161	0,98964	11,13345
446,4	5,33487E-4	0,07275	0,97769	10,99907
447,1	5,29127E-4	0,07390	0,95465	10,73976
447,8	5,20660E-4	0,07506	0,92492	10,40530
448,5	5,08453E-4	0,07622	0,88946	10,00642
449,2	4,91760E-4	0,07739	0,84726	9,53166
449,9	4,72187E-4	0,07857	0,80135	9,01521
450,6	4,48607E-4	0,07975	0,75003	8,43787
451,3	4,25447E-4	0,08094	0,70084	7,88450
452,0	4,01667E-4	0,08214	0,65202	7,33522
452,7	3,78493E-4	0,08334	0,60552	6,81207
453,4	3,56307E-4	0,08456	0,56185	6,32080
454,1	3,34300E-4	0,08578	0,51965	5,84609
454,8	3,14693E-4	0,08700	0,48228	5,42562
455,5	2,96420E-4	0,08824	0,44792	5,03912
456,2	2,79573E-4	0,08948	0,41661	4,68682
456,9	2,62887E-4	0,09072	0,38635	4,34647
457,6	2,48587E-4	0,09198	0,36035	4,05397
458,3	2,35047E-4	0,09324	0,33611	3,78129
459,0	2,22607E-4	0,09451	0,31405	3,53309
459,7	2,10733E-4	0,09578	0,29334	3,30011
460,4	1,98953E-4	0,09707	0,27329	3,07448
461,1	1,86580E-4	0,09836	0,25293	2,84549
461,8	1,76260E-4	0,09965	0,23584	2,65315

462,5	1,66067E-4	0,10095	0,21933	2,46747
463,2	1,56100E-4	0,10226	0,20353	2,28969
463,9	1,46367E-4	0,10358	0,18841	2,11966
464,6	1,37207E-4	0,10490	0,17440	1,96197
465,3	1,27527E-4	0,10623	0,16007	1,80075
466,0	1,18280E-4	0,10756	0,14662	1,64946
466,7	1,09720E-4	0,10890	0,13433	1,51124
467,4	1,01933E-4	0,11025	0,12327	1,38684
468,1	9,60000E-5	0,11160	0,11469	1,29028
468,8	8,80000E-5	0,11296	0,10387	1,16852
469,5	8,08267E-5	0,11433	0,09426	1,06046
470,2	7,71267E-5	0,11570	0,08888	0,99992
470,9	7,08067E-5	0,11708	0,08064	0,90719
471,6	6,61800E-5	0,11846	0,07449	0,83801
472,3	6,20533E-5	0,11985	0,06904	0,77666
473,0	5,79800E-5	0,12124	0,06376	0,71734
473,7	5,43467E-5	0,12264	0,05909	0,66471
474,4	5,09800E-5	0,12404	0,05480	0,61648
475,1	4,78333E-5	0,12545	0,05084	0,57193
475,8	4,50600E-5	0,12687	0,04736	0,53276
476,5	4,22467E-5	0,12829	0,04391	0,49397
477,2	3,92667E-5	0,12971	0,04036	0,45408
477,9	3,67333E-5	0,13114	0,03735	0,42016
478,6	3,43000E-5	0,13258	0,03450	0,38808
479,3	3,18467E-5	0,13401	0,03168	0,35645
480,0	2,99933E-5	0,13546	0,02952	0,33213

Tabela 15: Resposta Espectral do LEDB2.

λ (nm)	i (μ A)	S(mA/mW)	c (mW/nm)	I(mW/nm)
425	0,003668	0,04105	0,04338	0,73406
426	0,002224	0,04239	0,02547	0,43097
427	0,006360	0,04375	0,07057	1,19423
428	0,006996	0,04512	0,07527	1,27379
429	0,011320	0,04650	0,11817	1,99982
430	0,009916	0,04790	0,10050	1,70077
431	0,010370	0,04930	0,10210	1,72785
432	0,011556	0,05073	0,11059	1,87151
433	0,016422	0,05216	0,15283	2,58640
434	0,017426	0,05361	0,15779	2,67037
435	0,018420	0,05507	0,16237	2,74773
436	0,018290	0,05655	0,15701	2,65711
437	0,031826	0,05804	0,26619	4,50484
438	0,035374	0,05954	0,28839	4,88051
439	0,036614	0,06106	0,29108	4,92593
440	0,044664	0,06260	0,34638	5,86176
441	0,053984	0,06414	0,40855	6,91396
442	0,065438	0,06571	0,48346	8,18163
443	0,071888	0,06728	0,51866	8,77740
444	0,078860	0,06887	0,55582	9,40615
445	0,087110	0,07048	0,59997	10,15337
446	0,099554	0,07210	0,67026	11,34292
447	0,113328	0,07374	0,74607	12,62584
448	0,128804	0,07539	0,82939	14,03582
449	0,139168	0,07705	0,87676	14,83742
450	0,146638	0,07873	0,90410	15,30023
451	0,153902	0,08043	0,92890	15,71978
452	0,162776	0,08214	0,96201	16,28016
453	0,169566	0,08386	0,98154	16,61061
454	0,176296	0,08560	0,99977	16,91911
455	0,176000	0,08735	0,97806	16,55172
456	0,173400	0,08912	0,94232	15,94692
457	0,169226	0,09090	0,90369	15,29328
458	0,161996	0,09270	0,84832	14,35624
459	0,154468	0,09451	0,79341	13,42692
460	0,147038	0,09633	0,74094	12,53906

461	0,142622	0,09817	0,70524	11,93478
462	0,129826	0,10002	0,63008	10,66288
463	0,119474	0,10189	0,56922	9,63302
464	0,108492	0,10377	0,50754	8,58920
465	0,104428	0,10566	0,47979	8,11944
466	0,097362	0,10756	0,43940	7,43601
467	0,098666	0,10948	0,43749	7,40362
468	0,089804	0,11141	0,39129	6,62191
469	0,080624	0,11335	0,34528	5,84313
470	0,073046	0,11531	0,30752	5,20419
471	0,069394	0,11727	0,28725	4,86111
472	0,062500	0,11925	0,25442	4,30556
473	0,066942	0,12124	0,26803	4,53590
474	0,058190	0,12324	0,22921	3,87888
475	0,053000	0,12525	0,20541	3,47620
476	0,048000	0,12727	0,18308	3,09825
477	0,045000	0,12930	0,16894	2,85897
478	0,043000	0,13135	0,15892	2,68944
479	0,042500	0,13340	0,15466	2,61730
480	0,040216	0,13546	0,14412	2,43898
481	0,037590	0,13753	0,13268	2,24542
482	0,031378	0,13960	0,10911	1,84646
483	0,025570	0,14169	0,08760	1,48254
484	0,022970	0,14378	0,07755	1,31240
485	0,023334	0,14588	0,07765	1,31400
486	0,024258	0,14799	0,07957	1,34658
487	0,022876	0,15010	0,07398	1,25199
488	0,021308	0,15222	0,06795	1,14993
489	0,019178	0,15435	0,06032	1,02073
490	0,009540	0,15648	0,02960	0,50084

Tabela 16: Resposta Espectral do LEDB3.

λ (nm)	i (mA)	S (mA/mW)	i_c (mA)	I (mW/nm)
425,0	0,002	4,105	0,005	0,115
425,5	0,009	4,172	0,018	0,422
426,0	-0,008	4,239	-0,002	-0,040
426,5	0,007	4,307	0,001	0,316
427,0	0,004	4,375	0,007	0,165
427,5	0,006	4,443	0,001	0,274
428,0	0,010	4,512	0,020	0,443
428,5	0,011	4,581	0,023	0,501
429,0	0,008	4,650	0,016	0,340
429,5	0,013	4,720	0,026	0,556
430,0	0,023	4,790	0,047	0,989
430,5	0,021	4,860	0,043	0,893
431,0	0,024	4,930	0,050	1,006
431,5	0,027	5,001	0,056	1,116
432,0	0,029	5,073	0,060	1,184
432,5	0,028	5,144	0,058	1,129
433,0	0,035	5,216	0,073	1,400
433,5	0,037	5,288	0,076	1,444
434,0	0,039	5,361	0,081	1,507
434,5	0,044	5,434	0,091	1,683
435,0	0,054	5,507	0,111	2,011
435,5	0,054	5,581	0,111	1,990
436,0	0,061	5,655	0,126	2,235
436,5	0,067	5,729	0,138	2,401
437,0	0,069	5,804	0,143	2,462
437,5	0,069	5,879	0,142	2,410
438,0	0,093	5,954	0,192	3,222
438,5	0,091	6,030	0,189	3,135
439,0	0,093	6,106	0,192	3,146
439,5	0,113	6,183	0,233	3,764
440,0	0,115	6,260	0,238	3,806
440,5	0,127	6,337	0,262	4,140
441,0	0,135	6,414	0,278	4,340
441,5	0,155	6,492	0,320	4,935
442,0	0,163	6,571	0,336	5,113
442,5	0,173	6,649	0,358	5,384
443,0	0,183	6,728	0,377	5,607
443,5	0,200	6,808	0,414	6,077
444,0	0,208	6,887	0,431	6,253
444,5	0,229	6,968	0,474	6,802
445,0	0,241	7,048	0,498	7,060
445,5	0,262	7,129	0,542	7,597
446,0	0,288	7,210	0,595	8,256
446,5	0,304	7,292	0,627	8,604
447,0	0,324	7,374	0,669	9,079
447,5	0,345	7,456	0,713	9,569
448,0	0,369	7,539	0,763	10,117
448,5	0,390	7,622	0,806	10,571
449,0	0,414	7,705	0,855	11,093
449,5	0,439	7,789	0,907	11,643
450,0	0,464	7,873	0,960	12,193
450,5	0,478	7,958	0,989	12,425
451,0	0,504	8,043	1,041	12,945
451,5	0,534	8,128	1,104	13,579
452,0	0,564	8,214	1,165	14,183
452,5	0,595	8,300	1,231	14,828
453,0	0,626	8,386	1,293	15,423
453,5	0,656	8,473	1,357	16,011
454,0	0,665	8,560	1,375	16,058
454,5	0,692	8,648	1,431	16,546
455,0	0,720	8,735	1,488	17,039
455,5	0,736	8,824	1,522	17,251
456,0	0,756	8,912	1,563	17,536
456,5	0,774	9,001	1,599	17,768
457,0	0,801	9,090	1,657	18,224
457,5	0,805	9,180	1,665	18,132
458,0	0,817	9,270	1,688	18,206
458,5	0,813	9,360	1,680	17,950

459,0	0,831	9,451	1,717	18,164
459,5	0,822	9,542	1,698	17,799
460,0	0,826	9,633	1,707	17,716
460,5	0,818	9,725	1,690	17,377
461,0	0,800	9,817	1,653	16,843
461,5	0,795	9,910	1,643	16,582
462,0	0,788	10,002	1,629	16,290
462,5	0,777	10,095	1,606	15,905
463,0	0,769	10,189	1,590	15,609
463,5	0,755	10,283	1,560	15,167
464,0	0,729	10,377	1,507	14,521
464,5	0,716	10,471	1,480	14,133
465,0	0,699	10,566	1,446	13,682
465,5	0,684	10,661	1,414	13,265
466,0	0,661	10,756	1,366	12,696
466,5	0,645	10,852	1,334	12,290
467,0	0,620	10,948	1,282	11,707
467,5	0,600	11,044	1,241	11,234
468,0	0,593	11,141	1,225	10,997
468,5	0,566	11,238	1,170	10,408
469,0	0,549	11,335	1,134	10,006
469,5	0,531	11,433	1,097	9,595
470,0	0,520	11,531	1,075	9,320
470,5	0,500	11,629	1,034	8,895
471,0	0,480	11,727	0,992	8,460
471,5	0,464	11,826	0,959	8,109
472,0	0,446	11,925	0,921	7,727
472,5	0,433	12,024	0,895	7,442
473,0	0,422	12,124	0,873	7,201
473,5	0,412	12,224	0,852	6,973
474,0	0,397	12,324	0,820	6,652
474,5	0,385	12,424	0,795	6,403
475,0	0,373	12,525	0,770	6,148
475,5	0,354	12,626	0,732	5,797
476,0	0,343	12,727	0,708	5,565
476,5	0,335	12,829	0,692	5,397
477,0	0,318	12,930	0,657	5,082
477,5	0,306	13,032	0,632	4,848
478,0	0,291	13,135	0,601	4,572
478,5	0,265	13,237	0,548	4,139
479,0	0,260	13,340	0,537	4,028
479,5	0,258	13,443	0,534	3,971
480,0	0,254	13,546	0,524	3,869
480,5	0,236	13,649	0,487	3,567
481,0	0,236	13,753	0,487	3,543
481,5	0,225	13,856	0,465	3,354
482,0	0,213	13,960	0,441	3,159
482,5	0,206	14,065	0,425	3,023
483,0	0,194	14,169	0,402	2,836
483,5	0,180	14,274	0,373	2,613
484,0	0,177	14,378	0,365	2,538
484,5	0,170	14,483	0,350	2,420
485,0	0,165	14,588	0,341	2,341
485,5	0,149	14,694	0,307	2,091
486,0	0,155	14,799	0,319	2,159
486,5	0,140	14,905	0,290	1,947
487,0	0,142	15,010	0,294	1,958
487,5	0,125	15,116	0,259	1,714
488,0	0,126	15,222	0,260	1,708
488,5	0,119	15,329	0,246	1,605
489,0	0,111	15,435	0,229	1,486
489,5	0,104	15,541	0,214	1,377
490,0	0,098	15,648	0,202	1,293

10 LISTA DE TRABALHOS:

“Odontological light-emitting diode light-curing unit beam quality” Journal of biomedical optics. JCR 2752, Qualis A2. Publicação aceita.

“Avaliação de três técnicas de fotopolimerização de compósito resinoso dental através da dureza instrumentada”; Painel Científico no Congresso Internacional de Odontologia de São Paulo, 2012.

“Avaliação de duas técnicas de fotopolimerização de compósito resinoso dental frente a resistência à degradação” Painel Científico no Congresso Internacional de Odontologia de São Paulo, 2012.

“Avaliação de três técnicas de fotopolimerização de compósito resinoso dental frente a profundidade de polimerização e resistência a degradação” PAINEL PEMM, 2011,

“Análise da intensidade de luz na área da ponta ativa dos fotopolimerizadores de compósitos resinosos dentais “ PAINEL PEMM, 2012.

“Distribuição da intensidade de luz na área da ponta ativa de três fotopolimerizadores de compósitos resinosos dentais” PAINEL PEMM, 2013.