

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA
MATERIAIS DENTÁRIOS**

**Avaliação do Desempenho de LEDs
na Ativação de um Compósito
Odontológico através de Ensaio de
Sorção, Solubilidade, Nanodureza e
Módulo de Elasticidade**

Cristiane de Oliveira Juchem

Porto Alegre, novembro de 2005

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
MESTRADO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA
MATERIAIS DENTÁRIOS

Avaliação do Desempenho de LEDs na
Ativação de um Compósito Odontológico através de
Ensaio de Sorção, Solubilidade, Nanodureza e
Módulo de Elasticidade

Cristiane de Oliveira Juchem

Dissertação apresentada como parte dos requisitos obrigatórios para obtenção do título de **Mestre em Odontologia** na área de concentração de Clínica Odontológica – Materiais Dentários.

Profa. Dra. Susana Maria Werner Samuel
Orientadora

Porto Alegre, novembro de 2005

“Se as condições forem favoráveis, eu
vencerei; se as condições forem desfavoráveis,
eu vencerei; se as condições forem muito
desfavoráveis, eu ainda estarei no páreo.”

Ayrton Senna

Agradecimentos

Aos meus **pais**, pelo amor, orientação, exemplo de profissionais, incentivo e paciência;

Ao meu irmão **Sérgio**, pelo exemplo de pesquisador, e por estar sempre disponível quando o desespero batia;

Ao meu namorado **Marcelo**, pelo amor, carinho, compreensão e incentivo quando a paciência me faltava;

À Profª **Susana Werner Samuel**, por guiar sabiamente nossa trajetória;

À Profª **Carmen Borges Fortes**, pelo agradável convívio e por sempre dividir conosco seus aprendizados;

À colega de mestrado **Gisele Baggio Fracaro**, pela amizade e ajuda, sem a qual teria sido talvez impossível;

Aos colegas de mestrado, pelo excelente convívio e amizade, especial ao **Alberth Correa Medina, Cíntia Machado, Julio César Maciel e Ana Paula Pezzi**

À amiga **Fernanda Zanella Arruda**, pela amizade e incentivo na concretização desse mestrado;

À amiga **Daniela Trindade Sari**, pela amizade, companheirismo e troca de conhecimentos;

Ao amigo e colega **Carlos Loureiro Neto**, pela amizade e auxílio na busca dos aparelhos e artigos;

As minhas queridas amigas **CATS**, por entenderem a minha ausência e mau-humor;

À equipe da Clínica Faria Santos, especialmente **Dr. Carlos Fortuna**, pelo incentivo, apoio e compreensão;

Aos pacientes e alunos, pois a busca do conhecimento é sempre inspirada em vocês;

Aos professores e colegas **Dr. José Pedro Peixoto de Oliveira, Dr. Mauricio Schneider, Dra. Ida Mariza Henkin e Dr. Henrique Teitelbaun** por terem acreditado na minha capacidade;

À **Neneca**, pela atenciosa revisão do português;

A minha secretária **Sandra**, por ser a pessoa maravilhosa que é, e por segurar todas as pontas na minha ausência;

Ao **Fred**, por toda ajuda na doma da informática;

À Prof^a. Dr^a. **Marisa Maltz**, por ter disponibilizado os equipamentos do laboratório de Microbiologia;

À Prof^a. **Lina Hashizume**, pelo auxílio, prestatividade e agradável convívio nas pesagens;

À **Adriana Aguiar**, por ter estado sempre à disposição para resolver nossos problemas burocráticos;

Ao Prof. Dr. **Roberto Hubler**, por ter disponibilizado o uso dos equipamentos do laboratório da Física da PUCRS;

Ao amigo mestrando em Física, **Rodrigo Buchfink**, pelo companheirismo e ajuda incansável na realização dos ensaios de nanodureza;

Ao Doutorando em Engenharia de Materiais, **Antonio Takimi**, pela inesgotável paciência e auxílio no uso dos equipamentos;

À Empresa 3M do Brasil, nas pessoas de Gisele Bertagnolli e Glauce Pachane, pelo fornecimento do compósito e empréstimo do aparelho fotopolimerizador Elipar FreeLight 2, utilizados neste trabalho;

À Empresa Labordental, na pessoa de Regiane Pires, pelo empréstimo do aparelho fotopolimerizador L.E.Demetron I;

À Empresa SDI, na pessoa de Jackson Siedschlag, pelo empréstimo do aparelho fotopolimerizador Radian;

Ao programa de Pós-Graduação, na pessoa do coordenador, Manoel Sant'anna, por acreditar na formação docente da Odontologia;

À Universidade Federal do Rio Grande do Sul e à Faculdade de Odontologia, pelo ensino público gratuito e de qualidade.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o desempenho de quatro aparelhos fotopolimerizadores comerciais que utilizam LED como fonte de luz: Elipar Free Light 2 (E), Radium (R), L.E.Demetron I (D) e Single V (S) na polimerização do compósito Z250, na cor A3, por 20s, através dos ensaios de sorção, solubilidade, nanodureza e módulo de elasticidade. Um fotopolimerizador convencional de lâmpada halógena XL2500 (XL) foi utilizado como parâmetro de comparação. Para o ensaio de sorção e solubilidade foram confeccionados 5 corpos de prova com 15mm de diâmetro e 1mm de espessura para cada aparelho fotopolimerizador. Os ensaios foram realizados segundo a especificação da ISO 4049:2000 e os resultados mostraram que todos os grupos atenderam às exigências da norma que permite, no máximo, $40\mu\text{g}/\text{mm}^2$ de sorção e $7,5\mu\text{g}/\text{mm}^2$ de solubilidade. Para o ensaio de nanodureza e módulo de elasticidade foram confeccionados 5 corpos de prova cilíndricos com 6mm de diâmetro e 4mm de altura, para cada aparelho fotopolimerizador. A medição foi feita, em profundidade (1mm, 2mm e 3mm), no interior do corpo de prova, 24 h após a confecção dos mesmos. Os valores de nanodureza foram obtidos a partir da média de quatro endentações, realizadas em cada uma das três profundidades, de cada corpo de prova, com o equipamento Fischerscope HV, utilizando penetrador Berkovich com carga de 250mN. Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey para comparação entre os aparelhos, em cada profundidade ($\alpha=0,05$) e comparação individual de cada aparelho nas diferentes profundidades ($\alpha=0,05$). Na profundidade de 1mm todos os grupos apresentaram valores de nanodureza estatisticamente superiores à profundidade de 3mm. Para a profundidade de 1mm não houve diferença estatisticamente significativa entre os aparelhos. Para a profundidade de 2mm os aparelhos LED R, D e S foram

superiores ao XL, e E não apresentou diferença estatisticamente significativa de D, S e XL. Para a profundidade de 3mm, não foi observada diferença estatisticamente significativa entre os LEDs, sendo R estatisticamente superior ao XL. Os valores do módulo de elasticidade não mostraram diferença entre os grupos na profundidade de 1mm e para as profundidades de 2 e 3mm, o XL apresentou valor estatisticamente inferior aos LEDs que não mostraram diferença entre si. Os resultados permitiram concluir que todos os aparelhos LED analisados mostraram um desempenho no mínimo semelhante, senão melhor do que a lâmpada halógena, considerando as propriedades de sorção, solubilidade, nanodureza e módulo de elasticidade desenvolvidas por eles no compósito Z250.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the performance of four commercially available LED light curing units: Elipar Free Light 2 (E), Radii (R), L.E.Demetron I (D), and Single V (S) in a 20s polymerization process of Z250 composite, shade A3. Performance was evaluated by means of sorption, solubility, nanohardness, and elastic modulus. The conventional halogen curing unit XL 2500 (XL) was used as the standard. Five specimens, 15mm diameter and 1mm thickness, were utilized for each equipment unit in order to determine sorption and solubility. The assays were conducted according to the ISO 4049:2000 specifications and the results demonstrated that all equipment met the ISO requirements, in which sorption and solubility should not exceed $40\mu\text{g}/\text{mm}^2$ and $7,5\mu\text{g}/\text{mm}^2$, respectively. Five cylindrical specimens, 6mm diameter and 4mm height, were utilized to measure nanohardness and elastic modulus for each equipment tested. Measurements were performed at 1, 2 and 3mm deep into the specimen 24h after manufacturing. Nanohardness numbers were obtained from mean of four indentation, for each depth, of each specimens, and was evaluated with a Fisherscope HV equipped with a Berkovich penetrator at 250mN load. Data was analyzed by ANOVA and the Tukey test was used to make comparisons between the equipments in each depth and individual comparison in all depths. Nanohardness at 1mm depth was higher ($P<0,05$) than at 3mm for every equipment group, and measurements were similar among groups at 1mm. The equipments R, D and S showed higher nanohardness values than XL at 2mm depth, while equipment E were similar to D, S and XL. At 3mm depth the LED R showed higher nanohardness than XL, and no difference between LEDs. The elastic modulus numbers had no difference between groups at 1mm depth, however, at 2 and 3mm, XL had statistical lower measurements than LED equipments, and no difference

between LEDs. These results suggest that all LED equipments tested showed at least similar or even better performance than the conventional halogen bulb, regarding sorption, solubility, nanohardness and elastic modulus when the Z250 composite was utilized.

SUMÁRIO

1 ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVAS	11
2 PROPOSIÇÃO	26
3 MATERIAIS E MÉTODO	27
3.1 MATERIAIS	27
3.2 MÉTODO	29
3.2.1 Sorção e Solubilidade	29
3.2.2 Nanodureza e Módulo de Elasticidade	33
3.3 ANÁLISE DOS DADOS	38
4 RESULTADOS	39
4.1 SORÇÃO E SOLUBILIDADE	39
4.2 NANODUREZA	40
4.3 MÓDULO DE ELASTICIDADE	43
5 DISCUSSÃO	46
5.1 SORÇÃO E SOLUBILIDADE	48
5.2 NANODUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE	50
6 CONCLUSÃO	56
REFERÊNCIAS	57
ANEXO 1 Valores de m_1 , m_2 , m_3 , raio, espessura e volume para o cálculo de Sorção e Solubilidade	63
ANEXO 2 Valores médios de nanodureza de cada corpo de prova, nas profundidades de 1mm, 2mm e 3mm, de cada aparelho, para cálculo da média e desvio padrão em cada profundidade	65
ANEXO 3 Valores médios do módulo de elasticidade de cada corpo de prova, nas profundidades de 1mm, 2mm e 3mm, de cada aparelho, para cálculo da média e desvio padrão em cada profundidade	67

1 ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVAS

A história da Odontologia Restauradora mostra que as resinas acrílicas autopolimerizáveis foram introduzidas no mercado, como material restaurador estético substituto do cimento de silicato. Inicialmente, mostraram-se superiores quanto à resistência e solubilidade, no entanto, com os desafios enfrentados no meio bucal, ocorreram infiltrações marginais e cáries recorrentes devido à contração de polimerização e alto coeficiente de expansão térmica (BUSATO; GONZÁLEZ-HERNÁNDEZ; MACEDO, 2002).

Diversas modificações sem sucesso haviam sido feitas na composição das resinas, até que, Raphael L. Bowen apresentou um novo material que combinava as vantagens das resinas epóxicas e dos acrilatos. Ele acrescentou ao metil metacrilato de glicidila um bisfenol, formando a matriz orgânica bisfenol A + GMA, chamada de Bis-GMA (bisfenol glicidil metacrilato), que satisfaz as funções de matriz resinosa para um compósito. Esta matriz propiciava uma menor contração de polimerização, menor contração térmica e menor quantidade de bolhas superficiais em relação às resinas acrílicas. Bowen também acrescentou partículas inorgânicas de quartzo, à matriz orgânica, para conferir maior resistência e diminuir a contração de polimerização, acreditando que ocorreria uma união química entre as partículas e a matriz, o que de fato não ocorreu, pois as partículas se desprendiam da massa, prejudicando o desempenho do material. Como solução, Bowen (1963), tratou as partículas com vinil silano, resolvendo em parte o problema da interface das matrizes, iniciando-se assim, a era dos compósitos odontológicos (CHAIN; BARATIERI, 1998; BUSATO; GONZÁLEZ-HERNÁNDEZ; MACEDO, 2002).

Genericamente, compósitos são materiais sólidos feitos de dois ou mais componentes diferentes, combinando as propriedades de cada um para criar um

novo material com propriedades superiores para uma aplicação específica (NOORT, 2002).

O primeiro compósito odontológico disponível comercialmente foi introduzido em 1964, ainda no formato pó/líquido. Em 1969, surgiu o primeiro sistema pasta/pasta (CHAIN; BARATIERI, 1998).

O processo pelo qual a massa de um compósito odontológico se transforma em um material endurecido é a polimerização da matriz resinosa. Nos materiais precursores, este processo resultava da mistura das duas pastas. Uma continha um ativador, como uma amina terciária, e a outra, um iniciador, usualmente o peróxido de benzoíla (NOORT, 2002). Contudo, esses compósitos deixavam muito a desejar em relação às propriedades mecânicas e à estabilidade de cor. Além disso, o método de polimerização tinha a desvantagem de levar um tempo considerável para a presa do material. Normalmente, a massa preparada tinha que ser mantida sob pressão para garantir adaptação à superfície do dente durante a polimerização, que durava em torno de 8 minutos (McCABE¹ apud RUEGGBERG; CAUGHMAN; CURTIS Jr, 1994).

Mais tarde surgiram os compósitos ativados por luz ultravioleta, disponíveis em pasta única. Estes, por sua vez, abriram as portas para o desenvolvimento dos compósitos ativados por luz visível logo que se soube das desvantagens do uso da luz ultravioleta. Mesmo a luz visível, menos danosa que a ultravioleta, requer certos cuidados quando do seu uso, como a proteção com óculos apropriados, pois essa luz pode causar danos à retina e, um longo período de exposição a essas fontes, pode prejudicar a percepção de cor de um indivíduo (NOORT, 2002).

¹ McCabe, J.F. Developments in Composite Resins. **Br Dent J**, v. 157, n. 12, p. 440-444, Dec. 1984. apud RUEGGBERG; CAUGHMAN; CURTIS Jr, 1994.

A luz é uma irradiação eletromagnética que pode ser detectada pelo olho humano. Newton, em 1666, foi capaz de reproduzir um espectro de luz colorida através da iluminação de um prisma de vidro que dividia a luz em uma faixa multicolorida. Essa faixa de luz era idêntica às cores do arco-íris. Ele demonstrou que a luz branca é, na realidade, o resultado da combinação de um amplo espectro de radiação colorida. A radiação eletromagnética visível ocupa somente uma pequena parte do espectro total e varia de 380 a 780 nm. O espectro da luz visível vai de violeta (380-450nm), passando pelo azul (450-490nm), verde (490-560nm), amarelo (560-590nm), laranja (590-630nm) e, por fim, o vermelho (630-780nm) (NOORT, 2004).

Atualmente no mercado odontológico existem disponíveis diversos tipos de resinas compostas fotopolimerizáveis como as híbridas, microhíbridas, micropartículas e mais recentemente, as nanoparticuladas. Esses materiais são compostos basicamente de uma matriz orgânica (Bis-GMA e UDMA), partículas de carga silanizadas, inibidores e iniciadores. É na matriz orgânica que ocorre o processo de polimerização do material, que nada mais é do que a transformação de monômeros em polímeros. O iniciador geralmente encontrado nas resinas compostas ativadas por luz visível é uma diquetona, e em específico, a canforoquinona. Esta molécula tem a capacidade de absorver energia entre 450 e 500 nm, com pico máximo de absorção de 468nm. Sendo importante ressaltar que toda energia que esteja fora desta faixa do espectro eletromagnético é desnecessária para fotoativação de materiais resinosos que contenham canforoquinona (FRANCO; LOPES, 2003).

A cura dos compósitos com aparelhos fotopolimerizadores com luz gerada por lâmpada halógena tem sido a técnica mais comumente empregada desde os anos

80. As lâmpadas halógenas emitem luz que abrangem grande parte do espectro da luz visível, contudo porções desnecessárias deste espectro devem ser filtradas para se obter somente aquela desejada. Os aparelhos fotopolimerizadores com lâmpada halógena precisam de filtros para limitar o comprimento de onda entre 370-550nm para corresponder ao espectro de absorção da canforoquinona, o fotoiniciador mais utilizado nos compósitos odontológicos (COOK; STANDISH, 1983).

A luz da lâmpada halógena é produzida por incandescência, quando uma corrente elétrica passa através de um filamento extremamente fino de tungstênio que funciona como um resistor. O calor produzido por esta incandescência traz várias desvantagens, como a necessidade de um sistema de refrigeração, a troca dos bulbos ou filtros do aparelho e ainda, os potenciais danos pulpares (PIRES, 1993; MARTIN, 1998). A menor irradiação produzida por uma unidade com bulbos ou filtros danificados pelo calor gera um polímero com pobres propriedades físicas que pode acarretar numa falha precoce da restauração (FUJIBAYASHI; ISHIMARU; KOHNO, 1996).

Uma adequada polimerização é um fator essencial para um bom desempenho clínico do material (CHUNG, 1990).

Para os compósitos fotoativáveis, o início da polimerização está relacionado especificamente à aplicação do raio de luz no material; cerca de 75% da polimerização ocorre durante os primeiros 10 minutos. A reação de polimerização continua por mais 24 horas. Nem todas as ligações duplas insaturadas de carbono reagem; estudos registram que aproximadamente 25% permanecem não-reagidos no interior da restauração. Caso a superfície da restauração não seja protegida do ar, a polimerização será inibida. O número de ligações duplas de carbono não-reagido pode ser tão alto quanto 75% na camada superficial pegajosa. Embora as

restaurações possam receber acabamento com abrasivos e sejam funcionais após 10 minutos, as propriedades físicas ideais não são alcançadas até cerca de 24 horas após a reação ter iniciado (CRAIG; POWERS, 2004).

Nos últimos tempos surgiram no mercado odontológico algumas alternativas para as lâmpadas halógenas, e dentre elas, o LED azul (Light Emitting Diode ou Diodo Emissor de Luz), que foi introduzido na Odontologia por Mills, em 1995 (MILLS; JANDT; ASHWORTH, 1999).

Segundo Harris, em 2003, os LEDs são os heróis no mundo da eletrônica. Entre outras coisas, eles formam os números em relógios digitais, transmitem informações de controles remotos e indicam quando os eletrodomésticos estão ligados. Diferente dos bulbos incandescentes das lâmpadas convencionais, eles não têm um filamento que queimará, e eles não produzem calor. Eles são iluminados somente pelo movimento de elétrons em um material semicondutor. Quando a corrente passa por este semicondutor há emissão de fótons como subproduto. Lâmpadas incandescentes normais produzem luz pelo aquecimento de um filamento de metal. Por produzirem fótons diretamente e não por calor, os LEDs são mais eficientes que os filamentos incandescentes e têm sua vida útil estimada em milhares de horas, enquanto as lâmpadas halógenas possuem limitado tempo de vida útil, não mais do que 100 horas (MILLS; JANDT; ASHWORTH, 1999; STAHL et al., 2000).

Um diodo é o tipo mais simples de semicondutor. Um semicondutor é um material com capacidade de conduzir a corrente elétrica. A maioria destes semicondutores são feitos de um material pouco condutor que foi acrescido de impurezas (átomos de outro material). Esse processo de acréscimo de impurezas é chamado dopagem. No caso dos LEDs azuis, o material tipicamente usado é o

alumínio-gálio-arsênio (AlGaAs), que quando puros, permitem que os átomos se liguem perfeitamente, não sobrando elétrons livres para conduzir a corrente elétrica. No material dopado, átomos adicionais alteram esta estabilidade, seja acrescentando elétrons livres ou criando espaços onde os elétrons possam se ligar, ambos tornando o material mais condutor. Um semiconductor com elétrons extras é chamado de tipo-N, uma vez que ele possui carga negativa extra. No material tipo-N, os elétrons livres se movem da área negativa para a área positiva. Um semiconductor com espaços extras é chamado de tipo-P, uma vez que ele possui carga positiva extra. Os elétrons podem saltar de um espaço ao outro, indo da área negativa para a positiva. Um diodo compreende um material tipo-N ligado a um tipo-P com eletrodos em cada extremidade. Esse arranjo conduz a corrente elétrica em apenas um sentido (HARRIS, 2003).

A produção espectral da luz produzida pelo LED ajusta-se perfeitamente ao espectro de absorção da canforoquinona, que tem seu pico de ativação em torno de 470nm (COOK; STANDISH, 1983; BURTSCHER; RHEINBERGER, 2002), fazendo com que seja a única fonte polimerizadora que não requer o uso de filtros (CAUGHMAN; RUEGGERBERG, 2002).

Os LEDs emitem luz em uma pequena faixa do espectro eletromagnético (460-500nm) que coincide com o pico máximo de absorção da canforoquinona (468nm), que é o fotoiniciador mais encontrado nas resinas compostas. Outros fotoiniciadores como o PPD (phenyl propanodiose) ou BAPO (bis-acryl-phosphinoxide) absorvem energia fora do espectro de 450-500nm, sendo incompatíveis com o LED. Porém, estes fotoiniciadores constituem minoria na gama de resinas compostas disponíveis no mercado, e mesmo os fabricantes de tais

resinas já estão se adequando à nova tecnologia (CLINICAL RESEARCH ASSOCIATES, 2004).

Teshima e colaboradores, em 2003, compararam a eficiência energética do LED e de unidades halógenas quantificando a produção de radicais livres. Os autores também observaram que o pico máximo de absorção da canforoquinona (467 nm) é perfeitamente compatível com o LED testado, que produziu um espectro de 430-525 nm.

Da mesma forma, Leonard e Swift Jr., em 2002, em um estudo para caracterizar o espectro de emissão e intensidade do LED, observaram que o tamanho do seu espectro é bem menor do que dos aparelhos de lâmpada halógena, apresentando um pico em 460 nm. No mesmo estudo constataram que a profundidade de polimerização, foi maior com LED, contudo a intensidade de luz do aparelho de lâmpada halógena usado havia sido previamente reduzida a 300 mW/cm².

Um aprimoramento na tecnologia de fotopolimerização vem sendo desenvolvido através do LED, propiciando uma maior facilidade no manuseio devido à leveza dos aparelhos. Por não consumirem tanta energia, torna-se possível que os aparelhos sejam alimentados por baterias recarregáveis, sem fio de alimentação, ou seja, portáteis. E ainda, por não produzirem calor, não precisam de refrigeração, sendo assim, livres de ruídos (STAHL et al., 2000; BURGESS; PORCHE 2002; DI LORENZO et al., 2002; CAUGHMAN; RUEGGEBERG, 2002).

Nomura e colaboradores, em 2002, mostraram, através de análise térmica, que os compósitos polimerizados por LEDs apresentam uma estrutura interna mais estável.

Campregher, em 2003, obteve valores semelhantes ou superiores, nos ensaios de resistência flexural, dureza superficial e profundidade de polimerização dos compósitos polimerizados com LED quando comparados aos obtidos com a lâmpada halógena.

Nomoto, McCabe e Hirano, em 2004, num estudo comparando diferentes fontes polimerizadoras (Halógena, LED e Arco de Plasma), utilizando o ensaio de profundidade de polimerização com os compósitos Z100, Z250 e Clearfil, nos tempos de 20, 40 e 60s para o LED, 3, 6 e 9s para o Arco de Plasma e 20s para halógena, encontraram que a profundidade obtida com 20s de halógena atendeu às especificações da ISO 4049 para todos os corpos. Já a profundidade obtida com as unidades de Arco de Plasma num tempo de 3s, como recomendado pelos fabricantes dos aparelhos, foi inferior à lâmpada halógena. Os tempos de 6 e 9s para Arco de plasma e 40 e 60s para o LED originaram profundidades de polimerização similares à lâmpada halógena.

Correa-Medina, em 2005, analisando o desempenho de aparelhos LEDs comparados com lâmpada halógena, através da análise de microdureza de fundo de corpos de prova de 2mm do compósito Z250, submetidos à polimerização em diferentes distâncias (2mm, 4mm, 6mm e 8mm), obteve valores de microdureza superiores para os LEDs.

Apesar de todas as vantagens inerentes ao LED, seu uso ainda não parece estar consagrado. Alguns autores já demonstraram as possibilidades do uso do LED como alternativa às lâmpadas halógenas convencionais através de estudos que avaliaram profundidade de polimerização (LEONARD et al., 2002; TONIOLI et al., 2002), flexibilidade (STAHL et al., 2000), dureza Knoop e Vickers (PORCHE; BURGUES; LI, 2002; UHL; MILLS; JANDT, 2003) e microinfiltração de compósitos

(HARADA; CAPUTO; MITO, 2002). Vale destacar que os estudos iniciais foram realizados com protótipos de LEDs e não com aparelhos comerciais, sendo que em vários estudos, reduziram a “potência ou irradiação” do aparelho de lâmpada halógena para a mesma do LED.

Recentemente surgiram os chamados LEDs de Segunda Geração (DENTAL EQUIPMENT AND MATERIALS, 2004), que apresentam como característica principal um diodo único diferentemente dos primeiros LEDs, os quais possuíam um sistema de múltiplos diodos, como Elipar Freelight (3M/ESPE), com 19 LEDs e o e-Light (GC Corporation) com 64 LEDs (SOH; YAP; SIOW, 2003; TSAI; MEYERS; WALSH, 2004). A patente para produção desses diodos de segunda geração pertence à empresa Lumileds Lighting Corp., que é a única a fabricar esse tipo de LED, lançando-o no mercado com o nome de “Royal Blue Luxeon V Dental Light” (LUMILED, 2004). Esses LEDs também possuem maior intensidade de luz, atingindo até 1200 mW/cm² (3M ESPE, 2004; CLINICAL RESEARCH ASSOCIATES, 2004; SOUTHERN DENTAL INDUSTRIES, 2004).

O grau de conversão de um monômero em polímero, mais conhecido como grau de polimerização de um compósito, tem um papel muito importante no desempenho clínico da restauração, já que com um maior grau de conversão as propriedades físicas e mecânicas, como sorção e solubilidade, biocompatibilidade, estabilidade dimensional e resistência ao desgaste, são consideravelmente melhoradas (TARLE et al. 2002; YOON et al., 2002).

Segundo Thylman e Peyton, em 1946, a propriedade de sorção de água representa a captação de água para o interior do material, assim como aquela retida na superfície, após a amostra ter sido seca. Adsorção é um termo restrito a uma ação na superfície, como a ação da água sobre uma superfície de vidro, enquanto

que absorção inclui não somente a ação na superfície, mas também o processo de embebição, como a ação de uma esponja. Os dois fenômenos estão freqüentemente relacionados, e o termo sorção é proposto para incluir cada tipo ou ambos os tipos de ação.

Os materiais dentários podem se dissolver na água que está presente na saliva ou liberar componentes solúveis, eles podem ainda sofrer corrosão devido à presença de ácidos; podem descolorir ou degradar devido à absorção de substâncias da saliva ou eles podem ficar manchados. Todas essas possibilidades podem afetar adversamente a estabilidade química dos materiais e limitar sua durabilidade. Os produtos liberados podem ter um efeito adverso no meio biológico, tanto localizada quanto sistemicamente. Muitos polímeros usados na odontologia, tais como aqueles usados nas resinas compostas, dentaduras e placas articulares, são suscetíveis à absorção de solventes, particularmente água, e à perda de componentes solúveis. A molécula solvente força as cadeias poliméricas a se partirem, causando a expansão. Como a força de adesão diminui, o polímero se torna menos rígido, a temperatura de transição vítrea é reduzida, e a resistência pode ser diminuída. No caso das resinas compostas, acredita-se que a sorção de água é um fator contribuidor para uma eventual descoloração das restaurações e degradação eletrolítica da interface carga/resina. O método mais simples de avaliar a sorção de água de um polímero é monitorar a mudança de peso de uma amostra quando imersa em água, como nos trabalhos realizados por Fan et al. (1985), Ortegren et al. (2001), Sideriouv, Tserki e Papanastasiou (2003) e Fracaro (2005). A análise detalhada da quantidade de sorção de água, pelos materiais poliméricos, é complicada pela perda corrente de componentes solúveis em água, tais como

monômeros residuais ou plastificantes, uma vez que esses dois processos acontecem simultaneamente, embora em diferentes intensidades (NOORT, 2004).

Quando as resinas são imersas em água, alguns dos componentes, como os monômeros não polimerizados ou a carga, dissolvem e são liberados para o meio. Isto resulta em perda de massa e pode ser medido como solubilidade. A liberação destes componentes pode ser responsável pela alteração dimensional inicial dos compósitos, comprometendo o desempenho clínico, os aspectos estéticos da restauração e a biocompatibilidade do material (FAN et. al., 1985; YAP, 2000).

Basicamente, ocorrem dois mecanismos diferentes quando o compósito é imerso em meio líquido. O primeiro é a sorção de água produzindo um aumento no peso e, o segundo, é a solubilização de materiais (monômeros ou carga) na água, levando à redução do peso final das amostras condicionadas (TOLEDANO et al., 2003).

Outra propriedade que permite ao pesquisador inferir sobre a qualidade da polimerização de um material é a dureza. Os testes de microdureza superficial constituem métodos indiretos para determinar o grau de conversão dos compósitos (RUEGGERBERG; CRAIG, 1988; KANCA, 1989; CALDAS et al., 2003; AROSSI, 2004).

O ensaio de dureza envolve o uso de um endentador, que pode ser na forma de uma bola (Brinell), uma pirâmide (Vickers ou Knoop) ou um cone (Rockwell), que obviamente deve ser mais duro do que o material a ser testado. O endentador é forçado sobre a superfície do material por certo período de tempo, deixando uma marca da sua impressão. O tamanho dessa impressão dependerá sobretudo da dureza do material. Os tamanhos podem ser medidos, e um número empírico de

dureza, calculado. A escolha da máquina de dureza depende, de certa forma, da natureza do material que está sendo avaliado (NOORT, 2004).

Os testes tradicionais de endentação utilizam cargas tão altas como vários quilogramas e resultam em endentações tão grandes quanto 100 μm . Embora valiosos para mapear materiais e determinar os valores relativos entre diferentes materiais, estes testes são sujeitos a limitações. A penetração, por ser mais ampla, pode englobar uma imperfeição superficial como, por exemplo, uma bolha. Por isso, é necessário criar endentações numa escala de tamanho menor e com a possibilidade de controlar o local da endentação, neste sentido surgiu o ensaio de microdureza e, mais recentemente, o de nanodureza, capaz de produzir endentações de escala micrométrica (CRAIG; POWERS, 2004).

Os testes de nanodureza utilizam o penetrador Berkovich, que é uma pequena ponta de diamante com geometria piramidal, semelhante ao penetrador Vickers, mas com base triangular, devido a facilidade de produção industrial (SHACKELFORD, 1996; CALLISTER, 1997). Ensaio de nanodureza na área odontológica utilizando o penetrador Berkovich foram relatados por Willems et al., em 1993; Urabe et al., em 2000; Akimoto et al., em 2001; e Hosoya e Marshall, em 2004.

Nos ensaios de nanodureza, a forma de aplicação da carga é controlada, e tanto o valor de carga quanto a profundidade de penetração atingida durante a execução do teste podem ser medidas continuamente, permitindo realizar a avaliação de outras propriedades mecânicas do material testado. Estes testes são denominados testes dinâmicos de endentação. A medida de dureza ocorre mediante um ciclo de aplicação de carga que se divide em carga e descarga (carregamento e descarregamento). O uso de controle computadorizado associado a sensores de

deslocamento torna o teste dinâmico capaz de obter resultados instantâneos da dureza do material. A diferença entre estes testes e os testes convencionais de endentação está essencialmente relacionada à capacidade de medida da profundidade da penetração simultaneamente à aplicação de uma carga controlada. Inicialmente o endentador entra em contato com a amostra com um valor de carga mínimo. Logo após o contato, a carga vai sofrendo incrementos que comumente variam de acordo com o número de passos e/ou com o tempo. O ciclo de carregamento é finalizado ao alcançar o valor de carga fixado, dando início ao ciclo de descarregamento. O teste dinâmico permite avaliar outras propriedades mecânicas do material submetido a uma endentação através da declividade do ciclo de descarregamento, como o seu módulo de elasticidade, por exemplo (BLANDO, 2001). Esta técnica elimina a necessidade da visualização da endentação, justamente pela contínua monitorização. Os valores de nanodureza e módulo de elasticidade são calculados por *software* próprio, baseados na curva produzida pela carga e descarga, levando em consideração a geometria do endentador (WILLEMS et al., 1993).

Tradicionalmente o módulo de elasticidade é medido através de testes de compressão e de tração, sendo representado por unidades de força divididas por área, tipicamente, giganewtons por metro quadrado (GN/m^2) ou gigapascals (GPa). O módulo de elasticidade descreve a relativa rigidez de um material, que é medida pela curva da porção elástica de um diagrama tensão/deformação, em que tensão é a força pela unidade de área, atuando em milhões de átomos ou moléculas em um dado plano de um material. Sempre que uma tensão estiver presente, uma deformação será induzida. A deformação pode ser tanto elástica quanto plástica, ou uma combinação de ambas. Uma deformação elástica é reversível, desaparecendo

quando a força é removida. Uma deformação plástica representa uma deformação permanente do material que nunca se recupera quando a força é removida. O módulo de elasticidade de um material é uma constante e não é afetado pela quantidade de tensão plástica ou elástica que possa ser induzida, podendo portanto, servir para caracterizar determinado material (ANUSAVICE, 1998).

As qualidades elásticas de um material representam uma propriedade fundamental do material. As forças interatômicas ou intermoleculares de um material são responsáveis pela propriedade de elasticidade. Quanto maiores as forças de atração básica, maiores os valores do módulo de elasticidade e a rigidez do material. Pelo fato de esta propriedade estar relacionada às forças de atração na intimidade de um material, geralmente ela é a mesma quando um material está sujeito à tração ou compressão, que são tensões constantemente induzidas nas restaurações funcionais (CRAIG; POWERS, 2004).

Conhecer o módulo de elasticidade de um compósito é determinante para avaliar a tensão da interface de união dente/restauração que, segundo Kemp-Scholt e Davidson (1988), é o resultado do produto entre o valor da contração de polimerização e o valor do módulo de elasticidade do material.

Um alto módulo de elasticidade limita o poder de escoamento de uma resina durante a sua polimerização, gerando tensões na interface adesiva pela reduzida capacidade de alívio ou escoamento das mesmas (SUH, 1999). Sendo assim, parece evidente que é desejável que o material restaurador tenha um baixo módulo de elasticidade, porém esta propriedade mostra-se muitas vezes, inversamente proporcional à contração de polimerização que, por sua vez, depende da fração de matriz orgânica que, em maior quantidade, traz prejuízo às propriedades mecânicas do material (CHRISTENSEN, 1999).

Segundo Fujibayashi, Ishimaru e Kohno, em 1996, um polímero com pobres propriedades físicas pode ser a causa da falha precoce de uma restauração e, para complementar, Chung, em 1990, afirma que o bom desempenho clínico de um compósito odontológico depende de uma adequada polimerização, evidenciando a dependência que existe entre o desempenho clínico e as propriedades dos materiais, e estas, por sua vez, no caso dos compósitos, da sua adequada polimerização.

Sendo assim, considerando as vantagens do LED, resta saber se as propriedades dos compósitos por ele polimerizados, serão adequadas, usando como parâmetro os valores de sorção, solubilidade, nanodureza e módulo de elasticidade, que, segundo a literatura, são propriedades relevantes para caracterização dos materiais e permitem inferir sobre o seu provável desempenho clínico, que é um dos objetivos principais dos estudos na área de Materiais Dentários.

2 PROPOSIÇÃO

A proposta deste trabalho foi avaliar o desempenho de fotopolimerizadores comerciais, que utilizam o LED, na polimerização de um compósito (Z250 - 3M-ESPE), através de ensaios de:

- Sorção;
- Solubilidade;
- Nanodureza;
- Módulo de Elasticidade.

3 MATERIAIS E MÉTODO

Trata-se de um estudo experimental “in vitro” realizado no laboratório de Materiais Dentários da UFRGS e no laboratório de Física da PUCRS.

3.1 MATERIAIS

Foram utilizados dois tipos de aparelhos fotopolimerizadores. Um tipo que utiliza o LED (Light Emitting Diode) como fonte de luz, sendo três aparelhos importados: EliparTMFree Light 2¹, Radium², L.E. Demetron I³ e um nacional: Single V⁴ e o que utiliza lâmpada halógena XL 2500⁵ (Quadro 1).

O quadro 1 apresenta as características apresentadas pelos fabricantes dos aparelhos

Quadro 1: Características dos aparelhos fotopolimerizadores apresentadas pelos fabricantes				
Característica Aparelho	Fonte de luz	Faixa de comprimento de onda (nm)	Intensidade de Luz (mW/cm²)	Alimentação
Elipar FreeLight 2	LED	440 – 490	920	Bateria recarregável
Radium	LED	440 – 480	1400	Bateria recarregável
L.E.Demetron I	LED	430 – 480	950	Bateria recarregável
Single V	LED	430 – 490	600	Com fio
XL2500	Lâmpada Halógena	420 – 500	600	Com fio

¹ EliparTM Free Light 2 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)

² Radium (SDI, Bayswater, Victoria, Aus)

³ L.E. Demetron I (Demetron Research, Danbury, CT, USA)

⁴ Single V (BioArt, São Carlos, SP, Brasil)

⁵ XL 2500 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)

O aparelho Single V (fig.1) apresenta ponteira turbo com 8mm de diâmetro na saída da luz e 13mm na extremidade da fonte. Os aparelhos XL2500 (fig.2), Elipar™ Free Light 2 (fig.3) e L.E.Demetron I (fig.4) possuem ponteira convencional, com 8mm de diâmetro. O aparelho Ralii (fig.5) não possui ponteira, uma vez que o LED fica na extremidade de saída da luz .



Figura 1. Fotopolimerizador Single V (BioArt).



Figura 2. Fotopolimerizador XL 2500 (3M-ESPE).



Figura 3. Fotopolimerizador Elipar Free Light 2 (3M-ESPE).



Figura 4. Fotopolimerizador L.E.Demetron I (Demetron).



Figura 5. Fotopolimerizador Ralii (SDI).

O compósito utilizado para avaliar a eficácia dos fotopolimerizadores, foi a resina Z250⁶ na cor A3. O quadro 2 apresenta as características do compósito, divulgadas pelo fabricante.

⁶ Z250 – 3M ESPE (St. Paul, MN, USA)

Quadro 2: Características do compósito Z250 de acordo com o fabricante						
Compósito	Classificação	Carga Inorgânica	% de carga por vol.	Matriz	Fotoiniciador	Tamanho médio da carga
Filtek Z250	Híbrido	Zircônia Sílica	60	BIS-GMA UDMA BIS-EMA	Canforoquinona	0,6 (µm)

3.2 MÉTODO

Os ensaios de sorção e solubilidade, assim como seus respectivos corpos de prova, foram realizados de acordo com a especificação 4049:2000 *Dentistry – Polymer-based filling, restorative and luting materials*, da *International Organization for Standardization* (ISO). A avaliação de nanodureza e módulo de elasticidade foi realizada de acordo com parâmetros descritos na literatura.

3.2.1 Sorção e Solubilidade

Os corpos de prova (c.p.) em forma de disco, com $15,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro e com espessura de $1,0 \pm 0,1$ mm, foram confeccionados a partir de uma matriz de aço em forma de anel (Fig.6). A matriz foi colocada diretamente sobre uma lâmina de vidro. A seguir, a matriz foi preenchida com o compósito. A inserção do material foi feita, em incremento único, cuidadosamente com uma espátula para resina⁷ nº 6, e então coberta com uma tira de poliéster e lâmina de vidro para que o excesso de material escoasse. A lâmina de vidro foi removida e a superfície do corpo de prova foi polimerizada, em nove diferentes pontos, sendo um no centro e oito, ao redor (Fig.7), por 20s cada, a fim de cobrir toda a área da superfície do corpo de prova e depois, repetiu-se o procedimento para polimerizar a porção do fundo do corpo de prova. Imediatamente após a polimerização, os corpos de prova foram transferidos

⁷ Espátula Thompson (CO, USA)

para uma estufa a $37,0 \pm 1,0^\circ\text{C}$. Após 15 minutos do início da polimerização, os corpos de prova foram removidos da matriz com auxílio de um dispositivo tipo êmbolo, rosqueado a um suporte onde era encaixada a matriz para se fazer pressão em toda a base do corpo de prova, permitindo sua remoção com menor risco de fratura (Fig.8). A seguir, os corpos de prova foram submetidos ao acabamento e polimento com lixa d'água⁸ nº 320. Foram confeccionados cinco corpos para cada um dos cinco grupos, totalizando 25 corpos de prova.



Fig 6. Matriz metálica para confecção dos c.p. de sorção e solubilidade

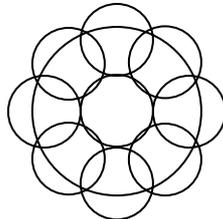


Fig. 7 Diagrama esquemático da sobreposição das zonas irradiadas



Fig 8. Dispositivo tipo êmbolo para remover os corpos de prova da matriz sem fraturar

⁸ Lixa d'água Norton (Guarulhos, São Paulo/SP)

Após o polimento, os corpos de prova foram mantidos a $37,0 \pm 1,0^{\circ}\text{C}$, em um dessecador contendo sílica gel, seca por 5 horas, a 130°C , a qual foi substituída após cada seqüência de pesagem. Após 22 horas, os corpos foram transferidos para um segundo dessecador, a $(23 \pm 1)^{\circ}\text{C}$, por mais 2 horas, e, posteriormente, foi realizada a primeira pesagem na balança analítica Sartorius⁹, com resolução de 0,00001g. O ciclo foi repetido até a obtenção de uma massa constante (m_1), isto é, até que a perda de massa de cada amostra não fosse maior que 0,1mg, num período de 24horas.

Aproximadamente, de duas a três semanas foram necessárias para a obtenção da massa constante. Após, foram feitas duas medidas do diâmetro do corpo de prova, em ângulo reto uma da outra, e então, calculado o diâmetro médio de cada unidade.

A medida da espessura foi feita no centro da amostra e em quatro pontos eqüidistantes da circunferência. Para aferição destas dimensões utilizou-se um paquímetro digital¹⁰. O volume (V) em mm^3 , foi calculado multiplicando-se a área da circunferência do corpo de prova por sua espessura.

Obtidos os valores de m_1 e o volume de cada corpo de prova, os mesmos foram armazenados em água destilada a $37,0 \pm 1,0^{\circ}\text{C}$, por 7 dias, posicionados numa armação de plástico, de maneira que ficassem na posição vertical e pelo menos 3mm distantes uns dos outros. O volume de água usado foi de pelo menos 10ml por amostra. Após os 7 dias, os corpos de prova foram removidos do banho e lavados com água, secos levemente, agitados no ar por 15s e submetidos a uma nova pesagem. Esta pesagem foi feita 1 minuto após a retirada do banho. A massa obtida

⁹ Balança Sartorius BP2100 (Goettingen, Alemanha)

¹⁰ Paquímetro digital Voken (Curitiba, Brasil)

foi denominada m_2 , ou seja, a massa do corpo de prova hidratado.

A seguir, as amostras foram recondicionadas, repetindo o processo executado para a obtenção de m_1 , para então obter uma terceira medida de massa, denominada m_3 .

➤ Tratamento dos Resultados de Sorção:

Os valores para sorção de água (W_{sp}) foram calculados em microgramas por milímetro cúbico ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) para cada amostra, usando a equação (1):

$$W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V} \quad (1)$$

Onde:

m_2 : é a massa do corpo de prova após sua imersão durante 7 dias em água (μg);

m_3 : é a massa recondicionada do corpo de prova (μg);

V : é o volume do corpo de prova (mm^3).

De acordo com a ISO 4049:2000, se 4 ou 5 dos valores obtidos forem menores ou iguais a $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, o material estará dentro da especificação. Se 2 ou menos dos valores forem menores ou iguais a $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, o material será considerado falho. Se 3 dos valores forem menores ou iguais a $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ todo teste deverá ser repetido. E, se todos os valores forem menores ou iguais a $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ no segundo teste, o material está aprovado.

➤ Tratamento dos Resultados de Solubilidade:

Os valores para solubilidade (W_{sb}) foram calculados em microgramas por milímetro cúbico ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) para cada uma das cinco amostras usando a equação 2:

$$W_{sb} = \frac{m_1 - m_3}{V} \quad (2)$$

Onde:

m_1 : é a massa do corpo de prova condicionado antes da sua imersão em água (μg);

m_3 : é a massa recondicionada do corpo de prova (μg);

V : é o volume do corpo de prova (mm^3).

De acordo com a norma, se 4 ou 5 dos valores obtidos forem menores ou iguais a $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, o material estará dentro da especificação. Se 2 ou menos dos valores obtidos forem menores ou iguais a $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, o material será considerado falho. Se 3 dos valores forem menores ou iguais a $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, os testes deverão ser repetidos. E, se, pelo menos 4 dos valores forem menores ou iguais a $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$, no segundo teste, o material é considerado aprovado segundo os critérios da ISO 4049:2000.

3.2.2 Nanodureza e Módulo de Elasticidade

Com a utilização de uma matriz metálica bipartida (Fig 9), foram confeccionados cinco corpos de prova cilíndricos de 6mm de diâmetro e 4mm de espessura para cada um dos cinco grupos, totalizando 25 corpos de prova.

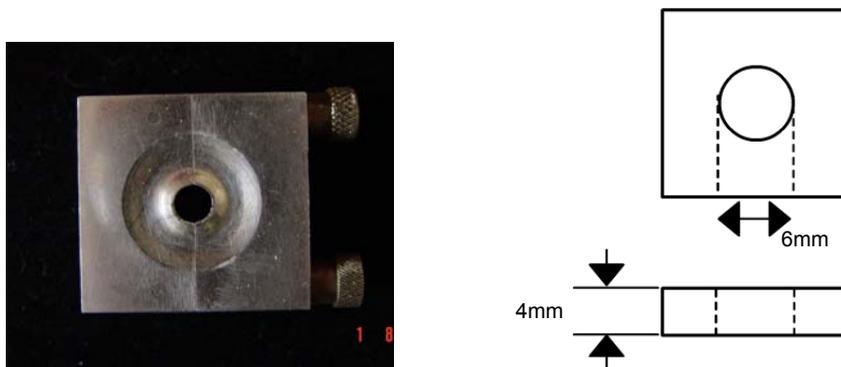


Fig. 9 – Matriz metálica bipartida para confecção do c.p. de nanodureza e módulo de elasticidade e desenho esquemático da matriz apresentando as dimensões do corpo de prova

A matriz metálica foi colocada sobre uma lâmina de vidro. O preenchimento da matriz foi efetuado com a espátula Thompson nº 6, em incremento único. Após o preenchimento completo da matriz, com excesso de material, a superfície de topo foi coberta com uma tira de poliéster e uma lâmina de vidro para que o material escoasse. A seguir, a lâmina de vidro foi retirada e a polimerização foi realizada somente na superfície de topo da matriz, pelo tempo de 20s, conforme determinado pelo fabricante. Foi utilizada a técnica de polimerização de incremento único, para garantir a padronização da polimerização e a possibilidade de inferir sobre o desempenho dos fotopolimerizadores, a partir da avaliação da nanodureza e módulo de elasticidade em profundidade. Logo após a polimerização, os corpos de prova foram removidos da matriz, as superfícies de topo identificadas com marcador permanente¹¹ com a letra T (Fig. 10A), e armazenados ao abrigo da luz por 20 horas.

Passado este período, todos os corpos de prova de um mesmo grupo foram encaixados e fixados, com cola¹², sobre uma base de resina acrílica previamente preparada para recebê-los (Fig.10B).

**A****B**

Fig 10 – Corpos de prova e corpos de prova fixados a resina acrílica previamente ao desgaste e polimento.

¹¹ Marcador Permanente ponta fina PILOT

¹² Super bonder gel (Loctite/Henkel, Itapevi/SP)

A seguir foram desgastados no sentido de gerar um hemi-cilindro de forma a permitir a mensuração da nanodureza e do módulo de elasticidade, em profundidade, no interior do corpo de prova conforme a figura 11.

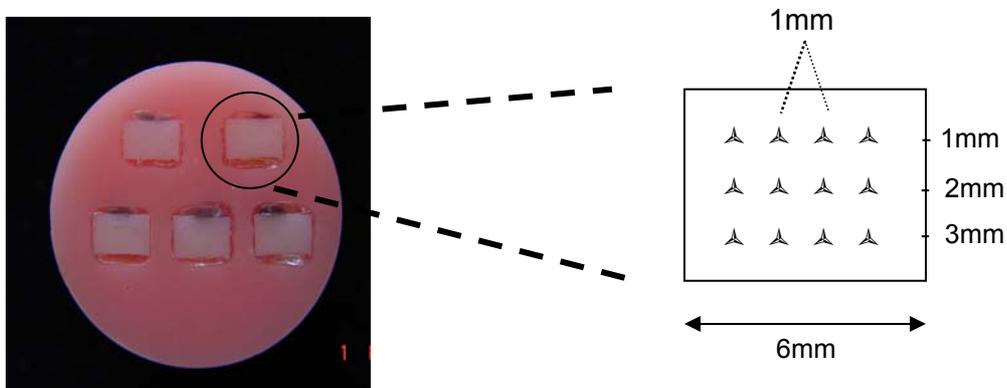


Fig 11 – Corpos de prova fixos à resina acrílica, já desgastados e polidos, e esquema da localização das endentações para mensuração da nanodureza e módulo de elasticidades em profundidade

Primeiramente o desgaste foi realizado em uma politriz automática¹³, com lixa d'água¹⁴ n°180, até que os corpos ficassem nivelados à base de resina acrílica. Em seguida foi efetuada a seqüência de polimento dos corpos de prova, na mesma politriz automática, com lixas d'água¹⁴ n° 400, 600, 800 e 1200, por 2 minutos cada, a uma velocidade de 115rpm, sempre sob refrigeração com água. Finalmente, foi usada uma roda de feltro com suspensão de alumina¹⁵ para o polimento final.

Passadas 24 horas da polimerização, o ensaio de nanodureza e módulo de elasticidade foi realizado com o Sistema Fischerscope HV100¹⁶. Este teste de nanodureza utiliza o penetrador Berkovich, que consiste de uma pequena ponta de diamante com geometria piramidal, com base triangular.

¹³ Politriz Automática Struers Abramin (Ballerup/Dinamarca)

¹⁴ Lixas d'água Norton (São Paulo/SP)

¹⁵ Alumina (Metalprisma, São Paulo/SP)

¹⁶ Sistema Fischerscope HV 100 (Alemanha)

O sistema consiste basicamente de três unidades distintas: a de controle e avaliação, a de posicionamento e a unidade de processamento (Fig.12).

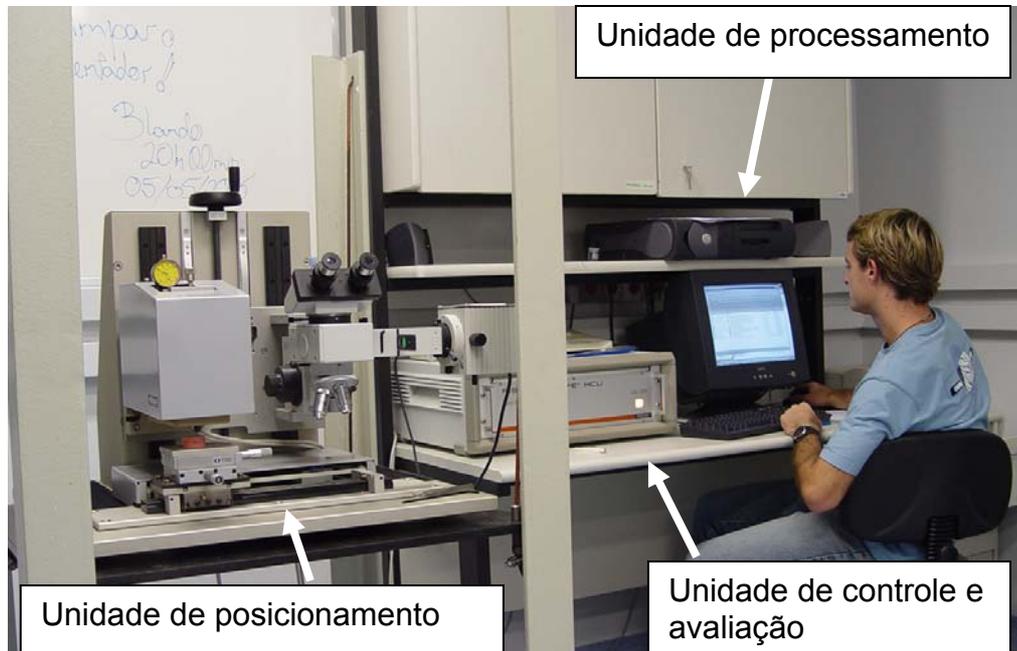


Fig. 12 Equipamento Fischerscope de medida de nanodureza e módulo de elasticidade

A unidade de processamento consiste de um computador que executa o programa gerenciador de dados para o aparato de medida de nanodureza. Através do programa, é possível atribuir carga e/ou profundidade específica que se queira atingir em cada teste. O programa permite visualizar os dados tanto na forma gráfica quanto numérica, permitindo a importação dos dados em forma de arquivo texto, gerenciando também, a entrada de dados para que se inicie o teste, sendo a interface entre a unidade de controle e o operador.

A unidade de posicionamento pode ser dividida em cabeçote de medida e aparato mecânico. Este, permite posicionar, aproximar e visualizar a amostra e a região de teste, manualmente. Ele consiste de um suporte para amostra, um microscópio de alta resolução e uma alavanca de ajuste manual do cabeçote de medida. A região visualizada com o auxílio do microscópio indica a região de

endentação. O cabeçote de medida abriga o sistema automático de aproximação do penetrador, bem como o próprio penetrador, permitindo o intercambiamento de penetradores. É no cabeçote que também se encontram os sensores de profundidade e de geração da tensão. Esta unidade também é responsável pela determinação do contato inicial entre penetrador e amostra, sendo registrada pela unidade de controle. Este contato é determinado de acordo com a resistência oferecida no valor de carga mínimo de 0,4mN, registrada através de capacitores.

A unidade de controle tem como finalidade realizar o gerenciamento e automação do processo de medida. Esta unidade transmite e recebe informações do cabeçote de medida que se encontra na unidade de posicionamento, para o computador PC, o que permite visualizar os resultados de cada teste.

O sistema de medida Fischerscope permite a realização de testes dinâmicos de endentação, além de testes com aplicação direta da carga desejada. Os testes dinâmicos podem ser realizados em uma escala de carga de 0,4mN até 1000mN. O equipamento possibilita também controlar o período de aplicação de cada passo da carga e alterar a velocidade do teste de carga. No presente trabalho foi usada uma carga de 250mN, num tempo de 20s de carregamento e, 20s de descarregamento.

Os valores de nanodureza e módulo de elasticidade foram medidos em intervalos de profundidade de 1mm, partindo da superfície de topo em direção ao fundo. A cada 1mm, em profundidade, foram feitas quatro endentações, numa linha imaginária, no sentido transversal (da esquerda para direita), distantes 1mm uma da outra, conforme esquema da Fig. 11. O valor da nanodureza e do módulo, para cada profundidade, foi dado pela média aritmética das quatro medidas obtidas em cada linha representativa das profundidades de 1mm, 2mm e 3mm.

Os valores do módulo de elasticidade do material são calculados automaticamente pelo *software* da unidade de processamento, em cada ponto de avaliação da nanodureza, apresentando um valor correspondente de módulo de elasticidade para cada valor de nanodureza, conforme descrito anteriormente.

3.3 ANÁLISE DOS DADOS

Os resultados de sorção e solubilidade foram comparados com os requisitos da ISO 4049:2000, na qual os corpos de prova são considerados individualmente, e os resultados apontam para aprovação ou não, dispensando a análise estatística.

Os valores de nanodureza e módulo de elasticidade foram submetidos à análise de variância ANOVA e teste de Tukey, com nível de significância de 5%.

4 RESULTADOS

4.1 SORÇÃO E SOLUBILIDADE

Os valores de sorção de todos os corpos de prova confeccionados com os cinco fotopolimerizadores estão listados na tabela 1.

Tabela 1. Valores de sorção em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ após polimerização do compósito Z250

Corpo de prova (CP)	Sorção*				
	XL2500	Elipar Freelight 2	Radii	L.E.Demetron I	Single V
CP1	19,7	19,3	16,0	22,2	16,6
CP2	20,9	18,9	17,4	17,7	16,4
CP3	20,2	19,1	17,2	20,3	17,8
CP4	18,6	19,5	18,2	19,5	18,9
CP5	19,1	20,4	19,7	19,3	16,9

*Máximo $40\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ISO 4049:2000

De acordo com as exigências da ISO 4049:2000, 100% dos corpos de prova foram aprovados, uma vez que todos apresentaram valores de sorção inferiores ao máximo permitido pela especificação que é de $40\mu\text{g}/\text{mm}^3$, conforme pode ser observado na tabela 1.

A tabela 2 mostra os valores de solubilidade de todos os corpos de prova confeccionados com os cinco fotopolimerizadores.

Tabela 2. Valores de solubilidade em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ após polimerização do compósito Z250

Corpo de prova (CP)	Solubilidade*				
	XL2500	Elipar Freelight 2	Radii	L.E.Demetron I	Single V
CP1	0,88	1,01	0,89	0,97	0,66
CP2	1,06	1,35	1,00	1,15	0,78
CP3	1,32	1,18	1,29	0,90	1,27
CP4	0,61	0,98	1,42	1,25	1,15
CP5	0,42	1,26	0,85	1,58	1,07

*Máximo $7,5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ISO 4049:2000

De acordo com as exigências da especificação, 100% dos corpos de prova foram aprovados, uma vez que todos mostraram solubilidade inferior ao máximo permitido pela ISO nº 4049 que é de $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$.

4.2 NANODUREZA

A Tabela 3 mostra os valores médios e desvios padrão da nanodureza do compósito Z250, obtidos com os cinco aparelhos fotopolimerizadores, comparando as profundidades de cada aparelho individualmente.

Tabela 3. Nanodureza em MPa (média e desvio padrão) do compósito Z250 após polimerização, com os diferentes fotopolimerizadores em diferentes profundidades.

Grupo	Profundidade					
	1mm		2mm		3mm	
	Média	Desvio-padrão	Média	Desvio-padrão	Média	Desvio-padrão
XL 2500	700,16 ^b	43,24	623,12 ^a	30,53	568,02 ^a	45,36
Elipar Free Light 2	704,32 ^b	19,35	656,74 ^{ab}	34,25	626,40 ^a	33,34
Radii	747,20 ^b	21,39	721,46 ^{ab}	35,65	665,26 ^a	55,77
L.E.Demetron I	735,48 ^b	40,49	676,70 ^a	15,45	631,12 ^a	30,93
Single V	718,52 ^b	23,23	685,72 ^b	6,36	640,20 ^a	26,29

Avaliação de cada aparelho (na horizontal) entre as três profundidades. Letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%

Através da Análise de Variância Múltipla, complementada pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, ao nível de significância de 5%, considerando a comparação entre a profundidade de 1mm, com a de 2mm, e com a de 3mm, de cada aparelho, individualmente, verifica-se, no que se refere à nanodureza, que:

- o grupo XL 2500 apresentou valores de nanodureza superiores para a profundidade de 1mm do que de 2mm e 3mm, sendo que as últimas não apresentam diferença estatisticamente significativa entre si;

- o grupo Elipar Free Light 2 não apresentou diferença estatisticamente significativa entre as profundidades de 1mm e 2mm, e, entre 2mm e 3mm, porém, o

valor de nanodureza da profundidade 1mm foi estatisticamente superior à nanodureza na profundidade 3mm;

- o grupo Raddi não apresentou diferença estatisticamente significativa entre as profundidades de 1mm e 2mm, e entre 2mm e 3mm, porém o valor da nanodureza da profundidade de 1mm foi estatisticamente superior ao da profundidade de 3mm;

- o grupo L.E.Demetron I apresentou valores de nanodureza estatisticamente superiores para a profundidade de 1mm em relação às profundidades de 2mm e 3mm, sendo que as últimas não apresentam diferença estatisticamente significativa entre si;

- o grupo Single V não apresentou diferença estatisticamente significativa na nanodureza entre as profundidades de 1mm e 2mm, sendo ambas superiores à profundidade de 3mm.

Agrupando os aparelhos quanto ao seu comportamento em relação à capacidade de polimerização em profundidade, pode-se verificar que:

- os grupos XL2500 e L.E.Demetron I mostraram comportamento semelhante, apresentando valores de nanodureza para a profundidade de 1mm superiores aos das profundidades de 2mm e 3mm, sendo que as últimas não apresentam diferença estatisticamente significativa entre si;

- os grupos Elipar Free Light 2 e Raddi também mostraram comportamento semelhante por não apresentarem diferença estatisticamente significativa entre as profundidades de 1mm e 2mm, e entre 2mm e 3mm, porém o valor de nanodureza nas profundidades de 1mm são estatisticamente superiores aos das profundidades de 3mm.

Todos os grupos apresentaram valores de nanodureza na profundidade de 1mm estatisticamente superiores aos da profundidade de 3mm.

A Tabela 4 mostra os valores médios e desvios padrão da nanodureza do compósito Z250, obtidos com os cinco aparelhos fotopolimerizadores, comparando as profundidades de polimerização entre aparelhos.

Tabela 4. Nanodureza em MPa (média e desvio padrão) do compósito Z250 após polimerização, com os diferentes fotopolimerizadores em diferentes profundidades.

Grupo	Profundidade					
	1mm		2mm		3mm	
	Média	Desvio-padrão	Média	Desvio-padrão	Média	Desvio-padrão
XL2500	700,16 ^a	43,24	623,12 ^a	30,53	568,02 ^a	45,36
Elipar Free Light 2	704,32 ^a	19,35	656,74 ^{ab}	34,25	626,40 ^{ab}	33,34
Radii	747,20 ^a	21,39	721,46 ^c	35,65	665,26 ^b	55,77
L.E.Demetron I	735,48 ^a	40,49	676,70 ^{bc}	15,45	631,12 ^{ab}	30,93
Single V	718,52 ^a	23,23	685,72 ^{bc}	6,36	640,20 ^{ab}	26,29

Comparação entre aparelhos na coluna (vertical). Médias seguidas de letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%

Através da Análise de Variância Múltipla, complementada pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, ao nível de significância de 5%, considerando a comparação entre as profundidades de 1mm, de 2mm e de 3mm de todos os aparelhos, verifica-se que:

- para 1mm não houve diferença estatisticamente significativa entre os aparelhos;
- para profundidade 2mm, os aparelhos Radii, L.E.Demetron I e Single V apresentaram valores de nanodureza estatisticamente superiores aos do XL2500. O Elipar Free Light 2 não apresentou diferença estatisticamente significativa do L.E.Demetron I e Single V, e também não apresentou diferença estatisticamente significativa do XL2500;

- para profundidade de 3mm, não foi observada diferença estatisticamente significativa entre os LEDs, sendo que o Radian promoveu nanodureza estatisticamente superior quando comparado com a halógena.

4.3 MÓDULO DE ELASTICIDADE

A Tabela 5 mostra os valores médios e desvios-padrão do módulo de elasticidade do compósito Z250, obtidos com os cinco aparelhos fotopolimerizadores, comparando as profundidades de cada aparelho individualmente.

Tabela 5. Módulo de Elasticidade em GPa (média e desvio padrão) do compósito Z250 após polimerização, com os diferentes fotopolimerizadores em diferentes profundidades.

Grupo	Profundidade					
	1mm		2mm		3mm	
	Média	Desvio-padrão	Média	Desvio-padrão	Média	Desvio-padrão
XL2500	19,78 ^c	0,63	17,94 ^b	0,73	16,18 ^a	0,66
Elipar Free Light 2	20,68 ^c	0,85	19,32 ^b	0,47	18,10 ^a	0,73
Radian	20,66 ^b	0,78	19,88 ^b	0,40	18,52 ^a	1,08
L.E.Demetron I	20,08 ^c	0,50	19,20 ^b	0,35	18,20 ^a	0,49
Single V	20,16 ^b	0,43	19,72 ^{ab}	0,82	18,88 ^a	0,66

Avaliação de cada aparelho (na horizontal) entre as três profundidades. Letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%

Através da Análise de Variância Múltipla, complementada pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, ao nível de significância de 5%, considerando a comparação entre a profundidade de 1mm, com a de 2mm, e com a de 3mm, de cada aparelho, individualmente, verifica-se, no que se refere ao módulo de elasticidade, que:

- os grupos XL2500, Elipar Free Light 2 e L.E.Demetron I produziram valores de módulo de elasticidade estatisticamente superiores para a profundidade de 1mm em relação a de 2mm e estes por sua vez, superiores a de 3mm.

- o Rádii produziu valores de módulo de elasticidade que não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre as profundidades de 1mm e 2mm, porém superiores à profundidade de 3mm.

- o Single V produziu valores de módulo de elasticidade que não mostraram diferença estatisticamente significativas entre as profundidades de 1mm e 2mm e, entre 2mm e 3mm.

A Tabela 6 mostra os valores médios e desvios-padrão do módulo de elasticidade do compósito Z250, obtidos com os cinco aparelhos fotopolimerizadores, comparando as profundidades de polimerização entre aparelhos.

Tabela 6. Módulo de Elasticidade em GPa (média e desvio padrão) do compósito Z250 após polimerização, com os diferentes fotopolimerizadores em diferentes profundidades.

Grupo	Profundidade					
	1mm		2mm		3mm	
	Média	Desvio-padrão	Média	Desvio-padrão	Média	Desvio-padrão
XL2500	19,78 ^a	0,63	17,94 ^a	0,73	16,18 ^a	0,66
Elipar Free Light 2	20,68 ^a	0,85	19,32 ^b	0,47	18,10 ^b	0,73
Rádii	20,66 ^a	0,78	19,88 ^b	0,40	18,52 ^b	1,08
L.E.Demetron I	20,08 ^a	0,50	19,20 ^b	0,35	18,20 ^b	0,49
Single V	20,16 ^a	0,43	19,72 ^b	0,82	18,88 ^b	0,66

Comparação entre aparelhos na coluna (vertical). Médias seguidas de letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5%

Através da Análise de Variância Múltipla, complementada pelo teste de comparações múltiplas de Tukey, ao nível de significância de 5%, considerando a comparação entre as profundidades de 1mm, de 2mm e de 3mm de todos os aparelhos, com relação ao módulo de elasticidade obtido no compósito, verifica-se que:

- para a profundidade de 1mm não houve diferença estatisticamente significativa entre os aparelhos;

- para as profundidades de 2mm e 3mm, o aparelho XL 2500 apresentou valor estatisticamente menor que os demais aparelhos, os quais não demonstraram diferença estatisticamente significativa entre si.

A tabela 7 mostra a correlação entre os valores de nanodureza e módulo de elasticidade do compósito Z250, obtidos com os cinco aparelhos fotopolimerizadores.

Tabela 7. Coeficiente de Correlação de Pearson de Nanodureza e módulo de elasticidade (combinação grupo e profundidade)

Grupo	Linha		
	I	II	III
XL2500	0,807*	0,932*	0,900*
Elipar Free Light 2	0,872*	0,824*	0,949*
Radii	0,832*	0,859*	0,909*
L.E.Demetron I	0,884*	0,807*	0,854*
Single V	0,930*	0,746*	0,903*

* Correlação significativa ao nível de 1%

Através do Coeficiente de Correlação de Pearson, ao nível de significância de 1%, verifica-se que para todas as combinações de grupo e profundidade a correlação entre nanodureza e módulo de elasticidade foi direta e forte, com exceção do Single V na profundidade 2mm, cuja correlação foi moderada.

5 DISCUSSÃO

A literatura tem sido prodigiosa em mostrar que uma adequada polimerização é fator crucial para a boa performance clínica das restaurações com compósitos fotoativados (RUEGGERBERG; CRAIG, 1988; CHUNG, 1990; CHRISTENSE, 1999; DI LORENZO et al., 2002; YOON, 2002; FRANCO; LOPES, 2003; CRAIG; POWERS, 2003). Sabe-se que diversos fatores estão ligados à correta polimerização dos compósitos, dentre eles, a composição do material, o tipo e concentração do fotoiniciador, o comprimento de onda da luz ativadora, a intensidade e o tempo de irradiação. Em se tratando de fotoativação, observa-se que o protocolo de polimerização do passado não é mais válido para os dias atuais, quando os clínicos têm que escolher entre vários sistemas restauradores e diversos tipos de fontes ativadoras que não estavam disponíveis anteriormente. Dentre essas inovações, aparece o LED como um fotoativador que vem se mostrando uma interessante alternativa para as lâmpadas halógenas, por apresentar vantagens como: possuir longa vida, não precisar de filtros, não produzir calor nem ruído e poder ser portátil, entre outras (STAHL et al., 2000; BURGESS; PORCHE 2002; DI LORENZO et al., 2002; CAUGHMAN; RUEGGERBERG, 2002).

Apesar das propaladas vantagens do LED quando comparado à lâmpada halógena, parece haver uma certa relutância no seu uso, especialmente, devido às deficiências apresentadas por esses aparelhos na sua primeira geração, especialmente no que se refere à baixa intensidade de luz, o que parece não mais acontecer com os aparelhos modernos, segundo seus fabricantes. A vontade de contribuir com a classe odontológica, buscando evidências científicas que possam dar subsídios para avaliar o desempenho de alguns aparelhos LED, é que deu origem a este trabalho.

Como instrumento de avaliação indireta da eficácia dessa nova tecnologia de fotoativação, foi escolhido o compósito Filtek Z250 pelas suas conhecidas propriedades, por atender plenamente aos requisitos da ISO 4049:2000 e por ser vastamente empregado nos trabalhos encontrados na literatura para fins semelhantes (TARLE et al., 2002; YOON et al., 2002; CALDAS et al., 2003; CAMPREGHER, 2003; NOMOTO; McCABE; HIRANO, 2004; TSAI; MEYERS; WALSH, 2004). Neste trabalho, tanto o fator cor, quanto o tipo de compósito, foram únicos para evitar vieses. Da mesma forma que Arossi, em 2004; Nomoto; McCabe; Hirano, em 2004; e Correa-Medina, em 2005, foi utilizada neste trabalho a técnica do incremento único para padronizar a confecção dos corpos de prova e permitir avaliar a capacidade de polimerização em profundidade.

É importante ressaltar que o objetivo deste trabalho não foi avaliar o material restaurador, cujo desempenho é amplamente reconhecido, mas sim, avaliar de maneira indireta, a eficácia dos aparelhos fotopolimerizadores com LED, através da análise das propriedades desenvolvidas pelos mesmos, no material restaurador.

Devido à falta de dados para comparação foi utilizado, neste trabalho, como referência, um grupo cuja polimerização foi realizada com aparelho fotopolimerizador convencional de lâmpada halógena. Esta escolha deveu-se ao seu amplo uso clínico, farta literatura e credibilidade dos resultados.

Os ensaios foram escolhidos baseados na sua relevância científica, considerando a capacidade de reprodutibilidade, no que diz respeito ao ensaio de sorção e solubilidade, e, quanto aos ensaios de nanodureza e módulo de elasticidade, foram consideradas as novas tendências científicas que possibilitam o aprimoramento e precisão dos resultados através da nanotecnologia. Além disso, acredita-se que o resultado da avaliação das propriedades escolhidas, realmente

ofereça subsídios para inferir sobre o desempenho clínico do compósito que, por sua vez, depende grandemente do grau de conversão promovido pelos fotopolimerizadores, permitindo assim, avaliar o seu desempenho.

5.1. SORÇÃO E SOLUBILIDADE

Através dos ensaios de sorção e solubilidade de um compósito pode-se avaliar a qualidade da polimerização produzida pela fonte fotopolimerizadora, porque tanto um maior valor de sorção quanto de solubilidade, podem estar associadas à subpolimerização das resinas compostas. Além de reduzir as propriedades físicas, uma maior solubilidade, torna o material um potencial tóxico para os tecidos vivos (YAP,2000). A solubilização de componentes da resina influenciam sua estabilidade estrutural e biocompatibilidade. Os componentes são dissolvidos na saliva e levados em contato com a mucosa oral, ou ainda podem permear através da dentina e chegar até o tecido pulpar. Sabe-se também que restaurações subpolimerizadas resultam em compósitos com alta capacidade reativa, pois há dentro da massa uma quantidade muito grande de radicais monoméricos com capacidade de se combinar com outras substâncias. A reação se autolimita com o tempo, não ocorrendo mais interação entre os monômeros e polímeros permitindo que substâncias solventes reajam com a resina. A molécula solvente força as cadeias poliméricas a se partirem, causando uma expansão que diminui a força de adesão, tornando o polímero menos rígido. Isso provoca descoloração, desintegração química, levando a um processo precoce de envelhecimento da resina (FAN et. al., 1985; YAP,2000; TOLEDANO et al.,2003).

A qualidade da polimerização de uma resina também pode ser avaliada pelo seu valor de sorção por tratar-se de um processo de difusão que ocorre basicamente

na matriz resinosa, e, em maior intensidade, quando esta está subpolimerizada. A água absorvida pela matriz polimérica pode causar desprendimento entre as partículas inorgânicas e a matriz, e ainda degradação hidrolítica das partículas, acarretando uma diminuição nas propriedades mecânicas desses materiais. Quando esses materiais são imersos em água, alguns dos componentes, como os monômeros não convertidos ou a carga, dissolvem-se e são desprendidos do material. Este fator resulta em perda de massa e degradação do material, permitindo inferir sobre a longevidade da restauração que é dependente do grau de conversão da matriz resinosa, justificando a escolha destes ensaios para avaliar o desempenho dos fotoativadores em tela.

Com relação à análise dos resultados de sorção e solubilidade, apesar de haver um considerável número de trabalhos publicados sobre essas propriedades de compósitos polimerizados com diversas fontes polimerizadoras, não foi encontrado nenhum trabalho utilizando aparelhos LED. Além disso, há dificuldade para comparar os resultados, pois os trabalhos encontrados (ORTEGREN et al., 2001; TOLEDANO et al., 2003; SIDERIOUV; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2003) não são padronizados apresentando diferentes períodos de imersão, pesagem e tamanho dos corpos de prova, com exceção de Fracaro (2005), que usou a ISO 4049:2000 porém para uma resina indireta encontrando valores médios de $11\mu\text{g}/\text{mm}^2$ e $0,2\mu\text{g}/\text{mm}^2$, para sorção e solubilidade, ambos aprovados pela norma, porém, como era de se esperar, com valores inferiores aos encontrados neste trabalho, em função do tipo de resina e método de polimerização.

A normalização dos ensaios de acordo com o preconizado pela ISO 4049:2000, descarta justamente este conflito de resultados, fazendo com que os trabalhos sejam totalmente passíveis de reprodução e comparação.

A despeito de não terem sido encontrados na literatura consultada, trabalhos que avaliassem as propriedades de sorção e solubilidade de compósitos polimerizados por LED, para que pudessem ser comparados com os achados deste trabalho, os valores encontrados foram todos aprovados, segundo as especificações da ISO 4049:2000, mostrando que, todos os corpos de prova do compósito, tenham sido eles polimerizados por LED ou por lâmpada halógena, atenderam plenamente aos requisitos da norma, de forma que se pode afirmar que ambos os tipos de aparelhos foram eficazes no que se refere às inferências que os valores de sorção e solubilidade permitem fazer quanto à qualidade de polimerização do material restaurador.

5.2 NANODUREZA E MÓDULO DE ELASTICIDADE

A literatura é rica em trabalhos que utilizam a avaliação da microdureza para prever o desempenho clínico dos compósitos, por ser um método simples de inferir sobre o grau de conversão desses materiais, justificando a escolha do referido ensaio para avaliar o desempenho dos fotopolimerizadores (KANCA, 1989; PORCHE; BURGESS; LI, 2002; CALDAS et al., 2003; BURGESS; PORCHE, 2003; HOSOYA; MARSHALL, 2004; TSAI; MEYERS; WALSH, 2004). A maior dificuldade apresentada pelos testes de microdureza reside na interpretação de seus resultados. A medida óptica da endentação pode atuar como um fator de imprecisão, já que depende da capacidade e experiência do operador. Ainda assim, por consumir certa quantidade de tempo, a medida da endentação acaba tornando-se tediosa, podendo induzir ao erro o mais experimentado operador.

Cumprir lembrar que, a distinção existente entre os diversos testes de endentação (macro dureza, micro dureza ou nano dureza) está relacionada

principalmente com a diferença de magnitude das cargas aplicadas, o modo de aplicação da carga e o penetrador usado. Este fato torna as medidas de dureza relativas, pois as diferenças de carga, seu modo de aplicação e tipos de penetrador inviabilizam a comparação entre os valores de dureza encontrados quando são utilizados testes de endentação diferentes. Dessa forma, qualquer medida de dureza de um determinado material deve ser comparada com padrões próprios relacionados com cada técnica (BLANDO, 2001).

O teste de nanodureza, por sua vez, é especialmente útil no estudo de pequenas regiões, permitindo a localização precisa da endentação, como por exemplo, na matriz orgânica ou inorgânica de um compósito. Nestes testes, o valor de dureza pode ser estimado continuamente durante o ciclo de carga através de sensores que verificam a profundidade de penetração e a carga aplicada a cada instante. Assim, baseado na geometria conhecida do penetrador e nos valores de profundidade e carga, o programa estima a endentação causada no material e, conseqüentemente, o seu valor de dureza instantâneo. A medida óptica da endentação pode ser dispensada evitando problemas de erros de avaliação (WILLEMS et al., 1993; CALLISTER, 1997). Apesar das vantagens do ensaio escolhido, uma busca de artigos científicos, utilizando a palavra-chave “nanohardness”, no sistema PubMed, em maio de 2004, resultou em apenas 10 artigos. Destes, três eram relacionados a outras áreas. Dos sete artigos relacionados à Odontologia, seis submeteram esmalte, dentina e junção amelo-dentinária aos testes de nanodureza, e somente um artigo de Willems e colaboradores (1993) avaliava a dureza de partículas de compósito, amálgama e esmalte dental. Uma atualização desta busca, em junho de 2005, revelou apenas mais um artigo sobre nanodureza em Odontologia avaliando esmalte dental.

Craig e Powers, em 2004, encontraram valores de nanodureza para a dentina de 71kg/mm^2 , o que é bastante concordante com o valor de microdureza Knoop de 68kg/mm^2 . No entanto, a nanodureza de 457kg/mm^2 encontrada para o esmalte foi muito mais alta do que o valor de microdureza Knoop de 343kg/mm^2 . Essa diferença pode ser explicada pelo fato de que as endentações da nanodureza são bem menores e mais compatíveis com o tamanho dos prismas de esmalte, o que torna as medidas de nanodureza mais próximas da verdadeira dureza do esmalte.

As amostras submetidas a um teste de endentação, em geral, necessitam de pouca preparação, mas no caso da nanodureza, é fundamental que a amostra apresente um bom polimento (SHACKELFORD, 1996), por isso as amostras deste trabalho foram submetidas a uma detalhada seqüência de desgaste e polimento, para obter-se uma superfície especular.

Os ensaios mecânicos de dureza e módulo de elasticidade foram executados num período padronizado de 24 horas após a confecção dos corpos de prova, da mesma forma que Leonard et al., 2002; Caldas et al., 2003; Campregher, 2003; Soh, Yap, Siow, 2003. A carga usada foi de 250mN, pois esta carga garante um completo contato endentador/amostra, considerando as características do material testado. Outro fator que garante a segurança de um perfeito contato endentador/amostra é o gráfico que é traçado pelo *software* simultaneamente à endentação, mostrando carregamento e descarregamento da força, onde qualquer variação, como bolhas ou até ruídos no ambiente da análise, é nitidamente visualizada no gráfico, permitindo com que tais medidas sejam desconsideradas, diminuindo o erro do ensaio.

Com relação à análise dos resultados da nanodureza nas diferentes profundidades (1mm, 2mm e 3mm) observa-se que não houve diferença entre os aparelhos na primeira profundidade (1mm). À medida que se aumenta a

profundidade (2mm), que na prática poderia ser representado por um incremento mais espesso de material do que o primeiro, essa diferença começa a aparecer, em relação à primeira medida e se evidencia, mais ainda, na profundidade maior (3mm). Tal constatação parece ir ao encontro das recomendações dos fabricantes que sugerem a utilização de incrementos de resina não superiores a 2mm ou 2,5mm.

Os resultados de nanodureza deste trabalho também mostraram que, quando a espessura do incremento de resina foi pequena (1mm), não foi constatada influência do aparelho utilizado sobre a nanodureza do material, evidenciando a maior segurança oferecida quando são utilizados incrementos menores na construção de uma restauração.

Dentre os aparelhos testados, o aparelho Radian, parece ter sido aquele que mais se destacou dos demais, concordando com os achados de Correa-Medina (2005) que encontrou maiores valores de dureza Knoop do fundo de um incremento de 2mm do compósito Z250, submetido à polimerização em diferentes profundidades: 2mm, 4mm, 6mm e 8mm., para o mesmo aparelho quando comparado à lâmpada halógena. A explicação para tal fato pode estar no *design* do aparelho que apresenta o diodo na saída da luz, sem utilização de ponteiros, favorecendo o maior aproveitamento da energia luminosa necessária à fotoativação.

O ensaio de nanodureza utilizado permitiu também a leitura simultânea do módulo de elasticidade dos materiais, que antes era medido através de testes de compressão e de tração, ou através de ensaios físicos muito mais complexos (ANUSAVICE, 1998).

O módulo de elasticidade de uma substância pode ser interpretado como a sua rigidez ou resistência à deformação elástica. Assim, quanto maior for o módulo de elasticidade de um material, mais rígido ele será, ou seja, menor será a

deformação elástica resultante da aplicação de uma dada tensão, permitindo também inferir sobre o desempenho dos fotopolimerizadores, já que a única variável utilizada neste trabalho, para avaliar a rigidez do mesmo material, foi a fonte fotoativadora.

Assim como a sorção, a solubilidade e a dureza, também o módulo de elasticidade de um compósito pode ser dependente do seu grau de conversão.

Segundo Christensen e colaboradores, em 1999, no material restaurador ideal deveria haver uma combinação entre um baixo módulo de elasticidade e um baixo valor de contração de polimerização. O excesso de matriz orgânica ou a subpolimerização desta, podem promover um baixo módulo de elasticidade, porém comprometem as propriedades do material.

Apesar de não ter sido objetivo deste trabalho, a análise de correlação de Pearson, realizada entre a dureza e o módulo de elasticidade desenvolvidos na resina pelos diversos aparelhos, mostrou que, quanto maior a dureza, maior o módulo de elasticidade, tendo em vista a forte correlação positiva obtida entre essas propriedades.

Além da forte correlação observada entre dureza e módulo de elasticidade, os resultados deste trabalho também mostraram uma redução generalizada da dureza e do módulo de elasticidade do material quanto mais profunda era a região avaliada. Sendo assim, e, considerando que as tensões geradas numa interface adesiva são dependentes do módulo de elasticidade do material restaurador, este trabalho mostra a importância de se medir o módulo de elasticidade o mais próximo possível da referida interface, para que se possa calcular, com maior precisão, a real tensão gerada, que é determinante sobre o sucesso da restauração.

Apesar de terem sido encontradas diferenças estatísticas significativas entre os aparelhos e nas diferentes profundidades, as diferenças numéricas de nanodureza e módulo de elasticidade entre eles não foram muito grandes e, talvez a relevância clínica destas diferenças pudesse ser questionada, apontando para a validade de trabalhos clínicos para confirmar estes achados. De qualquer modo, é de se esperar que o desempenho do LED seja, no mínimo, tão bom quanto o da lâmpada halógena. Tal afirmativa tem como respaldo, além das vantagens do LED, também os resultados do trabalho de Campregher (2003), que avaliou a microdureza Knoop, a profundidade de polimerização e a resistência flexural da resina Z250 polimerizada por diversos aparelhos LED, sendo alguns, da mesma geração dos avaliados neste trabalho. Os LEDs avaliados pelo autor mostraram-se perfeitamente eficazes, apresentando um desempenho tão bom, senão melhor do que aquele obtido com o aparelho convencional de lâmpada halógena. Se por um lado não foi possível comparar os resultados deste trabalho com os de Campregher (2003) por serem propriedades diferentes, por outro, foi possível observar que os LEDs mostraram uma mesma tendência com comportamento coerente em ambos os trabalhos.

O somatório dos achados desses dois trabalhos permite uma avaliação mais completa e favorável dos aparelhos LEDs, no entanto, sugere-se que outros trabalhos como este sejam realizados e mais propriedades sejam avaliadas para que se possa utilizar com segurança a tecnologia LED, que, segundo tudo indica, veio para ficar e acrescentar à Odontologia atual.

6 CONCLUSÃO

Com base na metodologia utilizada e nos resultados obtidos:

- ✓ os valores de sorção e solubilidade obtidos no compósito Z 250, com os fotopolimerizadores com LED (Radii, L.E.Demetron I, Elipar FreeLight 2 e Single V) e o aparelho convencional de lâmpada halógena (XL 2500), atenderam à especificação ISO 4049:2000 ;
- ✓ os valores de nanodureza e módulo de elasticidade obtidos no compósito Z250, com os mesmos fotopolimerizadores com LED, nas profundidades de 1mm, 2mm e 3mm ou foram superiores ou não mostraram diferença estatística significativa em relação àqueles obtidos com o aparelho convencional de lâmpada halógena (XL2500).

Pode-se concluir que: Todos os aparelhos LEDs avaliados mostraram um desempenho, no mínimo, semelhante, senão melhor do que a lâmpada halógena, considerando as propriedades de sorção, solubilidade, nanodureza e módulo de elasticidade desenvolvidas por eles, no compósito Z250.

REFERÊNCIAS¹

3M BRASIL. Catálogo Geral de Produtos. Disponível em: <<http://www.3m.com/intl/br/espe/>> Acesso em: 20 Ago. 2004.

AKIMOTO, N. et al. Remineralization across the resin-dentin interface: In vivo evaluation with nanoindentation measurements, EDS and SEM. **Quintessence Int.** v. 32, n. 7, p. 561-70, 2001.

ANUSAVICE, K. J. **Phillips Materiais Dentários**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998. 412p.

AROSSI, G. **Avaliação de microdureza superficial de Resinas Compostas submetidas a diferentes métodos de polimerização**. 2004. 95 f. Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) – Faculdade de Odontologia da Universidade Luterana de Brasil, Canoas.

BLANDO, E. **Estudo de Técnicas de indentação dinâmica para avaliação de materiais na região de nano e microdureza**. 2001. 172 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

BOWEN, R.L. Properties of Silicate Inforced Polymer for Dental Restorations. **J. Am. Dent. Ass.** v.66,n.1, p.57-64, Jan, 1963.

BURGESS, J.O.; PORCHE, C. **Composite Hardness Cured With Four LED and one Quartz-Tungsten Halogen Curing Lights**. In: INTERNATIONAL AMERICAN DENTAL RESEARCH, IADR, 2002, San Diego. disponível em: <http://iadr.confex.com/iadr/2002SanDiego/techprogram/abstract_19263.htm> Acesso em 27 de Nov. 2003

BURTSCHER, P.; RHEINBERGER, V. **Efficiency of LED Lights in Comparison to Halogen Lamps**. In: INTERNATIONAL AMERICAN DENTAL RESEARCH, IADR, 2002, San Diego. disponível em: <http://iadr.confex.com/iadr/2002SanDiego/techprogram/abstract_10247.htm> Acesso em 27 de Nov. 2003

BUSATO, A.S.; GONZÁLEZ-HERNÁNDEZ, P.A.; MACEDO, R.P. **Dentística: Restaurações Estéticas**. São Paulo: Artes Médicas, 2002. 745p.

CALDAS, D. et al., Influence of curing tip distance on resin composite knoop hardness, using three different light curing units. **Oper. Dent.** v.28, n.3, p.315-322, May-Jun, 2003.

CALLISTER, W.D., **Materials Science and Engineering: An Introduction**, 4 ed., USA, 1996. 852p.

¹ De acordo com a NBR6023, de agosto de 2002, e as abreviaturas dos títulos de periódicos com o Medline.

CAMPREGHER, U. **Eficácia do LED como Fonte de Polimerização de um Compósito**. 2003. 61 f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica – Materiais Dentários) – Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

CAUGHMAN, W.F.; RUEGGERBERG, F.A. Sheeding New Light on Composite Polymerization. **Oper. Dent.**, v.27, p. 636-638, 2002.

CHAIN, M.C.; BARATIERI, L.N. **Restaurações Estéticas com Resina Composta em Dentes Posteriores**. São Paulo: Artes Médicas: EAP- APCD, 1998.

CHRISTENSEN, R.P. Resin polymerization problems – are they caused by resin curing lights, resin formulations, or both? **Comp. Cont. Educ. Dent.** v. 20, p. 42-54, 1999.

CHUNG, K. H. The Relationship Between Composition and Properties of Posterior Resin Composites. **J. Dent. Res.** v. 69, n.3, p. 852-856, Mar. 1990.

CLINICAL RESEARCH ASSOCIATES- CRA NEWS . – **LED**, Resin Curing Lights. disponível em: <[http:// www.cranews.com](http://www.cranews.com)> .Acesso em 23 out 2004.

COOK, W. D.; STANDISH, P. M. Polymerization Kinetics of Resin-Based Restorative Materials. **J. Biomed. Mater. Res.** v. 17, n. 2, p. 275-282, Mar. 1983

CORREA-MEDINA, A. D. **Efeito da fotoativação com LED sobre a microdureza de um compósito em cavidades com diferentes profundidades**. 2005. 59 f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica – Materiais Dentários) – Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

CRAIG, R.G.; POWERS, J.M. **Materiais Dentários Restauradores**. São Paulo: Livraria Santos Editora, 11 ed., 2004, 704p.

DENTAL EQUIPMENT AND MATERIAL disponível em : <[http:// www.dentalequipment&material.com/envisioningthefuturewithled](http://www.dentalequipment&material.com/envisioningthefuturewithled)> Acesso em 23 Out de 2004

DI LORENZO, S.C. et al. Degree of Conversion of Composite Using Halogen and LED Curing Lights. In: INTERNATIONAL AMERICAN DENTAL RESEARCH, IADR, 2002, San Diego. disponível em: <http://iadr.confex.com/iadr/2002SanDiego/techprogram/abstract_18328.htm> Acesso em 27 de Nov. 2003

FAN, P.L. et al. Alternative interpretations of water sorption values of composite resins. **J. Dent. Res.** v. 64, p. 78-80, 1985.

FRACARO, G.B. **Influência da imersão em desinfetante a base de ácido peracético sobre propriedades de um compósito odontológico de uso indireto** 2005. 58 f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica – Materiais Dentários) – Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

FRANCO, E.B.; LOPES, L.G. Conceitos atuais na polimerização de sistemas restauradores resinosos. **Rev. Odont. Biodonto** v. 1, n. 2, p. 09-61, 2003.

FUJIBAYASHI, K.; ISHIMARU, K.; KOHNO, A. Newly Development Light Activation Units Using Blue Light-Emitting Diodes. **Jpn. J. Conserv. Dent.** v. 39, p. 180-188, 1996.

HARADA, K.M.; CAPUTO, A.A.; MITO, R. Effect of Light Emitting Diode Curing on Composite Resin microleakage. In: INTERNATIONAL AMERICAN DENTAL RESEARCH, IADR, 2002, San Diego. disponível em: <http://iadr.confex.com/iadr/2002SanDiego/techprogram/abstract_14219.htm > Acesso em 27 de Nov. 2003

HARRIS, T. How Light Emitting Diodes Work. <http://www.howstuffworks.com/> Acesso em 20 de novembro de 2003.

HOSOYA, Y.; MARSHALL G.W. Jr. The nanohardness and elastic modulus of carious and sound primary canine dentin. **Eur. J. Oral Sci.** Feb; 112 (1); 61-6, 2004.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Dentistry – Polymer-based filling, restorative and luting materials: ISO 4049. 3rd ed. Genova, 2000. 34p.

KANCA, J. The effect of heat on the surface hardness of light-activated composite resins **Quintessence Int.**, v.20 n.12 p.899-901, Dec.1989.

KEMP-SCHOLTE, C.M.; DAVIDSON, C.L. Marginal Sealing of curing contraction gaps in classe V composite resin restorations. **J. Dent. Res.** v. 67, p. 841-5, 1988.

LED Circuits/ What are LEDs? <http://www.ledsupply.com/techinfo.html> Acesso em 20 de novembro de 2003.

LEONARD, D.L. et al. Polymerization Efficiency of LED Curing Lights. **J. Esthet. Restor. Dent.** v. 14, n. 5, p. 286-295, 2002.

LEONARD, D.L.; SWIFT Jr, E.J. Light-Emitting Diode Curing Lights. Part I. **J. Esthet. Restor. Dent.** V.15, n.2, p. 123-126, 2002.

LUMILED. Lumileds Lighting Co. San Diego, disponível em <<http://www.lumiled.com>> Acesso em 23 Ago 2004.

MARTIN, F. E. A Survey of the Efficiency of Visible Light Curing Units. **J. Dent.**, v. 26, n. 3, p. 239-243, Mar. 1998.

MILLS, R. W.; JANDT, K. D.; ASHWORTH, S. H. Dental Composite Depth of Cure with Halogen and Blue Light Emitting Diode Technology. **Br. Dent. J.**, London, v. 24, no. 8, p. 388-391, Apr. 1999.

NOMOTO, R.; McCABE, J.F.; HIRANO, S. Comparison of Halogen, Plasma and LED curing units. **Oper. Dent.**, v. 29, n 3, p. 287-294, 2004.

NOMURA, Y. et al. Thermal Analysis of Dental Resins Cured with Blue Light Emitting Diodes. **Biomaterials**. v. 63, p. 209-13, 2002.

NOORT, R. van. **Introduction to Dental Materials**. 2nd. ed. Mosby, 2002.

NOORT, R. van. **Introdução aos Materiais Dentários** 2 ed., Artmed, 2004.

ORTENGREN, U. et al. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. **J Oral Rehabil**. v. 28; n.12, p.1106-15, 2001.

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

PORCHE, C.; BURGESS, J.O., LI, L. Composite Hardness Cured with Two Curing Lights at Two Times. In: INTERNATIONAL AMERICAN DENTAL RESEARCH, IADR, 2002, San Diego. disponível em:

<http://iadr.confex.com/iadr/2002SanDiego/techprogram/abstract_19599.htm>

Acesso em 27 Nov. 2003

RUEGGERBERG, F. A.; CAUGHMAN, W. F.; CURTIS JUNIOR, J. W. Effect of Light Intensity and Exposure Duration on Cure of Resin Composite. **Oper. Dent.**, v. 19, n.1, p. 26-32, Jan./Feb. 1994.

RUEGGERBERG, F. A.; CRAIG, R. G. Correlation of Parameters Used to Estimate Monomer Conversion in a Light-cured Composite. **J. Dent. Res.**, v. 67, no. 6, p. 932-937, June 1988.

SHACKELFORD, J.D. **Introduction to Materials Science for Engineers**, 4 ed., USA, 1996, 670p.

SIDERIOUV, I.; TSERKI, V.; PAPANASTASIOU, G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials**. v. 24, n.4, p.655-65, 2003.

SOH, M.; YAP, A.; SIOW, K. Effectiveness of composite cure associated with different curing modes of LED lights. **Oper Dent**, v. 28, n. 4, p. 371-377, 2003.

SOUTHERN DENTAL INDUSTRIES LIMITED disponível em:
<<http://www.sdi.com.au>> Acesso em 9Jul 2004.

STAHL, F. et al. Light-Emitting Diode (LED) Polymerization of Dental Composites: Flexural Properties and Polymerization Potential. **Biomaterials**, v. 21, n.13, p. 1379-1385, July 2000.

SUH, B. Controlling and understanding the polymerization shrinkage-induced stresses in light-cured composites. **Comp. Cont. Educ. Dent.** v.20, p. 34-41, 1999a.

TARLE, Z. et al. Composite conversion and temperature rise using a conventional, plasma arc and an experimental blue led curing unit. **J Oral Rehab.**, v. 29, p. 662-667, 2002.

TESHIMA, Y. N. et al. ESR study of canphorquinone/amine photoinitiator systems using blue light-emitting diodes. **Biomaterials**, v.24, p. 2097-2103, 2003.

TOLEDANO, M. et al. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials. **J. Dent.** v. 31, p. 43-50, 2003.

TONIOLI, M. et al. Depth of Cure Comparison of LED, Plasma Arc, and QTH Curing Lights. In: INTERNATIONAL AMERICAN DENTAL RESEARCH, IADR, 2002, San Diego. disponível em:

http://iadr.confex.com/iadr/2002SanDiego/techprogram/abstract_12488.htm

Acesso em 27 de Nov. 2003

TSAI, P.; MEYERS, I.; WALSH, L. Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing lights. **Dent. Mater.** v.20, n.4, p.363-369, May.,2004

TYLMAN, S.D.; PEYTON, F.A. **Acrylics and other synthetic resins used in Dentistry**. Philadelphia: Lippincott, 1946. 480p.

UHL, A.; MILLS, R.W.; JANDT, K.D. Photoinitiator Dependent Composite Depth of Cure and Knoop Hardness with Halogen and LED Light Curing Units. **Biomaterials**, v.24, p. 1787-1795, 2003.

URABE, I. et al. Physical properties of the dentin-enamel junction region. **Am. J. Dent.** Jun; 13(3): 129-35, 2000.

WILLEMS, G. et al. Hardness and Young's modulus determined by nanoindentation technique of filler particles of dental restorative materials compared with human enamel. **J. Biomed Mater. Res.** Jun; 27 (6): 747-55, 1993.

YAP, A. Release of methacrylic acid from dental composites **Dent. Mater.**, v.16, n.3, p. 172-179, 2000b.

YOON, T.H. et al. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. **J. Oral Rehabil.** v. 29, n. 12, p. 1165-1173, Dec. 2002.

ANEXO 1

ANEXO 1 - Valores de m_1 , m_2 , m_3 , raio, espessura e volume para o cálculo de Sorção e Solubilidade.

Radii	corpo 1	corpo 2	corpo 3	corpo 4	corpo 5
diâmetro	14,93	14,88	14,91	14,93	14,92
espessura	1,28	1,21	1,24	1,16	1,07
m1	0,45285	0,42569	0,45030	0,41827	0,38520
m2	0,45686	0,42971	0,45440	0,42230	0,38915
m3	0,45265	0,42548	0,45002	0,41798	0,38504
wsp	16,02	17,40	17,26	18,22	19,73
wsb	0,89	1,00	1,29	1,42	0,85
Single V	corpo 1	corpo 2	corpo 3	corpo 4	corpo 5
diâmetro	15,08	15,03	14,9	14,92	14,85
espessura	1,28	1,30	1,22	1,15	1,36
m1	0,43823	0,47662	0,4336	0,41624	0,47735
m2	0,44239	0,48086	0,43776	0,42032	0,48147
m3	0,43808	0,47644	0,43333	0,41601	0,47710
wsp	16,65	16,43	17,83	18,90	16,09
wsb	0,66	0,78	1,27	1,15	1,07
L.E.Demetron I	corpo 1	corpo 2	corpo 3	corpo 4	corpo 5
diâmetro	14,25	14,88	14,94	14,94	14,91
espessura	1,15	1,35	1,14	1,19	1,22
m1	0,41392	0,48754	0,40755	0,42993	0,43175
m2	0,41799	0,49164	0,41163	0,43403	0,43578
m3	0,41376	0,48728	0,40737	0,42966	0,43142
wsp	22,25	17,72	20,35	19,51	19,37
wsb	0,97	1,15	0,90	1,25	1,58
Elipar Free Light 2	corpo 1	corpo 2	corpo 3	corpo 4	corpo 5
diâmetro	14,93	14,93	14,93	14,91	14,94
espessura	1,13	1,18	1,16	1,23	1,08
m1	0,40788	0,42266	0,42123	0,44470	0,39187
m2	0,41200	0,42681	0,42538	0,44888	0,39595
m3	0,40768	0,42238	0,42089	0,44449	0,39163
wsp	19,30	18,98	19,11	19,50	20,42
wsb	1,01	1,35	1,18	0,98	1,26
XL2500	corpo 1	corpo 2	corpo 3	corpo 4	corpo 5
diâmetro	14,95	14,90	14,94	14,93	14,92
espessura	1,16	1,08	1,23	1,21	1,22
m1	0,41561	0,39137	0,43795	0,42293	0,43935
m2	0,41968	0,39534	0,44220	0,42710	0,44363
m3	0,41543	0,39117	0,43740	0,42280	0,43926
wsp	19,75	20,90	20,20	18,60	19,10
wsb	0,88	1,06	1,32	0,61	0,42

ANEXO 2

ANEXO 2 – Valores médios de nanodureza de cada corpo de prova, nas profundidades de 1mm, 2mm e 3mm, de cada aparelho, para cálculo da média e desvio padrão em cada profundidade.

	nanodureza (Mpa)				
	corpo 1	corpo 2	corpo 3	corpo 4	corpo 5
XL2500					
1mm	742,9	627,1	711,0	711,7	708,1
2mm	629,8	587,4	632,8	600,2	665,4
3mm	581,2	570,5	503,3	556,1	629,0
L.E.Demetron I					
1mm	712,6	734,4	704,7	805,2	720,5
2mm	683,8	698,8	657,7	672,8	670,4
3mm	652,0	627,6	638,1	580,0	657,9
Elipar Free Light 2					
1mm	680,0	710,5	687,9	721,1	722,1
2mm	629,7	674,5	611,3	677,6	690,6
3mm	596,5	633,5	593,1	634,2	674,7
Radii					
1mm	755,3	765,0	742,5	761,1	712,1
2mm	751,3	744,6	736,7	663,9	710,8
3mm	748,3	697,5	622,0	624,7	633,8
Single V					
1mm	684,7	747,0	727,2	709,0	724,7
2mm	684,6	681,4	685,1	680,9	696,6
3mm	623,2	681,9	618,0	649,9	628,0

ANEXO 3

ANEXO 3 – Valores médios do módulo de elasticidade de cada corpo de prova, nas profundidades de 1mm, 2mm e 3mm, de cada aparelho, para cálculo da média e desvio padrão em cada profundidade.

	módulo de elasticidade (GPa)				
	corpo 1	corpo 2	corpo 3	corpo 4	corpo 5
XL2500					
1mm	20,3	18,8	20,1	20,2	19,5
2mm	18,2	16,8	18,1	17,8	18,8
3mm	16,3	16,0	15,2	16,4	17,0
L.E.Demetron I					
1mm	19,4	20,4	20,5	19,7	20,4
2mm	18,7	19,5	19,3	19,5	19,0
3mm	18,2	18,7	17,4	18,5	18,2
Elipar Free Light 2					
1mm	20,0	21,1	19,8	21,9	20,6
2mm	19,6	20,0	19,0	19,1	18,9
3mm	18,5	17,7	18,0	17,2	19,1
Radii					
1mm	20,3	21,7	20,9	20,8	19,6
2mm	20,2	20,3	19,8	19,3	19,8
3mm	20,1	19,1	17,4	18,0	18,0
Single V					
1mm	19,8	19,7	20,1	20,6	20,6
2mm	19,0	20,6	18,7	20,2	20,1
3mm	18,2	19,1	18,2	19,2	19,7