



CENTRO DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
CURSO DE PÓS GRADUÇÃO EM ODONTOLOGIA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO
EM DENTÍSTICA

**INFLUÊNCIA DE FONTES ATIVADORAS NA
MICRODUREZA E NO GRAU DE CONVERSÃO DE RESINAS
COMPOSTAS DIRETAS COM DIFERENTES OPACIDADES E
TIPOS DE PARTÍCULAS**

LUIS GUSTAVO BARROTTE ALBINO

1º Orientador Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira

2º Orientador Prof. Dr. José Augusto Rodrigues

Guarulhos
2009

CENTRO DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO
EM DENTÍSTICA

LUIS GUSTAVO BARROTTE ALBINO

**INFLUÊNCIA DE FONTES ATIVADORAS NA
MICRODUREZA E NO GRAU DE CONVERSÃO DE RESINAS
COMPOSTAS DIRETAS COM DIFERENTES OPACIDADES E
TIPOS DE PARTÍCULAS**

Dissertação apresentada à Universidade, como pré-requisito do Programa de Pós-Graduação para a obtenção do título de Mestre em Odontologia, Área de Concentração em Dentística.

1º Orientador Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira

2º Orientador Prof. Dr. José Augusto Rodrigues

Guarulhos
2009

Albino, Luis Gustavo Barrote

A3361

Influência de fontes ativadoras na microdureza e no grau de conversão de resinas compostas diretas com diferentes opacidades e tipos de partículas / Luis Gustavo Barrote Albino. Guarulhos, SP, 2009.

50 f. ; 31 cm

Dissertação (Mestrado em Odontologia, área de concentração em Dentística) - Centro de Pós-Graduação e Pesquisa Universidade Guarulhos, 2009.

Orientadora: Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira

Co-orientador: Prof. Dr. José Augusto Rodrigues

Bibliografia: f. 31-36

1. restauração 2. polimerização. 3. microdureza. 4. luz halógena. 5. Dentística I. Título. II. Universidade Guarulhos.

CDD 22st 617.675

A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, intitulada "INFLUÊNCIA DE FONTES ATIVADORAS NA MICRODUREZA E NO GRAU DE CONVERSÃO DE RESINAS COMPOSTAS DIRETAS COM DIFERENTES OPACIDADES E TIPOS DE PARTÍCULAS" em sessão pública realizada em 18 de Fevereiro de 2009, considerou o candidato Luis Gustavo Barrotte Albino aprovado com louvor.

COMISSÃO EXAMINADORA:

1. Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira(UnG)



2. Prof. Dr. Carlos Eduardo Francci (USP/FO)



3. Prof. Dr. Cesar Augusto Galvão Arrais (UnG)



Guarulhos, 18 de Fevereiro de 2009.

DEDICATÓRIA

Dedico esta Dissertação primeiramente a Deus, por mais uma vez, me permitir realizar um sonho. À minha família, meu Pai Sergio, minha Mãe Cida, minha esposa Roberta e meu filho João Pedro, por todo apoio, compreensão, torcida e vibração.

Amo vocês!

Agradecimentos

À Universidade Guarulhos, instituição onde tive a oportunidade de dar um importante passo rumo ao crescimento profissional obtendo o título de Mestre.

A Profa. Dra. Alessandra Cassoni pela competente orientação, e pela enorme paciência em todos os momentos. Aos professores do Curso de Mestrado Odontologia, e em especial ao Prof. Dr. José Augusto Rodrigues pelo incentivo, dedicação, colaboração e principalmente pela amizade e apoio em todos os momentos.

Aos colegas de Mestrado, Mário Perito, Carlos Eduardo Pena e Ronaldo Viotti com quem dividi minhas angústias, alegrias e principalmente com quem fiz amizades verdadeiras.

A minha esposa Roberta Guerra Albino que abdicou de momentos especiais para ficar ao meu lado me apoiando e incentivando.

Aos meus pais Antonio Sergio Albino e Maria Aparecida Barrotte Albino que sempre acreditaram em mim.

Em especial ao meu filho **João Pedro Guerra Albino**, que sorriso a sorriso me inspirou e me deu forças nos momentos mais difíceis.

“Preocupe-se mais com sua consciência do que com sua reputação.

Porque sua consciência é o que você é, e sua reputação é o que os outros pensam de você. E o que os outros pensam é problema deles...”

RESUMO

Uma polimerização adequada das resinas compostas diretas é importante para a longevidade das restaurações. O objetivo desse trabalho foi avaliar *in vitro* a microdureza e o grau de conversão de três resina compostas diretas: uma nanoparticulada (Filtek Supreme-3M-ESPE [FS]) e duas microhíbridas (Opallis-FGM [OP] e Charisma-Heraeus Kulzer [CH]) em opacidades distintas: esmalte, dentina e translúcida foto-ativadas com luz halógena (700mW/cm²) e LED (1200mW/cm²). Cento e oitenta corpos-de-prova foram preparados através da inserção da resina composta em incremento único em matriz de teflon bipartida com orifício central cilíndrico com 2mm de altura e 4mm de diâmetro, e foram divididos em dezoito grupos (n=10). Todos os corpos-de-prova foram armazenados durante 24 horas em água destilada na ausência de luz. Para o teste de microdureza Knoop foram realizados cinco identificações com 100µm de distância entre si em cada corpo-de-prova. O grau de conversão foi mensurado através de espectroscopia FT-Raman no lado oposto da superfície irradiada. Os dados da microdureza e do grau de conversão foram analisados separadamente por meio da análise de variância *two-way* e teste de Tukey ($\alpha=0,05$) e correlacionados pelo teste de correlação de Pearson. Resultados: a resina nanoparticulada ativada por LED apresentou maiores valores de microdureza para a opacidade dentina ($p=0,0001$). A resina microhíbrida OP apresentou maiores valores de microdureza Knoop após ativação com LED para opacidades de esmalte e dentina ($p=0,00001$). A resina microhíbrida CH avaliada não mostrou diferenças entre as fontes ($p=0,14$) ou opacidades avaliadas ($p=0,52$); entretanto as resinas translúcidas não foram influenciadas pela fonte ativadora para todos os grupos experimentais. O grau de conversão da resina microhíbrida CH não foi estatisticamente diferente após ativação com as diferentes unidades polimerizadoras avaliadas. Conclusões: Os valores de microdureza das resinas translúcidas não foram influenciados pela fonte ativadora e houve uma boa correlação entre microdureza e grau de conversão $r=0,5671$ ($p=0,0011$) para a resina microhíbrida OP.

PALAVRAS-CHAVE: polimerização; microdureza, luz halógena; fontes polimerizadoras

ABSTRACT

An optimum polymerization of resin based dental materials is important for longevity of restorations in dentistry. The aim of this study was to evaluate in vitro the Knoop microhardness and the degree of conversion using FT-Raman Spectroscopy of three light-cured resin composites: one nanofilled (Filtek Supreme-3M-ESPE [FS]) and two microhybrids (Opallis-FGM [OP] and Charisma-Kulzer [CH]) with different opacities : enamel, dentin and translucent; photo-activated by halogen lamp (700mW/cm²) and light emitting diode (LED) (1200mW/cm²). One hundred and eighty specimens were prepared with a single increment inserted in 2.0mm-thick and 4mm in diameter disc shaped Teflon mold. The specimens were divided into 18 groups (n=10). All specimens were stored in distilled water for 24h at 37°C and kept in lightproof container. For Knoop's microhardness test five indentations were performed 100µm distance were maintained in each specimen at opposite side of the irradiated surface. The degree of conversion values were measured by FT-Raman spectroscopy at opposite side of the irradiated surface. Data of Knoop microhardness and degree of conversion were analyzed by two-way ANOVA and Tukey ($\alpha=0.05$) and Pearson r test were carried out to correlate microhardness and degree of conversion values. Results: Nanofilled resin activated by LED presented higher microhardness values than specimens activated by halogen unit for dentin opacity ($p=0.0001$). Microhybrid OP resin had higher microhardness values when activated by LED for dentin and enamel opacity ($p=0.00001$). Microhybrid CH resin evaluated did not show differences in microhardness values with different activation source ($p=0.14$) or opacity evaluated ($p=0.52$); however the translucent composite resin were not influenced by light source activation for all experimental groups. Microhybrid CH resin degree of conversion was no statistical different after activation with different light curing units evaluated. Conclusions: Microhardness values of translucent resin composite evaluated were not influenced by light activation and there was a good correlation between microhardness and degree of conversion $r=0.5671$ ($p=0.0011$) for microhybrid OP resin.

Key-words: *polymerization; microhardness, halogen light, polymerization units*

SUMÁRIO

| | |
|--|-----------|
| 1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA | 1 |
| 2. PROPOSIÇÃO | 10 |
| 3. RESULTADOS | 11 |
| 3.1 Artigo: Influence of opacity and light source on the degree of conversion of composite resins | 11 |
| 4. CONCLUSÕES | 30 |
| | |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 31 |
| ANEXOS | 37 |

1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

Antes do advento do condicionamento ácido de esmalte (Buonocore, 1955) e dentina (FUSAYAMA, 1979), e do desenvolvimento dos sistemas adesivos dentinários, a restauração de cavidades era realizada às custas de retenções macromecânicas (BLACK, 1908). Isto limitava a preservação de tecido dental sadio, devido à necessidade da adequação das cavidades em extensão e profundidade, atribuindo forma de retenção aos preparos (BLACK, 1908; BARTON & WALL, 1985)

O desenvolvimento dos sistemas adesivos modificou totalmente a prática odontológica. O trabalho de Buonocore em 1955, que propôs o condicionamento ácido em esmalte, foi o primeiro grande impulso para o início da era adesiva que criou novos conceitos propiciando aos atuais preparos cavitários maior preservação de estrutura dental sadia. Embora seu uso seja essencial e seguro no exercício de abordagens restauradoras (REIS & LOGUERCIO, 2007), o sucesso da técnica adesiva demorou quase meio século para se consolidar.

Paralelamente ao desenvolvimento dos sistemas adesivos, materiais diretos com características ópticas semelhantes à estrutura dentária também foram aprimorados, sendo estes conhecidos como resinas compostas. Em meados da década de 1940, existiam somente as resinas acrílicas, cujos monômeros e polímeros eram combinados e o produto era introduzido na cavidade bucal, porém, apresentavam alta contração de polimerização e baixa estabilidade de cor e altas taxas de desgaste (ANUSAVICE, 2003). No início dos anos 50, as resinas epóxicas passaram a vigorar como possíveis candidatas ao uso em Odontologia Restauradora, devido à sua menor contração de polimerização, baixa solubilidade e a alta resistência mecânica (BOWEN, 1956).

Porém, em 1962, Bowen uniu as características desejáveis da resina acrílica e da epóxica desenvolvendo um novo monômero, chamado bisfenol glicidil metacrilato (Bis-GMA). A partir desse importante advento, a presença de monômeros de Bis-GMA unidos quimicamente a partículas de carga inorgânica, passou a vigorar como base das primeiras resinas compostas e é utilizado até hoje (REIS & LOGUERCIO, 2007). Desta forma, uma resina composta ficou definida como um produto resultante da mistura de dois ou mais componentes quimicamente diferentes, sendo então formada por uma matriz orgânica, uma matriz inorgânica e

um agente de união (PERIS et al., 2005). Fundamental à composição da matriz orgânica, os monômeros tem a função de formar um material que possa ser acomodado no interior da cavidade, restaurando a estrutura dental perdida após sua polimerização (REIS & LOGUERCIO, 2007). Dentre os monômeros mais utilizados, destacam-se o Bis-GMA e o UDMA (uretano dimetacrilato), denominados monômeros de alto peso molecular, e os monômeros diluentes como TEGDMA (trietilenoglicol dimetacrilato) e EGDMA (etilenoglicol dimetacrilato), de baixo peso molecular (EMAMI et al., 2003).

Outros componentes essenciais são as partículas de carga que fazem parte da matriz inorgânica. Essas têm como função básica melhorar as propriedades mecânicas das resinas compostas, substituindo em parte a matriz orgânica e minimizando, assim, suas principais desvantagens, como a contração de polimerização e o alto coeficiente de expansão térmico-linear (CALHEIROS et al., 2008a, CALHEIROS et al., 2006, DA SILVA et al., 2008). No entanto, para que as partículas de carga desempenhem sua função, é necessário que estejam unidas quimicamente à matriz orgânica. Assim, é imprescindível o uso de moléculas bifuncionais capazes de estabelecer ligações químicas entre os diferentes compostos; moléculas essas denominadas de Silano (ANUSAVICE, 2005).

As resinas compostas podem ser classificadas em função do tamanho de suas partículas inorgânicas, macroparticuladas (8-15 μm), resinas microparticuladas (0,04-0,4 μm), resinas híbridas (0,04 e 1-5 μm), resinas microhíbridas (0,01- 3,5 μm) e resinas nanoparticuladas (0,005 e 0,07 μm) (REIS & LOGUERCIO, 2007). Essa modificação no tamanho, quantidade e forma das partículas de carga resultam em diferenças nas propriedades mecânicas das resinas compostas (DA SILVA et al., 2008). Atualmente as resinas mais utilizadas no mercado, que incluem indicações para suportar a carga mastigatória, são as resinas micro-híbridas e as resinas de nanoparticuladas, cada qual com suas vantagens e indicações.

Mesmo com a maioria das limitações inerentes ao material terem sido minimizadas, Yap et al. (2004) afirmam que mesmo com uma correta ativação, a conversão dos monômeros nas resinas compostas nunca é completa e após a polimerização podem ainda ser encontrados monômeros residuais e ligações duplas de carbono remanescentes. Em conseqüência ocorre a diminuição das propriedades

físicas que, pode acarretar em menor resistência da restauração e causar efeitos citotóxicos ao tecido pulpar (NALÇACI et al., 2004; GOLDBERG, 2008; KNEZEVIC et al., 2008).

O efeito citotóxico é atribuído aos monômeros não convertidos que são liberados da matriz polimerizadas (NALÇACI et al., 2004; GOLDBERG, 2008). Portanto, é importante sabermos que grau de conversão é uma medida de percentual de duplas ligações de carbono que foram convertidas em ligações simples de carbono para formar uma cadeia polimérica (KNEZEVIC et al., 2005). Quanto maior a conversão do monômero, melhor as propriedades mecânicas, a resistência ao desgaste e muitas outras propriedades essenciais para o seu desempenho (ST GEORGE et al., 2003; BALA et al., 2005; RODRIGUES JR et al., 2008).

Os mecanismos básicos pelos quais os fotoiniciadores convertem monômeros em polímeros são discutidos juntamente com a variedade de fatores que modificam o processo de foto-ativação, como a composição da resina que influencia na transmissão de luz através do material, na concentração de fotoiniciador, iniciador e inibidor presente (STANSBURY, 2000; ANUSAVICE, 2003; SOARES et al., 2003). Alguns trabalhos ainda deixam evidente, que uma alta concentração de fotoiniciadores melhora o grau de conversão e as propriedades mecânicas na formação dos polímeros (PEUTZFELT & ASMUSSEN, 1989; SCHROEDER & VALLO, 2007; SCHNEIDER et al., 2008).

Com o propósito de mimetizar as propriedades ópticas dos dentes naturais, resinas compostas com uma grande diversidade de cores são comercializadas; para esmalte que apresentam maior translucidez e para dentina que apresentam maior opacidade. O que estabelece essa diferença de cor é a quantidade de óxidos metálicos inorgânicos utilizados como pigmentos (GOMES et al., 2005; BALA et al., 2005; YAZICI et al., 2007; PARAVINA et al., 2002). A cor da resina composta também exerce influência significativa no grau de conversão final da resina composta (LELOUP et al., 2002; SHORTALL et al., 2005).

Aguiar et al. (2005) mostraram que a tonalidade e opacidade das resinas compostas foram capazes de afetar a polimerização e conseqüentemente a microdureza, devido à diminuição de penetração da luz para o interior do compósito resinoso.

Assim como os pigmentos, outros componentes estão presentes na matriz orgânica das resinas compostas, é o caso dos inibidores, modificadores de cor, e o sistema iniciador/ativador. Para evitar a polimerização espontânea dos monômeros e garantir o aumento da vida útil da resina, impedindo a propagação de polimerização, quando exposta à luz, uma pequena quantidade de inibidores é sempre adicionada ao compósito (0,01%). Os inibidores mais utilizados são o BHT (Hidroxitolueno butílico) e a hidroquinona (SCHNEIDER et al., 2008).

Os sistemas fotoiniciadores normalmente usados são constituídos por uma dicetona, uma canforoquinona e uma amina alifática (YAP et al., 2004; EMAMI et al., 2003; WIGGINGS et al., 2004). A canforoquinona é sensibilizada por luz em um comprimento de onda específico entre 360 e 520nm que corresponde à faixa de luz azul do espectro visível com pico de absorção em 468nm (LOHBAUER et al., 2005; SHORTALL et al, 2005; D'ALPINO & SVIZERO, 2006; HUBBEZOĞLU et al., 2007; JEONG et al. 2007; SCHNEIDER et al., 2008). Quando as resinas compostas são expostas à luz com um comprimento de onda compatível com a faixa de absorção da canforoquinona, esta passa por um estágio excitatório e reage com a amina, resultando na formação de radicais livres (RUEGGERBERG et al. 2000; STANSBURRY, 2000). Os radicais livres iniciam a polimerização a partir da quebra de ligações duplas de carbono (C=C) das cadeias alifáticas no monômero, ativando uma reação seqüencial, na qual a quebra da ligação dupla resulta em um elétron livre que procura por outras ligações duplas para reagir e assim, sucessivamente, a reação de cura ocorre (FERRACANE, 1985; BALA et al., 2005; GONÇALVES et al., 2006).

Muitos trabalhos enfatizam que, se o comprimento de onda não for adequado ao espectro de absorção da canforoquinona, as resinas compostas não polimerizam independente da intensidade de luz gerada e emitida pela unidade de foto-ativação (SOH et al., 2004; WIGGINGS et al., 2004; RAMP et al., 2006; KRAMER et al., 2008). Além disso, a canforoquinona tem uma limitação estética devido à sua coloração amarelada, e se o processo de polimerização for insuficiente, canforoquinona que não reagiu permanecerá na restauração final (SCHNEIDER et al., 2008).

Foi na década de 80 que surgiram os primeiros aparelhos que emitiam luz visível por meio de lâmpadas halógenas, e assim, foram denominados de fotopolimerizadores (MARSON et al., 2008). Basicamente o clínico possui 4 tipos diferentes de tecnologia para a fotopolimerização de resinas compostas, que utilizam lâmpadas halógenas, lâmpadas de arco de plasma de xenônio, laser de íon Argônio e lâmpadas de diodo (LED, light emitting diode) (ST GEORGES et al., 2002; KRAMER et al., 2008).

Os fotopolimerizadores mais utilizados nas clínicas odontológicas produzem a luz por meio de lâmpadas halógenas, por um fluxo de corrente elétrica através do filamento de tungstênio que após ter sido intensamente aquecido emite radiações eletromagnéticas sob a forma de luz visível (YOON et al., 2002; WIGGINGS et al., 2004). Tais filamentos são aquecidos a temperaturas extremas, sendo necessário para esse tipo de tecnologia um filtro para que somente a luz azul no espectro desejado seja emitida (WIGGINGS et al., 2004, SHORTALL et al., 2005). A grande desvantagem desse tipo de unidade polimerizadora é exatamente a necessidade do esfriamento da lâmpada através de uma corrente de resfriamento de ar que entra e sai pelas fendas presentes (KRAMER et al., 2008). Além disso, o tempo de vida útil das lâmpadas halógenas é limitado entre 40 e 100hs de uso contínuo (YOON et al., 2002; SOH et al., 2004). Outro ponto negativo advém do calor dissipado pela lâmpada gerando temperaturas elevadas que causam degradação progressiva dos filtros, lâmpadas, sistemas condutores e perda de reflexão, conduzindo invariavelmente, a uma queda na intensidade de luz emitida ao longo do tempo (BALA et al., 2005; WINGGINS et al., 2004; D'ALPINO & SVIZERO, 2006). O comprimento de onda obtido após a filtragem da luz das lâmpadas halógenas encontra-se entre 400 e 500nm (RUEGGEBERG et al., 2000; PRICE et al., 2003, KNEZEVIC et al., 2005).

Os LEDs foram introduzidos no mercado odontológico como uma tecnologia revolucionária para polimerização das resinas compostas (KRAMER et al., 2008). Toda a luz produzida pelos aparelhos LED está concentrada no comprimento de onda azul o que leva a uma maior possibilidade de excitação dos fotoiniciadores utilizando menor densidade de energia (RAMP et al., 2006; JEONG et al., 2007). Em um comprimento de onda específico entre 450 e 470 nm, a quantidade de luz

emitida pelos LEDs pode atingir o dobro em relação à luz filtrada e emitida por uma unidade polimerizadora halógena (MARSON et al., 2005).

Essas lâmpadas produzem luz visível por meio de efeitos mecânicos quânticos, ou seja, dois semicondutores que se conectam sempre quando aplicada a tensão. O resultado é uma emissão de luz com um comprimento de onda característico (BALA et al., 2005). Grandes vantagens como prevenção de superaquecimento (KNEZEVIC et al., 2001) uma vida útil extensa (cerca de milhares de horas), eficiência de polimerização e a não degradação de seus componentes são evidenciadas na literatura (YOON et al., 2002; BALA et al., 2005). Em contra partida, Kramer et al. (2008) afirmam que o efeito fotodinâmico resulta em geração de calor.

Alguns autores já consideram os LEDs como aparelhos eficientes para ativação de resinas compostas. D'Alpino, em 2006, realizou uma revisão de literatura em que classificou os LEDs em três gerações. A primeira geração apresentava baixa densidade de potência (ou intensidade de luz), inferior a 200 mW/cm^2 , mas com espectro de radiação mais estreito em relação ao espectro da luz halógena e coincidente com a absorvância da canforoquinona. A segunda geração emitia luz em maior intensidade, comparável à densidade de potência dos aparelhos com lâmpada halógena de alta intensidade ($>1000 \text{ mW/cm}^2$), essa alta densidade de potência levava à produção de calor excessivo.

O principal problema dos primeiros aparelhos de LED (primeira e segunda geração) é que eles apresentavam incapacidade de ativação de materiais resinosos com fotoiniciadores diferentes da canforoquinona e para solucionar esses problemas foram desenvolvidos os aparelhos LED de terceira geração. Esses aparelhos emitem luz azul e luz no comprimento de onda na cor violeta (em torno de 400 nm), com uma potência elevada, cerca de 1200 mW/cm^2 , tornando a polimerização das resinas compostas eficiente (BALA et al., 2005).

Para se avaliar a eficiência de ativação das resinas compostas estudos têm utilizado diferentes parâmetros e metodologias. Pianelli et al. (1999) e Leloup et al. (2002) afirmam que os quatro tipos de testes mais usualmente relatados na literatura seriam a avaliação da microdureza, microscopia óptica, *scraping test* e metodologias

vibracionais através de espectroscopia infravermelha (FTIR- Transformada Fourier infra-vermelha) e Raman (FT-Raman).

Desde que a posição das bandas Raman são específicas para um determinado grupo químico a espectroscopia FT-Raman pode ser usada para identificação e quantificação (TSUDA & ARENDS, 1997). A espectroscopia FT-Raman permite a avaliação do grau de conversão para resinas do tipo metacrilato pela comparação das bandas vibracionais da dupla ligação de carbono (C=C) do grupo alifático, que se encontra em 1640 cm^{-1} , com a dupla ligação de carbono do anel aromático localizada no 1610 cm^{-1} , que não se altera após a polimerização e é usada como um padrão interno (FERRACANE et al., 1985; SHIN et al., 1993, PIANELLI et al., 1997; KNEZEVIC et al., 2001; SOH et al., 2004; RODRIGUES JR et al., 2008). A técnica de espectroscopia Raman é um método eficiente que identifica as bandas vibracionais das moléculas, com o intuito de analisar diretamente o grau de conversão e a profundidade de cura dos monômeros (PIANELLI et al., 1997; TSUDA & ARENDS, 1997; SOH et al., 2004). A vantagem desse tipo de espectroscopia é de apresentar um método não destrutivo, sem necessitar de pré-tratamento químico ou mecânico, o que poderia influenciar nos resultados (TSUDA & ARENDS, 1997; SOH et al., 2004).

Uma série de estudos foi conduzido para determinar o grau de conversão de diferentes materiais a base de resina (FERRACANE et al., 1985; XU et al., 1997; PIANELLI et al., 1999; YOON et al., 2002; EMAMI & SÖDERHOLM, 2003; CALHEIROS et al., 2004; GONÇALVES et al., 2006; RODRIGUES JR et al., 2008; SCHNEIDER et al., 2008) e sabe-se que essa conversão pode ter influência significativa no desempenho das resinas compostas (LOHBAUER et al., 2005; BALA et al., 2005; RODRIGUES Jr et al., 2008). Por outro lado, Calheiros et al, reportaram que valores altos de grau de conversão podem levar ao stress de contração de polimerização e a um aumento do risco de falha adesiva (CALHEIROS et al., 2004; CALHEIROS et al., 2008a).

O cálculo do grau de conversão é realizado pela comparação do componente aromático do estado não polimerizado e polimerizado (BALA et al., 2005). A razão entre a banda alifática (1640 cm^{-1}) e a banda da dupla ligação de carbono do anel aromático é utilizada de acordo com a fórmula $[1-(\text{polimerizado}/\text{não polimerizado})] \times$

100 (SHIN et al., 1993; FERRACANE et al., 1995; BALA et al., 2005; GONÇALVES et al., 2006; CALHEIROS et al., 2008a).

Yoon et al. (2002) avaliaram o grau de conversão de três resinas compostas diferentes de cor A3, com o FT-IR em diferentes profundidades, ativadas com um protótipo de LED ($400\text{mW}/\text{cm}^2$, durante 20s e 40s), halógena ($400\text{mW}/\text{cm}^2$, durante 40s e 20s) e arco de plasma ($1400\text{mW}/\text{cm}^2$, durante 5s e 10s). Quando o total de energia foi de $8\text{ J}/\text{cm}^2$ todas as unidades polimerizadoras se mostraram similares e o grau de conversão de todas as resinas compostas 3mm abaixo da superfície diminuiu acentuadamente. A partir da comparação das unidades polimerizadoras quando o total de energia gerada foi de $16\text{ J}/\text{cm}^2$ o grau de conversão se mostrou uniforme quando a variável foi a profundidade. Calheiros et al. (2006) avaliou a resina composta Z250 (3M ESPE) ativada com uma fonte halógena de intensidade de $600\text{mW}/\text{cm}^2$ durante 20 e 40s e o grau de conversão aferido não foi diferente estatisticamente assim como os valores de microdureza (KHN) relatados.

Dessa forma, estudos tem mostrado que os compósitos recentes contém fotoiniciadores capazes de garantir um grau de conversão elevado, com doses de energia entre $12\text{ J}/\text{cm}^2$ e $18\text{ J}/\text{cm}^2$, ou seja, se a intensidade da unidade polimerizadora estiver em torno de $600\text{mW}/\text{cm}^2$, o tempo de exposição deverá ser de 20s e 30s, visto que uma fotoativação exagerada não traz benefícios às propriedades mecânicas do material (CALHEIROS et al., 2006; CALHEIROS et al., 2008b).

Considerado como um método indireto de avaliação do grau de conversão, o teste de microdureza tem sido sugerido para se mensurar a dureza da superfície e a profundidade de cura dos compósitos (YAP et al., 2004; RAMP et al., 2006; YAZIC et al., 2007; RODRIGUES JR. et al., 2008). De acordo com Ramp et al. (2006) dureza é a mensuração relativa da resistência para indentação ou abrasão e é um parâmetro do comportamento das restaurações de resina composta na cavidade oral (YAZIC et al., 2007). Torno et al. (2007) afirma que uma completa polimerização depende da associação de vários fatores inerentes às resinas compostas e as fontes de luz. A densidade de energia é calculada pela multiplicação da irradiância (também chamada de intensidade) (mW/cm^2) e tempo de exposição (s) (TORNO et al. 2007; DA SILVA et al., 2008).

Com o aumento da distância da ponta da fonte polimerizadora para a superfície da resina composta existe uma diminuição dos valores de microdureza (AGUIAR et al., 2007, CORCIOLANI et al., 2008). Calheiros et al. (2008a) afirmam que a irradiância apresenta uma diminuição de 70-74% a cada milímetro que penetra na resina composta e sabe-se que a reflexão, absorção e espalhamento são os responsáveis por esse fato (RODE et al. 2007; CALHEIROS et al., 2008a). Jeong et al. (2007) encontrou valores de microdureza mais baixos comparando 1, 2 e 3mm de profundidade após ativação com duas fontes LED. Torno et al. (2008) avaliaram a resina composta Charisma (A3) ativada através de dez fontes halógenas e LEDs e encontraram valores de microdureza Knoop em 2mm de profundidade semelhantes após a ativação com fonte halógena ($30\text{J}/\text{cm}^2$) e ativação com o LED ($34\text{J}/\text{cm}^2$).

Rueggeberg et al. (2000) afirmam que valores de microdureza e grau de conversão não devem ser comparados entre diferentes produtos comerciais, pois as ligações formadas pela matriz resinosa ou mesmo o tipo de carga podem levar a diferentes valores de dureza impossibilitando a comparação indireta do grau de polimerização.

Hubbezoğlu et al. (2007) avaliaram a microdureza superficial de quatro tipos de resinas compostas com diferentes partículas e matrizes. Dez espécimes de 2 mm de espessura por 4 mm de diâmetro de cada resina composta foram polimerizados usando uma luz halógena, um LED e um arco de plasma de Xenônio. Para a avaliação foi utilizado um microdurômetro para medir microdureza Vickers. Os resultados indicaram que compósitos polimerizados com luz halógena ou LED atingiram valores de microdureza mais elevados. A polimerização com arco de plasma de Xenônio, de acordo com instruções do fabricante, produziu os menores valores microdureza para todas as resinas. Entre os materiais testados, a resina composta nanoparticulada exibiu os valores mais altos de microdureza para cada regime de polimerização.

Podemos concluir que a microdureza das resinas compostas variam de acordo com tipo de resina, cor e fabricante bem como a unidade polimerizadora (HUBBEZOGLU et al., 2007; SHORTALL, 2005).

2. PROPOSIÇÃO

O objetivo desse trabalho foi avaliar a microdureza Knoop e o grau de conversão usando espectroscopia FT-Raman de três materiais à base de resina: uma resina composta nanoparticulada (Filtek Supreme-3M-ESPE [FS]) e duas microhíbridas (Opallis-FGM [OP] e Charisma-Kulzer [CH]) de três opacidades diferentes: esmalte, dentina e translúcida; foto-ativadas por lâmpada halógena e LED (*light emitting diode*).

3. RESULTADOS

3.1 Artigo

Albino LGB, Rodrigues JA, Kawano Y, Cassoni A. Influence of opacity and light source on the degree of conversion of composite resins.

INFLUENCE OF OPACITY AND LIGHT SOURCE ON THE DEGREE OF CONVERSION OF COMPOSITE RESINS

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the degree of conversion by Knoop microhardness (KHN) and FT-Raman spectroscopy (DC), of one nanofilled (Filtek Supreme-3M-ESPE [FS]) and two microhybrid composites (Opallis-FGM [OP] and Charisma-Heraeus-Kulzer [CH]) with different opacities: enamel, dentin, and translucent; photo-activated by quartz-tungsten-halogen lamp (QTH) and light emitting diode (LED). Resin was bulk inserted in a disc-shaped mold measuring 2.0mm-thick and 4mm in diameter, according to 18 groups of samples (n=10) activated by QTH and LED. KHN and DC values were analyzed by two-way ANOVA and Tukey tests ($\alpha=0.05$). Nanofilled resin activated by LED presented higher microhardness values than samples activated by QTH for dentin opacity ($p=0.0001$). Microhybrid OP composite resin had higher microhardness values when activated by LED for dentin and enamel opacity ($p=0.00001$). Microhybrid CH resin showed no differences in microhardness values with different activation sources ($p=0.14$) or opacity ($p=0.52$). Microhardness values of translucent resins were not influenced by light activation. The nanofilled dentin and enamel resin showed lower DC than translucent resin ($p<0.0001$). The DC of microhybrid CH resin was not statistically different after activation with the different light curing units tested.

**Running Title: OPACITY AND LIGHT EFFECT ON THE DEGREE OF
CONVERSION OF RESIN**

KEY-WORDS: composite resin; quartz-tungsten-halogen light; light emitting diode; microhardness; degree of conversion.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to thank the Companies 3M ESPE and FGM for material support.

INTRODUCTION

The clinical performance of composite resin restorations depends on several factors, which may alter their physical-chemical properties (as reported in the manufacturers' formulations), such as the concentration of monomer and filling particles, or related to clinician's manipulation. Clinicians have control of the working time of composite resins, due to the presence of initiators sensitive to blue light in the wavelengths between 400 and 515nm (1). However, the quality of the light emitted by curing lights units may result in better monomer conversion, thus avoiding the release of free toxic monomer (2,3) and obtaining improved mechanical properties (4).

The purpose of the curing unit is to activate the camphoroquinone, which is the photo-initiator commonly present in most resin composites (5-8). The usual curing units are composed of a halogen lamp that provides a white light containing a spectrum of light wavelengths filtered to produce a spectral output between 400 and 500 nm (7-9). However, a wide spectrum of light is still emitted and more energy is spent. The light emitting diode (LED) curing units provide a narrow bandwidth of light with a wavelength of 470-490nm, capable of polymerizing the composite resin with less energy than the halogen lamp, because LED light is closer to the camphoroquinone excitation wavelength (6).

The polymerization efficiency of composite resin is influenced by irradiation intensity, exposure time, and the light source (10). Concerns about these variables have lead to several studies being conducted over the last few years to determine the degree of conversion (DC) of different dental composites (10-19). The sensitivity of molecular vibrational methods, such as infrared spectroscopy (FTIR) and Raman spectroscopy (FT-Raman), offers a direct approach to quantify the ratio of monomer conversion into polymers, by studying the specific band positions and comparison of the residual unpolymerized aliphatic C=C stretching band at 1640cm^{-1} to the aromatic C=C stretching band at 1610 cm^{-1} (11,12,20). Thus, the ratio of double carbon bonds that are converted into single bonds determines the DC of resin composite (21,22).

The DC is a high co-determinant of the mechanical properties of restorative resins (14). On the other hand, the hardness achieved by polymerized composite

resin is widely used as an indirect method of determining the quality of the polymerization process initiated by the light (23).

The light responsible for initiation of the polymerization process may be absorbed or scattered through the body of the composite resin, jeopardizing this process, as the lower transmittance of the light results in a low DC (24,25) and low microhardness, which is strongly influenced by resin opacity and filler contents (9,24-26). It has been stated that a dark resin Opacity needs more light to initiate the polymerization process (26) but there is little information about influence of light in translucent colors (27,28).

The aim of this study was to evaluate the degree of conversion by Knoop microhardness (KHN) and FT-Raman spectroscopy (DC), of one nanofilled (Filtek Supreme-3M-ESPE [FS]) and two microhybrid composites (Opallis-FGM [OP] and Charisma-Heraeus-Kulzer [CH]) with different opacities: enamel, dentin, and translucent; photo-activated by QTH and LED.

MATERIALS AND METHODS

One nanofilled and two microhybrid commercial composite resins with three different opacities related to their translucence were selected for the study (Table 1).

Table 1. Composite resins materials evaluated, classification, composition, opacity and lot No.

| Material Manufacturer | Classification | Composition | Opacity | Lot |
|---|--------------------|---|----------------------|----------------------------|
| Filtek Supreme 3M ESPE St. Paul, MN, USA | Nanofilled | Bis-GMA, Bis-EMA (6), UDMA, TEGDMA, Zirconia-silica nanocluster, silica nanoparticles | A2D A2E GT | 5AM 7EC 7BM |
| Opallis FGM, Dentscare, Joinville, Brazil | Microhybrid | Bis-GMA, Bis-EMA (6), TEGDMA, Barium glass - Aluminum silica silanized, silica dioxide and Camphoroquinone | DA2 EA2 T-Blue | 210906 031006 130207 |
| Charisma Heraeus Kulzer, Hanau, Germany | Microhybrid | Bis-GMA, TEGDMA Barium Aluminum silicate and colloidal silica | OA2 A2 Incisal | 010302 010306 010302 |

Abbreviations: bis-GMA=bisphenol glycidyl methacrylate; Bis-EMA= bisphenol A polyethylene glycol diether dimethacrylate; UDMA=urethane dimetacrylates; TEGMA=(triethylene glycol dimethacrylate)

Two light curing units with different light sources, a halogen source with light intensity of $700\text{mW}/\text{cm}^2$ (Optilux 501 - Demetron/Kerr, Danbury, CT, USA), and a LED source with $1200\text{mW}/\text{cm}^2$ (Radii - SDI Limited, Bayswater, Victoria, Australia) were used. The specimens were exposed to light in accordance with the manufacturers' exposure time recommendations. Table 2 presents the energy density calculated after multiplying the power density by the exposure time (29).

Table 2. Vita shade and light sources evaluated, showing the irradiation time

| Resin composite | Groups | | | | | | Exposure time (s) |
|-----------------|---------|-------------|---|-----|-------------|---|-------------------|
| | Halogen | | Energy density (J/cm^2) | LED | | Energy density (J/cm^2) | |
| Filtek Supreme | G1 | dentin | 28 | G10 | dentin | 48 | 40 |
| | G2 | enamel | 14 | G11 | enamel | 24 | 20 |
| | G3 | translucent | 14 | G12 | translucent | 24 | 20 |
| Opallis | G4 | dentin | 28 | G13 | dentin | 48 | 40 |
| | G5 | enamel | 14 | G14 | enamel | 24 | 20 |
| | G6 | translucent | 14 | G15 | translucent | 24 | 20 |
| Charisma | G7 | dentin | 28 | G16 | dentin | 48 | 40 |
| | G8 | enamel | 14 | G17 | enamel | 24 | 20 |
| | G9 | translucent | 14 | G18 | translucent | 24 | 20 |

Specimen preparation

One hundred eighty specimens were randomly assigned to the eighteen groups according to Table 2 (n=10).

A white polytetrafluoroethylene mold, constituted of two parts with a cylindrical window (4mm in diameter, 2mm high) was placed on a Mylar strip (Dentart, Polidental, São Paulo, Brazil; dimension $10 \times 120 \times 0.05\text{mm}$) on a matte black background and kept stable with a metal ring. The composite resin was inserted in a single increment and a second Mylar strip was placed on the top of the unpolymerized material. A glass slide was put on top of the Mylar strip and a 500g load was applied for 30s on the top of the mold in order to provide a smooth surface. The glass slide was removed before exposing the composite resin to light, and the light tip of each curing unit was centered on the specimen with no intervening space (30).

Knoop microhardness profile

After polymerization, each specimen was removed from the mold and was stored in deionized water in light-proof containers for 24h at constant temperature of 37°C. A Knoop diamond indenter was used to make five indentations in the center of the surface opposite to the light irradiated surface of the specimen. The indentations were made with a 25g load for 20s and the indentation length data was measured with Image Pro Plus software measuring the longest diagonal from one edge of the diamond shaped impression to the other edge of the indentation.

Degree of Conversion

Five specimens, prepared as described for the microhardness test, were evaluated immediately after light-activation for each group. As a control, five spectra of different portions of unpolymerized composite were analyzed for each group.

The DC of the side opposite to the irradiated surface of the specimens was determined by a FT-Raman spectrometer (RFS 100/S, Bruker Optics, Billerica, MA, USA) equipped with a liquid nitrogen cooled germanium detector. The 1064nm line of an air-cooled, Nd:YAG near infra-red laser was used to excite the samples (14). The Raman spectra were obtained using 64 scans, at spectral resolution of 4cm⁻¹. The Raman spectra were analyzed by selecting a spectral region of 1000cm⁻¹ to 2000cm⁻¹.

The DC of each sample was determined by comparing the aliphatic carbon double bond peak with that of the aromatic component for the unpolymerized and polymerized state.³¹ The ratio between aliphatic (1640cm⁻¹) and aromatic (1610cm⁻¹) carbon double bond peaks was used to calculate DC, according to the formula (15-17,22,31):

$$DC = [1 - (\text{polymerized}/\text{unpolymerized})] \times 100.$$

Statistics

A two-way analysis of variance was carried out and the means of Knoop microhardness values (KHN) were compared by a Tukey interval calculated at the 95% level of confidence.

RESULTS

Knoop microhardness

The mean of the five microhardness evaluations of each specimen was used as the specimen microhardness value.

The nanofilled FS composite resin presented statistically significant differences for photoactivation source ($p=0.0001$; Table 3). There was no statistically significant difference for the Resin Opacity ($p=0.9826$). Statistically significant differences were found in the interaction of Photoactivation Source * Resin Opacity ($p=0.0033$, Table 3) with a higher microhardness for dentin resin activated with LED than with QTH.

Table 3. Means of Knoop microhardness values (KHN), standard deviations for each experimental group of nanofilled composite resin (Filtek Supreme - 3M ESPE) and Tukey post-hoc test.

| Light Source | DENTIN | ENAMEL | TRANSLUCENT |
|--------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| QTH (n=10) | 39.63bA (±6.53) | 45.99aA (±6.26) | 46.19aA (±5.06) |
| LED (n=10) | 55.96aA (±5.59) | 50.08aA (±8.88) | 49.10aA (±6.16) |

Means followed by the same *Capital* letters in the row or *Lower case* letters in the column indicate no statistical difference ($p<0.05$), n= number of samples.

The microhybrid composite resin (Opallis – FGM) presented statistically significant differences for Photoactivation Source ($p<0.0001$), but there was no difference for Resin Opacity ($p=0.0865$). There was statistically significant difference for the interaction Photoactivation Source * Resin Opacity ($p=0.0002$, Table 4). The microhardness of the dentin and enamel resin activated with LED was higher, with

statistical significance, than that of resin activated by QTH. The dentin and enamel resins activated with QTH showed significantly lower values than translucent resin activated with QTH. The dentin resin activated with LED showed higher microhardness values than translucent resin activated with LED.

Table 4. Mean Knoop microhardness values (KHN), standard deviations for each experimental group of microhybrid composite resin (Opallis – FGM) and Tukey test results

| Light Source | DENTIN | ENAMEL | TRANSLUCENT |
|--------------|--------------------|---------------------|--------------------|
| QTH (n=10) | 24.30bB (±5.67) | 22.08bB (±3.18) | 31.19aA (±3.33) |
| LED (n=10) | 38.69aA (±3.63) | 35.24aAB (±5.84) | 31.07aB (±2.24) |

Means followed by the same *Capital* letters in the row or *Lower case* letters in the column indicate no statistical difference ($p < 0.05$), n= number of samples;

No statistically significant differences were observed for Photoactivation Source ($p < 0.1432$), Resin Opacity ($p = 0.5224$), or for the interaction Photoactivation Source * Resin Opacity ($p = 0.5175$, Table 5) for microhybrid CH composite resin (Charisma - Heraeus Kulzer).

Table 5. Mean Knoop microhardness values (KHN), standard deviations for each experimental group of microhybrid CH composite resin (Charisma - Heraeus Kulzer).

| Light Source | DENTIN | ENAMEL | TRANSLUCENT |
|--------------|------------------|------------------|------------------|
| QTH (n=10) | 22.79 (±2.92) | 19.06 (±1.71) | 19.61 (±3.30) |
| LED (n=10) | 24.12 (±3.59) | 26.38 (±4.92) | 21.92 (±3.98) |

Degree of Conversion

Raman spectra showed changes in the relative intensities between the bands at 1610 cm^{-1} and at 1640 cm^{-1} . As expected, a reduction in the intensity of the band

at 1640 cm^{-1} was observed after the polymerization process. The data obtained for DC and standard deviations each experimental group are shown in Table 6.

Table 6. Mean Degree of Conversion values (DC), standard deviations for each experimental group.

| Composite Resin | Light Source | DENTIN | ENAMEL | TRANSLUCENT |
|----------------------|--------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| Filtek Supreme (n=5) | QTH | 50.83 (± 2.39) | 55.32 (± 4.59) | 64.79 (± 1.78) |
| | LED | 55.96 (± 4.28) | 55.17 (± 2.77) | 63.82 (± 5.64) |
| Opallis (n=5) | QTH | 58.13 (± 3.35) | 54.96 (± 2.31) | 53.81 (± 5.30) |
| | LED | 64.86 (± 2.98) | 61.10 (± 5.02) | 53.60 (± 4.73) |
| Charisma (n=5) | QTH | 46.49 (± 5.79) | 48.17 (± 6.16) | 47.8 (± 7.34) |
| | LED | 44.37 (± 2.22) | 46.9 (± 1.95) | 45.72 (± 1.83) |

n= number of samples

The nanofilled composite resin (Filtek Supreme – 3M ESPE) presented statistically significant differences for Resin Opacity ($p < 0.0001$, Table 7), the dentin and enamel resin showed lower DC than translucent resin. There were no statistically significant differences for Photoactivation Source ($p = 0.6538$) or for the interaction of Photoactivation Source * Resin Opacity ($p = 0.1708$).

Table 7. Means of Degree of Conversion (DC) of nanofilled composite resin (Filtek Supreme – 3M ESPE) with different Opacity after activation with different Sources, standard deviations, and the results of Tukey's test.

| Light Source | DENTIN | ENAMEL | TRANSLUCENT |
|-----------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| QTH | 50.83 (± 2.39) | 55.32 (± 4.59) | 64.79 (± 1.78) |
| LED | 55.96 (± 4.28) | 55.17 (± 2.77) | 63.82 (± 5.64) |
| Factor Opacity (n=10) | 53.40 (± 3.01) b | 55.25 (± 3.73) b | 64.31 (± 3.94) a |

Means followed by the same *Lower case* letters in the row indicate no statistical difference ($p < 0.05$), $n =$ number of samples.

The microhybrid composite resin (Opallis – FGM) presented statistically significant differences for Resin Opacity ($p = 0.0015$); the dentin resin showed higher DC values than translucent resin. Statistically significant difference was also found for the factor Photoactivation Source ($p = 0.0094$); the resins activated with LED showed a higher DC value than resins activated with QTH. There is no statistically significant difference for the interaction Photoactivation Source * Resin Opacity ($p = 0.132$) and the results are presented in Table 8.

Table 8. Means of Degree of Conversion (DC%) of microhybrid composite resin (Opallis - FGM) with different Opacity after activation with different Sources, standard deviation, and the results of Tukey's test.

| Light Source | DENTIN | ENAMEL | TRANSLUCENT | Factor Photo-activation (n=15) |
|-----------------------|-----------------------|------------------------|-----------------------|--------------------------------|
| QTH | 58.13 (± 3.35) | 54.96 (± 2.31) | 53.81 (± 5.30) | 55.6(± 3.68)B |
| LED | 64.86 (± 2.98) | 61.10 (± 5.02) | 53.60 (± 4.73) | 59.9(± 4.25)A |
| Factor Opacity (n=10) | 61.49 (± 4.88)a | 58.03 (± 5.20)ab | 53.70 (± 5.03)b | - |

Means followed by the same *Lower case* letters in the row or *Capital case* letters in the column indicate no statistical difference ($p < 0.05$), $n =$ number of samples.

The microhybrid CH composite resin presented no statistical differences for Resin Opacity ($p = 0.5280$), Photoactivation Source ($p = 0.1850$), or for the interaction of Photoactivation Source * Resin Opacity ($p = 0.8880$).

DISCUSSION

QTH curing units filter and transmit light in the wavelength (λ) range below 500nm and above 400nm, and the photoinitiator of several dental composites, camphoroquinone has a broad absorption spectrum, but its maximum absorption peak is at 468 nm in the blue region of the visible light spectrum (5). The spectral emission of LED ranges from 450 nm to 490 nm, delivering the greatest irradiance centered at a 470nm wavelength, which is in the line of maximum activity to excite the electrons of the ketone groups in camphoroquinone, resulting in the polymerization process (7,32,33).

KRÄMER *et al.* (6) affirmed that the advancement in LED technology and recent high power LEDs are comparable with the advancement in high tech computer technology. The quality of the polymerization process can influence the performance of composite resins, playing an important role in the success of the dental restorations (10,31,34). This process may be predicted by the amount of monomer effectively converted into polymer. This proportion is described as the degree of conversion and is usually evaluated by several methods, such as Raman spectroscopy, a non-destructive technique (20).

The spectrum shows the aliphatic carbon double bond (C=C) peak around 1640 cm^{-1} and the aromatic C=C peak around 1610 cm^{-1} . The aromatic double bond is originated from the aromatic bonds of the benzene ring in the monomer molecules. As these double bond remain unchanged during the polymerization process this band is used as an internal standard (20,31,35). The degree of conversion depends on the monomer composition of the composite resin and for this reason the composites were evaluated separately.

SILVA *et al.* (14) reported a degree of conversion of 55.3% for samples of a nanofilled composite resin (Filtek Supreme A3B, 3M ESPE) activated by QTH. These results are very close to the DC of 50.8% observed in the present study for samples of dentin Opacity (A2D) activated with a light source of similar intensity and also at a distance of 2mm.

The nanofilled composite resin selected for the present study was Filtek Supreme (3M ESPE) and is classified as a particulate reinforced, polymer-based resin (34). RODRIGUES JR *et al.* (34) described a 46.6% conversion in the top surface and only 38% of DC at 2mm depth with the same nanofilled dentin composite resin, as the one used in the present study, emphasizing the decrease in the light transmission through the composite resin. The DC of the nanofilled composite resin was influenced by its translucence in the present study. Translucency can be described as a partial opacity or a state between complete opacity and translucency (27,28). Thus, the translucent resin showed higher DC than the dentin or enamel opacities, irrespective of the light source. It can be supposed that there was low light scattering though the translucent composite resin Opacity. This phenomenon occurred inversely in the microhybrid OP composite

resin, and the higher DC was observed in dentin opacity, but in this material no statistical differences were observed between enamel and translucent resins. This probably occurred due to the higher quantity of activators that increase the speed and depth of polymerization.

Furthermore, the microhybrid OP composite resin showed a higher degree of conversion when activated with the LED unit than QTH. Since the radiant exposure is calculated as the product of the irradiance and the time of irradiation provided by the light unit (14), the LED results are probably due to the generation of a higher irradiance of the LED unit associated with the maximum absorption wavelength of camphoroquinone. By the way, the microhybrid CH composite resin was not affected by resin Opacity or by light source and achieved a mean of 46.5% of conversion. YOON *et al.* (37) found no differences among the degree of conversion of microhybrid CH composite resins A3 after activation by plasma arc, LED, and halogen lamp. The degree of conversion of the composite resins ranged from 42.6 to 46.5. A similar degree of conversion of 49.2% for samples of a microhybrid CH composite resin (Z250- 3M ESPE) polymerized for 40s with an intensity of $600\text{mW}/\text{cm}^2$ was also reported by BALA *et al.* (31). With a low intensity halogen lamp ($400\text{mW}/\text{cm}^2$) EMAMI & SÖDERHOLM (18) reported a mean degree of conversion of 48.8% for samples of A3 microhybrid composite resin (Z100, 3M ESPE) irradiated for 40s. However, in the same study a degree of conversion of 60.8% was reported for a similar microhybrid CH composite resin (Z250, 3M ESPE) under the same conditions.

Moreover, the absence of statistical differences in the degree of conversion in the microhybrid OP composite resin in function of Opacity and Photo-activation factors may be explained by the theory of GRITSCH *et al.* (29), who affirmed that above a certain energy density threshold, the power density does not influence the polymerization kinetics of the resin polymerization process. Moreover, CALHEIROS *et al.* (35) postulated that above an irradiance of $10\text{J}/\text{cm}^2$ there is a tendency for the degree of conversion to stabilize. However, higher degrees of conversion lead to concerns because they promote higher shrinkage stress during polymerization and there might be an increased risk of adhesive failures (17-35).

The hardness of the composite resin has been claimed as an indirect measure of degree of conversion; as monomers are converted into polymer the composite changes from a paste to a solid state (23,32,34). RUEGGEBERG *et al.* (9) affirmed

that hardness values cannot be compared between or among different commercial products because the resin systems and filler content are not similar and for this reason the evaluation of the present study was differentiated by product.

The nanofilled composite resin in the present study showed interaction of the studied factors. The dentin resin showed statistically lower Knoop microhardness values when activated by QTH (39.6 KHN) compared with the group activated by LED (55.9 KHN). An increase in irradiance leads to a higher hardness in composite resin (14) and polymerization of light-polymerized resin depends not only on the intensity of light, but also on the total amount of light transmitted to the polymer (29). Thus, one possible reason for this difference may be related to the energy density of LED associated with the pigments of the resin composite that were able to scatter the light emitted from QTH. Although the DC between these groups was not statistically different, there was a difference of 5% in the DC (Table 7).

RODRIGUES JR *et al.* (34) evaluated the same nanofilled material as the one evaluated in the present study and reported a mean of 43.5 KHN value at 2mm depth in agreement with the microhardness values of Group 1 (Table 3). SILVA *et al.* (14) showed higher Knoop microhardness values after activating a hybrid and a nanofilled composite resin (P60 A3 and Filtek Supreme A3B, 3M ESPE) using a halogen lamp with high irradiance values.

Another study evaluated the Vickers microhardness of the same nanofilled composite resin (shade YT) activated with QTH or three different LEDs with irradiances of 728, 400, 540, and 1220 mW/cm² respectively, and found no statistical differences among the groups. These results are similar to those of the translucent composite resin that showed similar Knoop microhardness values (38).

The microhybrid OP composite resin also showed the influence of the light source on the polymerization process and direct effect on the physical hardness property. The dentin and enamel resins showed statistically lower values than translucent resin activated by halogen lamp, probably due to the wide spectral emission of this source. In contrast, the closeness to the maximum spectral absorbance of camphoroquinone could explain the higher microhardness values achieved by the dentin resin irradiated by LED. JEONG *et al.* (33) irradiated a microhybrid CH composite resin for 20 or 40 seconds and found a mean increase of

10 VHN units in the hardness, showing that the time of exposure may potentiate the polymerization process.

RAMP *et al.* (32) showed statistically higher Vickers microhardness values of a microhybrid composite resin (Z 100, 3M ESPE) activated by a LED for 40s (250mW/cm²) when compared with the QTH applied for 30s (650 mW/cm²).

A study by TORNO *et al.* (39) presented differences in Knoop microhardness at 2mm depth in Charisma samples activated by LED, which were higher than the values in samples activated by QTH. Nevertheless, this is not in agreement with the values achieved in the present study; one probable explanation is the lower irradiance values selected by the authors. In the present study no differences related to Opacity and Photo-activation factors were observed for the microhybrid CH composite resin, in the microhardness profiles or in the evaluation of the DC, which showed the lowest values. The possible reason for this is the colloidal silica particles, which could cause dispersion of the incident light, decreasing the polymerization depth of the composite (17).

Although the results are not statistically comparable, it was observed that the nanofilled composite resin showed the highest mean microhardness values, in agreement with HUBBEZOGLU *et al.* (40). Furthermore, the present study highlights the influence of the amount of energy delivered on the degree of composite polymerization.

CONCLUSIONS

Microhardness values of translucent colors of the evaluated composite resins were not influenced by light activation, and nanofilled composite resin activated by LED presented higher microhardness values than the samples activated by the halogen unit for dentin resin. Microhybrid OP resin had higher microhardness values when activated by LED for dentin and enamel resin, but microhybrid CH resin composite showed no differences in microhardness values for all experimental groups.

The nanofilled composite dentin and enamel resin showed lower DC than translucent resin. The microhybrid OP dentin resin showed higher DC values than translucent resin and microhybrid OP resins activated with LED showed a higher DC value than resins activated with QTH. No differences in degree of conversion were

found when samples of microhybrid CH composite resin were polymerized with the different curing light units.

DISCLOSURE

The authors have no interest in any of the companies or products mentioned in this article.

REFERENCES:

- 1.PRICE RB, EHRNFORD L, ANDREOU P, FELIX CA. Comparison of quartz-tungsten-halogen, light-emitting diode, and plasma arc curing lights. *J Adhes Dent* 2003; **5**: 193-207.
- 2.GOLDBERG M. In vitro and in vivo studies on the toxicity of dental resin components: a review. *Clin Oral Investig* 2008; **12**: 1-8.
- 3.KNEZEVIC A, ZELJEZIC D, KOPJAR N, TARLE Z. Cytotoxicity of composite materials polymerized with LED curing units. *Oper Dent* 2008; **33**: 23-30
- 4.ST-GEORGES AJ, SWIFT EJ, THOMPSON JY, HEYMANN HO. Irradiance effects on the mechanical properties of universal hybrid and flowable hybrid resin. *Dent Mater* 2003; **19**: 406-413.
- 5.WIGGINS KM, HARTUNG M, ALTHOFF O, CHRISTINE W, MITRA SB. Curing performance of new-generation light-emitting diode dental curing unit. *J Am Dent Assoc* 2004; **135**: 1471-1479.
- 6.KRAMER N, LOHBAUER U, GARCÍA-GODOY F, FRANKENBERGER R. Light-curing units of resin-based composites in the LED era. *Am J Dent* 2008; **21**: 135-142.
- 7.STANSBURY JW. Curing dental resins and composites by photopolymerization. *J Esthet Dent* 2000; **12**: 300-308.
- 8.RAMP LC, BROOME JC, MERRIE HR. Hardness and wear resistance of two composite cured with equivalent radiant exposure from low irradiance LED and QTH light-curing units. *Am J Dent* 2006; **19**: 31-36.
- 9.RUEGGERBERG FA, ERGLE JW, METTENBURG DJ. Polymerization depths of contemporary light-curing units using microhardness. *J Esthet Dent* 2000; **12**: 340-346.

10. LOHBAUER U, RAHIOTIS C, KRÄMER N, PETSCHERT A, ELIADES G. The effect of different light curing units on fatigue behavior and degree of conversion of a resin composite. *Dent Mater* 2005; **21**: 479-488.
11. PIANELLI C, DEVAUX J, BEBELMAN S, LELOUP G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res* 1999; **48**: 675-681.
12. TSUDA H, ARENDS J. Raman spectroscopy in dental research: a short review of recent studies. *Adv Dent Res* 1997; **11**: 539-547.
13. XU J, BUTLER IS, GIBSON DFR, STANGEL I. High-pressure infrared and FT-Raman investigation of a dental composite. *Biomaterials* 1997; **18**: 1653-1657.
14. da SILVA EM, POSKUS LT, GUIMARÃES JGA. Influence of light-polymerization modes on the degree of conversion and mechanical properties of resin composites: a comparative analysis between a hybrid and a nanofilled composite. *Oper Dent* 2008; **33**: 287-93.
15. FERRACANE JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1985; **1**: 11-14.
16. GONÇALVES F, CALHEIROS FC, WITZEL MF, KAWANO Y, BRAGA RR. Effect of photoactivation protocol and radiant exposure on monomer conversion and flexural strength of a resin composite after water and ethanol storage. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2006; **82**: 89-92.
17. CALHEIROS FC, BRAGA RR, KAWANO Y, BALLESTER RY. Relationship between contraction stress and degree of conversion in restorative composites. *Dent Mater* 2004; **20**: 939-946.
18. EMAMI N, SÖDERHOLM KJM. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *Eur J Oral Sci* 2003; **111**: 536-542.
19. SCHNEIDER LFJ, PFEIFER CSC, CONSANI S, PRAHL SA, FERRACANE JL. Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. *Dent Mater* 2008; **24**: 1169-1177.
20. SOH MS, YAP AU, YU T, SHEN ZX. Analysis of the degree of conversion of LED and Halogen lights using micro-Raman Spectroscopy. *Oper Dent* 2004; **29**: 571-577.

21. KNEZEVIC A, TARLE Z, MENIGA A, UTALO JS, PICHLER G. Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. *J Oral Rehabil* 2001; **28**: 586-591.
22. SHIN WS, LI XF, SCHWARTZ B, WUNDER SL, BARAN GR. Determination of the degree of cure of dental resins using Raman and FT-Raman spectroscopy. *Dent Mater* 1993; **9**: 317-324.
23. YAP AU, SOH MS, HAN TT, SLOW KS. Influence of curing lights and modes on cross-link density of dental composites. *Oper Dent* 2004; **29**: 410-415.
24. LELOUP G, HOLVOET PE, BEBELMAN S, DEVAUX J. Raman scattering determination of the depth of cure of light-activated composites: influence of different clinically relevant parameters. *J Oral Rehabil* 2002; **29**: 510-515.
25. SHORTALL AC. How source and product shade influence cure depth for a contemporary composite. *J Oral Rehabil* 2005; **32**: 906-911.
26. AGUIAR FH, LAZZARI CR, LIMA DA, AMBROSANO GM, LOVADINO JR. Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. *Braz Oral Res* 2005; **19**: 302-306.
27. YU B, YONG-KEUN L. Translucency of varied brand and shade of resin composite. *Am J Dent* 2008; **21**: 229-232.
28. PARAVIRA RD, ONTIVEROS JC, POWERS JM. Curing dependent changes in color and translucency parameter of composite bleach shades. *J Esthet Restor Dent* 2002; **14**: 158-166.
29. GRITSCH K, SOUVANNASOT S, SCHEMBRI C, FARGE P, GROSGOGEAT B. Influence of light energy and power density on the microhardness of two nanohybrid composites. *Eur J Oral Sci* 2008; **116**: 77-82.
30. CORCIOLANI G, VICHI A, DAVIDSON CL, FERRARI M. The Influence of tip geometry and distance on light-curing efficacy. *Oper Dent* 2008; **33**: 325-331.
31. BALA O, ÖLMEZ O, KALAYCI S. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. *J Oral Rehabil* 2005; **32**: 134-140.
32. RAMP LC, BROOME JC, MERRIE HR. Hardness and wear resistance of two composite cured with equivalent radiant exposure from low irradiance LED and QTH light-curing units. *Am J Dent* 2006; **19**: 31-36.

33. JEONG TS, KIM YR, KIM JH, KIM HI, KWON YH. Effects of LEDs on microhardness and temperature rise of dental composite resins. *Dent Mater J* 2007; **26**: 838-844.
34. RODRIGUES SA JUNIOR, SCHERRER SS, FERRACANE JL, BONA AD. Microstructural characterization and fracture behavior of a microhybrid and a nanofilled composite. *Dent Mater* 2008; **24**: 1281-1288.
35. CALHEIROS FC, DARONCH M, RUEGGERBERG FA, BRAGA RR. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system. *Dent Mater* 2008; **24**: 1164-1168.
36. DANESH G, DAVIDS H, REINHARDT KJ, OTT K, SCHÄFER E. Polymerisation characteristics of resin composites polymerised with different curing units. *J Dent* 2004; **32**: 479-488.
37. YOON TH, LEE YK, LIM BS, KIM CW. Degree of polymerization of resin composite by different light sources. *J Oral Rehabil* 2002; **29**: 1165-1173.
38. GOMES GM, CALIXTO AL, SANTOS FA, GOMES OM, D'ALPINO PH, GOMES JC. Hardness of a bleaching-shade resin composite polymerized with different light-curing sources. *Braz Oral Res* 2006; **20**: 337-341.
39. TORNO V, SOARES P, MARTIN JMH, MAZUR RF, SOUZA EM, VIEIRA S. Effects of irradiance, wavelength, and thermal emission of different light curing units on the Knoop and Vickers hardness of a composite resin *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2008; **85B**: 166-71.
40. HUBBEZOĞLU I, BOLAYIR G, DOĞAN OM, DOĞAN A, OZER A, BEK B. Microhardness evaluation of resin composite polymerized by three different light sources. *Dent Mater J* 2007; **26**: 845-853.

AUTHORS INFORMATION

LUIS GUSTAVO BARROTTE ALBINO, DDS, MS

Guarulhos University, São Paulo, Brazil

Department of Restorative Dentistry, School of Dentistry

JOSÉ AUGUSTO RODRIGUES, DDS, MS, Ph.D

Guarulhos University, São Paulo, Brazil

Department of Restorative Dentistry, School of Dentistry

YOSHIO KAWANO, Ph.D

University of São Paulo, São Paulo, Brazil

Department of Fundamental Chemistry, Institute of Chemistry

ALESSANDRA CASSONI, DDS, MS, Ph.D

Guarulhos University, São Paulo, Brazil

Department of Restorative Dentistry, School of Dentistry

Dr. Albino is student of the Post-Graduate Program of Restorative Dentistry, School of Dentistry, Guarulhos University

Dr. Rodrigues is an assistant professor of Dental Research and Graduate Studies Division, Department of Restorative Dentistry, School of Dentistry, Guarulhos University, Brazil

Dr. Kawano is professor and chair at Department of Fundamental Chemistry, Institute of Chemistry, University of São Paulo, São Paulo, Brazil

Dr. Cassoni is an assistant professor of Dental Research and Graduate Studies Division, Department of Restorative Dentistry, School of Dentistry, Guarulhos University, Brazil

Address reprint requests to:

Alessandra Cassoni

Universidade Guarulhos

Mestrado em Odontologia

R. Nilo Peçanha 81

Centro - Guarulhos - SP, Brazil CEP 07011-040

Phone: 55(11)6464-1769 Email:acassoni@prof.ung.br

4. CONCLUSÕES

Através dos resultados obtidos e, considerando-se as condições experimentais deste estudo, pôde-se concluir que não houve um padrão na correlação entre a microdureza Knoop e o grau de conversão para os tipos de resinas avaliadas em função das fonte ativadoras avaliadas, visto que:

- A resina nanoparticulada ativada por LED apresentou maiores valores de microdureza para a opacidade de dentina.

- A resina microhíbrida OP apresentou maiores valores de microdureza Knoop após ativação com LED para as resinas de esmalte e dentina comparada à fonte halógena.

- Os valores de microdureza das resinas translúcidas avaliadas não foram influenciados pelas fontes ativadoras em estudo.

- A resina microhíbrida CH avaliada não mostrou diferenças entre as fontes avaliadas ou opacidades na avaliação de microdureza e grau de conversão.

- O grau de conversão da resina microhíbrida OP apresentou diferenças estatisticamente significativas para opacidade e fonte ativadora sendo alcançado um maior grau de conversão após a ativação com LED.

- A resina nanoparticulada FS de esmalte e dentina apresentou menor GC do que a resina translúcida.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

Aguiar FH, Lazzari CR, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. *Braz Oral Res* 2005 Oct-Dec; 19(4): 302-6.

Aguiar FH, Braceiro A, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing modes and light curing time on the microhardness of a hybrid composite resin. *J Contemp Dent Pract* 2007 Sep, 8(6): 1-8.

Anusavice KJ. Phillips – Materiais dentários. 11 Ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005.

Bala O, Ölmez O, Kalayci S. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. *J Oral Rehab* 2005 Feb; 32(2): 134-40.

Black, GV. A work on operative dentistry. Vol. 2, Chicago: Medico-Dental publishing Co.; 1908.

Barton RE, Wall JT. Fundamentals in cavity preparation. *In*: Sturdevant CM, Barton RE, Sockwell CL, Strickland WD, Eds. The art and science of operative dentistry. 2nd ed. St. Louis: CV Mosby Co.; 1985 p 85-107.

Bowen, RL. Use of epoxy resin in restorative materials. *J Dent Res* 1956 Jun; 35(3): 360-69.

Bowen RL. Dental filling material comprising vinyl silane treated fused silica and binder consisting of a reaction product of bisphenol and glycidil acrylate. U.S Patent n. 3,066,112 Nov 1962.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955 Dec; 34(6): 849-53.

* Baseada no modelo Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

- Busato ALS. *Dentística-Filosofia e Prática Clínica*, Grupo Brasileiro de Professores de Dentística. São Paulo: Ed. Artes Médicas, 2005.
- Calheiros FC, Braga RR, Kawano Y, Ballester RY. Relationship between contraction stress and degree of conversion in restorative composites. *Dent Mater* 2004 Dec; 20(10): 939-46.
- Calheiros FC, Kawano Y, Stansbury W, Braga RR. Influence of radiant exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composites. *Dent Mater* 2006 Sep; 22(9): 799-803.
- Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA, Braga RR. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system. *Dent Mater* 2008a Sep; 24(9): 1164-8.
- Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA, Braga RR. Degree of conversion and mechanical properties of a BisGMA:TGDMA composite as a function of the applied exposure. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater* 2008b Feb; 84B(2): 503-9.
- Corciolani G, Vichi A, Davidson CL, Ferrari M. The influence of tip geometry and distance on light-curing efficacy. *Oper Dent* 2008 May-Jun; 33(3): 325-31.
- da Silva EM, Poskus LT, Guimarães JGA. Influence of light-polymerization modes on the degree of conversion and mechanical properties of resin composites: a comparative analysis between a hybrid and a nanofilled composite. *Oper Dent* 2008 May-Jun; 33(3): 287-93.
- D'Alpino PHP, Svizero NR. Fotoativação: estágio atual. LED - Classificação e características. *Rev Assoc Paul Cir Dent* 2006 Sep-Oct; 60(5): 407-11.
- Emami N, Söderholm KJM. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *Eur J Oral Sci* 2003 Dec; 111(6): 536-42.
- Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1985 Feb; 1(1):11-4

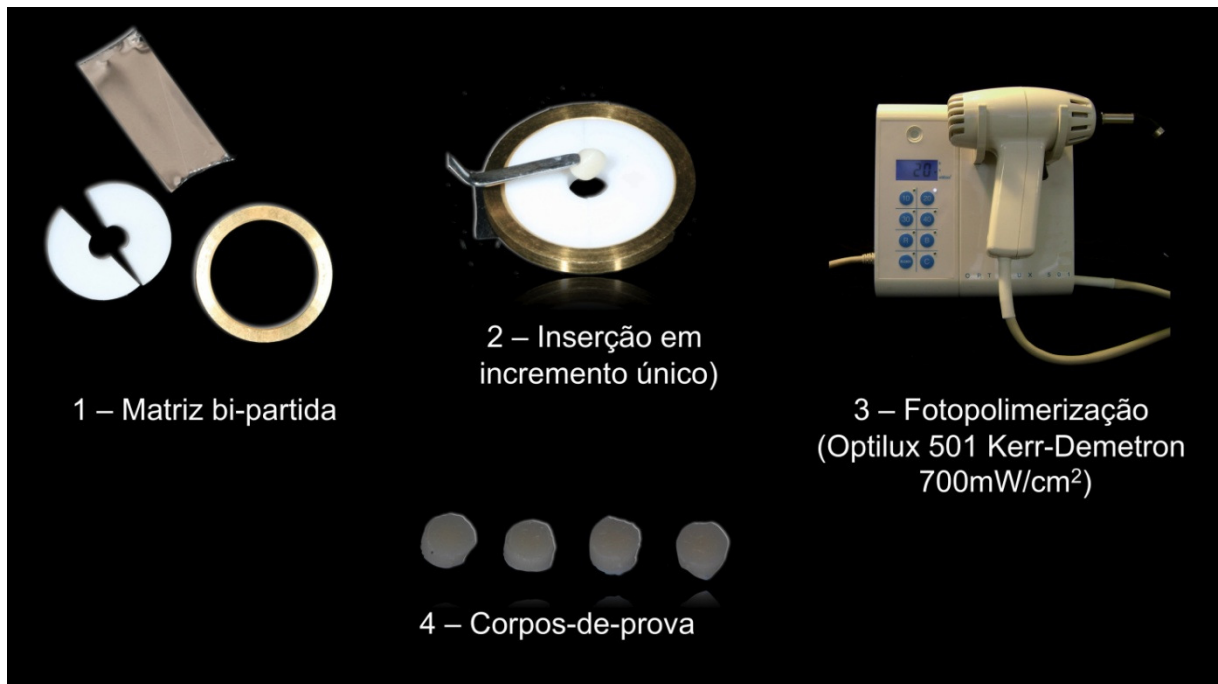
- Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res* 1979 Apr; 58(4): 1364-70.
- Goldberg M. *In vitro* and *in vivo* studies on the toxicity of dental resin components: a review. *Clin Oral Investig* 2008 Mar; 12(1): 1-8
- Gomes GM, Calixto AL, Santos FA, Gomes OM, D'Alpino PH, Gomes JC. Hardness of a bleaching-shade resin composite polymerized with different light-curing sources. *Braz Oral Res* 2006 Oct-Dec; 20(4): 337-41.
- Gonçalves F, Calheiros FC, Witzel, MF, Kawano Y, Braga RR. Effect of photoactivation protocol and radiant exposure on monomer conversion and flexural strength of a resin composite after water and ethanol storage. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2007; 82(1): 89-92.
- Gritsch K, Souvannasot S, Schembri C, Farge P, Grosogeat B. Influence of light energy and power density on the microhardness of two nanohybrid composites. *Eur J Oral Sci* 2008 Feb; 116(1): 77-82.
- Hubbezoğlu I, Bolayir G, Doğan OM, Doğan A, Ozer A, Bek B. Microhardness evaluation of resin composite polymerized by three different light sources. *Dent Mater J* 2007 Nov;26(6): 845-53.
- Jeong TS, Kim YR, Kim JH, Kim HI, Kwon YH. Effects of LEDs on microhardness and temperature rise of dental composite resins. *Dent Mater J* 2007 Nov; 26(6): 838-44.
- Knezević A, Tarle Z, Meniga A, Sutalo J, Pichler G, Ristić M Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes *J Oral Rehabil* 2001 Jun;28(6): 586-91.
- Knezevic A, Tarle Z, Meniga, Utalo JS, Pichler G. Influence of light intensity from different curing units upon composite temperature rise. *J Oral Rehabil* 2005 May;32(5): 362-7.
- Knezevic A, Zeljezic D, Kopjar N, Tarle Z. Cytotoxicity of composite materials polymerized with LED curing units. *Oper Dent* 2008 Jan-Feb; 33(1): 23-30.

- Kramer N, Lohbauer U, García-Godoy F, Frankenberger R. Light-curing units of resin-based composites in the LED era. *Am J Dent* 2008 Jun; 21(3): 135-42.
- Leloup G, Holvoet PE, Bebelman S, Devaux J. Raman scattering determination of the depth of cure of light-activated composites: influence of different clinically relevant parameters. *J Oral Rehab* 2002 Jun; 29(6): 510-5.
- Lohbauer U, Rahiotis C, Krämer N, Petschelt A, Eliades G. The effect of different light curing units on fatigue behavior and degree of conversion of a resin composite. *Dent Mater* 2005 Jul;21(7): 479-88.
- Marson FC, Mattos R, Sensi LG. Avaliação das condições de uso dos fotopolimerizadores. *Dentística on-line* 2008; 8(17): 48-57.
- Nalçacı A, Oztan MD, Yilmaz S. Cytotoxicity of composite resins polymerized with different curing methods. *Int Endod J* 2004 Feb; 37(2): 151-6.
- Paravina RD, Ontiveros JC, Powers JM. Curing dependent changes in color and translucency parameter of composite bleach shades. *J Esthet Restor Dent* 2002; 14(3): 158-66.
- Peris AR, Mitsui FH, Amaral CM, Ambrosano, GM, Pimenta LA. The effect of composite type on microhardness when using quartz-tungsten-halogen (QTH) or LED lights. *Oper Dent* 2005;Sep-Oct;30(5): 649-54.
- Peutzfeldt A, Asmussen E. Hardness of restorative resins: effect of camphorquinone, amine, and inhibitor *Acta Odontol Scand* 1989 Aug; 47(4): 229-31.
- Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res* 1999; 48 (5): 675-81.
- Ramp LC, Broome JC, Ramp MH Hardness and wear resistance of two resin composites cured with equivalent radiant exposure from a low irradiance LED and QTH light-curing units. *Am J Dent* 2006 Feb; 19(1): 31-6.

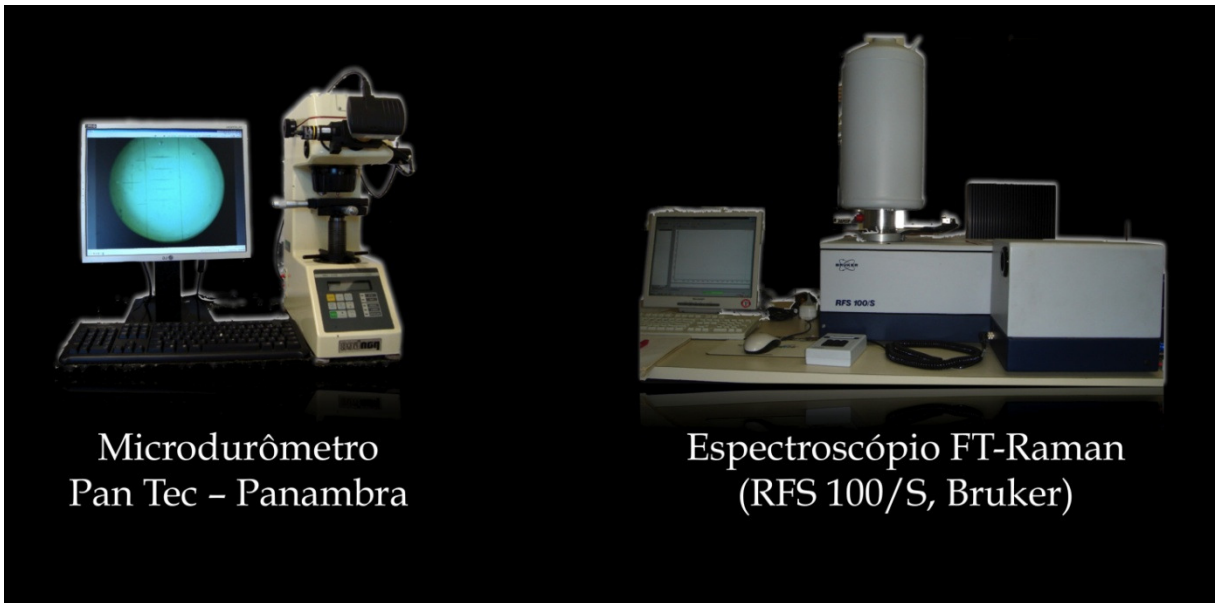
- Reis A, Loguercio AD. *Materiais dentários restauradores diretos – dos fundamentos à aplicação clínica*. São Paulo: Ed. Santos; 2007.
- Rode KM, Freitas P, Lloret PR, Powell LG, Turbino ML. Microhardness evaluation of a microhybrid composite resin light cured with halogen light, light-emitting diode and argon ion laser. *Lasers Med Sci* 2007 Dec 5 (doi 10.1007/s10103-007-0527-x).
- Rodrigues Jr, SA, Scherrer SS, Ferracane JL, Bona AD. Microstructural characterization and fracture behavior of a microhybrid and a nanofilled composite. *Dent Mater* 2008 Sep; 24(9): 1281-8.
- Rueggeberg FA, Ergle JW, Mettenburg DJ Polymerization depths of contemporary light-curing units using microhardness *J Esthet Dent* 2000; 12(6): 340-9.
- Schroeder WF, Vallo CI .Effect of different photoinitiator systems on conversion profiles of a model unfilled light-cured resin. *Dent Mater* 2007 Oct; 23(10): 1313-21.
- Schneider LFJ, Pfeifer CSC, Consani S, Pahl SA, Ferracane JL. Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. *Dent Mater* 2008 Sep; 24(9): 1169-77.
- Shin WS, Li XF, Schwartz B, Wunder SL, Baran GR. Determination of the degree of cure of dental resins using Raman and FT-Raman spectroscopy. *Dent Mater* 1993 Sep; 9(5): 317-24.
- Shortall AC. How light source and product shade influence cure depth for a contemporary composite. *J Oral Rehabil* 2005 Dec; 32(12): 906-11.
- Soh MS, Yap AU, Yu T, Shen ZX Analysis of the degree of conversion of LED and halogen lights using micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent* 2004 Sep-Oct; 29(5): 571-7.
- Soares LE, Martin AA, Barbosa Pinheiro AL. Degree of conversion of composite resin: a Raman study. *J Clin Laser Med Surg* 2003 Dec; 21(6): 357-62.

- St-Georges AJ, Swift EJ, Thompson JY, Heymann HO. Irradiance effects on the mechanical properties of universal hybrid and flowable hybrid resin composites. *Dent Mater* 2003 Jul; 19(5): 406-13.
- Stansbury JW. Curing dental resins and composites by photopolymerization. *J Esthet Dent* 2000;12(6): 300-8.
- Torno V, Soares P, Martin JMH, Mazur RF, Souza EM, Vieira S. Effects of irradiance, wavelength, and thermal emission of different light curing units on the Knoop and Vickers hardness of a composite resin *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2008 Apr; 85B(1): 166-71.
- Tsuda H, Arends J. Raman spectroscopy in dental research: a short review of recent studies. *Adv Dent Res* 1997 Nov; 11(4): 539-47.
- Yap AU, Soh MS, Han TT, Siow KS. Influence of curing lights and modes on cross-link density of dental composites. *Oper Dent* 2004 Jul-Aug; 29(4): 410-5.
- Wiggins KM, Hartung M, Althoff O, Christine W, Mitra SB. Curing performance of new-generation light-emitting diode dental curing unit. *J Am Dent Assoc* 2004 Oct; 135(10): 1471-79.
- Yazici AR, Kugel G, Gül G. The Knoop hardness of a composite resin polymerized with different curing lights and different modes. *J Contemp Dent Pract* 2007 Feb; 8(2): 52-59.
- Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composite by different light sources. *J Oral Rehab* 2002 Dec; 29(12): 1165-73.
- Yu B, Lee YK. Translucency of varied brand and shade of resin composites. *Am J Dent* 2008 Aug; 21(4): 229-32.
- Xu J, Butler IS, Gibson DFR, Stangel I. High-pressure infrared and FT-Raman investigation of a dental composite. *Biomaterials* 1997 Dec; 18(24): 1653-7.

Anexo 1- Confeção do corpo de prova



Anexo 2- Equipamentos utilizados



Microdurômetro
Pan Tec – Panambra

Espectroscópio FT-Raman
(RFS 100/S, Bruker)

Anexo 3- Análise Estatística- Microdureza Knoop

```
*****
*          SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA          *
*  Empresa de Pesquisa Agropecuaria de Minas Gerais-EPAMIG  *
*          ANALISE DA VARIAVEL DUREZA - ARQUIVO: SUPREM      *
*****
```

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: 2WAY
OBSERVACOES NAO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

```
-----
FATOR      NOME
-----
          A      FOTO
          B      OPACIDADE
-----
```

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

```
-----
CAUSAS DA VARIACAO   G.L.      S.Q.      Q.M.      VALOR F   PROB.>F
-----
          FOTO              1      907.1641812   907.1641812   21.2797   0.00011
          OPACIDADE         2      1.5638670     0.7819335     0.0183   0.98265
          FOT*COR           2      552.1616106   276.0808053   6.4761   0.00336
          RESIDUO           54      2302.0429702   42.6304254
-----
TOTAL                 59      3762.9326290
-----
```

MEDIA GERAL = 47.825001
COEFICIENTE DE VARIACAO = 13.652 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO

```
-----
NUM.ORDEM  NUM.TRAT.  NOME      NUM.REPET.  MEDIAS  MEDIAS ORIGINAIS  5%  1%
-----
1          2      LED       30          51.713336  51.713336        a   A
2          1      HALO     30          43.936669  43.936669        b   B
-----
```

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 3.38427 - D.M.S. 1% = 4.50361

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO DENTRO DE DA2 DO FATOR COR

```
-----
NUM.ORDEM  NUM.TRAT.  NOME      NUM.REPET.  MEDIAS  MEDIAS ORIGINAIS  5%  1%
-----
1          2      LED       10          55.960004  55.960004        a   A
2          1      HALO     10          39.630002  39.630002        b   B
-----
```

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO DENTRO DE EA2 DO FATOR COR

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 2 | LED | 10 | 50.080002 | 50.080002 | a | A |
| 2 | 1 | HALO | 10 | 45.990002 | 45.990002 | a | A |

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO DENTRO DE GT DO FATOR COR

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 2 | LED | 10 | 49.100003 | 49.100003 | a | A |
| 2 | 1 | HALO | 10 | 46.190002 | 46.190002 | a | A |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 5.86172 - D.M.S. 1% = 7.80049

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE OPACIDADE

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 2 | EA2 | 20 | 48.035002 | 48.035002 | a | A |
| 2 | 1 | DA2 | 20 | 47.795003 | 47.795003 | a | A |
| 3 | 3 | GT | 20 | 47.645003 | 47.645003 | a | A |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 4.98143 - D.M.S. 1% = 6.28810

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE OPACIDADE DENTRO DE HALO DO FATOR FOTO

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 3 | GT | 10 | 46.190002 | 46.190002 | a | A |
| 2 | 2 | EA2 | 10 | 45.990002 | 45.990002 | a | A |
| 3 | 1 | DA2 | 10 | 39.630002 | 39.630002 | a | A |

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE COR DENTRO DE LED DO FATOR FOTO

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 1 | DA2 | 10 | 55.960004 | 55.960004 | a | A |
| 2 | 2 | EA2 | 10 | 50.080002 | 50.080002 | a | A |
| 3 | 3 | GT | 10 | 49.100003 | 49.100003 | a | A |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 7.04480 - D.M.S. 1% = 8.89272

 * ANALISE DA VARIÁVEL MDUREZA - ARQUIVO: Opallis *

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

| CAUSAS DA VARIACAO | G.L. | S.Q. | Q.M. | VALOR F | PROB.>F |
|--------------------|------|--------------|--------------|---------|---------|
| FOTO | 1 | 1254.2810585 | 1254.2810585 | 67.0395 | 0.00001 |
| OPACITY | 2 | 94.9791476 | 47.4895738 | 2.5382 | 0.08656 |
| FOT*SHA | 2 | 647.2822624 | 323.6411312 | 17.2982 | 0.00002 |
| RESIDUO | 54 | 1010.3169661 | 18.7095734 | | |
| TOTAL | 59 | 3006.8594346 | | | |

MEDIA GERAL = 30.431168
 COEFICIENTE DE VARIACAO = 14.214 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 2 | LED | 30 | 35.003333 | 35.003333 | a | A |
| 2 | 1 | HAL | 30 | 25.859000 | 25.859000 | b | B |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 2.24201 - D.M.S. 1% = 2.98355

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO DENTRO DE DA2 DO FATOR OPACITY

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 2 | LED | 10 | 38.695999 | 38.695999 | a | A |
| 2 | 1 | HAL | 10 | 24.300002 | 24.300002 | b | B |

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO DENTRO DE EA2 DO FATOR OPACITY

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 2 | LED | 10 | 35.241998 | 35.241998 | a | A |
| 2 | 1 | HAL | 10 | 22.087000 | 22.087000 | b | B |

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO DENTRO DE TB DO FATOR OPACITY

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 1 | HAL | 10 | 31.189999 | 31.189999 | a | A |
| 2 | 2 | LED | 10 | 31.072000 | 31.072000 | a | A |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 3.88327 - D.M.S. 1% = 5.16766

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE OPACITY

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 1 | DA2 | 20 | 31.498000 | 31.498000 | a | A |
| 2 | 3 | TB | 20 | 31.131000 | 31.131000 | a | A |
| 3 | 2 | EA2 | 20 | 28.664499 | 28.664499 | a | A |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 3.30009 - D.M.S. 1% = 4.16574

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE OPACITY DENTRO DE HAL DO FATOR FOTO

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 3 | TB | 10 | 31.189999 | 31.189999 | a | A |

| | | | | | | | |
|---|---|-----|----|-----------|-----------|---|---|
| 2 | 1 | DA2 | 10 | 24.300002 | 24.300002 | b | B |
| 3 | 2 | EA2 | 10 | 22.087000 | 22.087000 | b | B |

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE OPACITY DENTRO DE LED DO FATOR FOTO

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 1 | DA2 | 10 | 38.695999 | 38.695999 | a | A |
| 2 | 2 | EA2 | 10 | 35.241998 | 35.241998 | ab | AB |
| 3 | 3 | TB | 10 | 31.072000 | 31.072000 | b | B |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 4.66703 - D.M.S. 1% = 5.89124

* ANALISE DA VARIABEL MDUREZA - ARQUIVO: CHARISMA *

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

| CAUSAS DA VARIACAO | G.L. | S.Q. | Q.M. | VALOR F | PROB.>F |
|--------------------|------|-----------|-----------|---------|---------|
| FOTO | 1 | 0.0073483 | 0.0073483 | 2.1655 | 0.14325 |
| OPACITY | 2 | 0.0045194 | 0.0022597 | 0.6659 | 0.52249 |
| FOT*SHA | 2 | 0.0045853 | 0.0022927 | 0.6756 | 0.51756 |
| RESIDUO | 54 | 0.1832422 | 0.0033934 | | |
| TOTAL | 59 | 0.1996952 | | | |

MEDIA GERAL = 0.053460

COEFICIENTE DE VARIACAO = 108.965 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|----------|------------------|----|----|
| 1 | 1 | HALO | 30 | 0.064527 | 0.064527 | a | A |
| 2 | 2 | LED | 30 | 0.042393 | 0.042393 | a | A |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 0.03019 - D.M.S. 1% = 0.04018

MEDIAS DO FATOR FOTO DENTRO DE OA2 DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|----------|------------------|
| 1 | HALO | 10 | 0.088860 | 0.088860 |
| 2 | LED | 10 | 0.042390 | 0.042390 |

MEDIAS DO FATOR FOTO DENTRO DE A2 DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|----------|------------------|
| 1 | HALO | 10 | 0.052840 | 0.052840 |
| 2 | LED | 10 | 0.039090 | 0.039090 |

 MEDIAS DO FATOR FOTO DENTRO DE TRANS DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|----------|------------------|
| 1 | HALO | 10 | 0.051880 | 0.051880 |
| 2 | LED | 10 | 0.045700 | 0.045700 |

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE OPACITY

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|-------|------------|----------|------------------|----|----|
| 1 | 1 | OA2 | 20 | 0.065625 | 0.065625 | a | A |
| 2 | 3 | TRANS | 20 | 0.048790 | 0.048790 | a | A |
| 3 | 2 | A2 | 20 | 0.045965 | 0.045965 | a | A |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 0.04444 - D.M.S. 1% = 0.05610

MEDIAS DO FATOR OPACITY DENTRO DE HALO DO FATOR FOTO

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|-------|------------|----------|------------------|
| 1 | OA2 | 10 | 0.088860 | 0.088860 |
| 2 | A2 | 10 | 0.052840 | 0.052840 |
| 3 | TRANS | 10 | 0.051880 | 0.051880 |

MEDIAS DO FATOR OPACITY DENTRO DE LED DO FATOR FOTO

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|-------|------------|----------|------------------|
| 1 | OA2 | 10 | 0.042390 | 0.042390 |
| 2 | A2 | 10 | 0.039090 | 0.039090 |
| 3 | TRANS | 10 | 0.045700 | 0.045700 |

Anexo 4- Grau de Conversão

```
*****
*          SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA          *
*  Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado  *
*  Empresa de Pesquisa Agropecuaria de Minas Gerais-EPAMIG *
*          ANALISE DA VARIAVEL GC - ARQUIVO: GCFSUP          *
*****
```

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

| CAUSAS DA VARIACAO | G.L. | S.Q. | Q.M. | VALOR F | PROB.>F |
|--------------------|------|--------------|-------------|---------|---------|
| OPACITY | 2 | 678.2714619 | 339.1357310 | 23.2160 | 0.00002 |
| FONTE | 1 | 13.6012676 | 13.6012676 | 0.9311 | 0.65389 |
| SHA*FON | 2 | 55.3306899 | 27.6653450 | 1.8939 | 0.17081 |
| RESIDUO | 24 | 350.5884499 | 14.6078521 | | |
| TOTAL | 29 | 1097.7918693 | | | |

MEDIA GERAL = 57.660000
 COEFICIENTE DE VARIACAO = 6.629 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE OPACITY

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 3 | GT | 10 | 64.299997 | 64.299997 | a | A |
| 2 | 2 | EA2 | 10 | 55.260001 | 55.260001 | b | B |
| 3 | 1 | DA2 | 10 | 53.420001 | 53.420001 | b | B |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 4.26646 - D.M.S. 1% = 5.49926

MEDIAS DO FATOR OPACITY DENTRO DE HALO DO FATOR FONTE

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | DA2 | 5 | 50.840002 | 50.840002 |
| 2 | EA2 | 5 | 55.340002 | 55.340002 |
| 3 | GT | 5 | 64.779999 | 64.779999 |

MEDIAS DO FATOR OPACITY DENTRO DE LED DO FATOR FONTE

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | DA2 | 5 | 56.000000 | 56.000000 |

| | | | | |
|---|-----|---|-----------|-----------|
| 2 | EA2 | 5 | 55.179999 | 55.179999 |
| 3 | GT | 5 | 63.819995 | 63.819995 |

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FONTE

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 2 | LED | 15 | 58.333331 | 58.333331 | a | A |
| 2 | 1 | HALO | 15 | 56.986668 | 56.986668 | a | A |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 2.88158 - D.M.S. 1% = 3.90789

MEDIAS DO FATOR FONTE DENTRO DE DA2 DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | HALO | 5 | 50.840002 | 50.840002 |
| 2 | LED | 5 | 56.000000 | 56.000000 |

MEDIAS DO FATOR FONTE DENTRO DE EA2 DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | HALO | 5 | 55.340002 | 55.340002 |
| 2 | LED | 5 | 55.179999 | 55.179999 |

MEDIAS DO FATOR FONTE DENTRO DE GT DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | HALO | 5 | 64.779999 | 64.779999 |
| 2 | LED | 5 | 63.819995 | 63.819995 |

 * ANALISE DA VARIÁVEL GC - ARQUIVO: GCOPAL *

OPALLIS

QUADRO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

| CAUSAS DA VARIACAO | G.L. | S.Q. | Q.M. | VALOR F | PROB.>F |
|--------------------|------|-------------|-------------|---------|---------|
| OPACITY | 2 | 305.3735747 | 152.6867874 | 9.0148 | 0.00151 |
| FOTO | 1 | 133.9831049 | 133.9831049 | 7.9105 | 0.00941 |
| SHA*FOT | 2 | 73.9968694 | 36.9984347 | 2.1844 | 0.13282 |
| RESIDUO | 24 | 406.4984611 | 16.9374359 | | |
| TOTAL | 29 | 919.8520102 | | | |

MEDIA GERAL = 57.740002

COEFICIENTE DE VARIACAO = 7.128 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE OPACITY

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 1 | DA2 | 10 | 61.499997 | 61.499997 | a | A |
| 2 | 2 | EA2 | 10 | 58.020001 | 58.020001 | ab | AB |
| 3 | 3 | TB | 10 | 53.700000 | 53.700000 | b | B |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 4.59408 - D.M.S. 1% = 5.92155

MEDIAS DO FATOR OPACITY DENTRO DE HALO DO FATOR FOTO

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | DA2 | 5 | 58.119995 | 58.119995 |
| 2 | EA2 | 5 | 54.960004 | 54.960004 |
| 3 | TB | 5 | 53.800000 | 53.800000 |

MEDIAS DO FATOR OPACITY DENTRO DE LED DO FATOR FOTO

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | DA2 | 5 | 64.879999 | 64.879999 |
| 2 | EA2 | 5 | 61.079999 | 61.079999 |
| 3 | TB | 5 | 53.600000 | 53.600000 |

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 2 | LED | 15 | 59.853333 | 59.853333 | a | A |
| 2 | 1 | HALO | 15 | 55.626666 | 55.626666 | b | B |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 3.10285 - D.M.S. 1% = 4.20798

MEDIAS DO FATOR FOTO DENTRO DE DA2 DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | HALO | 5 | 58.119995 | 58.119995 |
| 2 | LED | 5 | 64.879999 | 64.879999 |

MEDIAS DO FATOR FOTO DENTRO DE EA2 DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | HALO | 5 | 54.960004 | 54.960004 |
| 2 | LED | 5 | 61.079999 | 61.079999 |

MEDIAS DO FATOR FOTO DENTRO DE TB DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | HALO | 5 | 53.800000 | 53.800000 |
| 2 | LED | 5 | 53.600000 | 53.600000 |

 * ANALISE DA VARIÁVEL GC - ARQUIVO: GCCHAR *

QUADRO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

| CAUSAS DA VARIACAO | G.L. | S.Q. | Q.M. | VALOR F | PROB.>F |
|--------------------|------|-------------|------------|---------|---------|
| OPACITY | 2 | 27.0952596 | 13.5476298 | 0.6632 | 0.52866 |
| FOTO | 1 | 37.4075856 | 37.4075856 | 1.8312 | 0.18584 |
| SHA*FOT | 2 | 4.8353681 | 2.4176840 | 0.1184 | 0.88856 |
| RESIDUO | 24 | 490.2647848 | 20.4276994 | | |

TOTAL 29 559.6029981

MEDIA GERAL = 46.770000

COEFICIENTE DE VARIACAO = 9.664 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE OPACITY

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 2 | A2 | 10 | 47.529999 | 47.529999 | a | A |
| 2 | 3 | INC | 10 | 47.350000 | 47.350000 | a | A |
| 3 | 1 | OA2 | 10 | 45.430000 | 45.430000 | a | A |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 5.04527 - D.M.S. 1% = 6.50311

MEDIAS DO FATOR OPACITY DENTRO DE HALO DO FATOR FOTO

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | OA2 | 5 | 46.500000 | 46.500000 |
| 2 | A2 | 5 | 48.179999 | 48.179999 |
| 3 | INC | 5 | 48.979999 | 48.979999 |

MEDIAS DO FATOR OPACITY DENTRO DE LED DO FATOR FOTO

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | OA2 | 5 | 44.360001 | 44.360001 |
| 2 | A2 | 5 | 46.879999 | 46.879999 |
| 3 | INC | 5 | 45.720001 | 45.720001 |

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE FOTO

| NUM.ORDEM | NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS | 5% | 1% |
|-----------|-----------|------|------------|-----------|------------------|----|----|
| 1 | 1 | HALO | 15 | 47.886666 | 47.886666 | a | A |
| 2 | 2 | LED | 15 | 45.653334 | 45.653334 | a | A |

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 3.40759 - D.M.S. 1% = 4.62125

MEDIAS DO FATOR FOTO DENTRO DE OA2 DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | HALO | 5 | 46.500000 | 46.500000 |
| 2 | LED | 5 | 44.360001 | 44.360001 |

MEDIAS DO FATOR FOTO DENTRO DE A2 DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | HALO | 5 | 48.179999 | 48.179999 |
| 2 | LED | 5 | 46.879999 | 46.879999 |

MEDIAS DO FATOR FOTO DENTRO DE INC DO FATOR OPACITY

| NUM.TRAT. | NOME | NUM.REPET. | MEDIAS | MEDIAS ORIGINAIS |
|-----------|------|------------|-----------|------------------|
| 1 | HALO | 5 | 48.979999 | 48.979999 |
| 2 | LED | 5 | 45.720001 | 45.720001 |