

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

ANDRÉS FERNANDO MONTENEGRO ARANA

EFEITO DA DENSIDADE DE ENERGIA DE FOTOATIVADORES DE ALTA
POTÊNCIA NAS PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS DE UMA RESINA
ORTODÔNTICA

PONTA GROSSA

2017

ANDRÉS FERNANDO MONTENEGRO ARANA

**EFEITO DA DENSIDADE DE ENERGIA DE FOTOATIVADORES DE ALTA
POTÊNCIA NAS PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS DE UMA RESINA
ORTODÔNTICA**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação *Stricto sensu* em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Odontologia, área de concentração em Clínica Integrada, linha de pesquisa de Propriedades Físico-químicas e Biológicas de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Vitor Farago

Coorientador: Prof. Dr. César Augusto Galvão Arrais

PONTA GROSSA

2017

Ficha Catalográfica
Elaborada pelo Setor de Tratamento da Informação BICEN/UEPG

A662e Arana, Andrés Fernando Montenegro
 Efeito da densidade de energia de
 fotoativadores de alta potência nas
 propriedades físico-mecânicas de uma
 resina ortodôntica/ Andrés Fernando
 Montenegro Arana. Ponta Grossa, 2017.
 146f.

 Tese (Doutorado em Odontologia - Área
 de Concentração: Clínica Integrada),
 Universidade Estadual de Ponta Grossa.
 Orientador: Prof. Dr. Paulo Vitor
 Farago.
 Coorientador: Prof. Dr. César Augusto
 Galvão Arrais.

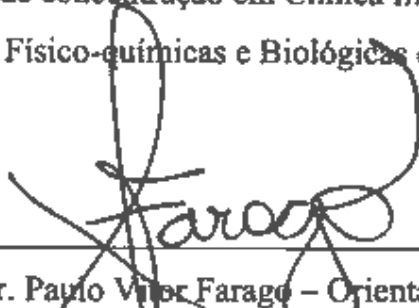
 1.Aparelhos ortodôntico. 2.Brackets
 ortodônticos. 3.Colagem de braquetes.
 4.Cimentos ortodônticos. 5.Grau de
 conversão. I.Farago, Paulo Vitor. II.
 Arrais, César Augusto Galvão. III.
 Universidade Estadual de Ponta Grossa.
 Doutorado em Odontologia. IV. T.

CDD: 617.6

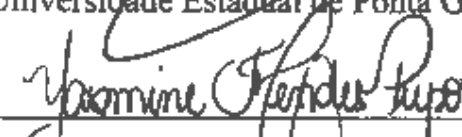
ANDRÉS FERNANDO MONTENEGRO ARANA

**EFEITO DA DENSIDADE DE ENERGIA DE FOTOATIVADORES DE ALTA
POTÊNCIA NAS PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS DE UMA RESINA
ORTODÔNTICA**

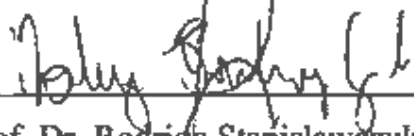
Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação *Stricto sensu* em Odontologia da
Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito parcial à obtenção do título de
doutor em Odontologia, área de concentração em Clínica Integrada, linha de pesquisa
de Propriedades Físico-químicas e Biológicas de Materiais.



Prof. Dr. Paulo Vitor Farago – Orientador
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dra. Yasmirne Mendes Pupo
Universidade Federal do Paraná



Prof. Dr. Rodrigo Stanislawczuk
Centro de Ensino Superior dos Campos Gerais



Prof. Dra. Giovana Mongruel Gomes
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Ulisses Coelho
Universidade Estadual de Ponta Grossa

Ponta Grossa, 16 de outubro de 2017.

DADOS CURRICULARES

Andrés Fernando Montenegro Arana

NASCIMENTO 04.12.1989

Santiago de Cali – Colômbia

FILIAÇÃO

Diana Fernando Arana Gordillo

Julio Fernando Montenegro Beltran (*in memoriam*)

2006 - 2011

Curso de Graduação em Odontologia - Universidad Santiago de Cali (USC), Cali – Colômbia

2012 - 2014

Curso de Pós-graduação em Odontologia, área de concentração em Clínica Integrada. Nível Mestrado. Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), Ponta Grossa – Brasil.

2014 - 2017

Curso de Pós-graduação em Odontologia, área de concentração em Ortodontia. Nível especialização. Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), Ponta Grossa – Brasil.

2014 – 2017

Curso de Pós-graduação em Odontologia, área de concentração em Clínica Integrada. Nível Doutorado. Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), Ponta Grossa – Brasil.

Dedico esta tese de doutorado aos meus pais,
Fernando (*in memoriam*) e Diana,
aos meus irmãos, Natalia e
Sebastian.

AGRADECIMENTOS

Agradeço, em especial, a este maravilhoso país, O **BRASIL**, por ter me permitido estudar e conhecer a sua cultura.

Ao meu orientador, Professor Doutor **Paulo Vitor Farago**, por ter me acompanhado no crescimento pessoal e profissional. Obrigado pela ajuda, paciência, companhia e amizade.

Ao Professor Doutor **Cesar Augusto Galvão Arrais**, pela grande ajuda na realização deste trabalho.

Aos Professores Doutores **João Carlos Gomes** e **Osnara Maria Mongruel Gomes**, por terem-me permitido fazer parte do Programa de Pós-graduação em Odontologia da prestigiosa Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Ao Professor Doutor **Ulisses Coelho**, pelo carinho, conhecimentos transmitidos e oportunidades que me deu ao longo destes anos. Considero você como um segundo pai que o Brasil me deu.

Aos meus **pais**, pelo amor incondicional e por sempre me ajudar a seguir adiante com todos os meus projetos.

Ao meu Pai, **Julio Fernando Montenegro Arana**, *in memoriam*, que lá do céu está sempre me acompanhando, e à minha mãe, **Diana Fernanda Arana Gordillo**, pessoa de valores, uma grande mulher e mãe.

Aos meus irmãos, **Natalia Montenegro** e **Sebastian Montenegro**, pelo apoio e amor a distância.

A minha avó, **Nohemy Gordillo**, pelas longas horas no telefone escutando o desabafo, pelas palavras de motivação, obrigado de coração.

A meu avô, **Gonzalo Arana**, *in memoriam*, que foi a pessoa que mais me apoiou nestes anos de estudo, a pessoa que foi como um pai durante minha infância. Obrigado pelas palavras e momentos felizes que compartilhamos juntos.

A os meus tios, **Gonzalo Arana** e **Luis Alfonso Arana**, por terem me motivado a realizar meus sonhos, muito obrigado.

A minha noiva, **Barbara Justus**, pela força, apoio, palavras e ajuda na

realização deste estudo.

Aos meus amigos latinos, em especial, ao **Carlos Andrés Dávila Sanchez**, **Camilo Pulido** e **Luisa Alegria**. Por vocês terem convivido comigo, como família, ao longo destes anos, por terem me brindado com a amizade incondicional e por terem me ajudado na realização desta tese.

A Professora **Michelle Oliveira** pela ajuda com os ensaios na Universidade de Guarulhos, ao seu marido **Fabio** e ao seu filho **Dudu**.

A **Universidade Estadual de Ponta Grossa**, pela oportunidade de fazer parte do Programa de Pós-graduação em Odontologia.

A **Universidade Guarulhos (UNG)**, pela oportunidade de realizar parte do meu trabalho de Tese, no seu laboratório de pesquisa do Programa de Pós-graduação em Odontologia.

Muito obrigado.

RESUMO

Montenegro, A.F. **Efeito da densidade de energia de fotoativadores de alta potência nas propriedades físico-mecânicas de uma resina ortodôntica.** [Tese - Doutorado em Odontologia – Área de Concentração Clínica Integrada – Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2017]

O objetivo deste estudo foi verificar o efeito da densidade de energia e o tempo de exposição de fotopolimerizadores LED de terceira geração em uma resina ortodôntica disponível comercialmente nos valores de microdureza, cisalhamento, índice de remanescente de resina e grau de conversão. Para tanto, foram realizados 3 experimentos: Experimento 1, o objetivo foi avaliar o grau de conversão (DC) e microdureza vickers (MHV) da resina ortodôntica utilizando dois LEDs de terceira geração, assim como, protocolos de fotoativação diferentes. Foram necessários 80 *brackets* cerâmicos e 80 *brackets* metálicos, sendo divididos em 16 grupos experimentais (n=10) tendo os seguintes grupos para cada LED: um grupo controle, diminuição da metade do tempo de exposição do grupo controle, um quarto do tempo do grupo controle, função turbo ou plasma para os LEDs Bluephase e Valo, respectivamente. Imediatamente após a polimerização, foram realizados os ensaios de DC e MHV. O experimento 2, objetivou verificar a influência de diferentes densidades de energia emitidas por dois fotoativadores LED de alta potência nas propriedades físicas e mecânicas de uma resina ortodôntica em *brackets* metálicos. Foram necessários 80 pré-molares superiores, sendo usadas as superfícies vestibulares dos dentes para a colagem dos 80 *brackets* metálicos. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 8 grupos experimentais (n=10), sendo: um grupo controle, redução da metade do tempo de exposição do grupo controle, um quarto do tempo do grupo controle, função plasma ou turbo para cada LED estudado, sendo Valo e Bluephase. Após 24 horas da polimerização, foram realizados os testes de cisalhamento (SBS), índice remanescente de resina (ARI) e MHV. O objetivo do experimento 3 foi verificar a influência de diferentes densidades de energia depositadas por dois fotoativadores LED diferentes de alta potência nas propriedades físicas e mecânicas de uma resina ortodôntica em *brackets* cerâmicos. Foram necessários 80 dentes pré-molares superiores hígidos, sendo utilizadas as superfícies linguais ou palatinas dos dentes para colagem dos 80 *brackets*

cerâmicos. Os dentes foram divididos aleatoriamente em 8 grupos experimentais (n=10), foram formados grupos iguais para cada LED Valo e Bluephase: um grupo controle, diminuição da metade do tempo de exposição do grupo controle, um quarto do tempo do grupo controle, função turbo do LED Bluephase ou plasma do LED Valo. Após 24 horas da polimerização, foram realizados os testes de SBS, ARI e MHV. Os resultados de cada experimento foram analisados através de testes estatísticos específicos, para determinar se houve ou não diferença estatisticamente significativa. Para o experimento 1 foram realizados ANOVA de duas vias e teste de Tukey ($\alpha=0,05$), para o experimento 2 e 3 foram realizados Anova de duas vias com testes de Tukey ($\alpha=0,05$). O experimento 1 mostrou que os grupos dos *brackets* cerâmicos tem baixa variação, porém pequenas mudanças no aumento dos valores da energia aplicada em Joules totais aumentam os valores de DC e MHV, nos *brackets* metálicos pelo fato de impedir a passagem da luz o DC e HVK diminuem significativamente, permanecendo dentro dos parâmetros considerados normais. O experimento 2 mostrou que ambos LED utilizados foram efetivos tanto na função standard como na turbo ou plasma, sendo que as funções turbo ou plasma ofereceram resultados similares aos do controle, efetivando mesmo com a redução do tempo para a polimerização dos *brackets* metálicos. No experimento 3 não houve diferença estatisticamente significativa nos grupos analisados. Os LEDs estudados proporcionaram valores suficientes de Joules em alguns grupos experimentais sendo este suficiente para atingir bons valores no DC, SBS e MHV. O uso de LEDs com uma potência adequada, sendo o mínimo de 1200 mW/cm², ou o uso de uma potência elevada de entre 2400 a 3200 mW/cm² e um curto período de tempo de exposição entre 3 a 6 segundos, são efetivos para a colagem de acessórios ortodônticos.

Palavras-chave: *Aparelhos Ortodôntico. Brackets Ortodônticos. Colagem de braquetes. Cimentos ortodônticos. Grau de conversão. Microdureza. Resistência ao Cisalhamento. Ortodontia.*

ABSTRACT

Montenegro, A.F. **Effect of the energy density of high power photo activators on the physical-mechanical properties of an orthodontic resin.** [Tese - Doutorado em Odontologia – Área de Concentração Clínica Integrada – Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2017]

The objective of this study was to verify the effect of energy density and the time of exposure of third generation LED light curing agents on a commercially available orthodontic resin in the values of microhardness, shear, resin remaining index and degree of conversion. Three experiments were carried out: Experiment 1, the objective was to evaluate the degree of conversion (DC) and microhardness vickers (MHV) of the orthodontic resin using two third generation LEDs, as well as different photoactivation protocols. 80 ceramic brackets and 80 metallic brackets were required and divided into 16 experimental groups (n=10), with the following groups for each LED: control group, one half, one quarter of the control group time, turbo or plasma function for the Bluephase and Valo LEDs, respectively. Immediately after the polymerization, the DC and MHV assays of the specimens were performed. The experiment 2, aimed to verify the influence of different energy densities emitted by two high power LED photoactivators on the physical and mechanical properties of an orthodontic resin in metallic brackets. For this experiment, 80 carious cavity-free, superior human premolar teeth were used, and the buccal surfaces of the teeth were used for the bonding of the 80 metal brackets. The teeth were randomly divided into 8 experimental groups (n=10), with the following groups being a control group, half the time of exposure of the control group, one quarter of the time in the control group, plasma or turbo function for each LED studied, being Valo and Bluephase. After polymerization, the teeth and specimens were stored 24h at 37°C to perform the shear tests (SBS), resin remaining index (ARI) and MHV. The objective of experiment 3 was to verify the influence of different energy densities deposited by two different LED light-curing on the physical and mechanical properties of an orthodontic resin in ceramic brackets. For this experiment, it was necessary to have 80 carious free upper premolar human teeth, using the lingual or palatine surfaces of the teeth for bonding the 80 ceramic brackets. The teeth were randomly divided into 8 experimental groups (n=10), equal groups were formed for

each Valo and Bluephase LEDs: one control group, one half-time control group exposure time, one-fourth time control group, function LED Bluephase turbo or LED Valo Plasma. After polymerization, the teeth and specimens were stored 24 hours at 37°C to perform the SBS, ARI and MHV tests. The results of each experiment were analyzed by specific statistical tests to determine whether or not there was a statistically significant difference. For experiment 1, 2 and two-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha=0.05$) were performed. Experiment 1 showed that the groups of ceramic brackets have low variation, but small changes in the increase of the values of the applied energy in total Joules increase the values of DC and MHV in the metallic brackets because it prevents the passage of light the DC and HVK decrease significantly, remaining within the parameters considered normal. Experiment 2 showed that both LEDs were effective both in the standard function and in the turbo or plasma, and the turbo or plasma functions gave similar results to the control, even effecting with the reduction of the time for the polymerization of the metal brackets. In the experiment 3 there was no statistically significant difference in the analyzed groups. The studied LEDs provided sufficient values of Joules in some experimental groups being sufficient to reach good values in DC, SBS and HVK. The use of LEDs with adequate power, being at least 1000 mW/cm², or the use of a high power of between 2400 and 3200 mW/cm² and a short period of exposure of between 3 to 6 seconds, are sufficient for the bonding of orthodontic accessories.

Key-words: Degree of conversion. Microhardness. Orthodontics. Orthodontic bracket. Orthodontic resin. Orthodontic Appliances. Orthodontic Brackets Photopolimerization. Shear Strength.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURAS

Figura 1. A) *Bracket* metálico posicionado na placa de vidro com fundo branco, após aplicação de pressão no islot vestibular para garantir a remoção dos excessos de resina; B) *Bracket* cerâmico posicionado na placa de vidro com fundo branco, após aplicação de pressão no islot vestibular para garantir a remoção dos excessos de resina. 33

Figura 2. A) *Brackets* metálicos e cerâmicos posicionados em uma placa de vidro com fundo branco. B) Corpo de prova segurado por pinça matie para facilitar a descolagem da placa de vidro e transporte. C) Cera de utilidade sobre placa de vidro pronta para receber os corpos de prova. D) Imersão do corpo de prova na cera. E) Com ajuda das duas placas de vidro a superfície paralela da resina no verso do *bracket* foi pressionada até a face vestibular do *bracket* estar em íntimo contato com a placa de vidro. F) Verificação do íntimo contato da face vestibular do *bracket* com a placa de vidro. G) Posicionamento do corpo de prova devidamente inserido na cera e com uma base fixa, neste momento o foco do visor do microdurômetro foi calibrado. H) Momento da realização das indentações na resina ortodôntica posicionada no verso do *bracket*. I) Esquema representando os grupos experimentais dos *brackets* metálicos. K) Esquema representando os grupos experimentais dos *brackets* cerâmicos. 35

Figura 3. A) FTIR utilizado para as análises do grau de conversão. B) Câmera onde foram colocados os corpos de prova para realizar as leituras. C) Macro fotografia da mesa de diamante puro onde foram posicionados os corpos de prova. D) Seleção dos *brackets* metálicos e cerâmicos para as análises e confecção dos corpos de prova. E) Sequência detalhada das análises do grau de conversão onde a superfície de retenção mecânica dos *brackets* foi removida e polida. A resina ortodôntica foi posicionada, com ajuda de uma porta *brackets* e os corpos de prova foram levados na mesa de diamante do

FTIR. Aplicada uma pressão no islote do *bracket*, removido os excessos de resina ao redor do *bracket* e polimerizado segundo os grupos experimentais. Após 7 minutos de análise, os dados foram armazenados e tratados para verificar o DC. F) De igual maneira que o item E, foram realizadas a sequência para os *brackets* cerâmicos. G) Tanto para os *brackets* metálicos quanto cerâmicos, a resina utilizada foi removida da mesa de diamante. H) Com ajuda de um estilete esta resina foi facilmente removida, pesada e medida para padronizar a quantidade de resina aplicada em cada corpo de prova. I) Mesa de diamante pronta para as próximas análises. 37

Figura 4. Espectro ilustrativo de FTIR exibindo as ligações duplas alifáticas e aromáticas de carbono antes (A) e após (B) a polimerização da resina ortodôntica. 39

Figura 5. Ensaio de cisalhamento. A) Corpo de prova pronto para receber a colagem dos *brackets* metálicos na superfície vestibular para o Experimento 2 e cerâmicos na superfície palatina para o Experimento 3. B) Posicionamento do *bracket* padronizado por um mesmo operador aplicando força até o acessório encostar na superfície do esmalte dentário. C) Antes da polimerização os excessos de resina foram removidos e posteriormente polimerizados segundo os grupos experimentais. D) Verificado o correto posicionamento dos *brackets*. E) Ponta da máquina de ensaios universais aplicando uma força vertical diretamente na borda superior do *bracket* e não sobre o esmalte dentário. F) Remanescente de resina após o ensaio de cisalhamento. G) Close-up onde pode ser verificado o índice de remanescente de resina dos grupos experimentais. 47

Figura 6. Índice de remanescente de resina de todos os dentes após ensaio de cisalhamento (ARI). A) Score 0: onde a fratura ocorreu na interfase resina e esmalte ficando sem resina na superfície do esmalte dental. B) Score 1: onde ficou menos do que o 50% da resina na superfície do esmalte dental C) Score 2: houve mais do que o 50% da resina remanescente na superfície do esmalte. D) Score 3: o 100% da resina ficou na superfície do esmalte dental. 48

Figura 7. Sequência das análises de microdureza para os Experimentos 2 e 3. A) *Brackets* metálicos do Experimento 2 e cerâmicos do Experimento 3 posicionados em uma placa de vidro com fundo branco. B) Corpo de prova segurado por pinça matie para facilitar a descolagem da placa de vidro após fotopolimerização e transporte. C) Cera de utilidade sobre placa de vidro pronta para receber os corpos de prova. D) Imersão do corpo de prova na cera. E) Com ajuda das duas placas de vidro a superfície paralela da resina no verso do *bracket* foi pressionada até a face vestibular do *bracket* estar em íntimo contato com a placa de vidro. F) Verificação do íntimo contato da face vestibular do *bracket* com a placa de vidro. G) Posicionamento do corpo de prova devidamente inserido na cera e com uma base fixa, neste momento o foco do visor do microdurômetro foi calibrado. H) Momento da realização das indentações na resina ortodôntica posicionada no verso do *bracket*. I) Esquema representando os grupos experimentais dos *brackets* metálicos. J) Esquema representando os grupos experimentais dos *brackets* cerâmicos....50

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Materiais utilizados para condicionamento do esmalte dentário, primer e resina para colagem, fabricante e composição*	28
Tabela 2. Descrição dos grupos experimentais do experimento 1.....	31
Tabela 3. Descrição detalhada da polimerização dos tratamentos realizados nos grupos experimentais do LED Valo.....	32
Tabela 4. Descrição detalhada da polimerização dos tratamentos realizados nos grupos experimentais do LED Bluephase.....	32
Tabela 5. Descrição dos grupos experimentais do experimento 2.....	43
Tabela 6. Descrição dos grupos experimentais do experimento 3.....	44
Tabela 7. Descrição detalhada da polimerização dos tratamentos realizados nos grupos experimentais de <i>brackets</i> metálicos.....	45
Tabela 8. Descrição detalhada da polimerização dos tratamentos realizados nos grupos experimentais de <i>brackets</i> cerâmicos.....	45

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA	Análise de variância
ARI	Índice de adesivo e/ou resina remanescente
BDH	Banco de Dentes Humanos
Bis-GMA	bisfenol A-metacrilato de glicidila
COEP	Comissão de Ética em Pesquisa
DC	Grau de conversão
ED	Densidade de energia
FTIR	Espectroscopia na região infravermelho transformada Fourier
g	Gramma (s)
grf	Gramas força
h	Hora (s)
HVK	Microdureza vickers
LED	Diodo emissor de luz
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
min	Minuto (s)
mL	Mililitro (s)
mm	Milímetro (s)
mm/min	Milímetro (s) por minuto
mm²	Milímetro (s) quadrado (s)
MMA	Metacrilato de metila
MPa	Megapascal (is)
mW	Miliwatts
mW/cm²	Miliwatts por centímetro quadrado
N	Newton (s)
n	Número amostral
PVC	Policloreto de vinila
RU	Resistência de união
s	Segundo (s)
SBS	Resistência ao cisalhamento

TEGDMA	Trietilen glicol dimetacrilato
UDMA	Uretano dimetacrilato
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa
UNG	Universidade de Guarulhos
μ	Micrômetro (s)

LISTA DE SÍMBOLOS

α	Alfa nível de significância
$\text{C}=\text{C}$	Dupla ligação química carbono-carbono
$\text{C}=\text{O}$	Dupla ligação química carbono-oxigênio
$^{\circ}\text{C}$	Grau (s) Celsius
$>$	Maior
$\pm$	Mais ou menos
$\text{\textcircled{R}}$	Marca Registrada
$<$	Menor
$\#$	Número
$\%$	Porcentagem

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	20
2	PROPOSIÇÃO	26
2.1	PROPOSIÇÃO GERAL.....	26
2.2	PROPOSIÇÕES ESPECÍFICAS	26
3	MATERIAL E MÉTODOS.....	27
4	EXPERIMENTO 1	28
4.1	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E MATERIAIS UTILIZADOS.....	28
4.2	CALIBRAGEM DOS LEDs E DENSIDADE DE ENERGIA	29
4.3	GRUPOS EXPERIMENTAIS	29
4.4	OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA MICRODUREZA.....	32
4.4.1	ANÁLISE DA MICRODUREZA.....	33
4.5	OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA GRAU DE CONVERSÃO	36
4.5.1	ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO	38
4.6	ANÁLISE ESTATÍSTICA	39
5	EXPERIMENTOS 2 E 3.....	40
5.1	OBTENÇÃO DOS DENTES HUMANOS.....	40
5.2	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E MATERIAIS UTILIZADOS.....	40
5.3	CALIBRAGEM DOS LEDs E DENSIDADE DE ENERGIA	40
5.4	GRUPOS EXPERIMENTAIS	40
5.4.1	COLAGEM DOS <i>BRACKETS</i>.....	45

5.5	RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO	46
5.6	ÍNDICE DE ADESIVO E/OU RESINA REMANESCENTE (ARI).....	47
5.7	ANÁLISE DE MICRODUREZA	48
5.8	ANÁLISE ESTATÍSTICA	49
6	CAPÍTULOS	51
6.1	ARTIGO 1 - Kinetics of polymerization, degree of conversion and microhardness of orthodontic resin using different values of radiant exposure and LED curing lights.	52
6.2	ARTIGO 2 - Influence of variation of radiant exposure values on shear strength and microhardness of orthodontic resin for bonding metallic orthodontic accessories.	80
6.3	ARTIGO 3 - Influence of the variation of radiant exposure values on shear strength and microhardness of orthodontic resin for bonding ceramic orthodontic appliances.....	104
7	DISCUSSÃO.....	128
8	CONCLUSÃO	135
	REFERÊNCIAS¹	136
	ANEXO A	143
	Aprovação do projeto pela Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa. COEP - UEPG	143

1 INTRODUÇÃO

Antigamente, técnicas complexas para a montagem do aparelho ortodôntico eram necessárias, pois o uso de bandas ortodônticas em todos os dentes para a fixação facilitava os movimentos ortodônticos. Porém, os materiais aumentavam o índice de cáries, acarretavam irritação dos tecidos de suporte dos dentes, geravam deterioração das superfícies dos dentes, assim como, prejuízo à estética em geral (Eliades¹ 2006; Eliades² 2007).

O avanço da odontologia adesiva, iniciada com o condicionamento ácido introduzido por (Buonocore³ 1955), proporcionou mudanças na prática odontológica, isto possibilitou o uso de materiais restauradores à base de polímeros e, posteriormente, a cimentação de peças (coroas unitárias ou múltiplas, facetas, *brackets*, entre outros) com adesivos específicos. Na ortodontia, este avanço possibilitou a substituição do processo de cimentação das bandas ortodônticas por uma colagem direta (Bakhadher et al.⁴ 2015). Hoje em dia a colagem de diferentes acessórios podem ser realizadas facilmente pela técnica de colagem direta ou indireta de peças ou acessórios na estrutura do esmalte (Bakhadher et al.⁴ 2015; Sung et al.⁵ 2013; Grunheid et al.⁶ 2016; Nojima et al.⁷ 2015).

Os *brackets* ortodônticos podem ser submetidos a inúmeros tipos de forças na cavidade bucal, que resulta em uma complexa incidência e distribuição de tensões, tanto na estrutura dental quanto na interface adesiva. Com o intuito de diminuir os efeitos provocados pelas forças geradas no sistema de mastigação e da movimentação ortodôntica, foram desenvolvidas resinas acrílicas capazes de diminuir essas ações e, ajudar na colagem dos *brackets* (Ramesh Kumar et al.⁸ 2011; Mickenautsch et al.⁹ 2012; Fleming et al.¹⁰ 2013; Goyal et al.¹¹ 2013). A matriz da resina acrílica é formada por bisfenol A-metacrilato de glicidila (bis-GMA), que pode ou não conter cargas inorgânicas adicionais, compostas de partículas de sílica ou vidro com um tamanho médio de 10 a 15 µm de diâmetro, em uma concentração que varia de 30 a 80% da massa total da matriz resinosa. A alta massa molecular do bis-GMA faz com que exista uma alta viscosidade do material, para diminuir essa viscosidade são comumente adicionados alguns monômeros de metacrilato com baixa massa molecular, como o

dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA). Esses monômeros têm como desvantagem aumentar relativamente a contração de polimerização do cimento resinoso (Ferracane et al.¹² 2011; Phillips e Nusavice¹³ 2005; Kloukos et al.¹⁴ 2013).

É importante que ocorra uma efetiva polimerização das resinas ortodônticas para que os acessórios ortodônticos suportem as forças necessárias para a realização da mecânica ortodôntica planejada pelo profissional da área assim como suportar as diferentes forças da mastigação. Como o processo convencional de fotoativação demanda muito tempo clínico, existe a necessidade de que tal processo seja melhorado (Eliades et al.¹⁵ 2004; Ozer et al.¹⁶ 2010; Alessandri Bonetti et al.¹⁷ 2011; Ryf et al.¹⁸ 2012; Ahrari et al.¹⁹ 2013; Zanarini et al.²⁰ 2013; Holberg et al.²¹ 2014; Ferreira et al.²² 2014).

A falha adesiva dos *brackets* na estrutura do esmalte dental é talvez um dos aspectos que mais demanda tempo para os clínicos que atendem rotineiramente vários pacientes por período, o que resulta em atrasos no atendimento, trabalho adicional e até custo adicional pela reposição dos acessórios (Reynolds²³ 2016). Por esse motivo, o uso de resinas que ofereçam uma satisfatória adesão às estruturas do esmalte dental na hora de realizar a colagem de acessórios é de vital importância. Algumas das características fundamentais deste tipo de resinas é que devem ser seguras, oferecer uma boa compatibilidade com os tecidos moles e duros da cavidade oral, assim como resistir às forças necessárias para realizar as diferentes movimentações e que sejam precisas para correção da mal oclusão de cada paciente (Reynolds²³ 2016). Na atualidade, alguns materiais oferecem essas características, assim como apresentam modificações na sua composição, então são necessários estudos desses para analisar o seu comportamento e, assim, orientar a sua indicação na prática diária dos clínicos (Eliades¹ 2006; Eliades² 2007; Fleming et al.¹⁰ 2013; Kloukos et al.¹⁴ 2013; Niepraschk et al.²⁴ 2007).

Há diferentes sistemas e protocolos de polimerização desses materiais. Basicamente, as resinas e os cimentos resinosos iniciam com uma polimerização química. Essa técnica possui algumas limitações na hora de realizar as colagens dos acessórios ortodônticos, como o tempo de manuseio reduzido e longo tempo para a polimerização total. Posteriormente, sistemas de polimerização dual (química e fotoativada) foram desenvolvidos na odontologia adesiva. Apresentam como vantagens o seu alcance, principalmente diante da cimentação de peças protéticas e de núcleos

radiculares, devido a dificuldade de chegada da luz em determinadas áreas, da espessura ou composição das peças protéticas, sendo a polimerização suplementada com a fotoativação. Por último, surgiram as resinas que possuem fotoativação exclusivamente por luz, o que oferece ao clínico uma versatilidade, facilidade e baixo índice de erro na hora de realizar a polimerização dos acessórios ortodônticos tais como *brackets* ou bandas (Reynolds²³ 2016; Amato et al.²⁵ 2016).

A fotoativação dos sistemas resinosos, em geral, oferece um tempo ideal para que o clínico possa manipular esse tipo de material, o que diminui o erro nos diversos procedimentos da prática diária. Mais especificamente na ortodontia, esse tipo de resina auxilia o posicionamento dos acessórios ortodônticos (Reynolds²³ 2016).

O tempo de exposição e a potência da luz utilizada para a fotopolimerização são fatores importantes para melhorar as propriedades mecânicas das resinas, como recomendam a maioria dos fabricantes. Por esse motivo, o uso de uma adequada intensidade de luz, potência e tempo de exposição são importantes para a correta e efetiva polimerização das diversas resinas (Cardoso et al.²⁶ 2017), isto só ocorre por meio da existência de fotoiniciadores como a canforoquinona, ou outros tipos de iniciadores que dependem das características da resina (Cardoso et al.²⁶ 2017).

Diferentes autores têm avaliado o grau de conversão de uma ou várias resinas pelo método de espectroscopia na região do infravermelho, sendo este considerado um procedimento viável, prático e relativamente simples (Cardoso et al.²⁶ 2017; Abdul-Majid e El-Badry²⁷ 2016; Purushothaman et al.²⁸ 2015; Sunitha et al.²⁹ 2011). De tal modo, a qualidade e quantidade de polimerização é determinada pelo grau de conversão do monômero em polímero, que indicam a quantidade de formação de anéis aromáticos devido a quebra de ligações alifáticas (Amato et al.²⁵ 2016; Faria et al.³⁰ 2017; Rueggeberg³¹ 1999). O cálculo do grau de conversão é baseado na razão obtida entre ligações C=C alifáticas, identificadas nos picos de absorção localizados na região de 1638 cm^{-1} do espectro, e ligações C=C aromáticas, identificadas nos picos de absorção localizados na região de 1609 cm^{-1} do espectro, antes e após a polimerização das resinas (Cardoso et al.²⁶ 2017; Rueggeberg³¹ 1999; Rueggeberg et al.³² 2017; Rueggeberg³³ 2011; Rueggeberg et al.³⁴ 2005). Desta forma, a razão entre ligações C=C alifáticas e aromáticas obtidas após o início da polimerização são comparadas com a razão entre ligações C=C alifáticas e aromáticas obtidas do mesmo material, por conseguinte, um

grau de conversão aceitável dependerá diretamente do uso de uma fonte de luz e potência adequada, trazendo como resultado o sucesso na prática clínica (Cardoso et al.²⁶ 2017; Abdul-Majid e El-Badry²⁷ 2016; Faria et al.³⁰ 2017).

As fontes de luz para a polimerização são importantes para o grau de conversão. Uma das primeiras fontes de luz utilizadas para esta finalidade eram as lâmpadas halógenas, compostas por um filamento de tungstênio, um filtro que regula o comprimento de onda, um sistema de refrigeração e uma ponta de fibra ótica. No entanto, este sistema apresenta algumas desvantagens: o calor gerado pela lâmpada pode produzir agressão a polpa, tempo de vida útil destas lâmpadas dura em média 40 a 100 horas e a luz gerada e intensidade tendem a diminuir gradativamente com o uso da lâmpada (Rueggeberg³³ 2011). Posteriormente, aparelhos fotopolimerizadores a base de arco de plasma e laser de argônio foram disponibilizados, porém, estes aparelhos apresentavam custos elevados e efeitos secundários como danos ao tecido pulpar, como consequência do calor gerado pela aplicação deste tipo de aparelho, o que inviabiliza o seu uso (Rueggeberg et al.³² 2017; Rueggeberg³³ 2011).

Mais recentemente o uso de fotopolimerizadores LED (Diodo emissor de luz) foi aplicado na Odontologia. Os LEDs de primeira geração apresentavam uma baixa potência de emissão de luz, o que limitava seu uso a exposições prolongadas. Este tipo de LED conseguia excitar a canforoquinona (CQ) o qual é o principal iniciador químico das resinas odontológicas (Rueggeberg³¹ 1999; Rueggeberg³³ 2011). Algumas desvantagens no decorrer do uso dos LEDs de primeira geração foram verificadas, sendo que o espectro no qual trabalhavam variava muito e o uso de bateria de níquel-cádmio sofreu um chamado de efeito de memória, o que afetava a vida útil deste tipo de bateria, por conseguinte a vida útil do LED e a qualidade da luz ficava prejudicada (Rueggeberg³¹ 1999). Já o avanço para a segunda geração de LEDs trouxe algumas modificações, onde foram introduzidas altas potências de irradiância associado a curtos períodos de exposição. Também trouxeram grandes avanços nas baterias onde foram adotadas o uso de baterias a base de hidreto metálico de níquel as quais não apresentam o efeito de memória, garantindo uma potência e vida útil do LED mais prolongada e com menos variações na irradiância da energia. Como desvantagem este tipo LED não atinge algumas frequências de onda específicas para excitar certos fotoiniciadores de diversas resinas disponíveis no mercado (Rueggeberg et al.³⁴ 2005). Os LEDs de

terceira geração apareceram devido a necessidade de excitar foto iniciadores alternativos, como o Lucerin TPO, os quais fornecem maior DC as resinas. Este iniciador polimérico é excitado na faixa dos 400 nm. Os LEDs de terceira geração têm a particularidade de emitir diferentes longitudes de onda para conseguir excitar os diferentes iniciadores poliméricos sendo geralmente incorporadas as luzes azuis dos 460 e 445 nm e um violeta cerca dos 400 nm. Este amplo espectro de onda permite ativar os diferentes iniciadores poliméricos disponíveis nas resinas de uso odontológico (Rueggeberg, F. A. et al.²⁷ 2017).

Diferentes são as características ideais das resinas utilizadas para as diferentes áreas da Odontologia, na Ortodontia especificamente o uso de forças relativamente leves e intermitentes fazem com que os dentes movimentem e sejam corrigidas as mal oclusões (Reynolds²³ 2016). A resina ortodôntica deve apresentar resistência ao desgaste, resistência à fratura, resistência à compressão e tração, módulo de elasticidade adequado, estabilidade da cor, contração de polimerização baixa e como citado anteriormente, um grau de conversão adequado. Assim como também devem ser de fácil uso clínico, capaz de proteger as estruturas do dente desafios cariogênicos, custo razoável e, talvez, o mais importante, a fácil remoção após o tratamento ortodôntico sem danificar a superfície do esmalte dental (Fleming et al.¹⁰ 2013).

Além do desenvolvimento tecnológico aplicado às resinas, a ortodontia também dispõe de uma grande variedade de materiais e composições para os acessórios ortodônticos. Uma grande parte da sociedade busca por tratamentos mais estéticos e tem adotado o uso de *brackets* cerâmicos o quais aparecem menos do que os *brackets* metálicos. As suas características físicas são diferentes, porém com o mesmo objetivo, realizar movimentações ortodônticas, com resistência às forças necessárias (Eliades¹ 2006; Eliades² 2007).

Até o presente momento a literatura é restrita em estudos que avaliem a variação dos parâmetros relativos à fotopolimerização como a variação da densidade de energia, modificando os tempos de exposição de resinas destinadas à colagem de acessórios ortodônticos, com LEDs de terceira geração. O objetivo deste estudo foi verificar o efeito da densidade de energia e o tempo de exposição de fotopolimerizadores LED de terceira geração em uma resina ortodôntica disponível comercialmente nos valores de microdureza, cisalhamento, índice de remanescente de resina e grau de conversão.

Assim como, a diferença entre o uso de dois LEDs de terceira geração para a polimerização e o uso de *brackets* metálicos e cerâmicos, os quais têm sido utilizados amplamente pelos clínicos.

2 PROPOSIÇÃO

2.1 PROPOSIÇÃO GERAL

- Avaliar o efeito de diferentes densidades de energia emitidas por dois fotoativadores LED de alta potência nas propriedades físicas e mecânicas de uma resina ortodôntica para colagem de brackets metálicos e cerâmicos.

2.2 PROPOSIÇÕES ESPECÍFICAS

1. Investigar a cinética de polimerização e o grau de conversão da resina ortodôntica durante a fotoativação com diferentes protocolos e LEDs;
2. Estudar a resistência adesiva ao cisalhamento da interface *bracket* e esmalte dental quando empregado diferentes densidades de energia depositadas por dois LEDs;
3. Determinar o índice de remanescente de resina no esmalte dental após o cisalhamento;
4. Avaliar o efeito da variação da densidade de energia de dois LEDs no grau de conversão da resina disponível comercialmente por meio de FTIR;
5. Quantificar a microdureza *Vickers* da resina ortodôntica, submetida a diferentes densidades de energia variando a intensidade e o tempo de exposição à luz.

3 MATERIAL E MÉTODOS

A realização de toda parte experimental deste trabalho foi aprovada por meio do parecer nº 2.221.090 de Comissão de Ética em Pesquisa envolvendo Seres Humanos da Universidade Estadual de Ponta Grossa – COEP – UEPG. Para a realização deste estudo, foram selecionados 80 pré-molares superiores permanentes, obtidos por meio do Banco de Dentes Humanos (BDH) da UEPG.

A fase experimental desse trabalho foi dividida em três experimentos:

1 – **EXPERIMENTO 1:** Efeito da variação dos valores de exposição radiante no grau de conversão, microdureza e cinética de polimerização de resinas ortodônticas para a colagem de acessórios ortodônticos. **Artigo 1.** Jornal: American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics.

2 - **EXPERIMENTO 2:** Efeito da variação dos valores de exposição radiante no cisalhamento e microdureza de resinas ortodônticas para a colagem de acessórios ortodônticos em *brackets* metálicos. **Artigo 2** Jornal: Angle Orthodontist.

3- **EXPERIMENTO 3:** Efeito da variação dos valores de exposição radiante no cisalhamento e microdureza de resinas ortodônticas para a colagem de acessórios ortodônticos em *brackets* cerâmicos. **Artigo 3** Jornal: Brazilian Oral Research.

4 EXPERIMENTO 1

4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E MATERIAIS UTILIZADOS

Este trabalho foi desenvolvido no Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG) com o apoio do laboratório da Pós-graduação em Odontologia da Universidade Guarulhos (UNG).

Para a realização deste estudo foram empregados 80 *brackets* metálicos e 80 *brackets* cerâmicos. O sistema de condicionamento ácido foi **Ultra-Etch** (Ultradent Products, South Jordan, UT, EUA), **Primer Transbond™XT** (3M Unitek, CA, EUA) e resina ortodôntica estudada foi **Transbond™ XT** (3M Unitek, CA, EUA). A composição dos mesmos se encontram na Tabela 1. Os sistemas de *brackets* avaliados foram o **Metálico Prescrição Roth** (Morelli, Sorocaba, SP, Brasil), o **Cerâmico Prescrição Roth** (Morelli, Sorocaba, SP, Brasil) e os LEDs de terceira geração **Valo®** (Ultradent Products, South Jordan, UT, EUA) e **Bluephase 20i®** (Ivoclar Vivadent, Amherst, NY, EUA).

Tabela 1. Materiais utilizados para condicionamento do esmalte dentário, primer e resina para colagem, fabricante e composição*.

Material	Composição
Ultra-Etch (Ultradent Products, South Jordan, UT, EUA)	Ácido Fosfórico 37%
Primer Transbond XT (3M Unitek, Monrovia, CA, EUA)	TEGDMA, Bis-GMA e canforoquinona
Transbond XT (3M Unitek, Monrovia, CA, EUA)	Silano, Bis-GMA, HEMA, hexafluoreto de fósforo, canforoquinona e 77% do peso de carga inorgânica (sílica)

*Composições dos materiais de acordo com os fabricantes.

4.2 CALIBRAGEM DOS LEDs E DENSIDADE DE ENERGIA

Os diâmetros das pontas de saída da luz dos LEDs foram mensurados com paquímetro digital (Modelo CD-15C, Mitutoyo, Japão) para determinar a área de emissão da luz $[\pi(r^2)^2]$. A potência (mW) das fontes de luz foi mensurada com um potenciômetro (Spectra-physics modelo 407^A, Mountain view, CA, EUA). Com estes dados foi possível determinar a irradiância pela fórmula (mW/área de emissão de luz). E a densidade de potência (Joules) foi calculada por meio da fórmula: $[(\text{mW}/\text{cm}^2)(\text{tempo})/1000] = \text{Potência (mW)}/\text{Área (cm}^2)$.

4.3 GRUPOS EXPERIMENTAIS

Os grupos experimentais estão descritos na Tabela 2. Para este estudo foram utilizados 80 *brackets* metálicos e 80 *brackets* cerâmicos, analisando o grau de conversão (DC) e a microdureza vickers (MHV) no verso dos *brackets*. A fotoativação dos *brackets* cerâmicos foi realizada segundo a função do LED e o tempo específicos para cada grupo experimental, sendo apenas uma aplicação desta na face frontal do bracket cerâmico como os fabricantes recomendam. A fotoativação dos *brackets* metálicos foi realizada segundo a função do LED e o tempo específico para cada grupo experimental, sendo duas aplicações da fonte de luz, uma na mesial e outra na distal como os fabricantes recomendam.

Os grupos experimentais foram delineados segundo os LEDs empregados. Para o grupo LED Valo foram dois subgrupos experimentais, um os *brackets* metálicos e o outro os cerâmicos. Os subgrupos dos *brackets* metálicos foram o grupo controle V/M/Standard 9s, aplicação da metade do tempo controle V/M/Standard 4.5s, um quarto do tempo controle V/M/Standard 2.25s e por último a aplicação de uma densidade de energia maior em um menor tempo de exposição V/M/Plasma 3.33s. Para os grupos dos *brackets* cerâmicos foram, o grupo controle V/C/Standard 9s, aplicação da metade do tempo controle V/C/Standard 4.5s, um quarto do tempo controle

V/C/Standard 2.25s e por último a aplicação de uma densidade de energia maior em um menor tempo de exposição V/C/Plasma 3.33s (Tabela 2).

De igual forma o grupo LED Bluephase foi formado por subgrupos experimentais com diferentes densidades de energia depositada em *brackets* metálicos e cerâmicos, sendo os *brackets* metálicos formados pelos seguintes grupos: o grupo controle B/M/Standard 10s, aplicação da metade do tempo controle B/M/Standard 5s, um quarto do tempo controle B/M/Standard 2.5s e por último a aplicação de uma densidade de energia maior em um menor tempo de exposição B/M/Turbo 3s. Para os *brackets* cerâmicos os grupos foram: controle B/C/Standard 10s, aplicação da metade do tempo controle B/C/Standard 5s, um quarto do tempo controle B/C/Standard 2.5s e por último a aplicação de uma densidade de energia maior em um menor tempo de exposição B/C/Plasma 3s (Tabela 2).

Diferentes tempos e potências dos LEDs foram utilizadas, descritos detalhadamente nas Tabelas 3 e 4 para os LEDs Valo e Bluephase, respectivamente. Os tempos de exposição para os grupos experimentais foram definidos como referência os grupos controles, os quais são as sugestões fornecidas pelos fabricantes tanto da resina ortodôntica como dos *brackets*. Para a polimerização da resina ortodôntica quando usados *brackets* metálicos, a fotopolimerização deve ser realizada o mais próximo possível do acessório sendo irradiado um determinado tempo pela mesial e outro na distal, isto para garantir uma boa polimerização da resina ortodôntica. Já para a colagem de acessórios ortodônticos cerâmicos os fabricantes recomendam realizar uma única polimerização, o mais próximo possível do *bracket* posicionando o fotoativador na face frontal da peça cerâmica. Levando em conta as considerações dos fabricantes, as densidades de energia irradiada, tempos de exposição e energia total depositada (Joules) para os diferentes grupos experimentais foram estipulados os valores do LED Valo que estão descritos na Tabelas 3 e do Bluephase na Tabela 4.

Para todos os grupos os segundos de polimerização foram conferidos por meio de um cronômetro digital (Apple Watch Series 2, Apple®, CA, EUA) para garantir a padronização do estudo.

Tabela 2. Descrição dos grupos experimentais do experimento 1.

Grupos Experimentais									
Luz LED		Valo®				Bluephase®			
Tipo do grupo		Controle	Metade do tempo do grupo controle	Quarto do tempo do grupo controle	Plasma	Controle	Metade do tempo do grupo controle	Quarto do tempo do grupo controle	Turbo
Função do LED (tempo)		Standard power (9 s)	Standard power (4.5 s)	Standard power (2.25 s)	Plasma Emulation (3.33 s)	Standard power (10 s)	Standard power (5 s)	Standard power (2.5 s)	Turbo (3 s)
Bracket	Metálico	V/M/Standard 9s	V/M/Standard 4.5s	V/M/Standard 2.25s	V/M/Plasma 3.3s	B/M/Standard 10s	B/M/Standard 5s	B/M/Standard 2.5s	B/M/Turbo 3s
	Cerâmico	V/C/Standard 9s	V/C/Standard 4.5s	V/C/Standard 2.25s	V/C/Plasma 3.3s	B/C/Standard 10s	B/C/Standard 5s	B/C/Standard 2.5s	B/C/Turbo 3s

n = 10 dentes por grupo experimental

Tabela 3. Descrição detalhada da polimerização dos tratamentos realizados nos grupos experimentais do LED Valo.

LED Valo				
Brackets	Modo do LED	Intensidade de irradiância (mW/cm²)	tempo do LED (s)	joules totais
Metálicos	Potência standart	1273	18	22,9
			9	11,5
			5	6,4
	Função plasma	3200	6,6	21,1
Cerâmicos	Potência standart	1273	9	11,5
			4,5	5,7
			2,25	2,9
	FunçãoTurbo	3200	3,33	10,7

Tabela 4. Descrição detalhada da polimerização dos tratamentos realizados nos grupos experimentais do LED Bluephase.

LED Bluephase				
Brackets	Modo do Led	Intensidade de irradiância (mW/cm²)	tempo do led (s)	joules totais
Metálicos	Potência standart	1136	20	22,7
			10	11,4
			5	5,7
	Função plasma	2045	6	12,3
Cerâmicos	Potência standart	1136	10	11,4
			5	5,7
			2,5	2,8
	FunçãoTurbo	2045	3	6,1

4.4 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA MICRODUREZA

Os *brackets* utilizados neste ensaio foram os metálicos e cerâmicos, além disso, os mesmos não deviam apresentar deformações, fraturas ou alterações. Após a inspeção dos *brackets*, com uma lupa com magnificação de 20 vezes (ZEISS, Munique, Alemanha), os mesmos foram distribuídos nos grupos experimentais detalhados no item 4.2 (Tabela 2).

Cada *bracket* recebeu aplicação direta da resina ortodôntica Transbond™ XT (3M Unitek, CA, EUA) de acordo com as recomendações do fabricante com o uso de uma pinça porta brackets (Hu-Friedy, IL, EUA). Posteriormente os *brackets* foram deixados em contato direto com uma placa de vidro com fundo branco para simular a cor do esmalte dental. Foi realizada uma pressão até as bordas dos *brackets* encostarem na placa de vidro, padronizando assim a força exercida, isto para extravasar o excesso de resina ortodôntica (Figura 1), a qual foi removida com ajuda de uma sonda exploradora N 5 (Hu-Friedy, IL, EUA). Após a remoção dos excessos, procedeu-se a fotopolimerização segundo as Tabelas 3 e 4 para *brackets* metálicos e cerâmicos. Antes de levar os corpos de prova para análise de microdureza os mesmos foram pesados em balança analítica (AY220, Shimadzu, Kioto, Japão) e medida a espessura da resina com paquímetro digital (Modelo CD-15C, Mitutoyo, Japão) para conferir a quantidade de resina aplicada para cada corpo de prova. O valor médio $\pm$ desvio padrão da massa de resina foi $0,0093 \pm 0,001$ g e $0,8 \pm 0,003$ mm de espessura.

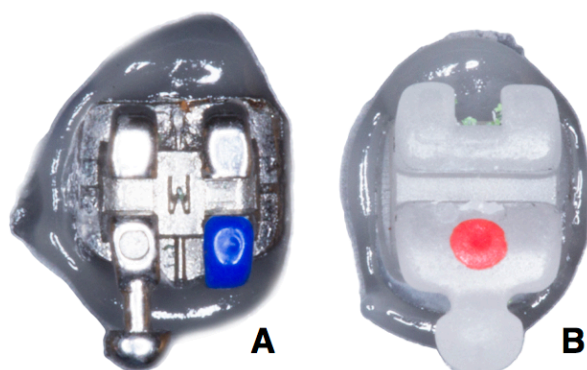


Figura 1. A) *Bracket* metálico posicionado na placa de vidro com fundo branco, após aplicação de pressão no islot vestibular para garantir a remoção dos excessos de resina; B) *Bracket* cerâmico posicionado na placa de vidro com fundo branco, após aplicação de pressão no islot vestibular para garantir a remoção dos excessos de resina.

4.4.1 ANÁLISE DA MICRODUREZA

A microdureza superficial foi avaliada pelo microdurômetro Micro Hardness tester (Shimadzu, Kyoto, Japão), com carga de 50 Kgf ou 490 N durante 15 s. Aproximadamente 7 minutos após a confecção dos corpos de prova foram realizadas

cinco leituras em cada uma das extremidades dos corpos de prova, na Figura 2 encontra-se o fluxograma de como foram realizadas as leituras de microdureza. O valor obtido foi expresso em microdureza Vickers, no qual o valor da microdureza superficial inicial de cada corpo de prova foi determinado pela média aritmética dos cinco valores de cada extremidade, obtidos imediatamente após a confecção dos corpos de prova.

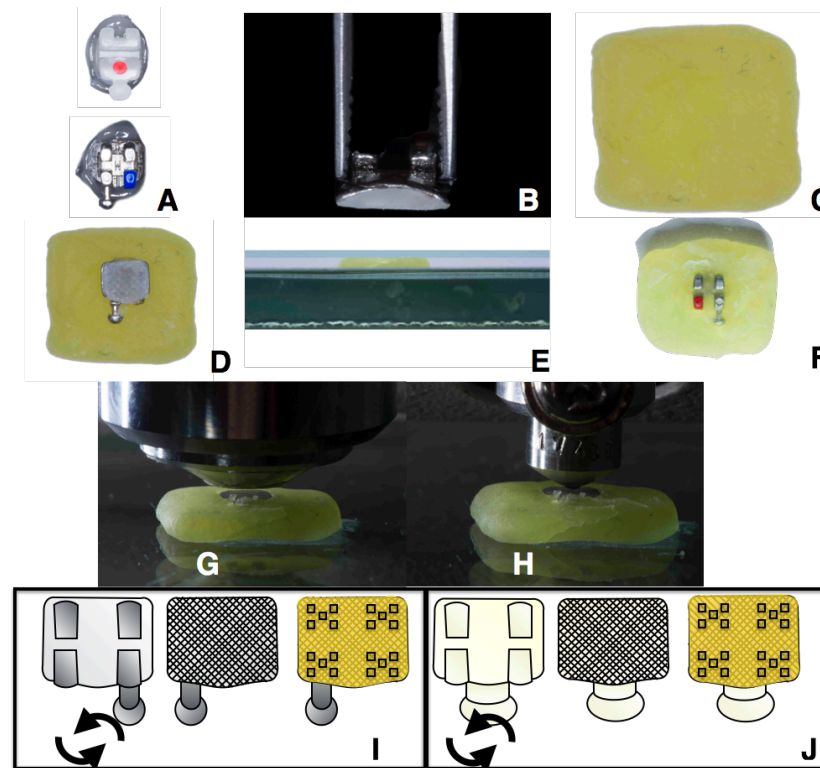


Figura 2. A) *Brackets* metálicos e cerâmicos posicionados em uma placa de vidro com fundo branco. B) Corpo de prova segurado por pinça matie para facilitar a descolagem da placa de vidro e transporte. C) Cera de utilidade sobre placa de vidro pronta para receber os corpos de prova. D) Imersão do corpo de prova na cera. E) Com ajuda das duas placas de vidro a superfície paralela da resina no verso do *bracket* foi pressionada até a face vestibular do *bracket* estar em íntimo contato com a placa de vidro. F) Verificação do íntimo contato da face vestibular do *bracket* com a placa de vidro. G) Posicionamento do corpo de prova devidamente inserido na cera e com uma base fixa, neste momento o foco do visor do microdurômetro foi calibrado. H) Momento da realização das indentações na resina ortodôntica posicionada no verso do *bracket*. I) Esquema representando os grupos experimentais dos *brackets* metálicos. K) Esquema representando os grupos experimentais dos *brackets* cerâmicos.

4.5 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA GRAU DE CONVERSÃO

Foi preparado um *bracket* metálico e um *bracket* cerâmico para realizar as leituras no grau de conversão. O preparo dos *brackets* foi realizado de tal forma que ao aplicar a resina ortodôntica no verso do *bracket* o mesmo permitisse a descolagem, deixando a resina separada do *bracket*, ou seja, foi removida a superfície rugosa do *bracket* por meio mecânico com ponta diamantada de alta rotação #2135 FF (KG SORENSE, Cotia, SP, Brasil), realizado acabamento e polimento com pontas Jiffy para baixa rotação nas granulações alta, media e baixa (Ultradent Products, South Jordan, UT, EUA). O procedimento foi realizado por um mesmo operador para todos os grupos experimentais. Este preparo dos *brackets* permitiu a padronização e o uso de um mesmo *bracket* para todos os ensaios de DC, assim como também facilitou a remoção da resina (Figura 2). Após cada análise, a resina resultante do ensaio foi pesada em balança analítica (AY220, Shimadzu, Kioto, Japão) e mensurada com paquímetro digital (Modelo CD-15C, Mitutoyo, Japão) para conferir a quantidade de resina aplicada para cada corpo de prova. O valor médio $\pm$ desvio padrão da massa de resina foi 0.0093 ± 0.001 g e $0,8 \pm 0,003$ mm de espessura.

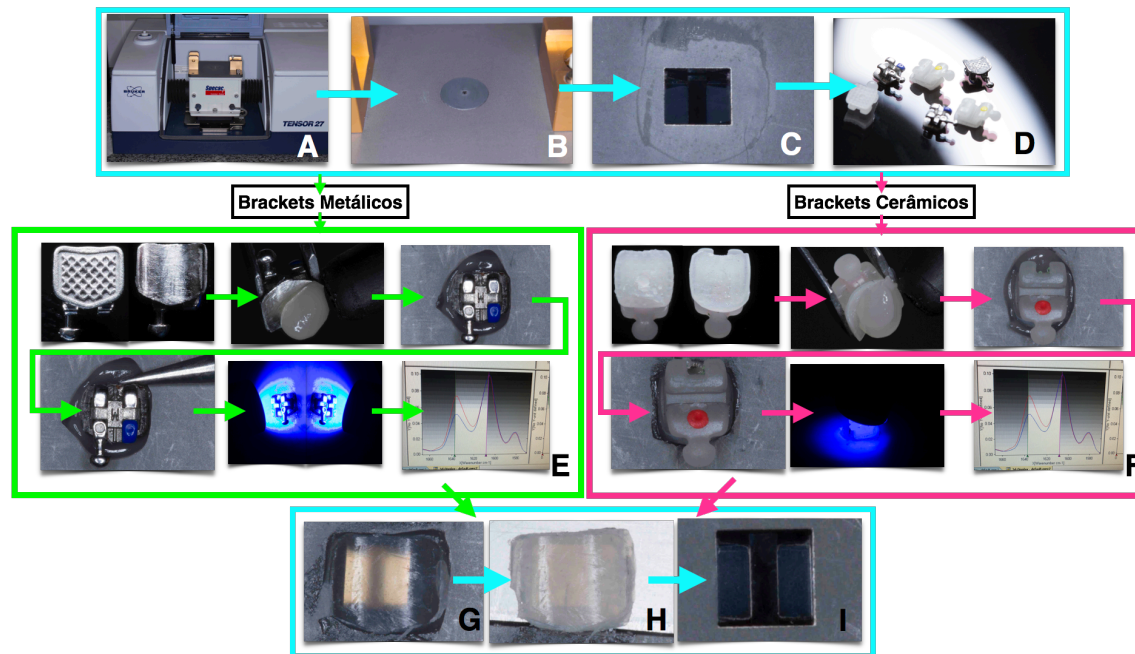


Figura 3. A) FTIR utilizado para as análises do grau de conversão. B) Câmera onde foram colocados os corpos de prova para realizar as leituras. C) Macro fotografia da mesa de diamante puro onde foram posicionados os corpos de prova. D) Seleção dos *brackets* metálicos e cerâmicos para as análises e confecção dos corpos de prova. E) Sequência detalhada das análises do grau de conversão onde a superfície de retenção mecânica dos *brackets* foi removida e polida. A resina ortodôntica foi posicionada, com ajuda de uma porta *brackets* e os corpos de prova foram levados na mesa de diamante do FTIR. Aplicada uma pressão no isloite do *bracket*, removido os excessos de resina ao redor do *bracket* e polimerizado segundo os grupos experimentais. Após 7 minutos de análise, os dados foram armazenados e tratados para verificar o DC. F) De igual maneira que o item E, foram realizadas a sequência para os *brackets* cerâmicos. G) Tanto para os *brackets* metálicos quanto cerâmicos, a resina utilizada foi removida da mesa de diamante. H) Com ajuda de um estilete esta resina foi facilmente removida, pesada e medida para padronizar a quantidade de resina aplicada em cada corpo de prova. I) Mesa de diamante pronta para as próximas análises.

4.5.1 ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO

4.5.1.1 *Análise de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier*

A resina ortodôntica e os *brackets* foram manipulados de acordo com as recomendações do fabricante e posicionados na superfície de diamante puro da mesa horizontal de reflectância total atenuada (Standard Golden Gate, Specac, Woodstock, GA, USA), acoplada a um espectroscópio de luz infravermelha (Tensor 27, Bruker Optik GmbH, Ettlingen, Alemanha). A reação de polimerização da resina ortodôntica foi realizada segundo os grupos experimentais descritos na Tabela 2, por meio dos modos de ativação detalhados nas Tabelas 3 e 4.

Os espectros foram obtidos por meio da análise com FTIR entre as bandas 1680 e 1500 cm^{-1} a uma frequência de 1 espectro por segundo com resolução 2 cm^{-1} , a partir do momento em que os corpos de prova foram posicionados sobre a resina ortodôntica, até 7 minutos de análise. Dez repetições foram realizadas para cada grupo experimental (n=10).

4.5.1.2 *Cálculo do Grau de Conversão*

O cálculo do grau de conversão foi baseado na razão obtida entre ligações C=C alifáticas, identificadas nas bandas de absorção localizadas na região de 1638 cm^{-1} do espectro e ligações C=C aromáticas, identificadas nas bandas de absorção localizadas na região de 1609 cm^{-1} do espectro, antes e após a polimerização da resina ortodôntica. Desta forma, a razão entre ligações C=C alifáticas e aromáticas, obtidas 7 minutos após o início da polimerização, foram comparadas com a razão entre ligações C=C alifáticas e aromáticas obtidas do mesmo material previamente a sua polimerização (Figura 3), de acordo com a Equação 1.

Equação 1. Porcentagem do grau de conversão.

$$DC (\%) = 1 - \frac{[abs (C = C \text{ alifática}) \div abs (C \dots C \text{ aromática})]_{polímero}}{[abs (C = C \text{ alifática}) \div abs (C \dots C \text{ aromática})]_{monômero}} \times 100$$

Em que:

DC: grau de conversão

Abs.: absorbância

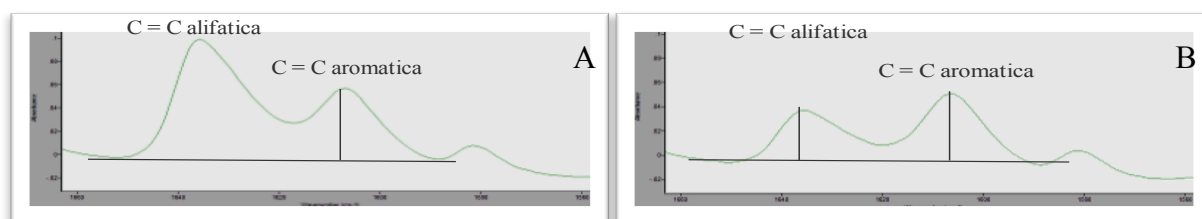


Figura 4. Espectro ilustrativo de FTIR exibindo as ligações duplas alifáticas e aromáticas de carbono antes (A) e após (B) a polimerização da resina ortodôntica.

4.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados resultantes das análises efetuadas com os dois LEDs Valo e Bluephase, foram analisados para DC (%), Rpmax (%/s) e HVK. As variáveis testadas foram o tipo de *bracket* e o tipo de polimerização segundo os grupos experimentais (Tabla 2). Os dados foram inseridos no programa GraphPadPrism 6.0C (GraphPad Software, Inc, La Jolla, CA EUA), versão para Macbook. Os resultados foram expressos como média $\pm$ desvio padrão. As distribuições dos valores dos testes foram analisadas empregando-se a análise de variância ANOVA de duas vias e pós teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

5 EXPERIMENTOS 2 E 3

5.1 OBTENÇÃO DOS DENTES HUMANOS

Foram selecionados 80 pré-molares superiores obtidos do Banco de Dentes Humanos (BDH) da UEPG.

Os dentes foram armazenados sob refrigeração, imersos em água destilada com trocas semanais (De Melo Maranhão et al.³⁵ 2009), até o início dos experimentos (Borges et al.³⁶ 2011).

5.2 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E MATERIAIS UTILIZADOS

Este trabalho foi desenvolvido no Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Os materiais utilizados para os Experimentos 2 e 3 foram os mesmos do Experimento 1, conforme descrito no item 4.1. No Experimento 2 foram utilizados apenas *brackets* metálicos e no Experimento 3 *brackets* cerâmicos.

5.3 CALIBRAGEM DOS LEDs E DENSIDADE DE ENERGIA

De igual forma que no Experimento 1 no item 4.2 os LEDs foram calibrados e a densidade de energia foi calculada, segundo as respectivas fórmulas.

5.4 GRUPOS EXPERIMENTAIS

Os grupos experimentais do Experimento 2 estão descritos na Tabela 5 e do Experimento 3 detalhados na Tabela 6. Foram utilizadas as faces vestibular e palatina de cada dente, resultando no total de 160 superfícies nas quais foram realizados os testes de cisalhamento, sendo 80 superfícies vestibulares para o experimento 2 e 80 superfícies

palatinas para o experimento 3. Para o Experimento 2 a polimerização foi realizada pela face mesial e distal segundo recomendações dos fabricantes para o uso de *brackets* metálicos e para o Experimento 3 os *brackets* cerâmicos foram polimerizados pela face vestibular dos *brackets* segundo recomendações dos fabricantes. Nestes Experimentos foram analisados a resistência de união ao cisalhamento (SBS) e índice de remanescente de resina na superfície dental após o ensaio de SBS e HVK no verso dos *brackets*.

No Experimento 2 foram utilizados ambos LEDs Valo e Bluephase assim como *brackets* metálicos com os seguintes grupos experimentais para o LED Valo: grupo controle V/M/Standard 9s, aplicação da metade do tempo controle V/M/Standard 4.5s, um quarto do tempo controle V/M/Standard 2.25s e por último a aplicação de uma densidade de energia maior em um menor tempo de exposição V/M/Plasma 3.33s. Para o LED Bluephase da mesma maneira que o Valo teve os grupos: controle B/M/Standard 10s, aplicação da metade do tempo controle B/M/Standard 5s, um quarto do tempo controle B/M/Standard 2.5s e por último a aplicação de uma densidade de energia maior em um menor tempo de exposição B/M/Turbo 3s.

No Experimento 3 foram utilizados *brackets* cerâmicos e os dois LEDs. O grupo Valo foi formado pelos seguintes grupos experimentais, grupo controle V/C/Standard 9s, aplicação da metade do tempo controle V/C/Standard 4.5s, um quarto do tempo controle V/C/Standard 2.25s e por último a aplicação de uma densidade de energia maior em um menor tempo de exposição V/C/Plasma 3.33s. O LED Bluephase teve os seguintes grupos experimentais, controle B/C/Standard 10s, aplicação da metade do tempo controle B/C/Standard 5s, um quarto do tempo controle B/C/Standard 2.5s e por último a aplicação de uma densidade de energia maior em um menor tempo de exposição B/C/Plasma 3s.

Diferentes tempos e potências dos LEDs foram utilizadas, sendo descritos detalhadamente nas Tabelas 3 e 4 para os LEDs Valo e Bluephase, respectivamente. Os tempos de exposição para os grupos experimentais foram definidos tendo como referência os grupos controles, os quais são as sugestões fornecidas pelos fabricantes tanto da resina ortodôntica como dos *brackets*. Para a polimerização da resina ortodôntica quando utilizados *brackets* metálicos no Experimento 2, a fotopolimerização deve ser realizada o mais próximo possível do acessório sendo irradiado um determinado tempo pela mesial e outro na distal, isto para garantir uma

boa polimerização da resina ortodôntica. Já para a colagem de acessórios ortodônticos cerâmicos do Experimento 3 os fabricantes recomendam realizar uma única polimerização, o mais próximo possível do *bracket* posicionando o fotoativador na face frontal da peça cerâmica. Levando em conta as considerações dos fabricantes, as densidades de energia irradiada, tempos de exposição e energia total depositada (Joules) para os diferentes grupos experimentais foram estipulados os valores do Experimento 2 que estão descritos na Tabela 7 e do Experimento 3 na Tabela 8.

Para todos os grupos os segundos de polimerização foram conferidos por meio de um cronômetro digital (Apple Watch Series 2, Apple®, CA, EUA) para garantir a padronização do estudo.

Tabela 5. Descrição dos grupos experimentais do experimento 2.

Grupos Experimento 2								
LED light	Valo®				Bluephase®			
Tipo do grupo	Controle	Metade do tempo do grupo controle	Quarto do tempo do grupo controle	Plasma	Controle	Metade do tempo do grupo controle	Quarto do tempo do grupo controle	Turbo
LED Mode (time)	Standard power (9 sec)	Standard power (4.5 sec)	Standard power (2.25 sec)	Plasma Emulation (3.33 sec)	Standard power (10 sec)	Standard power (5 sec)	Standard power (2.5 sec)	Turbo (3 sec)
Groups	V/M/Standard 9s	V/M/Standard 4.5s	V/M/Standard 2.25s	V/M/Plasma 3.3s	B/M/Standard 10s	B/M/Standard 5s	B/M/Standard 2.5s	B/M/Turbo 3s

n = 10 dentes por grupo experimental

Tabela 6. Descrição dos grupos experimentais do experimento 3.

Grupos Experimento 3								
LED light	Valo®				Bluephase®			
Tipo do grupo	Controle	Metade do tempo do grupo controle	Quarto do tempo do grupo controle	Plasma	Controle	Metade do tempo do grupo controle	Quarto do tempo do grupo controle	Turbo
LED Mode (time)	Standard power (9 sec)	Standard power (4.5 sec)	Standard power (2.25 sec)	Plasma Emulation (3.33 sec)	Standard power (10 sec)	Standard power (5 sec)	Standard power (2.5 sec)	Turbo (3 sec)
Groups	V/C/Standard 9s	V/C/Standard 4.5s	V/C/Standard 2.25s	V/C/Plasma 3.3s	B/C/Standard 10s	B/C/Standard 5s	B/C/Standard 2.5s	B/C/Turbo 3s

n = 10 dentes por grupo experimental

Tabela 7. Descrição detalhada da polimerização dos tratamentos realizados nos grupos experimentais de *brackets* metálicos.

Experimento 2				
Luz LED	Modo do LED	Intensidade de irradiância (mW/cm²)	tempo do LED (s)	joules totais
Valo®	Potência standart	1273	18	22,9
			9	11,5
			5	6,4
	Função plasma	3200	6,6	21,1
Bluephase®	Potência standart	1136	20	22,7
			10	11,4
			5	5,7
	FunçãoTurbo	2045	6	12,3

Tabela 8. Descrição detalhada da polimerização dos tratamentos realizados nos grupos experimentais de *brackets* cerâmicos.

Experimento 3				
Luz LED	Modo do LED	Intensidade de irradiância (mW/cm²)	tempo do LED (s)	joules totais
Valo®	Potência standart	1273	9	11,5
			4,5	5,7
			2,25	2,9
	Função plasma	3200	3,33	10,7
Bluephase®	Potência standart	1136	10	11,4
			5	5,7
			2,5	2,8
	FunçãoTurbo	2045	3	6,1

5.4.1 COLAGEM DOS *BRACKETS*

Para os Experimentos 2 e 3, foram utilizadas as superfícies vestibulares para o Experimento 2 e as palatinas para o Experimento 3. Os 80 dentes foram imersos individualmente em gesso tipo IV (Reliance, Dental Mfg. Co., Worth, IL, EUA), em um tubo de policloreto de vinila (PVC) de 10 mm de altura, deixando a superfície da coroa exposta para realizar as diferentes análises. O procedimento foi executado por um único

operador e após essa etapa, os dentes foram limpos durante 1 min em água corrente e posteriormente submetidos à um aparelho de ultrassom por 45 min com água deionizada (De Campo Lawder et al.³⁷ 2010). Nas faces vestibulares dos dentes, foi realizada a profilaxia com pasta de pedra-pome e água por 30 s, lavagem abundante e secagem. Em seguida, a face vestibular dos dentes foi condicionada com ácido fosfórico a 37% (Ultra Etch – Ultradent Products, South Jordan, UT, EUA) por 20 segundos, lavadas pelo dobro do período e secas por aproximadamente dez segundos, aplicado o **Primer TransbondXT**, (3M, CA, EUA) e fotopolimerizado por 10 segundos na função normal dos LEDs, repetindo o mesmo procedimento pela superfície palatina dos dentes para o Experimento 3. Foram cimentados 80 *brackets* metálicos nas superfícies vestibulares dos pré-molares, sendo 10 *brackets* em cada grupo experimental para o Experimento 2. Para o Experimento 3 foram cimentados 80 *brackets* cerâmicos nas superfícies palatinas dos pré-molares, sendo 10 *brackets* em cada grupo experimental. Os *brackets* foram cimentados com a mesma resina ortodôntica **TransbondXT**, (3M, CA, EUA) de acordo com as instruções do fabricante. Todas as colagens foram executadas com pinça de apreensão de *brackets* (Hu Friedy, Miami, FL, EUA). O uso da estrela de boune foi aplicado para conferir a distância da borda incisal dos dentes até o correto lugar de cimentação dos *brackets*. Os excessos de resina foram removidos com sonda exploradora 4 (Hu Friedy, Miami, FL, EUA) e então realizada a polimerização segundo as Tabelas 5 e 7 para o Experimento 2 e Tabelas 6 e 8 para o experimento 3. Os corpos de prova foram armazenados por 24h com umidade 100% em água destilada até o ensaio de cisalhamento.

5.5 RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO

Para evitar interferência na densidade de energia primeiro foram realizados os ensaios de cisalhamento do Experimento 2, e posteriormente o Experimento 3. A resistência ao cisalhamento foi realizada no laboratório do Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), em uma máquina de ensaios universais Kratos (Kratos Equipamentos Industriais Ltda, São Paulo, Brazil), com velocidade de 0,5 mm/min e célula de carga 500 N. Os corpos de prova foram posicionados na mesa horizontal de tal forma que o slot do *bracket* ficasse paralelo à

ponta ativa da máquina (Figura 5A), para que, durante o teste de cisalhamento, fosse minimizado o fator de deformação das aletas do *bracket*, que poderia gerar um viés nos resultados. Um software conectado à máquina registrou a força necessária para a ruptura de cada um dos corpos de prova, convertendo-a em MegaPascals (MPa). Na Figura 5 encontra-se a sequência do procedimento de colagem, posicionamento dos *brackets*, fotopolimerização, ensaio de cisalhamento, avaliação da superfície do esmalte após o ensaio.

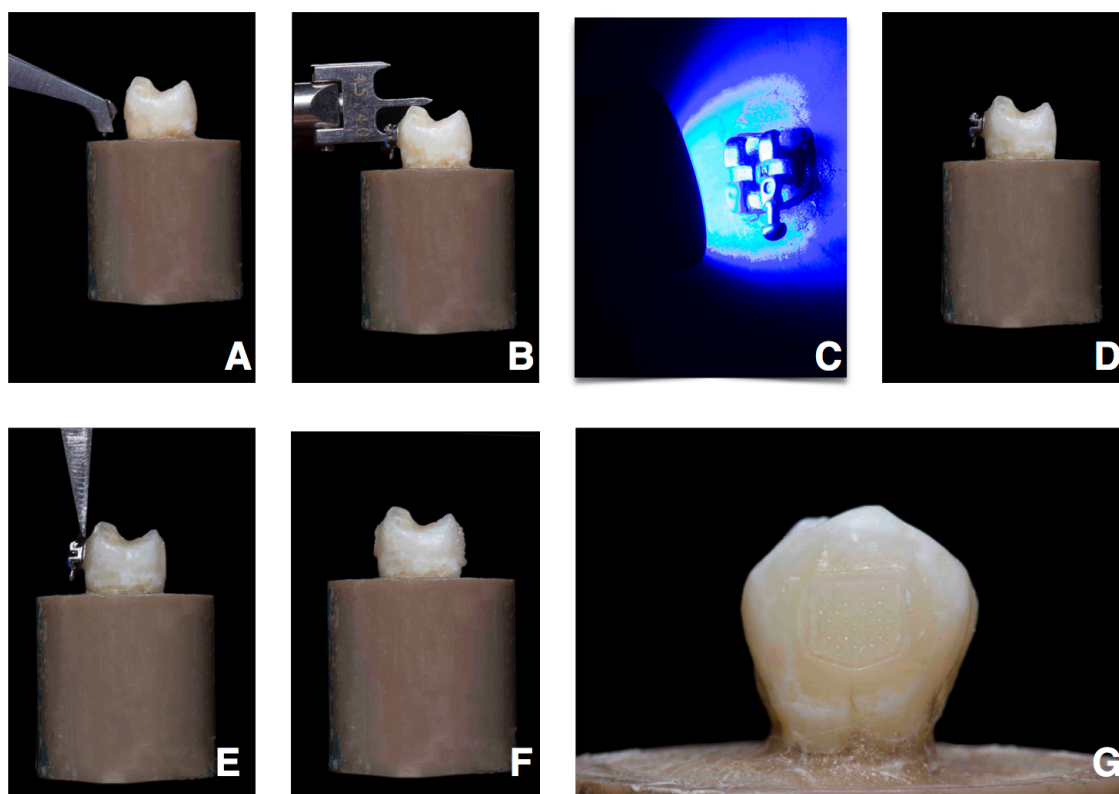


Figura 5. Ensaio de cisalhamento. A) Corpo de prova pronto para receber a colagem dos *brackets* metálicos na superfície vestibular para o Experimento 2 e cerâmicos na superfície palatina para o Experimento 3. B) Posicionamento do *bracket* padronizado por um mesmo operador aplicando força até o acessório encostar na superfície do esmalte dentário. C) Antes da polimerização os excessos de resina foram removidos e posteriormente polimerizados segundo os grupos experimentais. D) Verificado o correto posicionamento dos *brackets*. E) Ponta da máquina de ensaios universais aplicando uma força vertical diretamente na borda superior do *bracket* e não sobre o esmalte dentário. F) Remanescente de resina após o ensaio de cisalhamento. G) Close-up onde pode ser verificado o índice de remanescente de resina dos grupos experimentais.

5.6 ÍNDICE DE ADESIVO E/OU RESINA REMANESCENTE (ARI)

Após o procedimento de cisalhamento, o remanescente de resina de todos os

dentes foi verificado, utilizou-se lente de aumento de 20 vezes de um estereomicroscópio (ZEISS, Munique, Alemanha) para examinar o índice de adesivo e/ou resina remanescente (ARI) da superfície do esmalte e a base do *bracket* de cada dente estudado, segundo o Score: (Årtun e Bergland³⁸ 1984)

- Score 0: não há presença de resina ou adesivo na superfície do esmalte dental;
- Score 1: menos que 50% de resina ou adesivo remanescente na superfície do esmalte dental;
- Score 2: mais que 50% de resina ou adesivo remanescente na superfície do esmalte dental;
- Score 3: 100% de resina remanescente na superfície do esmalte dental.

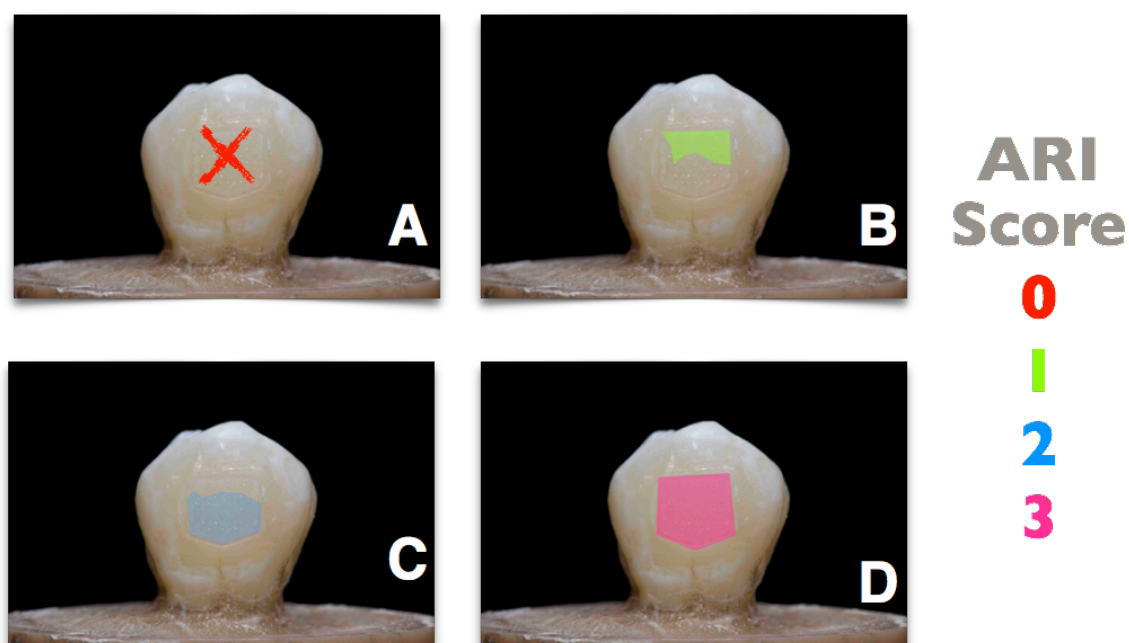


Figura 6. Índice de remanescente de resina de todos os dentes após ensaio de cisalhamento (ARI). A) Score 0: onde a fratura ocorreu na interfase resina e esmalte ficando sem resina na superfície do esmalte dental. B) Score 1: onde ficou menos do que o 50% da resina na superfície do esmalte dental C) Score 2: houve mais do que o 50% da resina remanescente na superfície do esmalte. D) Score 3: o 100% da resina ficou na superfície do esmalte dental.

5.7 ANÁLISE DE MICRODUREZA

Foram reaproveitados os *brackets* após o ensaio de cisalhamento, sempre e quando estes não apresentaram sinais de fraturas, deformações ou resina residual no

verso do *bracket*. Foram preparados *brackets* para cada grupo experimental de tal forma que os corpos de prova permitissem realizar as leituras no microdurômetro, 24h após a confecção dos mesmos, os corpos de prova foram armazenados em umidade 100% a 37°C até análise. Inicialmente, os *brackets* foram prensados com uma pinça porta *brackets* (Hu Friedy, Miami, FL, EUA) e a resina foi posicionada no verso do *bracket*. Depois o corpo de prova foi levado a contato direto com uma placa de vidro com fundo branco para simular a cor do esmalte dental, neste momento foi exercida uma pressão e removidos os excessos de resina ao redor do *bracket* simulando a cimentação dos *brackets*, para depois realizar a polimerização da resina ortodôntica segundo os grupos experimentais e características descritas nas Tabelas 4, 5, 6 e 7 para os experimentos 2 e 3. Após a polimerização, os corpos de prova foram descolados da placa de vidro com ajuda de uma pinça matie (Hu Friedy, Miami, FL, EUA) e, nesse momento, todos os corpos de prova foram pesados em uma balança analítica (AY220, Shimadzu, Kioto, Japão) e medida a espessura da resina com paquímetro digital (Modelo CD-15C, Mitutoyo, Japão) para conferir a quantidade de resina aplicada para cada corpo de prova. O valor médio $\pm$ desvio padrão da massa de resina foi 0.0093 ± 0.001 grs e $0,8 \pm 0,003$ mm de espessura. Cada corpo de prova foi posicionado no suporte para realizar as indentações no microdurômetro e definir a melhor área. A sequência do procedimento está descrito na Figura 7.

5.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados resultantes das análises efetuadas no Experimento 2 e 3, foram analisados para SBS, ARI e MHV. Os *brackets* metálico foram usados no experimento 2 e cerâmico para o Experimento 3, as variáveis estudadas foram o tipo de LED (Valo e Bluephase) e as diferentes densidades de energia propostas para ambos os experimentos. Os dados foram inseridos no programa GraphPadPrism 6.0C (GraphPad Software, Inc, La Jolla, CA EUA), versão para Macbook. As distribuições dos valores dos testes foram analisadas empregando-se a análise de variância ANOVA de duas vias e pós teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

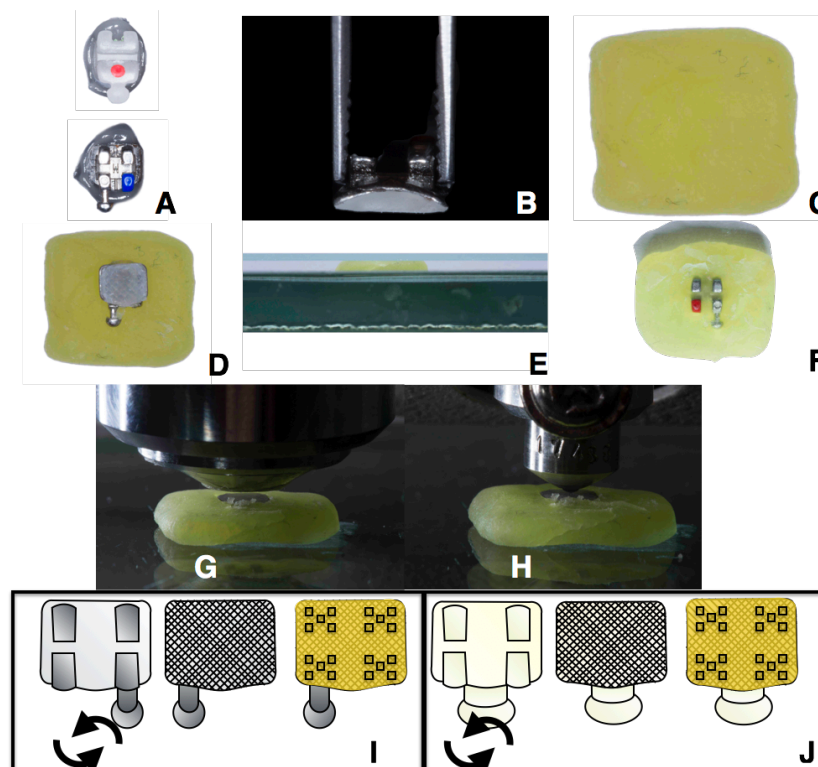


Figura 7. Sequência das análises de microdureza para os Experimentos 2 e 3. A) *Brackets* metálicos do Experimento 2 e cerâmicos do Experimento 3 posicionados em uma placa de vidro com fundo branco. B) Corpo de prova segurado por pinça matie para facilitar a descolagem da placa de vidro após fotopolimerização e transporte. C) Cera de utilidade sobre placa de vidro pronta para receber os corpos de prova. D) Imersão do corpo de prova na cera. E) Com ajuda das duas placas de vidro a superfície paralela da resina no verso do *bracket* foi pressionada até a face vestibular do *bracket* estar em íntimo contato com a placa de vidro. F) Verificação do íntimo contato da face vestibular do *bracket* com a placa de vidro. G) Posicionamento do corpo de prova devidamente inserido na cera e com uma base fixa, neste momento o foco do visor do microdurômetro foi calibrado. H) Momento da realização das indentações na resina ortodôntica posicionada no verso do *bracket*. I) Esquema representando os grupos experimentais dos *brackets* metálicos. J) Esquema representando os grupos experimentais dos *brackets* cerâmicos.

6 CAPÍTULOS

6.1 Artigo 1 - Kinetics of polymerization, degree of conversion and microhardness of orthodontic resin using different values of radiant exposure and LED curing lights

6.2 Artigo 2 - Influence of variation of radiant exposure values on shear strength and microhardness of orthodontic resins for bonding of metallic orthodontic accessories

6.3 Artigo 3 - Influence of the variation of radiant exposure values on shear strength and microhardness of orthodontic resin for bonding ceramic orthodontic appliances

6.1 ARTIGO 1 - Kinetics of polymerization, degree of conversion and microhardness of orthodontic resin using different values of radiant exposure and LED curing lights.

Submetido para avaliação na revista American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics.

Status do manuscrito: Em revisão

Kinetics of polymerization, degree of conversion and microhardness of orthodontic resin using different values of radiant exposure and LED curing lights

ABSTRACT

Objective: The aim of this study was to investigate the effect of curing time and power modes of two third generation LED light-curing devices on the degree of conversion (DC) and surface Vickers microhardness (HVK) of an orthodontic composite on metallic and ceramic brackets. **Methods:** 160 separate samples for DC and HVK were obtained and divided into 16 groups (n=10) according to LED light-curing **VALO®**, Ultradent Products and **Bluephase 20i®**, Ivoclar Vivadent), resin (**Transbond XT**, 3M Unitek) and **metallic bracket Roth prescription** and **ceramic bracket Roth prescription** (Morelli). Each group was further divided into 4 subgroups for DC and HVK. The specimens for DC were placed into a FTIR, and a software was used for analysis. A microhardness tester was used to perform HVK measurements. The data were analyzed with 2-way ANOVA and post-hoc of Tukey. **Results:** Differences were observed in DC of the composite cured at different times and powers ($p < 0.05$). The DC showed the lowest value when metallic brackets were used. Ceramic brackets showed better DC values for both Valo and Bluephase groups. No significant difference was observed when comparing Plasma emulation for Valo LED light and turbo emulation of Bluephase with the control groups ($p < 0.05$). Linear regression of DC and HVK exhibit positive slope from low values of joules to higher values of joules in metallic and ceramic groups for both LED lights. **Conclusions:** The use of 3rd generation LED curing lights provided greater values of DC when relatively short times of polymerization were used. Turbo or plasma functions can be used in metallic brackets to decrease chair time.

Clinical significance: Working time for bonding orthodontic brackets could be reduced using turbo or plasma functions.

Keywords: Orthodontic Appliances, Dental Bonding, Orthodontic Brackets, Dental Curing Lights.

INTRODUCTION

The success of the treatment using fixed orthodontic appliances depends substantially on the brackets-to-teeth bonding. The advent of acid conditioning techniques¹, the improvement of adhesive and resinous systems based on monomers², as well as the development of the last generation of LED curing lights³, has brought great benefits to dental practice⁴. These technological advances have benefited different areas of dentistry. For instance, the use of adhesive in cosmetic dentistry for cementation of pieces (i.e. single or multiple crowns, veneers, brackets, among others) can be satisfactorily performed. In orthodontics, these advances allowed the replacement of the welding process (metallic bands retained with a cement) for direct bonding of smaller appliances to perform orthodontic movements⁵.

Different kind of orthodontic resins can be used in clinical practice such as light-cured, chemical-cured or dual-cured resins. These materials have shown suitable physical and chemical properties⁶⁻⁸. However, curing lights are required for light-cured resins. To obtain the correct irradiance using different LED curing lights, the power can be considerably high, increasing the risk of pulpal damage⁹. Curing units activate camphoroquinone (CQ), the most commonly used photo-initiator present in resin composites and orthodontics light curing composites, sensitive to blue light in wavelengths between 400 and 515 nm^{10,11}. Quartz-tungsten-halogen curing lights (QTH) were widely used in dentistry for years, however, they were subsequently replaced by LED lights. Recently, the third generation of light-emitting diodes (LEDs) is available for dental practitioners^{10,12}. The polymerization efficiency of resins is induced by the irradiation intensity (power), exposure time (seconds), and the light source. All those characteristics are measured in energy units (Joules)¹⁰. Regarding these variables, several studies have been performed in order to determine the degree of conversion (DC) of dental composites^{10,13}. In general, the DC modulates the physical and mechanical properties of the material, such as hardness, solubility, and degradation^{14,15}. The DC also has a very relevant role for resin biocompatibility since toxic residual monomers might be released into the mouth as a result of insufficient polymerization changing the biological performance of resins network^{16,17}. A low DC is related to a decreased conversion of double carbon bonds, which results in monomer

leaching and the release of substances such as plasticizers, polymerization initiators, and inhibitors^{7,10,18-20}. These can have biological, physical and chemical effects^{3,6,13,16,21}. In this context, an alternative way to measure DC is the Vickers microhardness (HVK) test, which allows the comparison of surface hardness and its correlation with DC and HVK.

Despite the advances in adhesion and LED light technology, currently used bonding protocol for metallic and ceramic appliances still remains as a time-consuming procedure since dentist still feel unsure to use faster polymerization times. Longer chair time also increases the chance of unwarned bonding failures due to contamination, especially in posterior and lower teeth^{22,23}. Thus, this study was designed to investigate the effects of energy density variation using two different third LEDs, LED Curing Light **VALO®** or **Bluephase 20i®** modifying their intensities and exposure time to find the shortest light exposure time necessary to polymerize the orthodontic resins. The null hypothesis was that changes *in energy* density variation would not modify: Degree of conversion and Vickers hardness values.

MATERIAL AND METHODS

Experimental groups

Two different LED curing lights sources were used separately: **VALO®**, Ultradent Products (South Jordan, UT, EUA) and **Bluephase 20i®**, Ivoclar Vivadent (Amherst, NY, EUA). Different LED curing modes, intensities and exposure times on metallic and ceramic brackets were employed: **Metallic bracket Roth prescription**, (Morelli, Sorocaba - SP, Brazil) and **Ceramic bracket Roth prescription** (Morelli, Brazil). The resin under test was **Transbond XT** (3M Unitek, Monrovia, CL, EUA). The experimental group's performances and additional details are described in Table 1.

Sample preparation

For degree conversion (DC) and Vickers microhardness (HVK), simulations of the bonding of metallic and ceramic brackets with orthodontic composite resin were performed. Excess of resin composite was removed before light curing.

Composite resin was light-cured using two third generation LED curing lights. All brackets were bonded by the same clinician. Different light curing modes were used (Tables 2 and 3) to compare the degree of conversion and microhardness by groups. All samples were analyzed immediately after orthodontic resin fixing. Different modes of the LED options and times were used. Both LED curing lights were contrasted with a control group, following manufactures indications, then the time was reduced by half and a quarter of the control groups, and used high intensity with low time exposure (Tables 2 and 3).

For DC, one metallic and one ceramic bracket were prepared. For both brackets, the roughened back-surface was smoothened in order to facilitate the bracket debonding from the resin so it could be reused in the FTIR device. For HVK, 80 metallic brackets and 80 ceramic brackets were used.

Table 1. Experimental Groups

Experimental Groups								
LED light		Valo®				Bluephase®		
Group type		Control	Half control time	Quarter control time	Plasma	Control	Half control time	Quarter control time
LED Mode (time)		Standard power (9 sec)	Standard power (4.5 sec)	Standard power (2.25 sec)	Plasma Emulation (3.33 sec)	Standard power (10 sec)	Standard power (5 sec)	Standard power (2.5 sec)
Bracket	Metallic	V/M/Standard 9s	V/M/Standard 4.5s	V/M/Standard 2.25s	V/M/Plasma 3.3s	B/M/Standard 10s	B/M/Standard 5s	B/M/Standard 2.5s
	Ceramic	V/C/Standard 9s	V/C/Standard 4.5s	V/C/Standard 2.25s	V/C/Plasma 3.3s	B/C/Standard 10s	B/C/Standard 5s	B/C/Standard 2.5s

n = 10 specimen per group

Table 2. Valo LED light time and power intensity groups

Valo®					
Bracket	LED mode	Power intensity (mW/cm ²)	LED time use (second)	total Joules	group name
Metallic	Standard power	1273	18	22.9	V/M/Standard 9s
			9	11.5	V/M/Standard 4.5s
			5	6.4	V/M/Standard 2.25s
	Plasma Emulation	3200	6.6	21.1	V/M/Plasma 3.3s
Ceramic	Standard power	1273	9	11.5	V/C/Standard 9s
			4.5	5.7	V/C/Standard 4.5s
			2.25	2.9	V/C/Standard 2.25s
	Plasma Emulation	3200	3.33	10.7	V/C/Plasma 3.3s

Table 3. Bluephase LED light time and power intensity groups

Bluephase®					
Bracket	LED mode	Power intensity (mW/cm²)	LED time use (second)	total Joules	group name
Metallic	Standard power	1136	20	22,7	B/M/Standard 10s
			10	11.36	B/M/Standard 5s
			5	5.68	B/M/Standard 2.5s
	Turbo	2045	6	12,3	B/M/Turbo 3s
Ceramic	Standard power	1136	10	11.36	B/C/Standard 10s
			5	5.68	B/C/Standard 5s
			2.5	2.84	B/C/Standard 2.5s
	Turbo	2045	3	6.13	B/C/Turbo 3s

Degree of conversion

The orthodontic resin was manipulated according to the manufacturer's instructions, applied on the previously prepared orthodontic bracket to facilitate the removal of the orthodontic resin after polymerization. They were placed on the pure diamond surface of the attenuated total reflectance horizontal table (Standard Golden Gate, Specac, Woodstock, GA, USA) coupled in an infrared light spectroscopy (FTIR, Tensor 27, Bruker Optik GmbH, Ettlingen, Alemanha). The degree conversion analysis and the kinetics of polymerization analysis were performed comparing the specimen's groups (brackets and orthodontic resin correctly positioned) with other specimens made exactly the same from the respective composite, but not light-cured.

The light-cured and non-light-cured specimens from each subgroup were analyzed by FTIR. All measurements were performed with an interval between 1680 and 1500 cm^{-1} , 1 spectral per second and a resolution of 2 cm^{-1} .

Degree of conversion in percentage

The degree of conversion in percentage was calculated by analyzing the spectra obtained through the C=C aliphatic bonds, that was identified in the absorbance spectrum at the energy absorption in the region of 1638 cm^{-1} compared with the band intensity of aromatic C=C ligations, which is in the region of 1609 cm^{-1} , before and after the resin polymerization. The rate between C=C aliphatic and aromatic ligations was obtained past 10 minutes before initial polymerization. The DC% was calculated from the aliphatic C=C peak at 1638 cm^{-1} and was analyzed against on the aromatic C-C peak at 1609 cm^{-1} according to the evacuation:

Degree conversion formula:

$$DC = 1 - \left(\frac{[\text{abs (C=C aliphatic)/abs (C...C aromatic)] cured polymer}}{[\text{abs (C = C aliphatic)/abs (C...C aromatic)] uncured monomer}} \right) \times 100$$

DC: Degree Conversion (%)

abs: absorbance

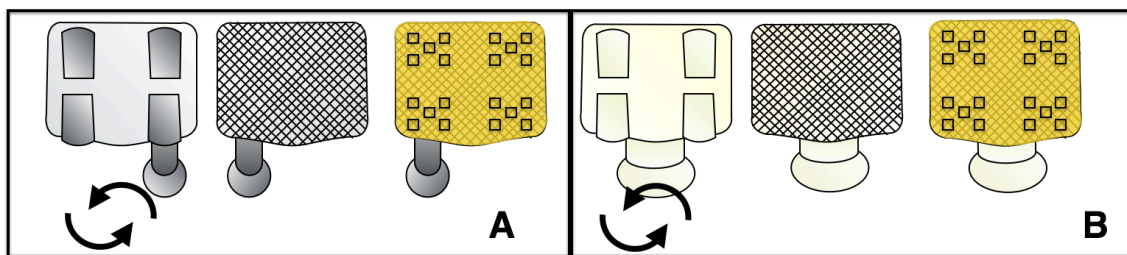
Maximum rate of cure (Rpmax)

Rpmax values corresponded to the highest rate of polymerization (percentage) and were calculated based on the differences between DC values measured in sequential, 1-second intervals throughout the 7min analysis of each specimen.

Microhardness test

For Valo and Bluephase groups, 10 samples were taken per each as shown in figure 1A and 1B, respectively. These samples were incubated in distilled water at 37°C before and after the measurements. The samples were randomly divided into sixteen different groups (Table 1) tested with microhardness indenter (Microhardness tester-Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan). Vickers microhardness point was performed²⁴: a diamond indenter was applied to the composite surface at 5 N or 50 Kgf, and an indentation time of 15s was used for 5 indentations in four corners of the specimens resulting in a total of 200 indentations for each group. The microhardness indenter sequence is shown in Figure 1.

Figure 1. Metallic brackets and orthodontic resin for microhardness. B) Ceramic brackets and orthodontic resin for microhardness



For calculation of Vickers microhardness (VHN), the lengths of the two diagonals of each indentation were measured and VHN was calculated employing the following formula:

$$\text{VHN} = 1.854F/d^2$$

Where F is the load applied in Newtons and d is the mean length of the two diagonals of each indentation.

Statistical analysis

A 2-way Analysis of Variance (ANOVA) was performed on Valo and Bluephase groups for the DC(%), HVK and R_pmax (%/s). Furthermore, Tukey's multiple comparisons post-hoc analysis was employed at a significance level of 5%. The variables were the type of bracket and the type of polymerization. The software used was Prism for Macintosh version 6.0 (GraphPad Software. La Jolla, CA, USA).

RESULTS

Degree conversion

The maximum degree conversion in percentage (DC%) and standard deviation (SD) for Valo are shown in Table 4. The Same information for Bluephase groups is presented in Table 5. Two-way ANOVA ($p < 0.05$) evidenced a difference in DC% values between groups. For both groups, Valo and Bluephase, the ceramic brackets showed higher polymerization DC% and Rpmax when compared to the metallic brackets.

Table 4. Mean values of DC% and SD of Valo groups

DC% Valo®		
Bracket	group name	DC%mean(SD)
Metallic	V/M/Standard 9s	36(3.4)aB
	V/M/Standard 4.5s	27(4.4)b,cB
	V/M/Standard 2.25s	22(6.9)cB
	V/M/Plasma 3.3s	32(5.4)a,bB
Ceramic	V/C/Standard 9s	47(1.5)aA
	V/C/Standard 4.5s	45(1.4)aA
	V/C/Standard 2.25s	43(1.8)aA
	V/C/Plasma 3.3s	44(1.5)aA

* Similar letters do not show statistically significant difference, pre-set alpha of 0.05

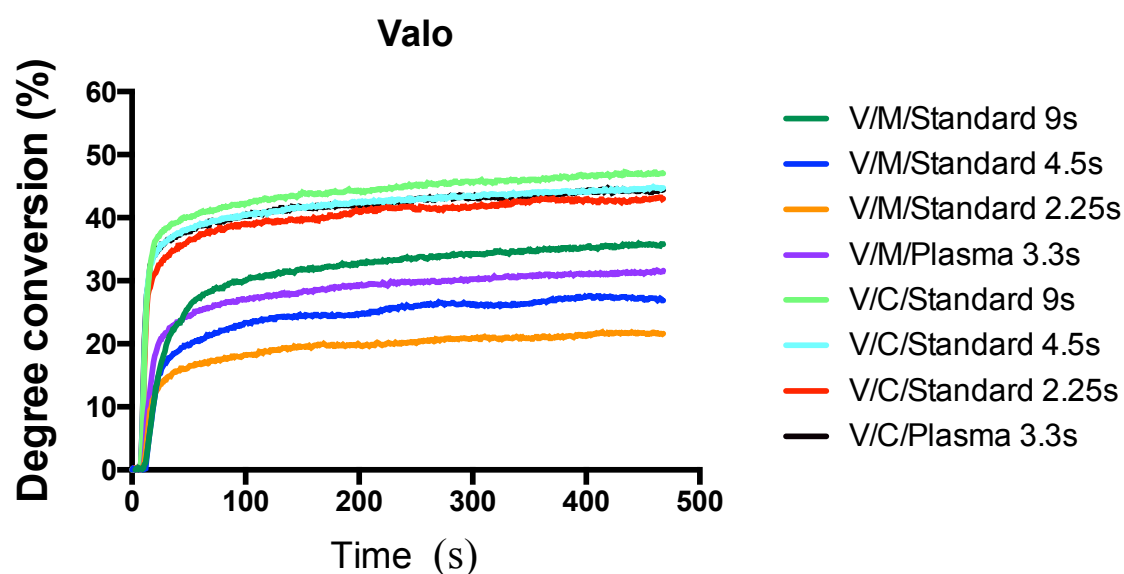
Table 5. Mean values of DC% and SD of Bluephase groups

DC% Bluephase®		
Bracket	group name	DC% mean(SD)
Metallic	B/M/Standard 10s	35(3.5)aB
	B/M/Standard 5s	28(3.1)bB
	B/M/Standard 2.5s	27(6.1)bB
	B/M/Turbo 3s	28(5.8)bB
Ceramic	B/C/Standard 10s	46(1.4)aA
	B/C/Standard 5s	44(1.2)aA
	B/C/Standard 2.5s	44(2.3)aA
	B/C/Turbo 3s	46(1.9)aA

* Similar letters do not show statistically significant difference, pre-set alpha of 0.05

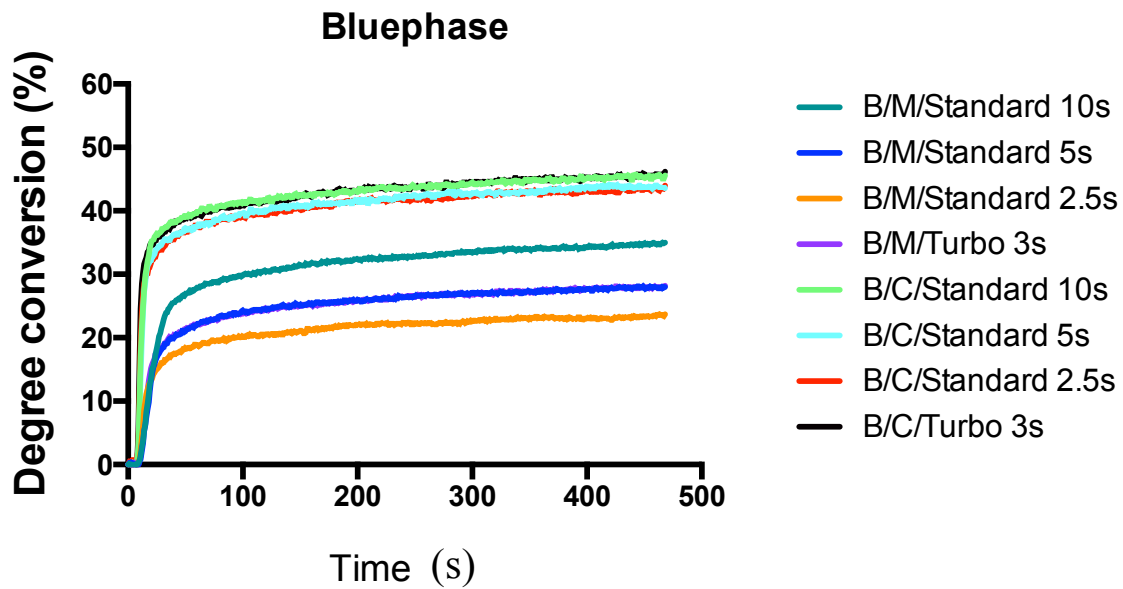
For Valo LED curing light there was a significant difference between metallic and ceramic brackets groups ($p < 0.05$). The metallic intragroup differences were analyzed, the control group V/M/Standard 9s and V/M/Plasma 3.3s evidenced no significant difference ($p = 0.2399$). The results were 35.8 % and 31,6% of DC% for these groups, respectively. The other metallic groups showed statistical differences ($p < 0.05$) when compared with the control and plasma group. The ceramic intragroup comparison evidenced no significant differences ($p > 0.05$), the values of DC% were between 43% to 47%. Detailed information on the tests performed is presented in Table 4 and Figure 2.

Figure 2. Mean values of degree of conversion (DC%) for Valo groups



For Bluephase LED curing-light, the DC% of the metallic groups evidenced statistically significant differences ($p < 0.05$) with ceramic groups. For metallic intragroup, when compared to the control group B/M/Standard 10s, B/M/Turbo 3s and B/M/Standard 5s, there is no statistically differences ($p > 0.0001$). These groups showed great values of DC% between 28% to 35%, the B/M/Standard 2,5s group showed significant differences ($p < 0.0001$) when compared to these groups. For ceramic groups, the intragroup comparison showed no statistical difference ($p > 0.7478$), the values of DC% were between 43% to 46%. Additional information is presented in Figure 3 and Table 5.

Figure 3. Mean of degree of conversion (DC%) for Bluephase groups



Rpmax

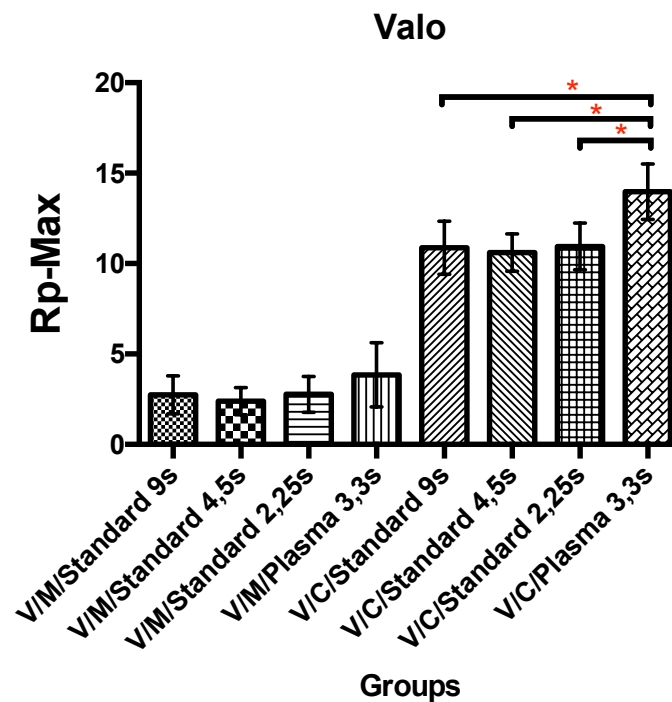
The Rpmax for the metallic groups showed no statistical differences ($p > 0.4758$), where values between 2.7% and 3.8% were obtained. For ceramic intragroup comparison, only the V/C/Plasma 3,3s group with 13.9% showed statistical differences when compared to the other intragroup ($p < 0.0001$), the other intragroup V/C/Standard 9s, V/C/Standard 4,5s and V/C/Standard 2,25s did not present significant differences ($p > 0.9979$), where values from 10,6% to 10,9% were obtained. Additional information in Figure 4 and Table 6.

Table 6. Mean values of Rp-Max and SD of Valo groups

Rp-Max Valo®		
Bracket	group name	Rp-Max% mean(SD)
Metallic	V/M/Standard 9s	2.740(1.049)c
	V/M/Standard 4.5s	2.39(0.749)c
	V/M/Standard 2.25s	2.770(0.992)c
	V/M/tplasma 3.3s	3.850(1.773)c
Ceramic	V/C/Standard 9s	10.870(1.464)b
	V/C/Standard 4.5s	10.610(1.039)b
	V/C/Standard 2.25s	10.950(1.284)b
	V/C/Plasma 3.3s	13.970(1.532)a

* Similar letters do not show statistically significant difference, pre-set alpha of 0.05

Figure 4. Mean of Rp-Max for Valo Groups



Within each product, intragroup with * symbols are significantly different, all intergroup are significantly different ($\alpha=0.05$).

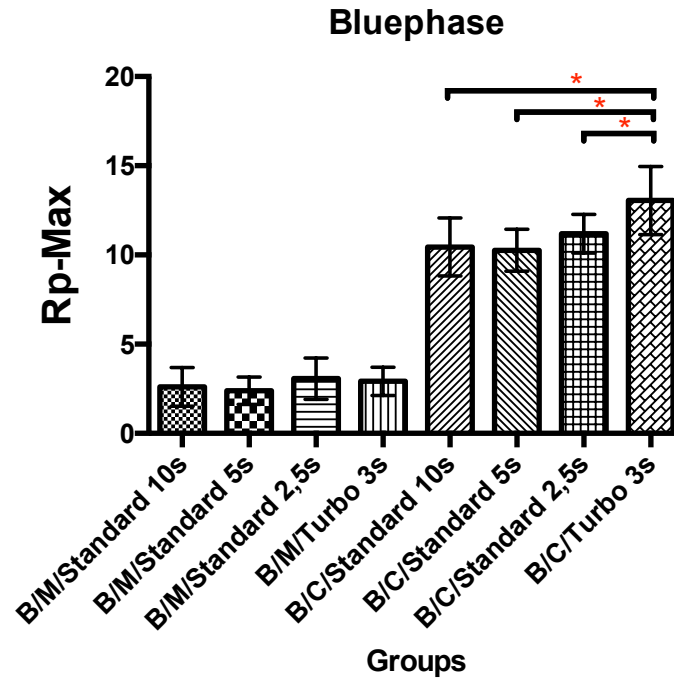
Comparisons between the Rpmx of metallic and ceramic evidenced a significant difference ($p<0.0001$). The metallic groups did not exhibit statistically significant differences ($p>0.9969$). For the ceramic groups only, the B/C/Turbo 3s presented statistical differences with the other ceramic groups ($p<0.0001$), (Figure 5, Table 7).

Table 7. Mean values of Rp-Max and SD of Bluephase groups

Rp-Max Bluephase®		
Bracket	group name	Rp-Max% mean(SD)
Metallic	B/M/Standard 10s	2.61(1.089)c
	B/M/Standard 5s	2.39(0.763)c
	B/M/Standard 2.5s	3.070(1.160)c
	B/M/Turbo 3s	2.920(0.791)c
Ceramic	B/C/Standard 10s	10.450(1.630)b
	B/C/Standard 5s	10.260(1.174)b
	B/C/Standard 2.5s	11.190(1.284)b
	B/C/Turbo 3s	13.970(1.532)a

* Similar letters do not show statistically significant difference, pre-set alpha of 0.05

Figure 5. Mean of Rp-Max for Bluephase Groups



Within each product, intragroup with * symbol are significantly different, all intergroup are significantly different ($\alpha=0.05$).

Vickers microhardness

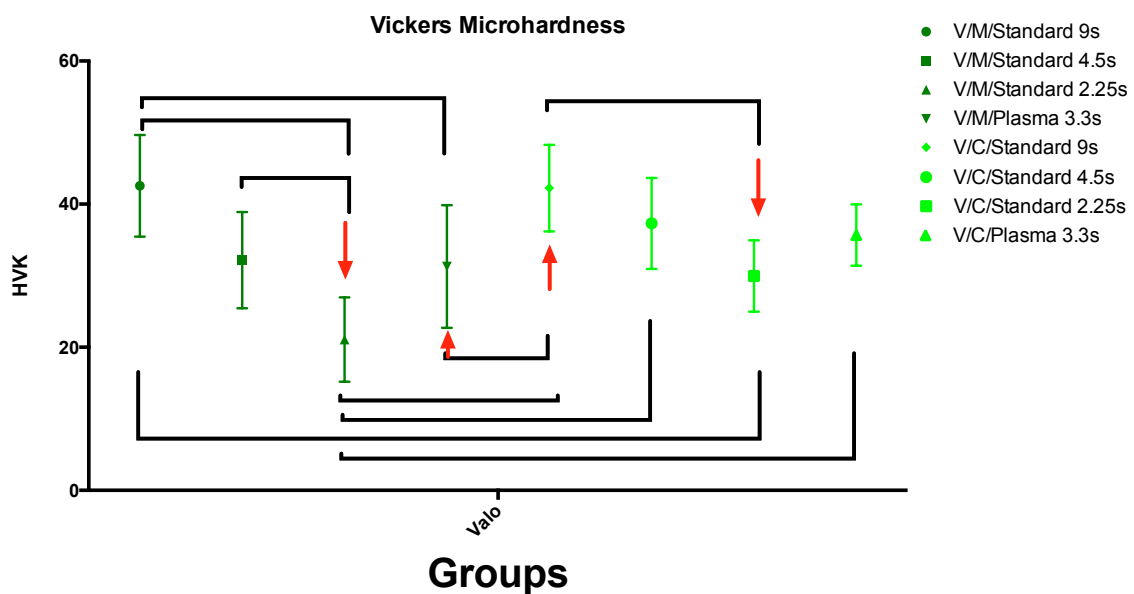
For Valo metallic groups, the HVK of V/M/Plasma 3,3s, V/M/Standard 4.5s groups and control group V/M/Standard 9s were statistically different when compared with V/M/Standard 2.25s ($p<0.0001$), the V/M/Plasma 3,3s and V/M/Standard 9s show statistical difference ($p<0.0001$). The same is true for V/M/Plasma 3,3s and V/M/Standard 4.5s groups. In ceramic groups, the group V/C/Standard 4.5s and V/C/Plasma 3,3s, did not exhibit statistical differences ($p>0.2834$). Only V/C/Standard 2.25s showed statistically difference ($p<0.0001$). More details are presented in Figure 6 and Table 8.

Table 8. Mean values of HVK and SD of Valo groups

HVK Valo®		
Bracket	group name	HVKmean(SD)
Metallic	V/M/Standard 9s	42.565(7.098)aA
	V/M/Standard 4.5s	32.181(6.723)bD
	V/M/Standard 2.25s	21.068(5.891)cD
	V/M/tplasma 3.3s	31.287(8.576)bB
Ceramic	V/C/Standard 9s	42.248(6.046)aA
	V/C/Standard 4.5s	37.302(6.364)bC
	V/C/Standard 2.25s	29.967(4.986)cB
	V/C/Plasma 3.3s	35.688(4.284)bC

* Similar letters do not show statistically significant difference, pre-set alpha of 0.05

Figure 6. Vickers microhardness values of Valo Groups.



*statistically intragroup differences are shown with and statistically intergroup differences are shown with .

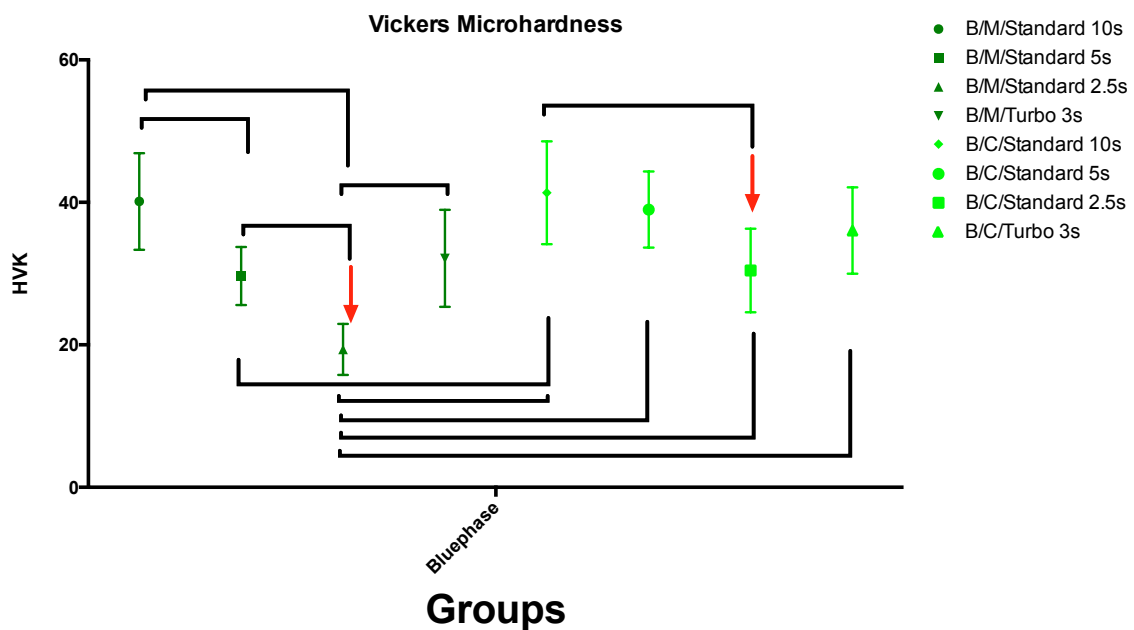
For Bluephase HVK differences for the metallic group, the all groups showed statistical differences ($p < 0.0001$), the best values of HVK were obtained from the B/M/Standard 10s group with 40.12(6.7), followed by B/M/Turbo 3s with 32.13(6.8). For ceramic groups, the all groups evidenced no statistical differences ($p > 0.9989$) Table 9 and Figure 7.

Table 9. Mean values of HVK and SD of Bluephase groups

HVK Bluephase®		
Bracket	group name	HVK mean(SD)
Metallic	B/M/Standard 10s	40.122(6.781)aA
	B/M/Standard 5s	29.656(4.074)bC
	B/M/Standard 2.5s	19.349(3.581)cE
	B/M/Turbo 3s	32.137(6.813)dD
Ceramic	B/C/Standard 10s	41.348(7.225)aA
	B/C/Standard 5s	38.987(5.347)aA
	B/C/Standard 2.5s	30.435(5.863)aCD
	B/C/Turbo 3s	36.054(6.057)aB

* Similar letters do not show statistically significant difference, pre-set alpha of 0.05

Figure 7. Vickers microhardness values of Bluephase Groupss.



*statistically intragroup differences are shown with  and statistically intergroup differences are shown with .

Linear regression of DC% and HVK

For both Valo and Bluephase groups, and metallic and ceramic subgroups, higher values of Joules have showed better DC% and HVK. An upward sloping line from lower values to higher values is evidenced for all groups. The upward behavior in

the metallic brackets was verified and a more linear behavior was found for ceramic, (Figure 8) and (Figure 9).

Figure 8. Linear regression of Valo Groups. A) DC% of metallic groups; B) DC% of ceramic groups; C) HVK of metallic groups; D) HVK of ceramic groups.

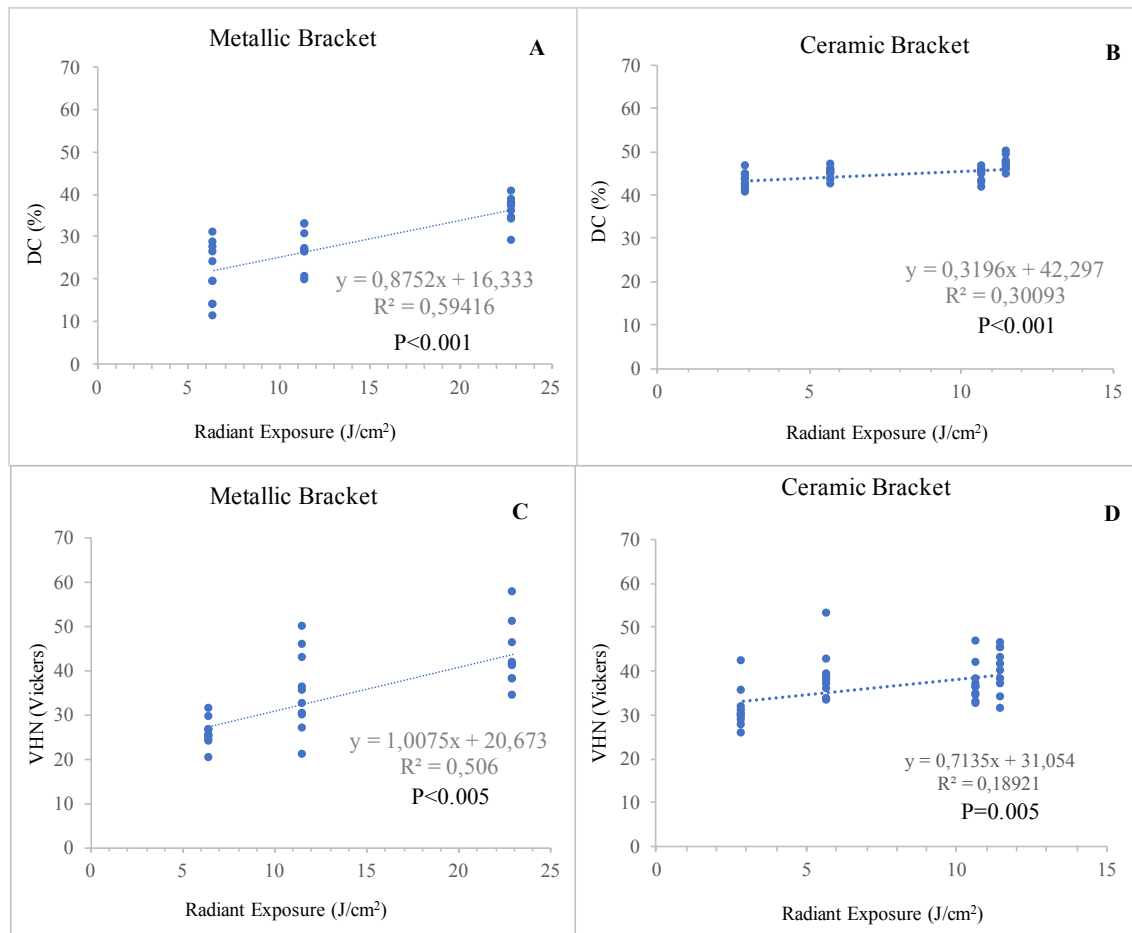
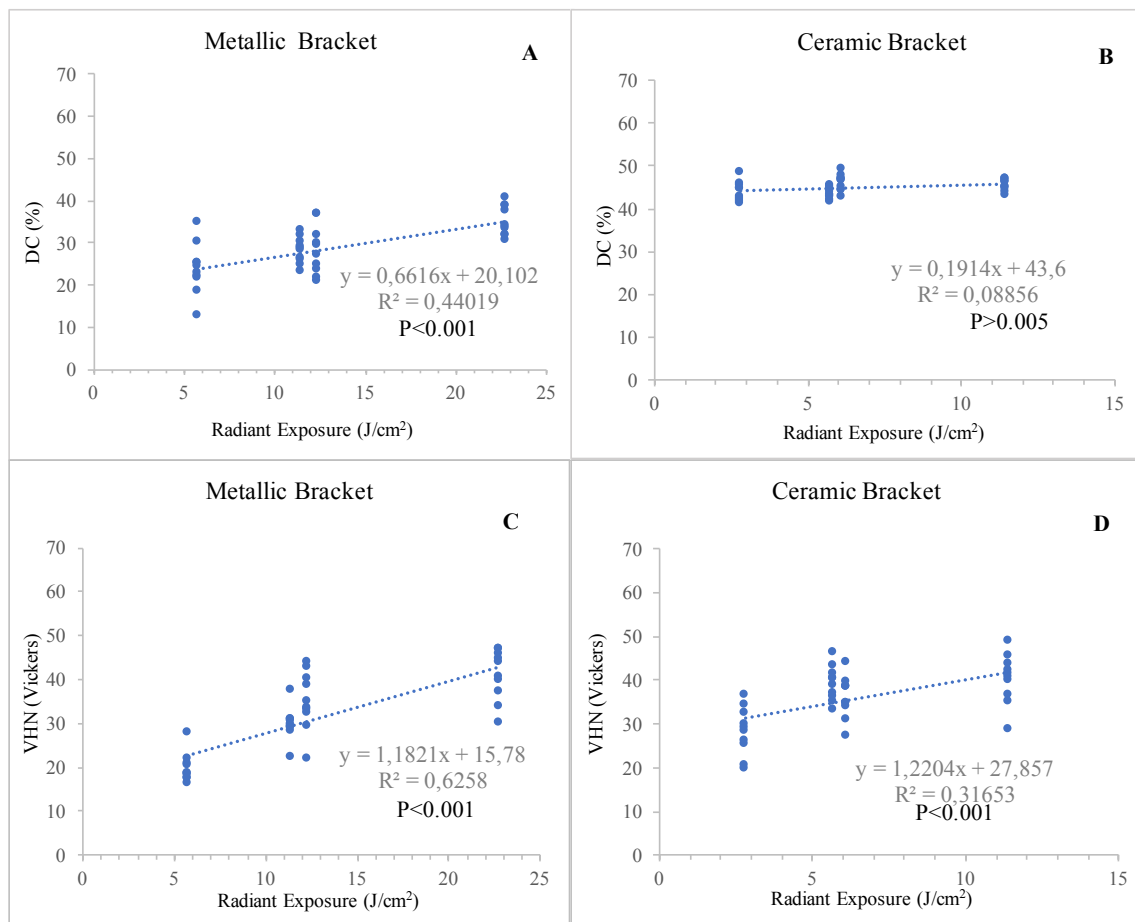


Figure 9. Linear regression of Bluephase Groups. A) DC% of metallic groups; B) DC% of ceramic groups; C) HVK of metallic groups; D) HVK of ceramic groups.



DISCUSSION

The DC% verified by FTIR allows the assessment of the degree of conversion of polymerized resins, the percentage of carbon double bond conversion. A higher degree of conversion is related to higher mechanical properties,¹⁰ less unreacted monomers,¹⁰ and reduced degradation^{13,17}, unreacted monomers increase the risk of allergic reactions caused by leaching of these free monomers^{16,17}. Lower values of DC are related to lower energy of LED curing lights, short curing times and power. The relation of one or multiple of those factors can be related to lower values of DC% and surface microhardness¹⁹. When orthodontic brackets suffer fractures, clinicians often conclude that the polymerization was not effective or that there was some type of contamination when attaching the bracket²². This can also be associated with the use of metallic brackets since they prevent the passage of light. It differs when occurring with ceramic brackets which allow a direct step of the light^{14,15}.

In this study, both LED curing lights showed a decrease in the DC% and surface microhardness when metallic brackets were used and compared to ceramic brackets. There are several types of bracket materials: Metallic brackets such as Stain steel, Gold, NiTi, Plastics, Ceramics, and Combination^{14,15}. The ceramic brackets groups evidenced a significantly higher Rpmax% than the metallic brackets groups. Some authors have studied that over polymerization variations might be related to fracture of the enamel during therapy or when ceramic brackets^{14,15,25-28}. The composite resin polymerization starts when applying the light cure. So, the operator has a restricted time to bonding and removing the excess of adhesive^{14,15,28}. The issues of composite light-curing include the time required to polymerize under different type of bracket materials and the possibility of insufficient exposure to the curing light that leads to incomplete polymerization of the resin under the bracket⁶.

When comparing curing times of polymerization groups in the Valo + metallic brackets test (DC% and Rpmax%) control group (V/M/Standad 9s) (30%) and plasma group (V/M/Plasma 3,3s) (28%) showed the better values. Similar values were obtained in different *in vitro* comparison^{3,10}. For metallic brackets, when times of polymerization were shortened at the standard function of Valo, experimental groups showed insufficient values of DC% between (15 to 25%). Some studies obtained similar results

when inadequate potential and time^{9,29-31}. All Valo and Bluephase ceramic groups showed higher values of DC% (between 38 to 45%). In our study, the use of ceramic brackets showed better values of DC. This is in agreement with several studies that showed that ceramic brackets can allow better passage of light and consequently better DC^{3,21,32}. This could also explain why ceramic brackets also showed higher Rpmax values after the light was turned off when compared to metallic brackets under faster post-polymerization.

Different studies have demonstrated that shorter times can negatively influence the DC% of resin³⁰. A decrease of DC% can be firstly related to shortened times and to the LED power employed^{6,19}. In this study, a decrease in DC% was only found in shorter curing time at the standard function of metallic brackets group. It has been established that the distance between the tip of the LED light and the resin can interfere with the DC. In this sense, we speculate that, even though newer generations of LED lights have higher irradiance values, the opacity of metallic brackets and the thickness might interfere with the adequate polymerization. Even though higher Rpmax values are related to better DC, the faster post-polymerization in ceramic groups could be related to fractures and cracks in dental enamel due to his rapid polymerization that might generate a contraction in the enamel surface^{6-8,33}. No clinical studies have demonstrated this fact yet, further studies must be performed regarding this issue.

Some studies have compared hardness of orthodontic composites and DC%, showing that surface hardness can be increased or not, depending on the DC% related to time exposure, power and total energy used to photo-polymerization. Microhardness allows for measurements at specific locations within the sample; for this study, evaluations were made on the samples. However, hardness values may not be used for a direct comparison with DC%, however, they are a valuable tool for relative measurements within the same materials and their simplicity eases the evaluation of a large number of specimens³⁰. Both groups, Valo and Bluephase + metallic appliances showed similar behavior. Control groups and plasma for Valo or turbo function for Bluephase showed similar values of HVK, when the control group time was halved values of HVK have been taken. Ceramic groups showed great values of HVK, only the lowest standard radiant exposure time presented the lowest HVK values for both LED curing light Valo and Bluephase. Higher values of HVK were identified in ceramic brackets when compared to metallic brackets light. Similar results were obtained in

different studies on halogen lamps³⁰ and LED curing lights¹⁹.

There was a significant interaction of the DC% and HVK for all groups. This was corroborated by other studies^{6,7,18,19}. Additionally, the linear line regression has showed similar values. Our study showed a relation between curing time and power mode on the microhardness and DC% of the composites, this caused a different behavior depending on the curing time reduction. Inadequate curing time was associated to poor polymerization of composite resins including orthodontic adhesives that resulted in reduced orthodontic bracket bond strength in shear. It is important for composite resin increment to be irradiated for an appropriate period of time so the photoinitiator can be activated. If the curing time is reduced below the required time and power, it tends to result in the early termination of polymerized chains. However, this process increases the polymerization stresses and reduces the mechanical properties of the cured composite^{6-9,17,29}.

Therefore, higher total energy delivered to orthodontic resin produces greater polymerization. Also, the degree of conversion results in improved mechanical properties. However, the kinetics of polymerization has been found to be very complex without the existence of a simple reciprocal relationship between light intensity and the exposure duration^{6-9,17,29}. Future studies should be performed to understand whether there is a direct relationship with enamel fractures or tricks.

CONCLUSION

Based on the current findings and within the limitations of the present study, it can be concluded that:

- The use of third LED light generation can provide greater values of DC% values when relatively short times of polymerization were used.
- DC% and Rpmax values can be increased by using ceramics brackets.
- When higher powers (Valo – Plasma 3200mw/cm²) (Bluephase – Turbo 2400mw/cm²) with shorter times were used, similar values were obtained when compared to the control groups in normal function and time.
- Turbo or Plasma function for Bluephase and Valo respectively can be used in metallic brackets decreasing the working time without compromising DC and HVK.

REFERENCES

1. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955;34:849-853.
2. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci* 1997;105:97-116.
3. Lee HM, Kim SC, Kang KH, Chang NY. Comparison of the bonding strengths of second- and third-generation light-emitting diode light-curing units. *Korean J Orthod* 2016;46:364-371.
4. Perdigao J. New developments in dental adhesion. *Dent Clin North Am* 2007;51:333-357, viii.
5. Newman GV. Epoxy adhesives for orthodontic attachments: progress report. *Am J Orthod* 1965;51:901-912.
6. Reynolds IR. A Review of Direct Orthodontic Bonding. *British Journal of Orthodontics* 2016;2:171-178.
7. Abdul-Majid ZS, El-Badry A. A literature review on the correlation between shear bond strength and the degree of conversion of orthodontic adhesive systems. *European Scientific Journal* 2016;12:411-421.
8. Bakhadher W, Halawany H, Talic N, Abraham N, Jacob V. Factors Affecting the Shear Bond Strength of Orthodontic Brackets - a Review of In Vitro Studies. *Acta Medica (Hradec Kralove)* 2015;58:43-48.
9. Goyal A, Hurkadle J, Magegowda S, Bhatia P. Use of light-curing units in orthodontics. *J Investig Clin Dent* 2013;4:137-141.
10. Cardoso KAORdF, Zarpellon DC, Madrugada CFL, Rodrigues JA, Arrais CAG. Effects of radiant exposure values using second and third generation light curing

- units on the degree of conversion of a lucirin-based resin composite. *Journal of Applied Oral Science* 2017;25:140-146.
11. Teshima W, Nomura Y, Tanaka N, Urabe H, Okazaki M, Nahara Y. ESR study of camphorquinone/amine photoinitiator systems using blue light-emitting diodes. *Biomaterials* 2003;24:2097-2103.
 12. Rueggeberg FA, Giannini M, Arrais CAG, Price RBT. Light curing in dentistry and clinical implications: a literature review. *Braz Oral Res* 2017;31:e61.
 13. Amato P, Martins LP, Gatti A, Pretel H, Martins RP. Influence of different wavelengths peaks in LED units on the degree of conversion of orthodontic composites. *Journal of the World Federation of Orthodontists* 2016;5:118-121.
 14. Eliades T. Orthodontic materials research and applications: part 2. Current status and projected future developments in materials and biocompatibility. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2007;131:253-262.
 15. Eliades T. Orthodontic materials research and applications: part 1. Current status and projected future developments in bonding and adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2006;130:445-451.
 16. Peterson MR, Wong PH, Dickson SD, Coop CA. Allergic Stomatitis From Orthodontic Adhesives. *Mil Med* 2017;182:e1883-e1885.
 17. Kloukos D, Pandis N, Eliades T. Bisphenol-A and residual monomer leaching from orthodontic adhesive resins and polycarbonate brackets: a systematic review. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2013;143:S104-112 e101-102.
 18. Purushothaman D, Kailasam V, Chitharanjan AB. Bisphenol A release from orthodontic adhesives and its correlation with the degree of conversion. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2015;147:29-36.
 19. Amato PA, Martins RP, dos Santos Cruz CA, Capella MV, Martins LP. Time reduction of light curing: Influence on conversion degree and microhardness of orthodontic composites. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2014;146:40-46.

20. Sunitha C, Kailasam V, Padmanabhan S, Chitharanjan AB. Bisphenol A release from an orthodontic adhesive and its correlation with the degree of conversion on varying light-curing tip distances. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2011;140:239-244.
21. Ansari MY, Agarwal DK, Gupta A, Bhattacharya P, Ansar J, Bhandari R. Shear Bond Strength of Ceramic Brackets with Different Base Designs: Comparative In-vitro Study. *J Clin Diagn Res* 2016;10:ZC64-ZC68.
22. Pasquale A, Weinstein M, Borislow AJ, Braitman LE. In-vivo prospective comparison of bond failure rates of 2 self-etching primer/adhesive systems. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2007;132:671-674.
23. Verma P. Curing efficiency of three light emitting diode units at different curing profiles. *Indian J Dent Res* 2016;27:168-173.
24. García-Contreras R, Scougall-Vilchis R, Acosta-Torres L, Arenas-Aroccena C, García-Garduño R, de la Fuente-Hernández J. Vickers microhardness comparison of 4 composite resins with different types of filler. *Journal of Oral Research* 2015;4:313-320.
25. Campbell PM. Enamel surfaces after orthodontic bracket debonding. *Angle Orthod* 1995;65:103-110.
26. Dovgan JS, Walton RE, Bishara SE. Electrothermal debracketing: Patient acceptance and effects on the dental pulp. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics* 1995;108:249-255.
27. Ireland AJ, Hosein I, Sherriff M. Enamel loss at bond-up, debond and clean-up following the use of a conventional light-cured composite and a resin-modified glass polyalkenoate cement. *Eur J Orthod* 2005;27:413-419.
28. Mohebi S, Shafiee HA, Ameli N. Evaluation of enamel surface roughness after orthodontic bracket debonding with atomic force microscopy. *Am J Orthod Dentofacial Orthopedics* 2017;151:521-527.

29. Fleming PS, Eliades T, Katsaros C, Pandis N. Curing lights for orthodontic bonding: a systematic review and meta-analysis. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2013;143:S92-103.
30. Uysal T, Basciftci FA, Sener Y, Botsali MS, Demir A. Conventional and high intensity halogen light effects on water sorption and microhardness of orthodontic adhesives. *Angle Orthod* 2008;78:134-139.
31. Niepraschk M, Rahiotis C, Bradley TG, Eliades T, Eliades G. Effect of various curing lights on the degree of cure of orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2007;132:382-384.
32. Santini A, Tiu SH, McGuinness NJ, Aldossary MS. Light energy attenuation through orthodontic ceramic brackets at different irradiation times. *J Orthod* 2016;43:193-201.
33. Soares CJ, Faria ESAL, Rodrigues MP, Vilela ABF, Pfeifer CS, Tantbirojn D et al. Polymerization shrinkage stress of composite resins and resin cements - What do we need to know? *Braz Oral Res* 2017;31:e62.

6.2 ARTIGO 2 - Influence of variation of radiant exposure values on shear strength and microhardness of orthodontic resin for bonding metallic orthodontic accessories.

Submetido para avaliação na revista Angle Orthodontist.

Status do manuscrito: Em revisão

Influence of variation of radiant exposure values on shear strength and microhardness of orthodontic resin for bonding metallic orthodontic accessories

ABSTRACT

Introduction: The aim of this study was to evaluate the influence of curing time and power modes of two 3rd generation LED light-curing devices on the shear bond strength (SBS) and surface Vickers microhardness (HVK) of metallic brackets and orthodontic resin. **Methods:** Eighty premolars and brackets were prepared for SBS and HVK, the samples were randomly divided into 8 groups (n=10) according to the 3rd generation LEDs light-curing, (VALO®, Ultradent Products and Bluephase 20i®, Ivoclar Vivadent), resin (Transbond XT, 3M) and (Metallic bracket Roth prescription, Morelli). Each group was further divided into 4 subgroups for SBS and HVK, the Valo groups were established as the control group V/M/Standard 9s, halftime of control (V/M/Standard 4.5s), quarts time of control (V/M/Standard 2.25s) and (V/M/Plasma 3.33s), Bluephase groups were the same characteristically control group (B/M/Standard 10s), halftime of control (B/M/Standard 5s), quarts time of control (B/M/Standard 2.5s) and (B/M/Turbo 3s). The specimens for SBS were positioned in a universal testing machine, and a software was used for analysis. A microhardness testing device was used to make VKH measurements. The data were analyzed with two-way ANOVA and post-hoc Tukey. **Results:** Differences were found in the SBS cured at different times and powers. The SBS showed lowest values when short times were used at the standard function. Control groups showed better values of SBS and HVK ($p < 0.05$). When Plasma emulation for Valo LED light or turbo function of Bluephase were compared with the control groups no statistical differences were found ($p > 0.05$). **Conclusions:** The use of a third generation LED light can provide high SBS and HVK values when relatively short times of polymerization were used. Turbo or plasma function for Bluephase and Valo respectively can be used in metallic brackets to decrease working time.

Keywords: Orthodontic Appliances, Dental Bonding, Orthodontic Brackets, Dental Curing Lights.

INTRODUCTION

The improvement of adhesive techniques¹ has brought great innovation to many dentistry fields, including orthodontics. Orthodontic treatments depend in a great manner of an adequate retention of the orthodontic device since, during the treatment, certain masticatory forces and orthodontic mechanics will be applied directly to the bracket². In the past, bands with welded orthodontic accessories were positioned in all teeth surfaces, compromising patient's overall aesthetics and appearance³⁻⁶. Current advances in dental technologies have brought innovative luting techniques that are directly related to the advances in adhesion. Acid etching technique⁷ combined with the introduction of resinous monomers¹ gave clinicians the opportunity to use excellent materials and metal alloys that allow the use of customizable, sterilizable and easy handling accessories with a relatively low cost^{8,9}.

Orthodontic brackets can be exposed to numerous types of forces in the oral cavity that may result in a complex incidence and distribution of tensions in both the tooth structure and the adhesive-cement interface. With the purpose of diminishing the effects caused by the forces generated by mastication and orthodontic movement, resin composite for luting brackets was developed, thus improving the adhesive protocol and performance³⁻⁶. The resin matrix of this composite resins is composed of bisphenol A-glycidyl methacrylate (bis-GMA) and it may contain additional inorganic fillers, which are mainly composed of silica or glass particles (30 to 80% weight) having an average size of 10 to 15 μm in diameter of the resin matrix. Due to its high molecular weight, bis-GMA is a highly viscous material. To decrease the viscosity, some low molecular weight methacrylate monomers such as TEGDMA are commonly added. However, these monomers have the disadvantage of relatively increasing the polymerization contraction of the resin cement.¹⁰⁻¹²

It is important to perform a good polymerization of orthodontic resins since orthodontic fittings can withstand forces to achieve the proper orthodontic mechanics^{2,13-16}. Even though the bonding techniques have improved in the present years, a regular orthodontic session for bonding appliances is time-consuming. About 12 to 28 appliances are bonded in a standard protocol. In this sense, the photo-

activation process requires a great clinical time when performed in a conventional photo-activation mode, which indirectly increases the risk of bonding failures due to contamination^{8,9,17}. Basically, the use of metallic brackets inhibit the direct passage of light, for this reason, some authors^{18,19} and manufacturers have recommended an adequate use of deposited total energy to polymerize the orthodontic resins.^{13,14,20-22}

The objective of this study is to verify the efficiency of the energy density change and the exposure time of two LED curing light to photoactive an orthodontic resin using metallic brackets and a resin commonly used by clinicians.

MATERIAL AND METHODS

Sample selection

In this study, 80 pre-molars extracted from patients who presented periodontal problems or orthodontic need for extractions were used. Teeth were obtained from the human bank of teeth at the State University of Ponta Grossa under the protocol number N° 2.221.090. Teeth with enamel anomalies like cavities, restorations, cracks, abnormal anatomic shapes, histories of whitening and bonding and iatrogenic cracks made by forceps during extraction were excluded. All teeth were rinsed under running water immediately after extraction, and the soft tissues were subsequently removed using a scaler. After storage in distilled water changed-weekly²³, teeth were put into refrigeration (5°C) until using, for no longer than one month.²⁴

Experimental groups

Two Different LED curing lights devices were used **VALO®** (Ultradent Products, South Jordan, UT, EUA) and **Bluephase 20i®** (Ivoclar Vivadent, Amherst, NY, EUA.) using different LED modes and times-. An orthodontic Resin (**Transbond XT**, 3M Unitek, Monrovia, CL, EUA) and metallic brackets (**metallic bracket Roth prescription**, Morelli, Sorocaba - SP, Brazil) were also employed. Related to the groups, the control groups were set for Valo V/M/Standard 9s, half time of control V/M/Standard 4.5s, quarts time of control V/M/Standard 2.25s and high power with less time of exposure, called V/M/Plasma 3.33s, was used. Bluephase groups were the same characteristically control group B/M/Standard 10s, half time of control B/M/Standard 5s, quarts time of control B/M/Standard 2.5s high power with less time of exposure B/M/Turbo 3s. These groups are described in more detail in Table 1. The LED light of both of devices and modes was calibrated by a spectrophotometer (spectra-physics model 407^A – Mountain View, CA, USA), and the joules was calculated.

Table 1. Experimental Groups

Experimental Groups								
Luz LED	Valo®				Bluephase®			
Group type	Control	Half control time	Quarter control time	Plasma	Control	Half control time	Quarter control time	Turbo
Função do LED (tempo)	Standard power (<u>9 sec</u>)	Standard power (4.5 sec)	Standard power (2.25 sec)	Plasma Emulation (3.33 sec)	Standard power (<u>10 sec</u>)	Standard power (<u>5 sec</u>)	Standard power (2.5 sec)	Turbo (<u>3 sec</u>)
Groups	V/M/Standard 9s	V/M/Standard 4.5s	V/M/Standard 2.25s	V/M/Plasma 3.3s	B/M/Standard 10s	B/M/Standard 5s	B/M/Standard 2.5s	B/M/Turbo 3s

n = 10 teeth per group

LED curing-light modes

Composite resin was light-cured using LED light High power (LED Curing Light - **VALO®**, Ultradent Products, South Jordan, UT, USA and LED Curing Light – **Bluephase 20i®**, Ivoclar Vivadent, Amherst, NY, USA.). All brackets were bonded by one clinician. Different curing modes were used, according to Table 2, to compare the shear bond strength of the metallic brackets. Each sample was stored at 100% humidity for 24 h prior to the experiment. Additional details about the materials used in this study are provided in Table 1.

Table 2. Valo and Bluephase joules used (power intensity, time and total joules)

Irradiance and joules of groups

Bracket	LED mode	Power intensity (mW/cm ²)	LED time use (second)	total Joules	group name
Valo®	Standard power	1273	18	22.9	V/M/Standard 9s
			9	11.5	V/M/Standard 4.5s
			5	6.4	V/M/Standard 2.25s
	Plasma Emulation	3200	6.6	21.1	V/M/Plasma 3.3s
			20	22.7	B/M/Standard 10s
Bluephase®	Standard power	1136	10	11.3	B/M/Standard 5s
			5	5.6	B/M/Standard 2.5s
	Turbo	2045	6	12.2	B/M/Turbo 3s

Shear bond sample preparation

The buccal surfaces of the premolars were cleaned and pumiced with an oil-free paste in a rubber cup for 15 seconds, washed, and completely air dried for 10 s with oil-free air and water. The buccal dental enamel was conditioned with 37% phosphoric acid for 30 s, washed, and completely dried for 10 s with oil-free air and water. The liquid adhesive (**Primer Transbond XT**, 3M Unitek, Monrovia, CL, EUA) was applied and light cured for 10 seconds with the respectively LED curing lights for each experimental group. Then, the metallic brackets were bonded with orthodontic resin. Composite excess was removed before light curing.²⁵

Shear bond strength

Shear bond strength (SBS) was measured using the universal testing machine

K500 (Kratos Equipamentos Industriais Ltda, São Paulo, Brazil) with a 500-N load cell and 0.5 mm/min speed. The load was applied vertically to the teeth, superior border of a bonded bracket was parallel and in direct contact with the machine point at the beginning of the procedure. Measured as a Newton when the bracket debonded from the tooth surface (Figure 1). The values obtained were analyzed by the Kratos software and converted from Newton to MPa units.

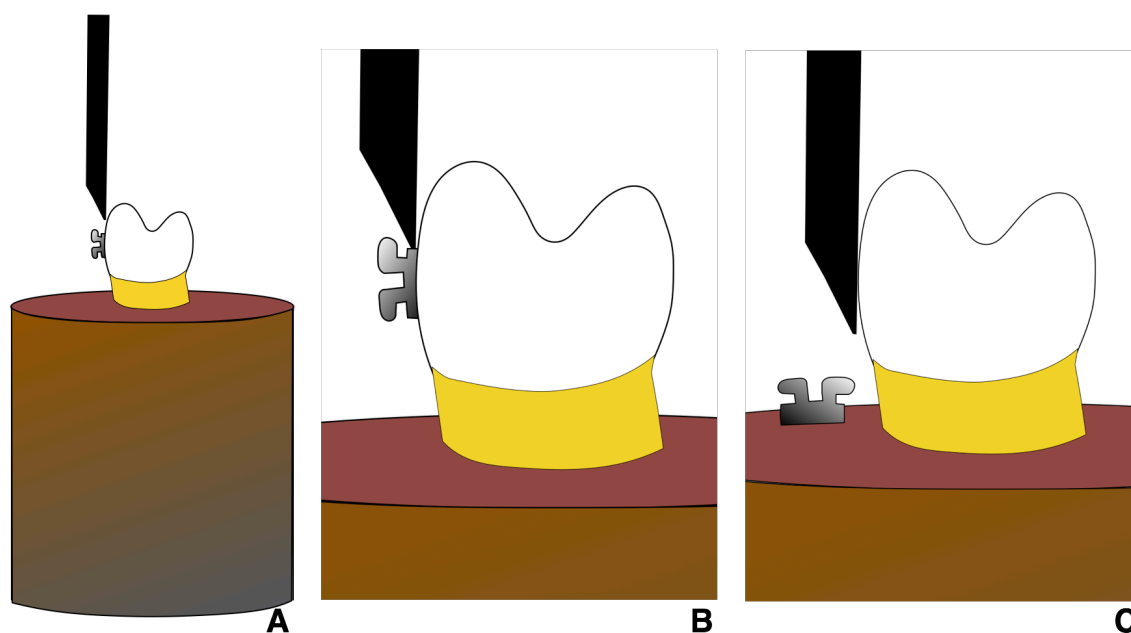


Figure 1. Specimen preparation for shear bond strength test; A) Sample ready for SBS B) The load was applied vertically to the teeth; superior border of a bonded bracket was parallel and in direct contact with the machine point at the beginning of the procedure C) After the SBS test all brackets were stored for HVK test.

Adhesive remnant index ARI

To observe the surfaces and patterns of debonded teeth, all teeth surfaces were thoroughly inspected using a stereomicroscope magnifying lens ($\times 20$), to examine the enamel surface of each tooth and bracket base for residual adhesive. The residual adhesive remaining on the teeth was assessed using the adhesive remnant index (ARI)²⁶.

- Score 0: No adhesive left on the tooth
- Score 1: Less than Half of adhesive left on the tooth
- Score 2: More than half of adhesive left on the tooth

- Score 3: All adhesive left on the tooth, with distinct impression of the bracket mesh

Microhardness sample preparation

Samples were prepared to perform microhardness test. An orthodontic resin was applied on metallic brackets as described before. Once this was done, the brackets were placed in a glass base with a white background to simulate the surface of the dental enamel. A pressure was exerted on the bracket to simulate the positioning of the accessory, then excesses of resin around the bracket was removed and then it was polymerized according to the characteristics of the experimental groups. After the polymerization, specimens were detached from the glass plate with the aid of a Kelly forceps locking tweezer clamp. At this time, all CPs were weighed and measured to standardize the amount of resin used. Each sample was stored at 100% humidity for 24 h prior the experiment.

Microhardness test

For all groups, 10 samples were drawn, according to Figure. These samples were incubated in distilled water at 37°C before and after the measurements. Three samples were divided into groups and randomly tested with microhardness indenter (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan). The Vickers microhardness point measurement was performed²⁷: a diamond indenter was applied to the composite surface at 5 N or 50 Kgf, and a dwelling time of 15s was used for 5 indentations in the middle of the specimens resulting in a total of 35 indentations for the specimen. The microhardness indenter started in the center of the sample and four additional indentations at the corners to the four cardinal points with a distance of 40 micrometers between each other (Figure 2).

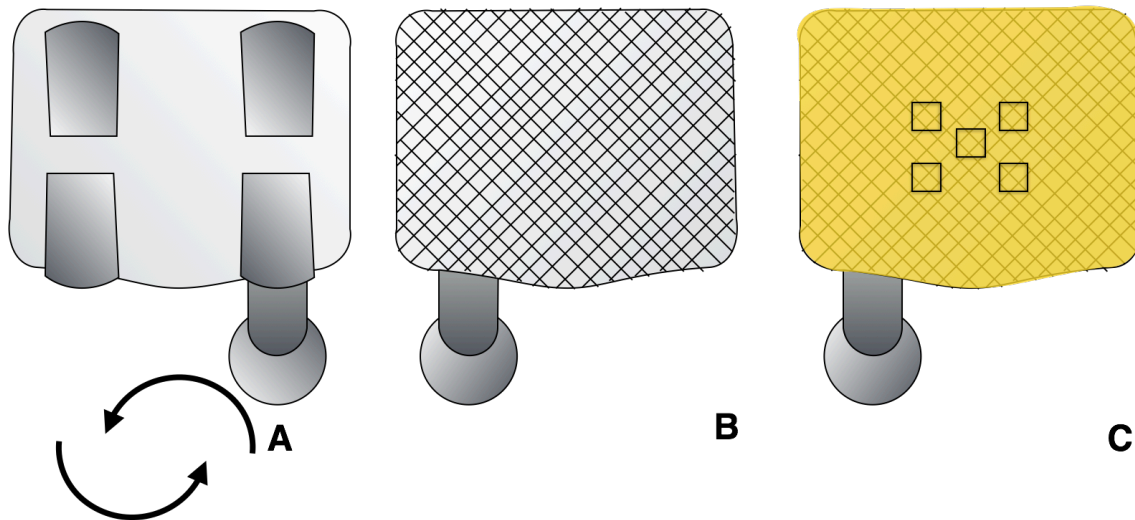


Figure 2. Specimen preparation for HVK test; A) Frontal face of orthodontic appliance. B) Back face of the orthodontic bracket, where it will be applied to orthodontic resin. C) Orthodontic resin positioned and where the indentations will be performed with 40 micrometers between each other.

For the calculation of Vickers microhardness (VHN), the lengths of the two diagonals of each indentation were measured and VHN was calculated using the following formula:

$$\text{VHN} = 1.854F/d^2$$

Where F is the load applied in Newtons and d is the mean length of the two diagonals of each indentation.

Statistical analysis

The statistical analysis of the SBS, ARI and HVK data was performed with two-way analysis of variance (ANOVA). The variables were the two different LED light curing photo polymerization Valo and Bluephase and the 4 different power intensities and specifically exposure time for each group. Furthermore, Tukey's multiple comparison post-hoc analysis was employed at a significance level of 5%. The software used was Prism® version 6.0 (GraphPad Software. La Jolla, CA, USA).

Results

Shear bond strength

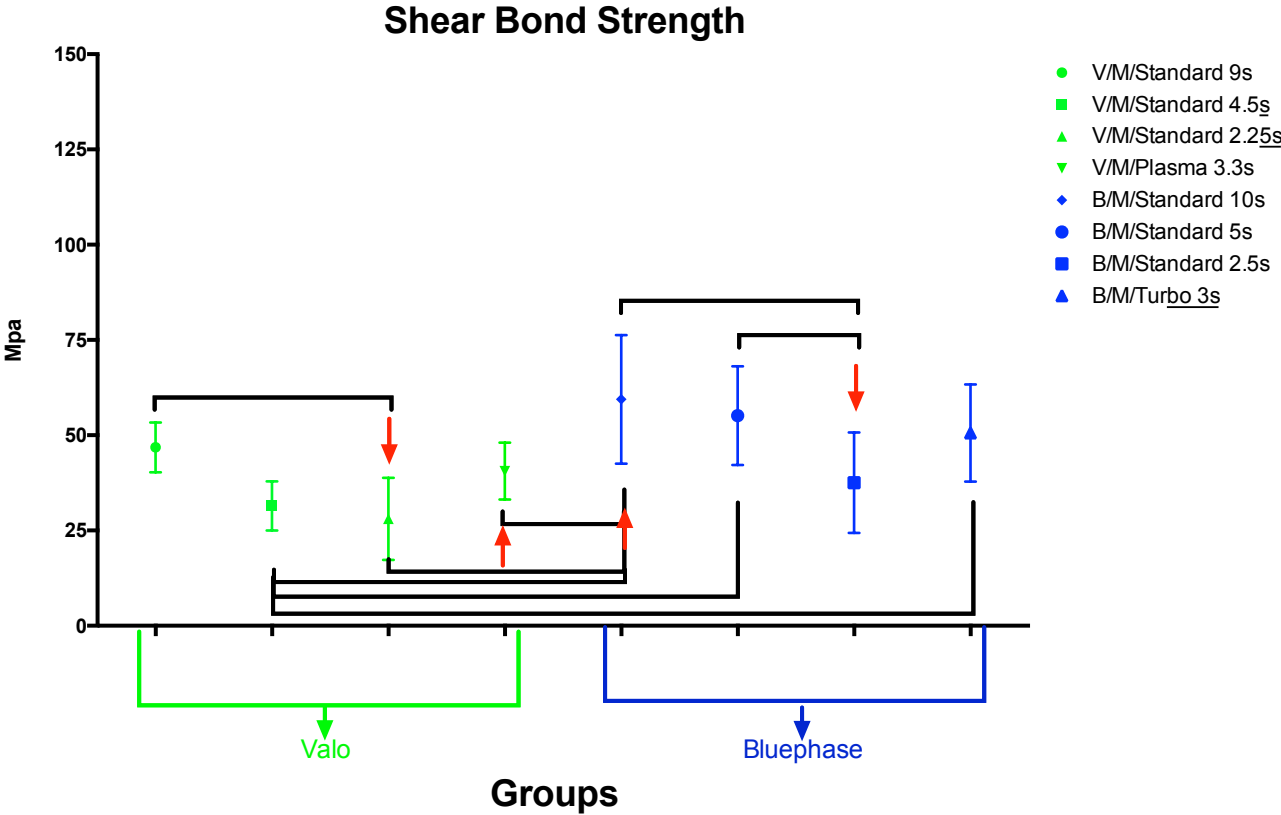
Comparison of mean shear bond strength among Valo groups showed as a maximum mean strength for V/M/Standard power 9 s with 46.80, followed V/M/Plasma Emulation, 3,33 s with 40.58, V/M/Standard power 4.5 s with 31.43. These groups did not show statistical differences ($p>0.0790$) and for least V/M/Standard power 2.25 s with 28.05 Mpa ($p<0.0135$). For the Bluephase group, the B/M/Standard power, 10 s, B/M/Standard power 5 s and B/M/Turbo 3 s, did not exhibit statistical differences ($p>0.6891$). B/M/Standard power 2.5 s with 37.56 Mpa group was the only one that did present intragroup statistical difference ($p<0.0021$). To assess significant difference among groups, post-hoc Tukey test was carried out for multiple comparisons, demonstrating equal shear bond strength values between control groups Standard power 9 s, B/M/Standard power 10 s and B/M/turbo 3 s ($p>0.2485$). The Standard power 9 s of Valo showed no statistical difference when compared to B/M/Standard power 5 s and B/M/Standard power 2,5 s of Bluephase ($p>0.6396$). V/M/Standard power 4,5 s and B/M/Standard power 2,5 s, presented similar values of shear bond strength. The same is true for V/M/Standard power 2,25 s and B/M/Standard power 2,5 s and between V/M/Plasma Emulation 3,33 s and B/M/Standard power 5 s and B/M/Standard power 2,5 s ($p>0.5418$). Additional information is presented in Table 3 and Figure 3.

Table 3. Mean values (standard deviations) of shear bond strength (MPa) in groups of samples studied

Shear bond strength								
Group	Valo®				Bluephase®			
Group name	V/M/Standard 9s	V/M/Standard 4.5s	V/M/Standard 2.25s	V/M/Plasma 3.3s	B/M/Standard 10s	B/M/Standard 5s	B/M/Standard 2.5s	B/M/Turbo 3s
Mean (SD)	46.80 (6.52) <i>aA</i>	31.43 (6.46) <i>aB</i>	28.05 (10.77) <i>bC</i>	40.58 (7.48) <i>aD</i>	59.41 (16.86) <i>aA</i>	55.14 (12.94) <i>aAD</i>	37.56 (13.17) <i>bABCD</i>	50.58 (12.74) <i>aA</i>

Within each group, means followed by similar letters (uppercase letters = intergroup comparison; lowercase letters = intragroup comparison) are no significantly different (pre-set alpha of 0.05).

Figure 3. Mean values (standard deviations) of shear bond strength (MPa) in groups of samples studied

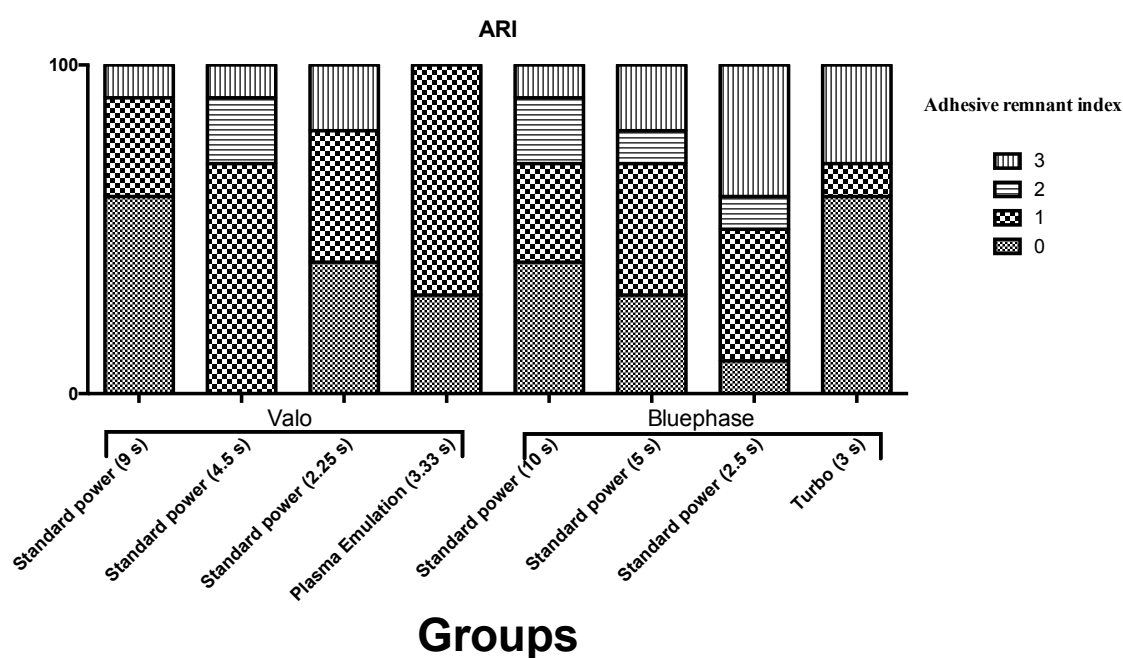


*statistically intragroup differences are shown with  and statistically intergroup differences are shown with .

Adhesive remnant index ARI

The ARI scores were based on pattern surfaces inspected using stereomicroscope magnifying lens ($\times 20$) (ZEISS, Munich, Germany). The group that showed the higher remnant of resin score after shear bond strength (type 3) was the B/M/Standard power group, 2.5 s with 40%. Other groups did not evidence significant differences for ARI scores were identified among the different light-curing modes within metallic brackets. While a score of 1 was the second most frequent score in the bracket groups. V/M/Plasma Emulation 3.33 s groups did not show ARI with score 3, but its values are ideal ARI after debonding brackets because the risk of enamel damage can be reduced^{20,28}. Additional information in Figure 4.

Figure 4. Score distributions of Adhesive remnant index (ARI)



Microhardness test

Vickers hardness of the adhesives tested is shown in Figure 5 and Table 4. There were great differences of microhardness among the resin and photo-polymerizing devices, and the results were not significant ($p > 0.05$) when comparing V/M/Standard power 9 s with 46.49(7.55), V/M/Standard power 4.5 s with 36.57(7.016) and V/M/Plasma Emulation 3,33 s with 34.27(11.169). The lowest value was 22.20 HVK in

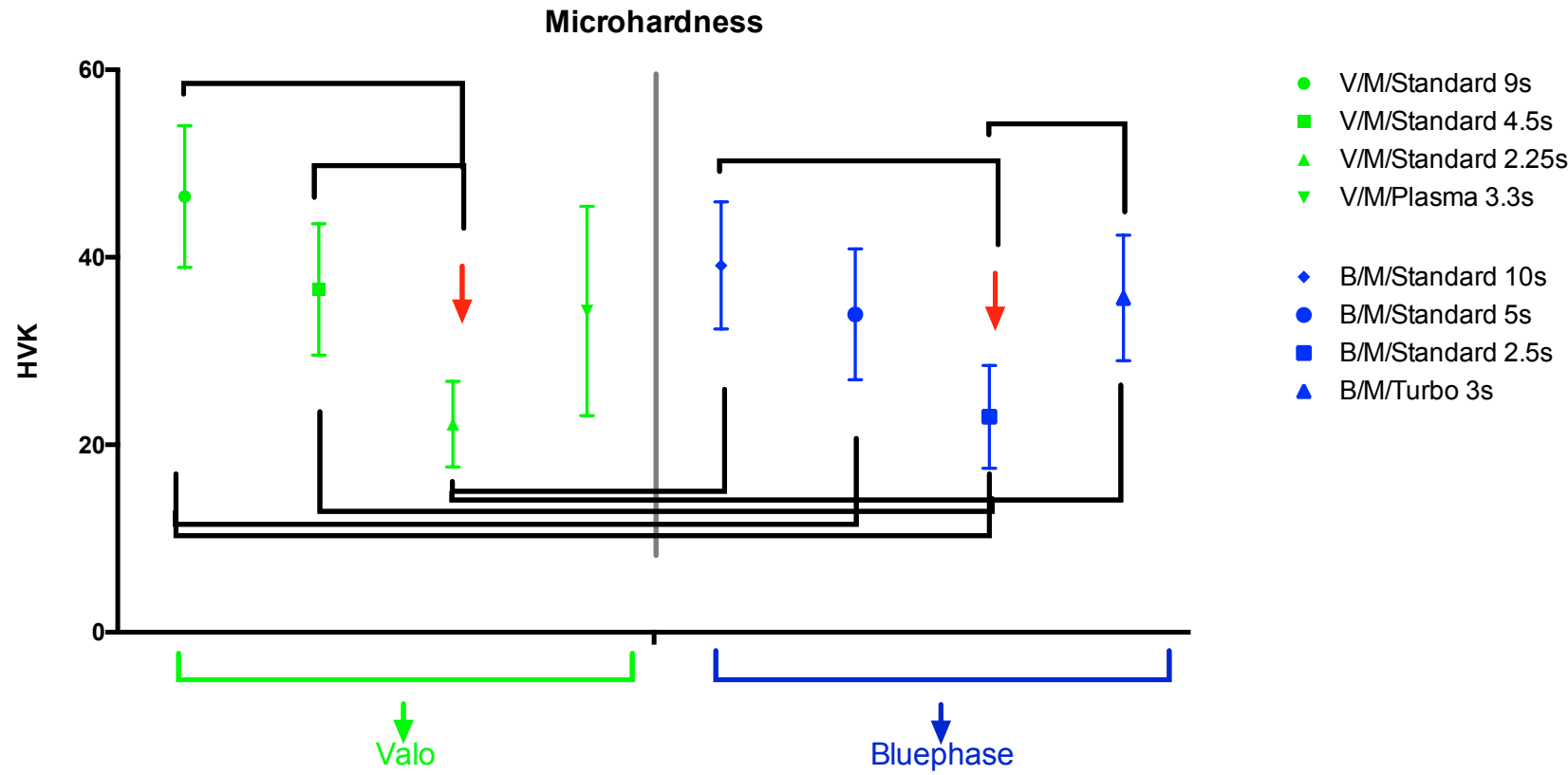
V/M/Standard power 2.25 s for Valo groups ($p < 0.0001$). For Bluephase groups, the values of 39.13, 33.92 and 35.66 evidence no statistical differences ($P > 0.089$) when compared to B/M/Standard power 10 s and B/M/Standard power 5 s with and B/M/Turbo 3 s, respectively. Only B/M/Standard power 2,5 s presents a reduced value of HVK (approximately 23) ($P < 0.0001$). For intergroup analysis, V/M/Standard power 9 s, B/M/Standard power 10 s and B/M/Turbo 3 s have no statistical difference ($P > 0.069$), even when compared to V/M/Plasma Emulation 3,33 s with all Bluephase groups. The groups with the minimum of joules used shown the lowest results of microhardness V/M/Standard power, 2,25 s and B/M/Standard power, 2,5 s did not present a statistically significant difference between them ($p > 0.7950$).

Table 4. Mean (standard deviations) of Vickers microhardness (HVK) in groups of samples studied

Vicker Microhardness								
Group	Valo®				Bluephase®			
Group name	V/M/Standard 9s	V/M/Standard 4.5s	V/M/Standard 2.25s	V/M/Plasma 3.3s	B/M/Standard 10s	B/M/Standard 5s	B/M/Standard 2.5s	B/M/Turbo 3s
Mean (SD)	46.488 (7.552)aA	36.571 (7.016)aB	22.202 (4.561)bC	34.271 (11.169)abD	39.125 (6.782)aABD	33.917 (6.981)abBCD	22.988 (5.484)bCD	35.66 (6.697)aABD

Within each group, means followed by similar letters (uppercase letters = intergroup comparison; lowercase letters = intragroup comparison) are no significantly different (pre-set alpha of 0.05).

Figure 5. Vickers microhardness (HVK) in groups of samples studied



*statistically intragroup differences are shown with and statistically intergroup differences are shown with .

Discussion

When orthodontic brackets debond, one can imagine that the polymerization was not effective or that there was some type of contamination at the time of the attachment of the bracket¹⁷. In our study, it can be related that the use of the metallic brackets that prevent light passage while photocuring, influence the values of SBS and HVK, this is in agreement with previous studies²⁹. Substantial differences can be found when using ceramic brackets, which allow a direct step of the light^{8,9}. Achieving appropriate bracket bond strength is important for clinical procedures, as orthodontic brackets are subjected to clinical stresses applied by orthodontic movements, chewing stress, archwire forces among others¹⁷. Adequate primer and resin to bonding orthodontics appliance are necessary at the orthodontic treatment². A sufficient degree of conversion of the monomers to polymer is necessary to achieve this goal, which can also be translated into better physical and chemical proprieties of resins such as microhardness, flexural and tensile values have been achieved^{2,13-15}.

The present study compared shear bond strength and Vickers microhardness of metallic brackets polymerized with two different LED light-curing devices. Modifications in curing times, energy and methods showed no statistical differences between experimental and control groups, including plasma emulation or turbo groups. Some factors can contribute to the level of photopolymerization, such as time interval used and light power. When light has higher power, greater values of conversion of monomers to polymers can be achieved at short curing times¹⁵. This is in agreement with the findings presented in our study, where plasma or turbo functions showed similar values when compared to the standard functions. The results for adhesive remnant index scores evidenced no significant differences. The type of curing light and power used did not affect the location of orthodontic bond failures since the majority of these failures occurred at the bracket–composite resin interface. This indicated that the fracture was adhesive to the enamel³⁰. Some studies have calculated and studied the adhesive remnant index to describe the behavior of adhesive failure after the shear bond strength, showing that in metal brackets, the behavior is very variable in the same way that was found in this study^{15,18,19}.

Irradiation intensity and exposure time, influences in the conversion of monomers into polymers in composite resins. This is also dependent on total energy released (energy density). The greater the energy density, the higher the degree of cure and mechanical properties²⁰. Therefore, higher total energy delivered to orthodontic resin produces greater polymerization. Also, the degree of conversion results in improved mechanical properties. However, the kinetics of polymerization has been found to be very complex without the existence of a simple reciprocal relationship between light intensity and the exposure duration.^{2,5,6,12,14,31} Both LEDs curing lights tested in the present study showed similar behavior when using different times and power intensity for SBS and HVK, great values have been shown using higher power intensity (Valo – plasma 3200mw/cm²) (Bluephase – Turbo 2400mw/cm²) and decrease in time, show relatively similar values when compared to the control groups in normal function and time. Also, the groups in which the time of the standard function has been reduced by half show satisfactory values of SBS and HVK. Some studies have also shown great values of polymerization when using higher intensity of third LED lights generation^{2,13-15,20}, and some studies have studied halogen lamps used short time for polymerization.^{32,33}

There are several types of bracket materials: Metallic brackets such as Stains steels, Gold, NiTi, Plastics, Ceramics, and Combination^{8,9}. Some authors have found that fracture of enamel can occur during therapy or at the debonding brackets firstly, ceramic^{8,9,30,34-36}. In our study, no signs of enamel fractures were found. This could be related to the opacity of the bracket and its thickness that indirectly contribute to a low passage of the light, and thus lower polymerization contraction and SBS. The composite resin polymerization starts when applying the light cure. In this sense, the operator has a restricted time to remove the excess of adhesive and positioned the appliance^{8,9,30}. This is mainly dependent on the operator skills. The problems of light-cured composite include the time required to cure under a different type of bracket materials and the possibility of insufficient exposure to the curing light that leads to incomplete polymerization of the resin under the bracket².

The microhardness surface of orthodontic composites has shown that surface microhardness can be increased, depending on the degree of conversion that is related to

time exposure and power applied which results in a total energy used for photopolymerization^{22,27,32}. Microhardness allows the measurements at specific locations within the sample; in this study, evaluations were made in the middle of samples. However, hardness values may not be used for a direct comparison with the degree of conversion. They are a valuable tool for relative measurements within the same materials, and their simplicity facilitates the evaluation of a large number of specimens³². Both Valo and Bluephase metallic groups, have shown a similar behavior, control groups and plasma for Valo or turbo function for Bluephase have shown similar values of HVK, when the control group time was halved great values of HVK have been taken, the used of a quarter-time of control standard radiant exposure time presented the lowest HVK values for both LED light Valo and Bluephase. Similar values have been shown in different studies that have been studying halogen lamps³² and LED light²². The difference in this study was that microhardness readings were performed directly in samples since the majority of studies have performed test specimens isolated from brackets^{22,27,32}, so this study tried to simulate as much as possible the clinical protocol and the orthodontic resin remains in close contact with the orthodontic accessories.

Inadequate curing time was associated with inadequate polymerization of composite resins including orthodontic adhesives that results in reduced orthodontic bracket bond, shear bond strength, microhardness and other factors. It is important for resins to be irradiated for an appropriate period of time, because, a photoactivator is necessary as a starter of polymerization^{20,37}. If the curing time is reduced below the sufficient period, it tends to result in the early termination of polymerized chains. However, this chain increases the polymerization stress and reduces the mechanical properties of the cured composite^{2,5,6,12,14,31}. Further studies can be made to verify the increase in temperature of the pulp chamber and the efficiency of clinical procedures with the use of these LED curing lights using a high power and a short period of time must be performed.

Conclusion

Based on the current findings and within the limitations of this study, we can conclude that:

The light intensity, time of exposure and total energy used for photopolymerization influence the shear bond strength values when metallic brackets are bonded.

Curing of metal brackets with higher values of density at a shorter time showed equal values of shear bond strength and Vickers microhardness when compared to control.

The adhesive remnant index score is non-influenced by light curing intensity and time of photopolymerization.

Third-generation LEDs provide adequate SBS in short exposure time.

References

1. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997;105(2):97-116.
2. Reynolds IR. A Review of Direct Orthodontic Bonding. *British Journal of Orthodontics.* 2016;2(3):171-178.
3. Ramesh Kumar KR, Shanta Sundari KK, Venkatesan A, Chandrasekar S. Depth of resin penetration into enamel with 3 types of enamel conditioning methods: a confocal microscopic study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2011;140(4):479-485.
4. Mickenautsch S, Yengopal V, Banerjee A. Retention of orthodontic brackets bonded with resin-modified GIC versus composite resin adhesives--a quantitative systematic review of clinical trials. *Clin Oral Investig.* 2012;16(1):1-14.
5. Fleming PS, Eliades T, Katsaros C, Pandis N. Curing lights for orthodontic bonding: a systematic review and meta-analysis. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2013;143(4 Suppl):S92-103.
6. Goyal A, Hurkadle J, Magegowda S, Bhatia P. Use of light-curing units in orthodontics. *J Investig Clin Dent.* 2013;4(3):137-141.
7. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955;34(6):849-853.
8. Eliades T. Orthodontic materials research and applications: part 2. Current status and projected future developments in materials and biocompatibility. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2007;131(2):253-262.
9. Eliades T. Orthodontic materials research and applications: part 1. Current status and projected future developments in bonding and adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2006;130(4):445-451.
10. Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil.* 2011;38(4):295-314.
11. Phillips J, Nusavice K. *Materiais Dentários.* 11 ed. São Paulo: Elsevier; 2005.
12. Kloukos D, Pandis N, Eliades T. Bisphenol-A and residual monomer leaching from orthodontic adhesive resins and polycarbonate brackets: a systematic review. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2013;143(4 Suppl):S104-112 e101-102.
13. Amato P, Martins LP, Gatti A, Pretel H, Martins RP. Influence of different wavelengths peaks in LED units on the degree of conversion of orthodontic composites. *Journal of the World Federation of Orthodontists.* 2016;5(4):118-121.
14. Abdul-Majid ZS, El-Badry A. A literature review on the correlation between shear bond strength and the degree of conversion of orthodontic adhesive systems. *European Scientific Journal.* 2016;12(33):411-421.
15. Verma P. Curing efficiency of three light emitting diode units at different curing profiles. *Indian J Dent Res.* 2016;27(2):168-173.

16. Ansari MY, Agarwal DK, Gupta A, Bhattacharya P, Ansar J, Bhandari R. Shear Bond Strength of Ceramic Brackets with Different Base Designs: Comparative In-vitro Study. *J Clin Diagn Res.* 2016;10(11):ZC64-ZC68.
17. Pasquale A, Weinstein M, Borislow AJ, Braitman LE. In-vivo prospective comparison of bond failure rates of 2 self-etching primer/adhesive systems. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2007;132(5):671-674.
18. Lee HM, Kim SC, Kang KH, Chang NY. Comparison of the bonding strengths of second- and third-generation light-emitting diode light-curing units. *Korean J Orthod.* 2016;46(6):364-371.
19. Chalipa J, Jalali YF, Gorjizadeh F, Baghaeian P, Hoseini MH, Mortezaei O. Comparison of Bond Strength of Metal and Ceramic Brackets Bonded with Conventional and High-Power LED Light Curing Units. *J Dent (Tehran).* 2016;13(6):423-430.
20. Cardoso KAORdF, Zarpellon DC, Madruga CFL, Rodrigues JA, Arrais CAG. Effects of radiant exposure values using second and third generation light curing units on the degree of conversion of a lucirin-based resin composite. *Journal of Applied Oral Science.* 2017;25:140-146.
21. Purushothaman D, Kailasam V, Chitharanjan AB. Bisphenol A release from orthodontic adhesives and its correlation with the degree of conversion. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2015;147(1):29-36.
22. Amato PA, Martins RP, dos Santos Cruz CA, Capella MV, Martins LP. Time reduction of light curing: Influence on conversion degree and microhardness of orthodontic composites. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2014;146(1):40-46.
23. De Melo Maranhão KM, Klautau EB, De Melo Maranhão P, Guimarães RB, V. G. The Effect Of Storage Solutions On Enamel Of Bovine Teeth. *Salusvita.* 2009;28(2):129-134.
24. Borges BC, Borges JS, de Melo CD, et al. Efficacy of a novel at-home bleaching technique with carbamide peroxides modified by CPP-ACP and its effect on the microhardness of bleached enamel. *Oper Dent.* 2011;36(5):521-528.
25. Ribeiro AA, Almeida LF, Martins LP, Martins RP. Assessing adhesive remnant removal and enamel damage with ultraviolet light: An in-vitro study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2017;151(2):292-296.
26. Årtun J, Bergland S. Clinical trials with crystal growth conditioning as an alternative to acid-etch enamel pretreatment. *American Journal of Orthodontics.* 1984;85(4):333-340.
27. García-Contreras R, Scougall-Vilchis R, Acosta-Torres L, Arenas-Arrocena C, García-Garduño R, de la Fuente-Hernández J. Vickers microhardness comparison of 4 composite resins with different types of filler. *Journal of Oral Research.* 2015;4(5):313-320.
28. Cardoso LA, Valdrighi HC, Vedovello Filho M, Correr AB. Effect of adhesive remnant removal on enamel topography after bracket debonding. *Dental Press J Orthod.* 2014;19(6):105-112.

29. Altmann AS, Degrazia FW, Celeste RK, Leitune VC, Samuel SM, Collares FM. Orthodontic bracket bonding without previous adhesive priming: A meta-regression analysis. *Angle Orthod.* 2016;86(3):391-398.
30. Mohebi S, Shafiee HA, Ameli N. Evaluation of enamel surface roughness after orthodontic bracket debonding with atomic force microscopy. *Am J Orthod Dentofacial Orthopedics.* 2017;151(3):521-527.
31. Bakhadher W, Halawany H, Talic N, Abraham N, Jacob V. Factors Affecting the Shear Bond Strength of Orthodontic Brackets - a Review of In Vitro Studies. *Acta Medica (Hradec Kralove).* 2015;58(2):43-48.
32. Uysal T, Basciftci FA, Sener Y, Botsali MS, Demir A. Conventional and high intensity halogen light effects on water sorption and microhardness of orthodontic adhesives. *Angle Orthod.* 2008;78(1):134-139.
33. Niepraschk M, Rahiotis C, Bradley TG, Eliades T, Eliades G. Effect of various curing lights on the degree of cure of orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2007;132(3):382-384.
34. Campbell PM. Enamel surfaces after orthodontic bracket debonding. *Angle Orthod.* 1995;65(2):103-110.
35. Dovgan JS, Walton RE, Bishara SE. Electrothermal debracketing: Patient acceptance and effects on the dental pulp. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics.* 1995;108(3):249-255.
36. Ireland AJ, Hosein I, Sherriff M. Enamel loss at bond-up, debond and clean-up following the use of a conventional light-cured composite and a resin-modified glass polyalkenoate cement. *Eur J Orthod.* 2005;27(4):413-419.
37. Rueggeberg FA, Giannini M, Arrais CAG, Price RBT. Light curing in dentistry and clinical implications: a literature review. *Braz Oral Res.* 2017;31(suppl 1):e61.

6.3 ARTIGO 3 - Influence of the variation of radiant exposure values on shear strength and microhardness of orthodontic resin for bonding ceramic orthodontic appliances.

Submetido para avaliação na revista Brazilian Oral Research.

Status do manuscrito: Em revisão

Influence of the variation of radiant exposure values on shear strength and microhardness of orthodontic resin for bonding ceramic orthodontic appliances

ABSTRACT

Introduction: The objective of this study was to evaluate the influence of curing time and power modes of two 3rd generation LED curing light devices on the shear bond strength (SBS), adhesive remnant index (ARI) and surface Vickers microhardness (HVK) of orthodontic resin bonded to ceramic brackets. **Methods:** Eighty premolars and brackets were prepared for SBS and HVK. The samples were randomly divided into 8 groups (n=10) according to the 3rd generation LED curing light type: **VALO®**, Ultradent Products and **Bluephase 20i®**, Ivoclar Vivadent. The resin employed was **Transbond XT**, 3M Unitek, and **Ceramic bracket Roth prescription** Morelli. These groups were further divided into 4 subgroups for SBS, ARI and HVK. The tested groups were tested according to the LED light, Valo: control group V/C/Standard 9s, halftime of control V/C/Standard 4.5s, quarts time of control V/C/Standard 2.25s and V/C/Plasma 3.33s and Bluephase: control group B/C/Standard 10s, halftime of control B/C/Standard 5s, quarts time of control B/C/Standard 2.5s and B/C/Turbo 3s. The SBS test was conducted using a universal testing machine, and software was used for analysis. A microhardness tester was used for VKH measurements. The data were analyzed with two-way ANOVA and post-hoc Tukey. **Results:** Statistical analysis showed differences between the groups (V/C/Plasma, 3,3 s) and (B/C/Standard power, 2,5 s). The lowest SBS was for groups (V/C/Standard power, 2.25 s) and (B/C/Standard power, 2,5 s). Comparison of mean SBS among the other groups showed no statistically significant differences ($p < 0.05$) for SBS. Control groups and turbo or plasma groups showed better values of SBS and HVK. **Conclusions:** Third generation LED light provided optimal values of SBS and HVK values when power intensity was increased and the time was reduced. Turbo or plasma function for Bluephase and Valo respectively can be used in ceramic brackets, decreasing working time.

Key-words: Orthodontic Appliances, Dental Bonding, Orthodontic Brackets, Dental Curing Lights.

INTRODUCTION

Great industrial advances and clinical procedures have been brought to the dental practice innovation. After the introduction of acid conditioning¹ and the incorporation of resinous monomers², clinical procedures that had certain limitations were benefited. This new type of materials revolutionized dental practice, allowing several procedures to be performed with a high index of clinical success as well as bringing satisfaction to the professional and comfort and aesthetics treatment for patients³. Orthodontics procedures were also benefited from these advances^{4,5}. In the past, procedures for orthodontic movement were performed employing metal bands and brackets covering all teeth⁵. This type of techniques might deteriorate dental structures and alter the aesthetics of the patients.

During orthodontic treatment, brackets may debond from the dental surface. This may be associated with different factors, varying from the application of forces during the treatment, distribution of masticatory forces, contamination of substrate while installing the orthodontic appliances⁶, and the use of photo activators decrease with inadequate potencies or insufficient polymerization times⁷. These factors could combine between them while bonding appliances, resulting in longer clinical chair time and increasing number of sessions, discomforting the patient while delaying the orthodontic treatment. Since the undesirable take-off of these orthodontic appliances can generate unnecessary forces or losing the necessary forces to perform the movements⁸⁻¹¹, an adequate and quicker protocol become necessary. Ceramic orthodontic brackets were introduced in dentistry some years ago to satisfy the esthetic needs of patients^{12,13}. All currently available ceramic orthodontic brackets have many advantages such as acceptable esthetics^{12,13}, good biocompatibility, resistance to temperature and chemical changes, and good bond strength that is higher or equal to that of stainless steel brackets^{3,14}. The bonding mechanisms of the ceramic bracket can be achieved by chemical retention using silane at the base of the bracket, by mechanical retentive bases, or both mechanical and chemical retentive bases¹⁵.

The photopolymerizable resins employed in orthodontics have certain particularities. They are mostly composed of bis-GMA with a high molecular weight and viscosity. Additionally, this resin is filled with about 70 to 77% (weight) with silica

particles to decrease the effect of contraction while photo-activating. Particles are silanized to allow bonding between the monomer and filler. Other particles such as fluorinated products are also incorporated to prevent carious lesions over dental surfaces.¹⁶⁻¹⁹

However, an adequate polymerization of orthodontic resins the process is important since orthodontic fittings can withstand the forces necessary to perform the proper orthodontic mechanics, but the photo activation process requires a great deal of clinical time when performing such a process in a conventional photo activation. For this reason, there is a need to do so in the shortest clinical time possible.²⁰⁻²⁷

The aim of this study was to verify the efficiency of two 3er generation LED curing lights using different photoactivation times, energy densities and exposure times when bonding to ceramic brackets to enamel surface.

MATERIAL AND METHODS

Sample selection

In this study, 80 human pre-molars extracted from patients who presented periodontal problems or orthodontic need for extractions were used. Teeth were obtained from the human bank of teeth at the State University of Ponta Grossa under the protocol number N° 2.221.090. Teeth with enamel anomalies like cavities, restorations, cracks, abnormal anatomic shapes, histories of whitening and bonding and iatrogenic cracks made by forceps during extraction were excluded. All teeth were rinsed under running water immediately after extraction, and the soft tissues were subsequently removed using a scaler. After storage in distilled water changed-weekly²⁸, teeth were put into refrigeration (5°C) until using, for no longer than one month.²⁹

Experimental groups

Two Different LED curing lights devices were used **VALO®** (Ultradent Products, South Jordan, UT, EUA) and **Bluephase 20i®** (Ivoclar Vivadent, Amherst, NY, EUA.) -using different LED modes and times-. An orthodontic Resin (**Transbond XT**, 3M Unitek, Monrovia, CL, EUA) and ceramic brackets (**Ceramic bracket Roth prescription**, Morelli, Sorocaba - SP, Brazil) were also employed. Related to the groups, the control groups were set for Valo V/C/Standard 9s, half time of control V/C/Standard 4.5s, quarts time of control V/C/Standard 2.25s and high power with less time of exposure, called V/C/Plasma 3.33s, was used. Bluephase groups were the same characteristically control group B/C/Standard 10s, half time of control B/C/Standard 5s, quarts time of control B/C/Standard 2.5s high power with less time of exposure B/C/Turbo 3s. These groups are described in more detail in Table 1. The LED light of both devices and modes were calibrated by a spectrophotometer (spectra-physics model 407^A – Mountain View, CA, USA), and the joules were calculated (Table 2).

Table 1. Experimental groups

Experimental Groups								
LED light	Valo®				Bluephase®			
Group type	Control	Half control time	Quarter control time	Plasma	Control	Half control time	Quarter control time	Turbo
LED Mode (time)	Standard power (9 sec)	Standard power (4.5 sec)	Standard power (2.25 sec)	Plasma Emulation (3.33 sec)	Standard power (10 sec)	Standard power (5 sec)	Standard power (2.5 sec)	Turbo (3 sec)
Group name	V/C/Standard 9s	V/C/Standard 4.5s	V/C/Standard 2.25s	V/C/Plasma 3.3s	B/C/Standard 10s	B/C/Standard 5s	B/C/Standard 2.5s	B/C/Turbo 3s

n = 10 teeth per group

Shear bond sample preparation

The lingual surfaces of the premolars were cleaned and pumiced with an oil-free paste and a rubber cup for 15 s, washed, and completely dried for 10 s with oil-free air and water. Phosphoric acid 37% was used for 30 s to condition the lingual dental enamel. The acid was then washed away and completely dried for 10 s with oil-free air and water. The **Primer Transbond XT** (3M Unitek, Monrovia, CL, USA) was applied and light cured for 10 s with the LED curing light for the corresponding experimental group, then the ceramic brackets were bonded with orthodontic resin. Excess of composite was removed before light curing.

Microhardness sample preparation

Samples were prepared to perform microhardness test. An orthodontic resin was applied on ceramic brackets as described before. Once this was done, the brackets were placed in a glass base with a white background to simulate the surface of the dental enamel. A pressure was applied on the bracket to simulate the positioning of the accessory, then excesses of resin around the bracket was removed and then it was polymerized according to the characteristics of the experimental groups. After the polymerization, specimens were detached from the glass plate with the aid of a Kelly forceps locking tweezer clamp. At this time, all CPs were weighed and measured to standardize the amount of resin used. Each sample was stored at 100% relative humidity for 24 h prior the experiment.

LED light curing modes

Composite resin was light-cured using two different LED curing lights, **VALO®** (Ultradent Products, South Jordan, UT, USA) and **Bluephase 20i®** (Ivoclar Vivadent, Amherst, NY, USA). All brackets were bonded by the same clinician. Different curing modes were used, according to Table 2, to make shear bond strengths of the ceramic brackets comparisons. All samples were kept at 100% humidity for 24 h prior to the experiment.

Table 2. Valo and Bluephase joules used (power intensity, time and total joules)

Irradiance and joules of groups					
Bracket	LED mode	Power intensity (mW/cm ²)	LED time use (second)	total Joules	group name
Valo®	Standard power	1273	9	11.4	V/C/Standard 9s
			4.5	5.7	V/C/Standard 4.5s
			2.25	2.9	V/C/Standard 2.25s
	Plasma Emulation	3200	3.33	10.7	V/C/Plasma 3.3s
Bluephase®	Standard power	1136	10	11.4	B/C/Standard 10s
			5	5.7	B/C/Standard 5s
			2.5	2.8	B/C/Standard 2.5s
	Turbo	2045	3	6.1	B/C/Turbo 3s

Shear bond strength

Shear bond strength (SBS) was measured using a universal testing machine K500 (Kratos Equipamentos Industriais Ltda, SP, Brazil) with a 500-N load cell and 0,5 mm/min speed. The load was applied vertically to the teeth, superior border of a bonded bracket was parallel and in direct contact with the machine point at the beginning of test and measured as a Newton when the bracket debonded from the surface of the tooth (Figure 1). These values were analyzed by the Kratos software and converted from Newton to MPa units.

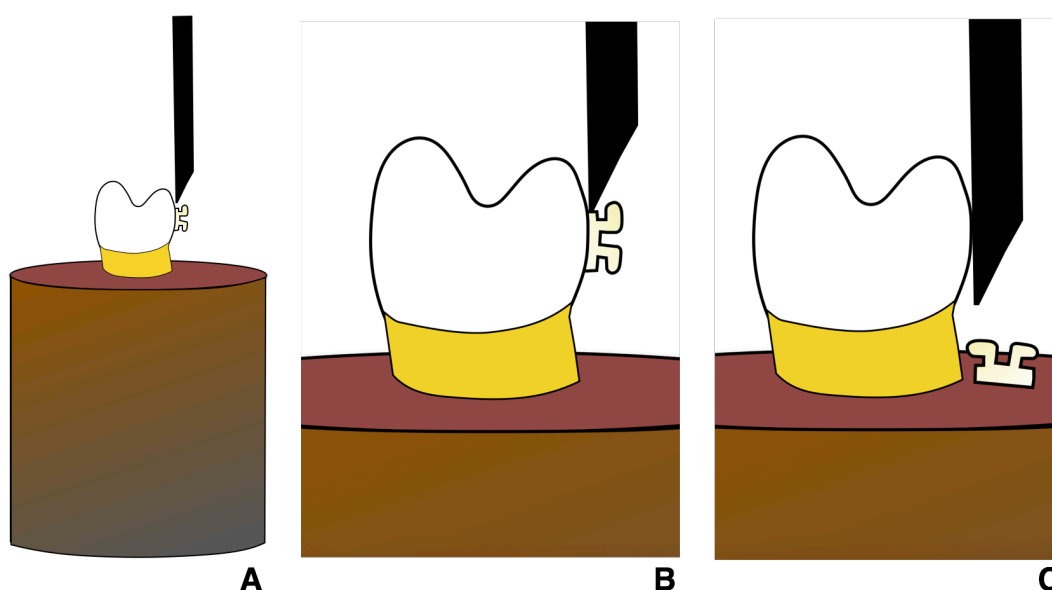


Figure 1. Specimen preparation for shear bond strength test; A) Sample ready for SBS. B) The load was applied vertically to the teeth; superior border of a bonded bracket was parallel and in direct contact with the machine point at the beginning of the procedure C) After the SBS test all brackets were stored for HVK test.

Adhesive remnant index IAR

To observe the surfaces and patterns of teeth debonding, each tooth surface was thoroughly inspected using a stereomicroscope magnifying lens ($\times 20$) (ZEISS, Munich, Germany) to examine the enamel surface and bracket base of each tooth for residual adhesive. The residual adhesive remaining on the teeth was assessed using the adhesive remnant index (ARI)³⁰.

- Score 0: No adhesive left on tooth

- Score 1: Less than Half of adhesive left on tooth
- Score 2: More than half of adhesive left on tooth
- Score 3: All adhesive left on the tooth, with distinct impression of the bracket mesh

Microhardness test

For all groups, 10 samples were drawn, according to Figure 2. These samples were incubated in distilled water at 37°C before and after the measurements. The samples were divided into groups and randomly tested with microhardness indenter (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan). The Vickers microhardness point measurement was performed³¹: a diamond indenter was applied to the composite surface at 5 N or 50 Kgf, and a dwelling time of 15s was used for 5 indentations in the middle of the specimens resulting in a total of 35 indentations for the specimen. The microhardness indenter started in the center of the sample and four additional indentations at the corners to the four cardinal points with a distance of 40 micrometers between each other (Figure 2).

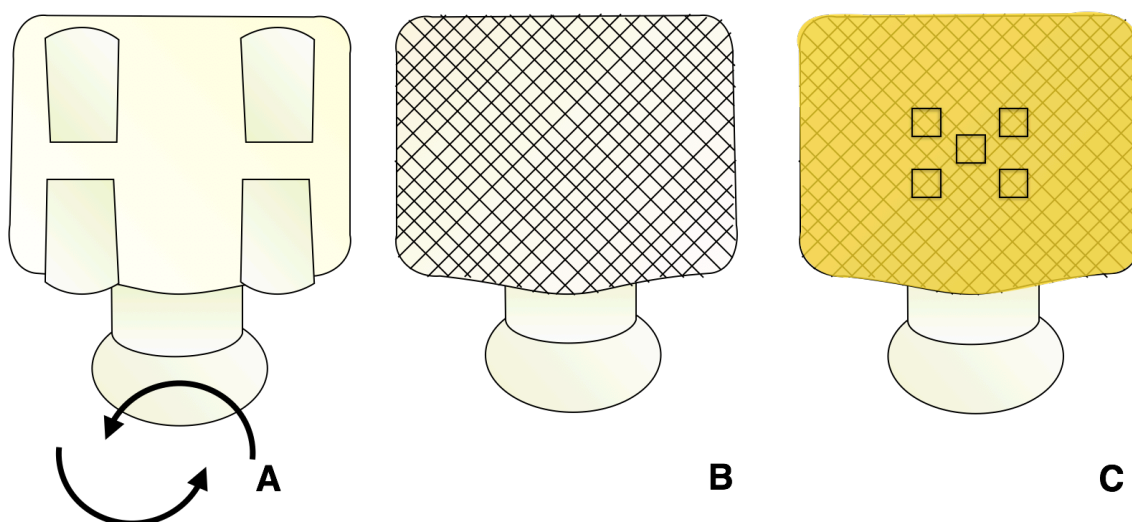


Figure 2. Specimen preparation for HVK test; A) Frontal face of orthodontic appliance. B) Back face of the orthodontic bracket, where it will be applied to orthodontic resin. C) Orthodontic resin positioned and where the indentations will be performed with 40 micrometers between each other.

For the calculation of Vickers microhardness (VHN), the lengths of the two diagonals of each indentation were measured and VHN was calculated using the following formula:

$$\text{VHN} = 1.854F/d^2$$

Where F is the load applied in Newtons and d is the mean length of the two diagonals of each indentation.

Statistical analysis

The statistical analysis of the SBS, ARI and HVK data was performed with two-way analysis of variance (ANOVA). The variables were the two different LED light curing photo polymerization Valo and Bluephase and the 4 different power intensities and specifically exposure time for each group. Furthermore, Tukey's multiple comparison post-hoc analysis was employed at a significance level of 5%. The software used was Prism® version 6.0 (GraphPad Software. La Jolla, CA, USA).

RESULTS

Shear bond strength

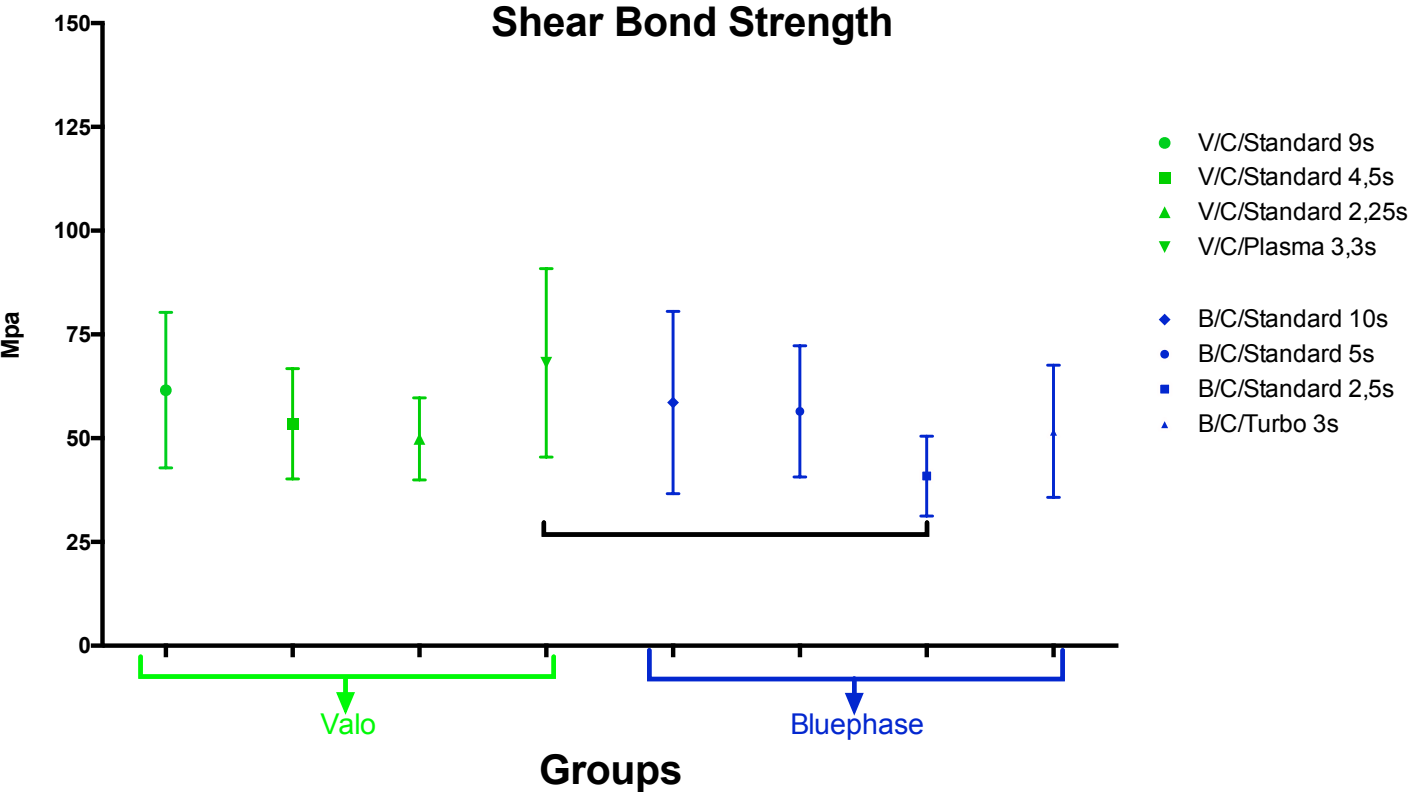
Intragroup comparison for Valo groups shown that V/C/Standard power, 9 s, V/C/Standard power, 4.5s and V/C/Plasma Emulation, 3.3s have no statistical differences ($p>0.05$). Only V/C/Standard with power 2.25s evidenced statistical difference when compared to the other groups ($p<0.0001$). For Bluephase, all groups have no statistical differences ($p>0.05$). To assess inter groups statistic difference, post-hoc Tukey test was performed for multiple comparison tests. Shear bond strength values comparison for control groups did not show statistical difference between V/C/Standard with power 9s and B/C/Standard with power 10s and V/C/Plasma Emulation 3.3s, B/C/Standard power 5s and B/C/Turbo 3s ($p>0.05$). V/C/Standard power at 4.5 s did not evidence statistical difference when compared to all Bluephase groups ($p>0.05$). The lowest energy used in power and time for Valo and Bluephase groups V/C/Standard power, 2.25s, and B/C/Standard power, 2,5s have no statistical difference ($p>0.9302$). Additional information is reported in Table 3 and Figure 3.

Table 3. Mean values (standard deviations) of shear bond strength (MPa) in groups of samples studied

Shear bond strength								
Group	Valo®				Bluephase®			
Group name	V/C/Standard 9s	V/C/Standard 4.5s	V/C/Standard 2.25s	V/C/Plasma 3.3s	B/C/Standard 10s	B/C/Standard 5s	B/C/Standard 2.5s	B/C/Turbo 3s
Mean (SD)	61.55 (17.73) <i>aA</i>	53.45 (12.59) <i>aB</i>	49.39 (3.52) <i>bC</i>	72.09 (20.10) <i>aAD</i>	58.59 (20.96) <i>aABC</i>	56.43 (15.81) <i>aBCD</i>	40.85 (9.63) <i>aBC</i>	51.64 (15.94) <i>aBCD</i>

Within each group, means followed by similar letters (uppercase letters = intergroup comparison; lowercase letters = intragroup comparison) are significantly no different (pre-set alpha of 0.05).

Figure 3. Mean values of shear bond strength (MPa) in groups of samples studied

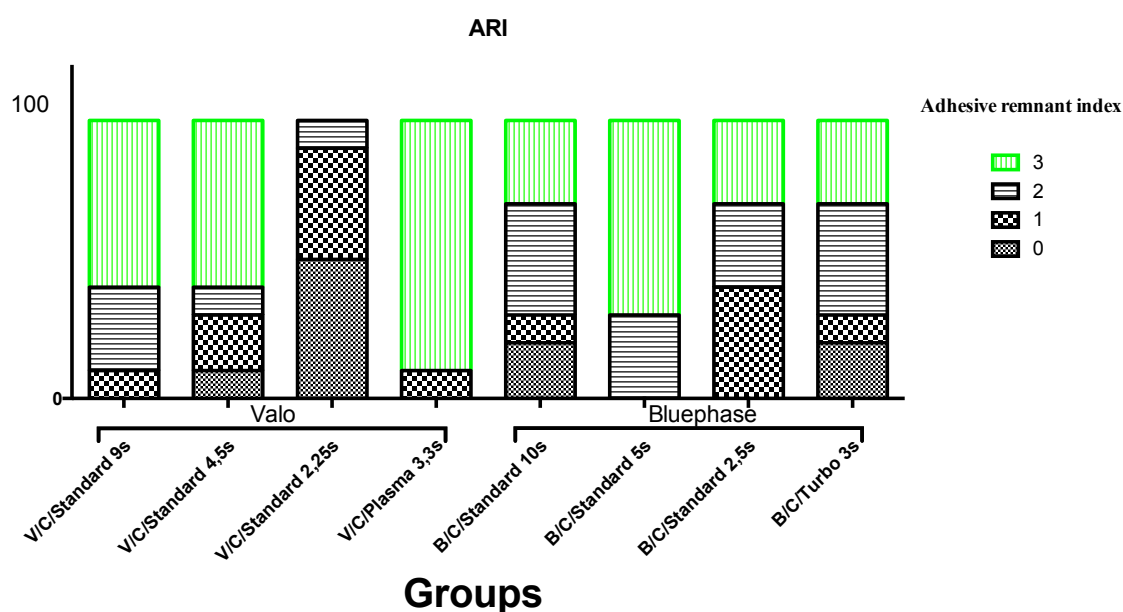


*statistically intragroup differences are shown with — and statistically intergroup differences are shown with — .

Adhesive remnant index ARI

For Valo groups, the ARI values in percentage point are 60, 60 and 90% for V/C/Standard at 9 s, V/C/Standard at 4.5 s and V/C/Plasma Emulation at 3.3s, respectively. These values correspond to an ARI score 3. V/C/Standard at 2.25s did not classify as ARI score 3. For Bluephase, groups with the highest values of ARI score 3 was 70%, for B/C/Standard at 5s. Other groups exhibit a similar distribution of ARI scores, as shown in Figure 4.

Figure 4. Percentage of adhesive remnant index ARI



Micro hardness test

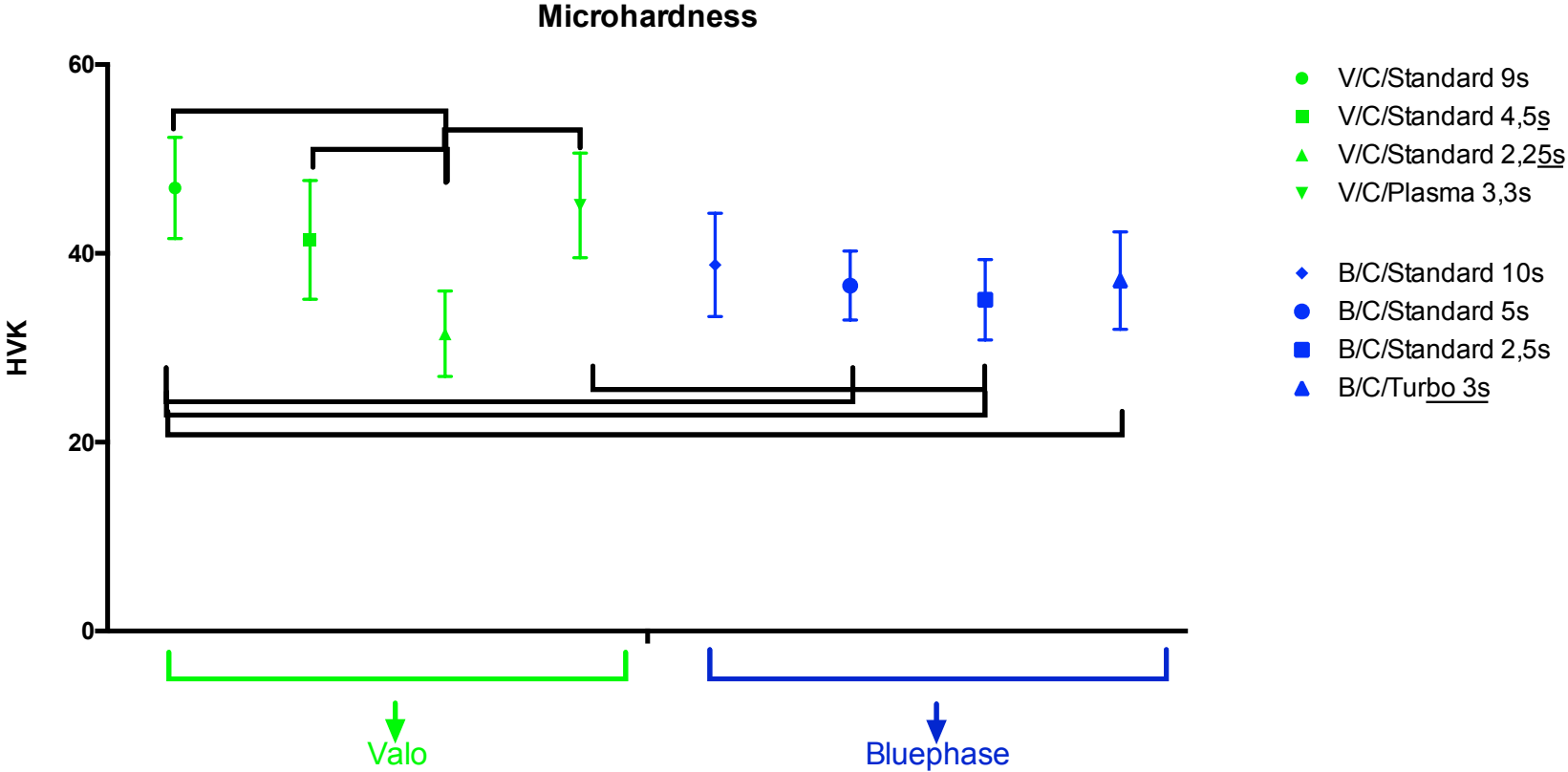
Vickers hardness of the adhesives tested is shown in Figure 5 and Table 4. There were some differences of microhardness between the resin and photo polymerizing devices, and the results were not statistically significant ($p > 0.05$) when compared to control groups V/C/Standard power, 9s, V/C/Standard power, 4.5s and V/C/Plasma Emulation, 3.3s for Valo groups. For Bluephase, all groups did not exhibit significant statistical difference ($p > 0.05$). The highest value was B/C/Standard at 10 s with 38,788 and the lowest values was 35,085 for B/C/Standard 2.5s group. When inter group comparisons were assessed, the control groups V/C/Standard at 9 s and B/C/Standard at 10s have no statistical differences ($p > 0.0770$) as well V/C/Plasma Emulation, 3.3s, B/C/Standard power, 5s and B/C/Turbo, 3 s. The V/C/Standard power, 4.5s for Valo present similar values for all Bluephase groups ($p > 0.05$).

Table 4. Mean (standard deviations) Vickers Microhardness (HVK) in groups of samples studied

Vickers Microhardness								
Group	Valo®				Bluephase®			
Ceramic bracket (Group name)	V/C/Standard 9s	V/C/Standard 4.5s	V/C/Standard 2.25s	V/C/Plasma 3.3s	B/C/Standard 10s	B/C/Standard 5s	B/C/Standard 2.5s	B/C/Turbo 3s
Mean (SD)	46.928 (5.367) <i>aA</i>	41.437 (6.285) <i>aB</i>	31.491 (4.515) <i>bC</i>	45.088 (5.543) <i>aD</i>	38.788 (5.476) <i>aABCD</i>	36.597 (3.639) <i>aBCD</i>	35.085 (4.247) <i>aBC</i>	37.114 (5.165) <i>aBCD</i>

Within each group, means followed by similar letters (uppercase letters = intergroup comparison; lowercase letters = intragroup comparison) are significantly no different (pre-set alpha of 0.05).

Figure 5. Vickers microhardness (HVK) in groups of samples studied



*statistically intragroup differences are shown with and statistically intergroup differences are shown with .

DISCUSSION

Bracket detachment can be attributed to weak polymerization, contamination of the workplace, or some other factors that may affect the adhesion of the accessories to the dental structure^{12,13}. Some type of brackets can reduce the passage of light when polymerization was done like metallic brackets. With ceramic brackets, the light passes through all the ceramic bracket structure, which is good for polymerization¹⁵, but can produce some fractures and tricks due to different reasons²⁶.

Orthodontic brackets are used for different purposes. Good values of adhesion to the enamel or other structures are necessary for orthodontic movements, support for chewing, archwire forces or other factors that may be needed during the orthodontic treatment³. An appropriate degree of conversion of monomers to polymers is fundamental to achieve these goals, both chemical and physical proprieties are necessary to reach good values of microhardness, flexural and tensile values^{3,32-34}.

This study, comparing shear bond strength and Vickers microhardness of ceramic brackets polymerized with two different LED lights, with different curing times, energy and methods showed that results of SBS were not statistically significant when comparing the groups. Only V/C/Turbo power, 3.3 s, and B/C/Standard power, 2,5, exhibit intergroup differences. Great polymerization of the monomer to polymers can be provided at short times of curing when employing different modes of power density³⁴.

The results of adhesive remnant on the enamel surface after shear bond strength show higher scores, this indicates that most of the bonding failures occur at the bracket-adhesive interface, with the material that remains on the surface prevent the enamel surface from possible fractures or cracks. Some studies have shown that high values of adhesion could generate dental enamel fractures due to the high degree of shear strength, a fact that should be avoided in Orthodontics^{3,33,35,36}.

For resin surface microhardness comparison, both LED curing lights showed inter group statistical differences (V/C/Standard, 9 s), (B/C/Standard, 5 s), (B/C/Standard, 2.5 s) and (B/C/Turbo, 3 s). The same is true for (V/C/Plasma, 3.3 s)

and (B/C/Standard 2,5 s). Some studies have studied the behavior of polymerization on different ceramic brackets materials. Generally, light can pass through the ceramic brackets, resulting in good polymerization and directly higher values of microhardness occur in most of the materials analyzed^{15,37}.

One of the most important points to understand resin polymerization are the chemically and physically properties of the resin, for great values of polymerization, is required, good tools to ensure this achievement, the irradiation intensity, exposure time and both of this result in an energy released (energy density) when higher is the energy density, higher is the degree of cure and mechanical properties such as SBS and HVK³⁸. The polymerization starts when the light is irradiating the resin. Before the polymerization, the operator has a restricted time to working and skills to remove the excess of adhesive, because any light source can begin polymerization of the resin^{12,13,35}. The issues with light-cured composite include time required to cure under a different type of bracket materials, the possibility to insufficient exposure of the curing light that leads to incomplete polymerization of the resin under the bracket, the contamination during the photopolymerization and more others factors^{3,6}.

The use of a short time and higher values of power to polymerization (Valo – plasma 3200mw/cm²) (Bluephase – Turbo 2400mw/cm²) have been shown for both LEDs great values of SBS and HVK, and show relatively similar values when compared to the control groups in normal function and time. Additionally, when the time was halved from the control groups (V/C/Standard, 4.5 s) and (B/C/Standard, 5 s), high values of SBS and HVK were obtained.

Higher intensity of third LED lights have been studied in the past years, this study evaluated the HVK in a different way, the measures were made directly on the brackets. The results were similar to some studies that have shown great values of polymerization when using higher intensity of third LED lights generation^{3,32-34,38}, and halogen lamps used the shorter polymerization^{39,40}. Furthermore, the type of bracket material affects directly the polymerization of resin at the base of the bracket, metallic material, and ceramic materials could interfere with this process^{12,13}. When higher levels of polymerization are used, enamel fracture or cracks are a real possibility during therapy or while debonding of the brackets firstly ceramic^{12,13,35,41-43}.

Adequate polymerization of orthodontic resin provides better biological compatibility, mechanically and physically proprieties to support different forces among the orthodontics treatment, chewing or other situations. Microhardness surface of resin is a parallel method to compare indirectly the degree of conversion³⁹. The direct relationship between good values of degree of conversion and microhardness have been studied widely^{31,39,44}. Amato, Martins, dos Santos Cruz, Capella, Martins⁴⁴, studying a short time 6s at 760 mW/cm², reached satisfactory degree of conversion values, and short time 3 s, with the increased power to 1520 mW/cm², these configurations can generate lower values of degree of conversion an alteration on the physical proprieties of the resin⁴⁴, this study reported high values of SBS and HVK, when used standard, turbo or plasma power.

Halogen lamps for photopolymerizing resins have been used for several years in dentistry, with the advances of science appeared LED curing light, which brought benefit to clinical practice, reducing the polymerization time without changing the physical and chemically properties of materials. Another important fact is that LED curing lights have a wide spectrum of light which allows reaching several chemical excimers responsible for the polymerization of the resins⁴⁵. Additional studies reporting the cracking pattern, microfractures or tooth enamel damages after the use of third generation of LED curing light in their high-power functions should be performed, as well as the study of changes in pulp chamber temperature and sensitivity after the use of these LEDs.

CONCLUSION

Following the condition tests and the study, we can conclude that:

- Curing time and power of LED curing used in this study showed a satisfactory degree of cure and great values of Vickers microhardness.
- The use of high-power intensity for Valo led light at (3200 mW/cm^2) using 3 seconds and Bluephase at (2400 mW/cm^2) for 3 seconds have shown great values for shear bond strength, adhesive remnant index and Vickers microhardness.
- Time exposure, light intensity, and total energy used for photopolymerization influence the mechanical properties of orthodontic resin. The use of appropriate LED light and wave is fundamental for the clinical success of the bonding of orthodontic accessories.
- The adhesive remnant index scores may be influenced by light curing intensity and time of photopolymerization. High values of adhesive remnant index were obtained despite the use of different irradiance, power and mode of third generation LED lights.

REFERENCES

1. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*. 1955;34(6):849-853.
2. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci*. 1997;105(2):97-116.
3. Reynolds IR. A Review of Direct Orthodontic Bonding. *British Journal of Orthodontics*. 2016;2(3):171-178.
4. Newman GV. Epoxy adhesives for orthodontic attachments: progress report. *Am J Orthod*. 1965;51(12):901-912.
5. Newman GV. Bonding plastic orthodontic attachments to tooth enamel. *J N J State Dent Soc*. 1964;35(1):346-358.
6. Pasquale A, Weinstein M, Borislow AJ, Braitman LE. In-vivo prospective comparison of bond failure rates of 2 self-etching primer/adhesive systems. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2007;132(5):671-674.
7. Rueggeberg FA, Giannini M, Arrais CAG, Price RBT. Light curing in dentistry and clinical implications: a literature review. *Braz Oral Res*. 2017;31(suppl 1):e61.
8. Ramesh Kumar KR, Shanta Sundari KK, Venkatesan A, Chandrasekar S. Depth of resin penetration into enamel with 3 types of enamel conditioning methods: a confocal microscopic study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2011;140(4):479-485.
9. Mickenautsch S, Yengopal V, Banerjee A. Retention of orthodontic brackets bonded with resin-modified GIC versus composite resin adhesives--a quantitative systematic review of clinical trials. *Clin Oral Investig*. 2012;16(1):1-14.
10. Fleming PS, Eliades T, Katsaros C, Pandis N. Curing lights for orthodontic bonding: a systematic review and meta-analysis. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2013;143(4 Suppl):S92-103.
11. Goyal A, Hurkadle J, Magegowda S, Bhatia P. Use of light-curing units in orthodontics. *J Invest Clin Dent*. 2013;4(3):137-141.
12. Eliades T. Orthodontic materials research and applications: part 2. Current status and projected future developments in materials and biocompatibility. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2007;131(2):253-262.
13. Eliades T. Orthodontic materials research and applications: part 1. Current status and projected future developments in bonding and adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2006;130(4):445-451.
14. Chalipa J, Jalali YF, Gorjizadeh F, Baghaeian P, Hoseini MH, Mortezaei O. Comparison of Bond Strength of Metal and Ceramic Brackets Bonded with Conventional and High-Power LED Light Curing Units. *J Dent (Tehran)*. 2016;13(6):423-430.
15. Ansari MY, Agarwal DK, Gupta A, Bhattacharya P, Ansar J, Bhandari R. Shear Bond Strength of Ceramic Brackets with Different Base Designs: Comparative In-vitro Study. *J Clin Diagn Res*. 2016;10(11):ZC64-ZC68.

16. Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil.* 2011;38(4):295-314.
17. Phillips J, Nusavice K. *Materiais Dentários*. 11 ed. São Paulo: Elsevier; 2005.
18. Kloukos D, Pandis N, Eliades T. Bisphenol-A and residual monomer leaching from orthodontic adhesive resins and polycarbonate brackets: a systematic review. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2013;143(4 Suppl):S104-112 e101-102.
19. Silva SRd, Silva LAHd, Basting RT, Lima-Arsati YBdO. Evaluation of the anti-cariogenic potential and bond strength to enamel of different fluoridated materials used for bracket bonding. *Revista de Odontologia da UNESP.* 2017;46(3):138-146.
20. Eliades T, Gioka C, Eliades G, Makou M. Enamel surface roughness following debonding using two resin grinding methods. *Eur J Orthod.* 2004;26(3):333-338.
21. Ozer T, Basaran G, Kama JD. Surface roughness of the restored enamel after orthodontic treatment. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2010;137(3):368-374.
22. Alessandri Bonetti G, Zanarini M, Incerti Parenti S, Lattuca M, Marchionni S, Gatto MR. Evaluation of enamel surfaces after bracket debonding: an in-vivo study with scanning electron microscopy. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2011;140(5):696-702.
23. Ryf S, Flury S, Palaniappan S, Lussi A, van Meerbeek B, Zimmerli B. Enamel loss and adhesive remnants following bracket removal and various clean-up procedures in vitro. *Eur J Orthod.* 2012;34(1):25-32.
24. Ahrari F, Akbari M, Akbari J, Dabiri G. Enamel Surface Roughness after Debonding of Orthodontic Brackets and Various Clean-Up Techniques. *J Dent (Tehran).* 2013;10(1):92-93.
25. Zanarini M, Gracco A, Lattuca M, Marchionni S, Gatto MR, Bonetti GA. Bracket base remnants after orthodontic debonding. *Angle Orthod.* 2013;83(5):885-891.
26. Holberg C, Winterhalder P, Holberg N, Wichelhaus A, Rudzki-Janson I. Orthodontic bracket debonding: risk of enamel fracture. *Clin Oral Investig.* 2014;18(1):327-334.
27. Ferreira FG, Nouer DF, Silva NP, Garbui IU, Correr-Sobrinho L, Nouer PR. Qualitative and quantitative evaluation of human dental enamel after bracket debonding: a noncontact three-dimensional optical profilometry analysis. *Clin Oral Investig.* 2014;18(7):1853-1864.
28. De Melo Maranhão KM, Klautau EB, De Melo Maranhão P, Guimarães RB, V. G. The Effect Of Storage Solutions On Enamel Of Bovine Teeth. *Salusvita.* 2009;28(2):129-134.
29. Borges BC, Borges JS, de Melo CD, et al. Efficacy of a novel at-home bleaching technique with carbamide peroxides modified by CPP-ACP and its effect on the microhardness of bleached enamel. *Oper Dent.* 2011;36(5):521-528.
30. Årtun J, Bergland S. Clinical trials with crystal growth conditioning as an alternative to acid-etch enamel pretreatment. *American Journal of Orthodontics.* 1984;85(4):333-340.
31. García-Contreras R, Scougall-Vilchis R, Acosta-Torres L, Arenas-Arrocena C, García-Garduño R, de la Fuente-Hernández J. Vickers microhardness comparison

- of 4 composite resins with different types of filler. *Journal of Oral Research*. 2015;4(5):313-320.
32. Amato P, Martins LP, Gatti A, Pretel H, Martins RP. Influence of different wavelengths peaks in LED units on the degree of conversion of orthodontic composites. *Journal of the World Federation of Orthodontists*. 2016;5(4):118-121.
 33. Abdul-Majid ZS, El-Badry A. A literature review on the correlation between shear bond strength and the degree of conversion of orthodontic adhesive systems. *European Scientific Journal*. 2016;12(33):411-421.
 34. Verma P. Curing efficiency of three light emitting diode units at different curing profiles. *Indian J Dent Res*. 2016;27(2):168-173.
 35. Mohebi S, Shafiee HA, Ameli N. Evaluation of enamel surface roughness after orthodontic bracket debonding with atomic force microscopy. *Am J Orthod Dentofacial Orthopedics*. 2017;151(3):521-527.
 36. Yassaei S, Aghili H, Joshan N. Effects of removing adhesive from tooth surfaces by Er:YAG laser and a composite bur on enamel surface roughness and pulp chamber temperature. *Dent Res J (Isfahan)*. 2015;12(3):254-259.
 37. Santini A, Tiu SH, McGuinness NJ, Aldossary MS. Light energy attenuation through orthodontic ceramic brackets at different irradiation times. *J Orthod*. 2016;43(3):193-201.
 38. Cardoso KAORdF, Zarpellon DC, Madruga CFL, Rodrigues JA, Arrais CAG. Effects of radiant exposure values using second and third generation light curing units on the degree of conversion of a lucirin-based resin composite. *Journal of Applied Oral Science*. 2017;25:140-146.
 39. Uysal T, Basciftci FA, Sener Y, Botsali MS, Demir A. Conventional and high intensity halogen light effects on water sorption and microhardness of orthodontic adhesives. *Angle Orthod*. 2008;78(1):134-139.
 40. Niepraschk M, Rahiotis C, Bradley TG, Eliades T, Eliades G. Effect of various curing lights on the degree of cure of orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2007;132(3):382-384.
 41. Campbell PM. Enamel surfaces after orthodontic bracket debonding. *Angle Orthod*. 1995;65(2):103-110.
 42. Dovgan JS, Walton RE, Bishara SE. Electrothermal debracketing: Patient acceptance and effects on the dental pulp. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*. 1995;108(3):249-255.
 43. Ireland AJ, Hosein I, Sherriff M. Enamel loss at bond-up, debond and clean-up following the use of a conventional light-cured composite and a resin-modified glass polyalkenoate cement. *Eur J Orthod*. 2005;27(4):413-419.
 44. Amato PA, Martins RP, dos Santos Cruz CA, Capella MV, Martins LP. Time reduction of light curing: Influence on conversion degree and microhardness of orthodontic composites. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2014;146(1):40-46.
 45. Purushothaman D, Kailasam V, Chitharanjan AB. Bisphenol A release from orthodontic adhesives and its correlation with the degree of conversion. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2015;147(1):29-36.

7 DISCUSSÃO

Com o avanço da odontologia e o desenvolvimento de materiais resinosos que facilitam o dia a dia da prática clínica das diferentes subáreas da Odontologia, a ortodontia sofreu uma grande mudança depois do desenvolvimento do condicionamento ácido na superfície das estruturas dentárias (Buonocore³ 1955). Isto auxiliou na praticidade da Odontologia, pois a incorporação de materiais monoméricos nas resinas para colagem dos acessórios ortodônticos, simplificou o protocolo do atendimento clínico (Kloukos et al.¹⁴ 2013). Outro fator importante que ajudou no avanço da prática odontológica foi a aparição dos diferentes tipos de dispositivos para realizar a fotoativação destes materiais monoméricos, os primeiros dispositivos introduzidos na odontologia foram as lâmpadas halógenas (Rueggeberg³¹ 1999), seguidas por lâmpadas de laser de argônio e arco de plasma (Rueggeberg³¹ 1999; Rueggeberg et al.³² 2017). Estas duas gerações de fotoativadores apresentavam algumas desvantagens como o aquecimento excessivo, comprimento de onda limitados e uma vida útil da luz restrita, sendo necessárias manutenções periódicas, o que elevava o custo destes dispositivos (Rueggeberg³¹ 1999; Rueggeberg et al.³² 2017).

Já o avanço das tecnologias trouxeram o uso de LEDs que já eram aplicados em outras áreas da odontologia (Rueggeberg et al.³⁴ 2005). A primeira geração desses LEDs apresentava uma baixa qualidade da luz devido a potência inadequada dos iluminadores e o tipo de bateria utilizado possuía falhas nas cargas (Rueggeberg³³ 2011; Rueggeberg et al.³⁴ 2005). Na segunda geração dos LEDs usados em Odontologia melhoraram a potência e o espectro de luz ficando na faixa adequada para os fotoiniciadores da época como a canforoquinona, os quais são ativados entre 420 a 500 nm de longitude de onda. A terceira geração de LEDs surgiu depois que algumas marcas comerciais incorporaram fotoiniciadores diferentes nas composições das resinas, além disto os fabricantes dos LEDs melhoraram ainda mais a qualidade da luz e a vida útil destes polimerizadores, atingindo o comprimento de onda entre 380 a 520 nm (Rueggeberg et al.³² 2017). Além desta vantagem, este tipo de LED poderia diminuir ainda mais o tempo clínico durante a colagem dos acessórios ortodônticos, sendo importante estudar o efeito de diferentes densidades de energia depositadas por fotoativadores LED de alta potência, assim como as propriedades físicas e mecânicas dos materiais usados para a colagem de acessórios ortodônticos (Lee et al.³⁹ 2016).

O estudo do grau de conversão é uma das propriedades fundamentais na hora de estudar a polimerização, este é avaliado pelo ensaio de FTIR, revelando as duplas ligações do grupo carbono em porcentagem, sendo que o aumento no grau de conversão poderia interferir nas propriedades físicas da resina, produzindo uma maior resistência e dureza (Cardoso et al.²⁶ 2017), menos monômeros reativos (Cardoso et al.²⁶ 2017) e redução da degradação (Amato et al.²⁵ 2016). Os monômeros que não reagiram poderiam aumentar o risco de reações alérgicas causadas pela liberação desses monômeros livres na cavidade oral (Peterson et al.⁴⁰ 2017). Os valores baixos de grau de conversão têm relação direta com o uso de fontes de luz de menor energia, curtos períodos de tempo durante a polimerização, gerando assim uma redução da densidade de energia total aplicada a resina na polimerização. A relação de um ou vários desses fatores está ligada com valores mais baixos de grau de conversão e microdureza superficial (Amato et al.⁴¹ 2014).

Frequentemente, quando os *brackets* ortodônticos sofrem fraturas, podemos imaginar que a polimerização não foi efetiva ou houve algum tipo de contaminação na hora da colagem do acessório. Isto se dá em um primeiro momento ao uso dos *brackets* metálicos os quais por sua vez, impedem a penetração da luz, diferente dos *brackets* cerâmicos ou de zafira, os quais permitem a passagem direta da luz (Eliades¹ 2006; Eliades² 2007; Lee et al.³⁹ 2016), razão pela qual os fabricantes recomendam para os metálicos além de uma potência mínima de polimerização 460mw/cm², um tempo de polimerização de 20 segundos, divididos em 10s na mesial e 10s na distal do *bracket* metálico. Isto pode ser confirmado no presente estudo, onde foi observado nos diferentes experimentos que os *brackets* metálicos quando comparados com os grupos de *brackets* cerâmicos, estes apresentaram maiores valores de resistência ao cisalhamento, microdureza e grau de conversão.

No presente estudo, os fotopolimerizadores utilizados demonstraram uma certa redução no grau de conversão e microdureza superficial da resina quando comparados *brackets* metálicos com os *brackets* cerâmicos. Os grupos de *brackets* cerâmicos mostraram um grau de conversão e Rpmax% significativamente maior do que os grupos de *brackets* metálicos, provavelmente poderia estar relacionada a passagem direta da luz durante o processo de polimerização, além disto poderia ter alguma relação a

possibilidade de fraturas ou trincas quando utilizados *brackets* cerâmicos principalmente, pela alta resistência ao cisalhamento (Eliades¹ 2006; Eliades² 2007; Campbell⁴² 1995; Dovgan et al.⁴³ 1995; Ireland et al.⁴⁴ 2005; Mohebi et al.⁴⁵ 2017). Além destes *brackets* utilizados existem vários tipos de materiais de suporte: *brackets* metálicos, de ouro, de NiTi, plásticos ou cerâmicos (Eliades¹ 2006; Eliades² 2007).

A polimerização de resina composta começa quando a luz incide na resina ortodôntica, assim, o operador tem um tempo restrito para a manipulação dos acessórios ortodônticos já que estes tipos de resinas podem apresentar certa polimerização com a luz da lâmpada da cadeira odontológica ou da iluminação do local de trabalho, antes da polimerização da resina os excessos de resina ao redor dos *brackets* ortodônticos devem ser removidos (Eliades¹ 2006; Eliades² 2007; Mohebi et al.⁴⁵ 2017). As grande falhas de uma ótima polimerização de resinas são: diferentes materiais de *brackets* sendo que alguns podem alterar as propriedades de passagem da luz na hora de realizar a colagem dos mesmo, o uso de tempo inadequado para que ocorra a polimerização, energia depositada insuficiente pelo uso de fotoativadores de baixa potência e demais fatores que devem ser levados em consideração na hora de realizar a fotoativação de resinas compostas (Reynolds²³ 2016).

Para o **Experimento 1**, ao comparar os tempos de fotopolimerização, no grupo Valo para os *brackets* metálicos, o grau de conversão do grupo controle (V / M / Standard 9s) foi de cerca de 30% e o grupo plasma (V / M / Plasma 3,3s) 28%, estes dois grupos mostraram os melhores valores de grau de conversão. Quando foram utilizados menores tempos de exposição da função standard estes grupos mostraram um grau de conversão de 15 a 25 %, sendo considerados valores baixos. Para todos os grupos cerâmicos do LED Valo, foram obtidos valores de grau de conversão aceitáveis, de cerca de 38 a 45 %. Para os grupos de *brackets* metálicos do LED Bluephase, foram obtidos valores de grau de conversão aceitáveis nos grupos (B/M/Standard 10s), considerado o grupo controle, de 30% e o grupo turbo (B/M/Plasma 3s) e (B/M/Standard 5s) com uma polimerização de cerca de 25%. O grupo (B/M/Standard 2,5s) demonstrou o valor mais fraco de fotopolimerização com 20%. Para o grupo cerâmico do LED Bluephase, todos os grupos apresentaram bons resultados de grau de conversão de entre 38 a 45%. Mesmo que a literatura tenha demonstrado que alguns tempos mais curtos podem influenciar negativamente o DC% da resina, a redução do

DC% poderia estar relacionada ao uso de tempos inadequados, assim como ao uso de potência de LED mais fracos alterando diretamente o grau de conversão da resina (Reynolds²³ 2016; Amato et al.⁴¹ 2014). Neste estudo houve redução no DC% unicamente quando foi reduzido o tempo de incidência da luz nos *brackets* metálicos.

É possível que os *brackets* cerâmicos apresentem valores de Rpmax mais altos devido a polimerização ocorrer mais rapidamente quando comparados com os *brackets* metálicos. Isto pode estar relacionado com a passagem da luz através dos *brackets* cerâmicos, o efeito contrário ocorre nos *brackets* metálicos, onde, a passagem da luz fica limitada apenas a irradiação da luz nas margens dos *brackets*. Uma das possíveis consequências desta polimerização ocorrer de maneira rápida para os grupos cerâmicos poderia estar relacionada a fraturas ou trincas do esmalte dental, já que uma contração de polimerização rápida demais, poderia gerar forças que afetassem a superfície do esmalte dental (Bakhadher et al.⁴ 2015; Reynolds²³ 2016; Abdul-Majid e El-Badry²⁷ 2016).

Alguns estudos têm comparado o DC% com a dureza das resinas, já que o DC% pode ser afetado primeiramente pela potência do LED utilizado, tempo de aplicação da luz e finalmente o resultado da densidade de energia depositado para a polimerização. A microdureza superficial poderia oferecer valores para descobrir indiretamente a relação de uma boa polimerização, além disto, esta análise é de relativa simplicidade (Uysal et al.⁴⁶ 2008).

Para ambos os grupos VALO e Bluephase os *brackets* metálicos, mostraram um comportamento semelhante, os grupos de controle e plasma para Valo ou função turbo para Bluephase apresentaram valores semelhantes de HVK, quando o tempo do grupo controle foi reduzido pela metade, bons resultados de HVK foram obtidos. Para os grupos cerâmicos bons valores de HVK foram obtidos, apenas o tempo de exposição radiante reduzido na função standard apresentaram valores de HVK mais baixos tanto para o LED Valo quanto para a Bluephase. Os melhores valores de HVK foram apresentados para os grupos cerâmicos quando comparados com os grupos metálicos. Valores semelhantes têm sido reportados na literatura quando utilizadas lâmpadas halógenas (Uysal et al.⁴⁶ 2008) e mais recentemente em LEDs (Amato et al.⁴¹ 2014).

Quando realizada a comparação de regressão linear para DC% e HVK, houve uma relação direta entre o tempo de polimerização e potência dos LEDs usados. Nos

grupos cerâmicos os valores de DC% e HVK sempre foram maiores do que os *brackets* metálicos. Portanto, um valor maior de densidade de energia total depositada na hora da foto ativação a resina ortodôntica produz maior polimerização.

Para o **Experimento 2**, foi verificado a resistência ao cisalhamento e microdureza vickers de *brackets* metálicos, assim como o experimento 1 foram utilizados os mesmos valores de potência dos LEDs e tempos de ativação. Os resultados de SBS e HVK não se mostraram estatisticamente significativos quando comparados os grupos controle com o grupo turbo e plasma. Alguns detalhes devem ser levados em consideração na hora de realizar a polimerização desta resina ortodôntica, sendo que valores elevados de potência e um tempo adequado de polimerização oferecem uma ótima conversão dos monômeros para polímeros e isto pode ser realizado em curtos períodos de tempo sem alterar as propriedades físicas da resina (Verma⁴⁷ 2016).

Os resultados de índice remanescente de resina não demonstraram valores estatisticamente significantes, o tipo de potência utilizada e tempo parecem não apresentar uma relação direta com o padrão de fratura, embora, o maior valor de fratura apresentado seja entre o *brackets* e a resina ortodôntica, o que é clinicamente recomendável, pela diminuição de risco de danificar a estrutura do esmalte dental após a remoção dos acessórios ortodônticos (Mohebi et al.⁴⁵ 2017).

Quando analisados os valores de HVK, para ambos LEDs houve resultados similares, onde os grupos controles e plasma ou turbo não apresentaram diferenças estatisticamente significativas, além disto, os grupos nos quais o tempo do grupo standard foi diminuído para metade do controle apresentaram valores aceitáveis de HVK. Valores similares têm sido obtidos em pesquisas com lâmpadas halógenas (Uysal et al.⁴⁶ 2008).

Ambos os LEDs utilizados apresentaram comportamentos parecidos para SBS e HVK quando tempo e potência similares foram aplicadas, especialmente para os grupos onde foram utilizadas altas potências e menor tempo de exposição da luz (Valo – plasma 3200mw/cm²) (Bluephase – Turbo 2400mw/cm²), demonstrando valores similares quando comparados com os grupos controles. Adicionalmente os grupos nos quais foram diminuídos os tempos da função standard para a metade, valores aceitáveis também foram obtidos.

O tempo de polimerização inadequado é associado diretamente à polimerização indesejável, incluindo adesivos ortodônticos, os quais são o suporte fundamental para a colagem dos *brackets* ortodônticos. É importante que as resinas sejam fotoativadas por um período de tempo apropriado, assim como uma fonte de luz apropriada e de uma potência adequada, pois, se o tempo de fotopolimerização for reduzido abaixo do limite necessário, poderia resultar em uma resposta química indesejável das cadeias poliméricas resultando em monômeros sem polimerizar, reduzindo as propriedades físicas e químicas dos materiais (Bakhadher et al.⁴ 2015; Fleming et al.¹⁰ 2013; Goyal et al.¹¹ 2013; Kloukos et al.¹⁴ 2013; Reynolds²³ 2016; Abdul-Majid e El-Badry²⁷ 2016).

No **Experimento 3**, para a resistência ao cisalhamento apenas dois grupos apresentaram diferença estatística entre os grupos (V/C/Turbo power, 3,3 sec) e (B/C/Standard power, 2,5). Uma boa polimerização da resina pode ser realizada com redução do tempo ou aplicando diferentes potências dos LEDs (Verma⁴⁷ 2016). O índice de remanescente de resina após o cisalhamento mostrou, na maioria dos grupos, valores de score 3, isto significa que a maioria das fraturas ocorreram na interface *brackets* e resina, o que é esperado na prática diária no atendimento de pacientes na hora da remoção do aparelho ortodôntico, podendo prevenir fraturas ou trincas no esmalte. Alguns estudos têm demonstrado que valores elevados de adesão poderiam gerar fraturas pelo aumento da SBS, HVK e o fenômeno de contração, sendo desnecessários e indesejável para o dia a dia dos ortodontistas (Reynolds²³ 2016; Abdul-Majid e El-Badry²⁷ 2016; Mohebi et al.⁴⁵ 2017; Yassaei et al.⁴⁸ 2015).

Para os valores de HVK não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas, apenas o grupo (V/C/Standard, 2,5 sec) apresentou valores mais baixos. Quando realizadas comparações intergrupos, diferiram estatisticamente (V/C/Standard, 9 sec), (B/C/Standard, 5 sec), (B/C/Standard, 5 sec) e (B/C/Turbo, 3 sec). Outra diferença foi entre (V/C/Plasma, 3,3 sec) e (B/C/Standard 2,5 sec). Alguns autores têm estudado a passagem da luz através dos *brackets* cerâmicos, os quais geralmente permitem uma passagem direta e por conseguinte bom valor de grau de conversão e propriedades físico-químicas ideais das resinas ortodônticas (Ansari et al.⁴⁹ 2016; Santini et al.⁵⁰ 2016).

De forma resumida, este trabalho demonstrou que os LEDs de terceira geração estudados fornecem uma energia satisfatória para realizar a polimerização adequada da

resina ortodôntica tanto na sua função normal no tempo indicado pelo fabricante da resina ortodôntica, tanto quanto na redução deste tempo pela metade.

Como relevância clínica, quando realizado o aumento da potência dos LEDs e reduzido o tempo de exposição, este procedimento poderia diminuir o tempo clínico durante os procedimentos de colagem ortodôntico, o desconforto do paciente pelos procedimentos demorados e facilitar o trabalho do clínico. É importante levar em consideração que a força na ortodontia é aplicada de forma imediata, por isso, neste trabalho as análises foram realizadas imediatamente após a polimerização e 24 horas após. Além disso, também deve-se considerar as limitações do presente estudo, pois foram testadas apenas duas marcas comerciais de fotopolimerizadores LED de terceira geração e uma resina ortodôntica a qual é considerada padrão ouro para os ortodontistas. Além disto, embora os estudos laboratoriais sejam objeto de estudo para uma aplicação clínica, seriam necessários ensaios laboratoriais e clínicos adicionais para obter resultados mais concretos da aplicação deste estudo no dia a dia, assim como o estudo da sensibilidade dentária quando usados estes tipos de LEDs.

8 CONCLUSÃO

O presente estudo avaliou algumas das principais características que os ortodontistas devem considerar na hora da instalação de *brackets* na superfície do esmalte dental.

O uso de LED de terceira geração pode proporcionar valores apropriados de grau de conversão na sua função normal ou quando utilizada a função com uma potência maior e um curto período de tempo, sendo as funções turbo para a Bluephase e plasma para a Valo. Isto poderia diminuir o tempo de atendimento clínico na hora de realizar os procedimentos de colagem dos acessórios ortodônticos.

Para os *brackets* metálicos e cerâmicos, os resultados de resistência de união ao cisalhamento e microdureza Vickers na função turbo e plasma poderiam ser utilizados para colagem de acessórios, já que os valores foram similares aos dos grupos controle nas funções standard dos LEDs, sendo recomendado assim aos clínicos o uso de um LED que possa fotopolimerizar em uma potência adequada, sendo o mínimo de 1200 mW/cm², ou o uso de uma potência elevada entre 2400 a 3200 mW/cm² e um período de tempo variando de 3 a 6 s.

REFERÊNCIAS¹

1. Eliades T. Orthodontic materials research and applications: part 1. Current status and projected future developments in bonding and adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2006 130(4):445-51.
2. Eliades T. Orthodontic materials research and applications: part 2. Current status and projected future developments in materials and biocompatibility. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2007 131(2):253-62.
3. 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.
4. Bakhadher W, Halawany H, Talic N, Abraham N, Jacob V. Factors Affecting the Shear Bond Strength of Orthodontic Brackets - a Review of In Vitro Studies. *Acta Medica (Hradec Kralove)*. 2015 58(2):43-8.
5. Sung JW, Kwon TY, Kyung HM. Debonding forces of three different customized bases of a lingual bracket system. *Korean J Orthod*. 2013 Oct;43(5):235-41.
6. Grunheid T, Lee MS, Larson BE. Transfer accuracy of vinyl polysiloxane trays for indirect bonding. *Angle Orthod*. 2016 May;86(3):468-74.
7. Nojima LI, Araujo AS, Alves Junior M. Indirect orthodontic bonding--a modified technique for improved efficiency and precision. *Dental Press J Orthod*. 2015 May-Jun;20(3):109-17.
8. Ramesh Kumar KR, Shanta Sundari KK, Venkatesan A, Chandrasekar S. Depth of resin penetration into enamel with 3 types of enamel conditioning methods: a confocal microscopic study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2011 Oct;140(4):479-85.

¹ De acordo com a norma do Programa de Pós-graduação em Odontologia Stricto-sensu da UEPG. Baseado no modelo Vancouver.

9. Mickenautsch S, Yengopal V, Banerjee A. Retention of orthodontic brackets bonded with resin-modified GIC versus composite resin adhesives--a quantitative systematic review of clinical trials. *Clin Oral Investig*. 2012 Feb;16(1):1-14.
10. Fleming PS, Eliades T, Katsaros C, Pandis N. Curing lights for orthodontic bonding: a systematic review and meta-analysis. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2013 Apr;143(4 Suppl):S92-103.
11. Goyal A, Hurkadle J, Magegowda S, Bhatia P. Use of light-curing units in orthodontics. *J Investig Clin Dent*. 2013 Aug;4(3):137-41.
12. Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil*. 2011 Apr;38(4):295-314.
13. Phillips J, Nusavice K. *Materiais Dentários*. Journal. 2005
14. Kloukos D, Pandis N, Eliades T. Bisphenol-A and residual monomer leaching from orthodontic adhesive resins and polycarbonate brackets: a systematic review. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2013 Apr;143(4 Suppl):S104-12 e1-2.
15. Eliades T, Gioka C, Eliades G, Makou M. Enamel surface roughness following debonding using two resin grinding methods. *Eur J Orthod*. 2004 26(3):333-8.
16. Ozer T, Basaran G, Kama JD. Surface roughness of the restored enamel after orthodontic treatment. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2010 Mar;137(3):368-74.
17. Alessandri Bonetti G, Zanarini M, Incerti Parenti S, Lattuca M, Marchionni S, Gatto MR. Evaluation of enamel surfaces after bracket debonding: an in-vivo study with scanning electron microscopy. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2011 Nov;140(5):696-702.

18. Ryf S, Flury S, Palaniappan S, Lussi A, van Meerbeek B, Zimmerli B. Enamel loss and adhesive remnants following bracket removal and various clean-up procedures in vitro. *Eur J Orthod*. 2012 Feb;34(1):25-32.
19. Ahrari F, Akbari M, Akbari J, Dabiri G. Enamel Surface Roughness after Debonding of Orthodontic Brackets and Various Clean-Up Techniques. *J Dent (Tehran)*. 2013 10(1):92-93.
20. Zanarini M, Gracco A, Lattuca M, Marchionni S, Gatto MR, Bonetti GA. Bracket base remnants after orthodontic debonding. *Angle Orthod*. 2013 Sep;83(5):885-91.
21. Holberg C, Winterhalder P, Holberg N, Wichelhaus A, Rudzki-Janson I. Orthodontic bracket debonding: risk of enamel fracture. *Clin Oral Investig*. 2014 Jan;18(1):327-34.
22. Ferreira FG, Nouer DF, Silva NP, Garbui IU, Correr-Sobrinho L, Nouer PR. Qualitative and quantitative evaluation of human dental enamel after bracket debonding: a noncontact three-dimensional optical profilometry analysis. *Clin Oral Investig*. 2014 Sep;18(7):1853-64.
23. Reynolds IR. A Review of Direct Orthodontic Bonding. *British Journal of Orthodontics*. 2016 2(3):171-78.
24. Niepraschk M, Rahiotis C, Bradley TG, Eliades T, Eliades G. Effect of various curing lights on the degree of cure of orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2007 Sep;132(3):382-4.
25. Amato P, Martins LP, Gatti A, Pretel H, Martins RP. Influence of different wavelengths peaks in LED units on the degree of conversion of orthodontic composites. *Journal of the World Federation of Orthodontists*. 2016 5(4):118-21.

26. Cardoso KAORdF, Zarpellon DC, Madruga CFL, Rodrigues JA, Arrais CAG. Effects of radiant exposure values using second and third generation light curing units on the degree of conversion of a lucirin-based resin composite. *Journal of Applied Oral Science*. 2017 25(140-46).
27. Abdul-Majid ZS, El-Badry A. A literature review on the correlation between shear bond strength and the degree of conversion of orthodontic adhesive systems. *European Scientific Journal*. 2016 12(33):411-21.
28. Purushothaman D, Kailasam V, Chitharanjan AB. Bisphenol A release from orthodontic adhesives and its correlation with the degree of conversion. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2015 147(1):29-36.
29. Sunitha C, Kailasam V, Padmanabhan S, Chitharanjan AB. Bisphenol A release from an orthodontic adhesive and its correlation with the degree of conversion on varying light-curing tip distances. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2011 140(2):239-44.
30. Faria ESAL, Covell DA, Jr., Ferracane JL, Pfeifer CS. Effectiveness of high irradiance for short-time exposures on polymerization of composite under metal brackets. *Angle Orthod*. 2017 Aug 25;
31. Rueggeberg F. Contemporary issues in photocuring. *Compend Contin Educ Dent Suppl*. 1999 25):S4-15; quiz S73.
32. Rueggeberg FA, Giannini M, Arrais CAG, Price RBT. Light curing in dentistry and clinical implications: a literature review. *Braz Oral Res*. 2017 Aug 28;31(suppl 1):e61.
33. Rueggeberg FA. State-of-the-art: dental photocuring--a review. *Dent Mater*. 2011 Jan;27(1):39-52.

34. Rueggeberg FA, Blalock JS, Callan RS. LED curing lights--what's new? *Compend Contin Educ Dent*. 2005 26(8):586-91.
35. De Melo Maranhão KM, Klautau EB, De Melo Maranhão P, Guimarães RB, V. G. The Effect Of Storage Solutions On Enamel Of Bovine Teeth. *Salusvita*. 2009 28(2):129-34.
36. Borges BC, Borges JS, de Melo CD, Pinheiro IV, Santos AJ, Braz R, Montes MA. Efficacy of a novel at-home bleaching technique with carbamide peroxides modified by CPP-ACP and its effect on the microhardness of bleached enamel. *Oper Dent*. 2011 Sep-Oct;36(5):521-8.
37. De Campo Lawder JA, Stadler D, Dos Santos FA. Estudo In Vitro Das Alterações Em Substrato Dentário Bovino Submetido À Erosão Ácida E Escovação Simulada. *Journal*. 2010
38. Årtun J, Bergland S. Clinical trials with crystal growth conditioning as an alternative to acid-etch enamel pretreatment. *American Journal of Orthodontics*. 1984 85(4):333-40.
39. Lee HM, Kim SC, Kang KH, Chang NY. Comparison of the bonding strengths of second- and third-generation light-emitting diode light-curing units. *Korean J Orthod*. 2016 Nov;46(6):364-71.
40. Peterson MR, Wong PH, Dickson SD, Coop CA. Allergic Stomatitis From Orthodontic Adhesives. *Mil Med*. 2017 Mar;182(3):e1883-e85.
41. Amato PA, Martins RP, dos Santos Cruz CA, Capella MV, Martins LP. Time reduction of light curing: Influence on conversion degree and microhardness of orthodontic composites. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2014 Jul;146(1):40-6.

42. Campbell PM. Enamel surfaces after orthodontic bracket debonding. *Angle Orthod.* 1995 65(2):103-10.
43. Dovgan JS, Walton RE, Bishara SE. Electrothermal debracketing: Patient acceptance and effects on the dental pulp. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics.* 1995 108(3):249-55.
44. Ireland AJ, Hosein I, Sherriff M. Enamel loss at bond-up, debond and clean-up following the use of a conventional light-cured composite and a resin-modified glass polyalkenoate cement. *Eur J Orthod.* 2005 Aug;27(4):413-9.
45. Mohebi S, Shafiee HA, Ameli N. Evaluation of enamel surface roughness after orthodontic bracket debonding with atomic force microscopy. *Am J Orthod Dentofacial Orthopedics.* 2017 Mar;151(3):521-27.
46. Uysal T, Basciftci FA, Sener Y, Botsali MS, Demir A. Conventional and high intensity halogen light effects on water sorption and microhardness of orthodontic adhesives. *Angle Orthod.* 2008 Jan;78(1):134-9.
47. Verma P. Curing efficiency of three light emitting diode units at different curing profiles. *Indian J Dent Res.* 2016 Mar-Apr;27(2):168-73.
48. Yassaei S, Aghili H, Joshan N. Effects of removing adhesive from tooth surfaces by Er:YAG laser and a composite bur on enamel surface roughness and pulp chamber temperature. *Dent Res J (Isfahan).* 2015 May-Jun;12(3):254-9.
49. Ansari MY, Agarwal DK, Gupta A, Bhattacharya P, Ansar J, Bhandari R. Shear Bond Strength of Ceramic Brackets with Different Base Designs: Comparative In-vitro Study. *J Clin Diagn Res.* 2016 Nov;10(11):ZC64-ZC68.

50. Santini A, Tiu SH, McGuinness NJ, Aldossary MS. Light energy attenuation through orthodontic ceramic brackets at different irradiation times. *J Orthod*. 2016 Sep;43(3):193-201.

ANEXO A

Aprovação do projeto pela Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa. COEP - UEPG

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
PONTA GROSSA - UEPG



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DOS VALORES DE DENSIDADE DE ENERGIA NO GRAU DE CONVERSÃO, DUREZA E RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO DE RESINAS ORTODÔNTICAS PARA COLAGEM DE ACESSÓRIOS ORTODÔNTICOS: ESTUDO IN VITRO

Pesquisador: Paulo Vitor Farago

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 72675517.9.0000.0105

Instituição Proponente: Universidade Estadual de Ponta Grossa

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 2.221.090

Apresentação do Projeto:

INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DOS VALORES DE DENSIDADE DE ENERGIA NO GRAU DE CONVERSÃO, DUREZA E RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO DE RESINAS ORTODÔNTICAS PARA COLAGEM DE ACESSÓRIOS

Objetivo da Pesquisa:

Objetivo Primário:

Verificar a influência de diferentes densidades de energia depositadas por um fotoativador LED de alta potência nas propriedades físicas e mecânicas da resina ortodôntica Trans Bond XT 3M

Objetivo Secundário:

1. Avaliar o efeito da variação da densidade de energia no grau de conversão e cinética de polimerização da resina disponível comercialmente por meio do FTIR; 2. Estudar a influência dessas variações na resistência adesiva ao cisalhamento e no padrão de fratura da interface bracket e esmalte dental; 3. Estudar a microdureza Knoop da resina ortodôntica exposta a diferentes densidades de

Endereço: Av. Gen. Carlos Cavalcanti, nº 4748. UEPG, Campus Uvaranas, Bloco M, Sala 100.

Bairro: Uvaranas

CEP: 84.030-900

UF: PR

Município: PONTA GROSSA

Telefone: (42)3220-3108

E-mail: coep@uepg.br

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
PONTA GROSSA - UEPG**

Continuação do Parecer: 2.221.090

energia em diferentes regiões embaixo do bracket, ;

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Riscos:

não há riscos

Benefícios:

por meio desta pesquisa a população é beneficiada já que o tempo de instalação de aparelhos ortodônticos poderia diminuir.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Com o avanço da ortodontia adesiva, a fixação de brackets na superfície do esmalte dental tem-se tornado um procedimento de fácil execução pelos clínicos da área. Os materiais mais utilizados para tal finalidade consistem em compósitos semelhantes às resinas compostas indicadas para restaurações, mas com proporções diferentes na sua composição, a fim de se obter características ideais para a sua utilização. Tendo em vista as diferentes técnicas, materiais e protocolos utilizados na ortodontia atual, e o pouco conhecimento do comportamento das resinas quando aplicados diferentes densidades de energia

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Em anexo

Recomendações:

Solicita-se que ao final do projeto de pesquisa seja enviado via plataforma brasil o relatório final para evitar pendências com o Comitê ou com a Propesp

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Aprovado

Considerações Finais a critério do CEP:

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_P	03/08/2017		Aceito

Endereço: Av. Gen. Carlos Cavalcanti, nº 4748. UEPG, Campus Uvaranas, Bloco M, Sala 100.

Bairro: Uvaranas CEP: 84.030-900

UF: PR Município: PONTA GROSSA

Telefone: (42)3220-3108

E-mail: coep@uepg.br

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
PONTA GROSSA - UEPG



Continuação do Parecer: 2.221.090

Básicas do Projeto	ETO_775835.pdf	18:12:47		Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	3.pdf	03/08/2017 18:12:26	Paulo Vitor Farago	Aceito
Declaração de Manuseio Material Biológico / Biorepositório / Biobanco	2.pdf	03/08/2017 18:07:38	Paulo Vitor Farago	Aceito
Folha de Rosto	1.pdf	31/07/2017 15:25:55	Paulo Vitor Farago	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	projeto.docx	31/07/2017 15:12:58	Paulo Vitor Farago	Aceito

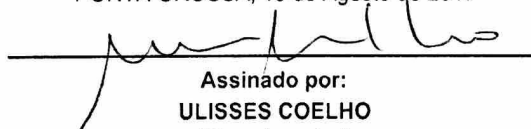
Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

PONTA GROSSA, 15 de Agosto de 2017


Assinado por:
ULISSES COELHO
(Coordenador)

Endereço: Av. Gen. Carlos Cavalcanti, nº 4748. UEPG, Campus Uvararanas, Bloco M, Sala 100.

Bairro: Uvaranas

CEP: 84.030-900

UF: PR

Município: PONTA GROSSA

Telefone: (42)3220-3108

E-mail: coep@uepg.br