

Estudo do grau de conversão de resinas compostas fotoativadas por espectroscopia FTIR

Study of the conversion degree of photo-cured resin composites by FTIR spectroscopy

Livia Maluf Menegazzo

Mestre em Ciência dos Materiais pela Unesp/Iha Solteira

José Carlos Barbosa

Professor Titular do Departamento de Ciências Exatas da Unesp/Jaboticabal

João Carlos Silos Moraes

Professor Titular do Departamento de Física e Química da Unesp/Iha Solteira

Resumo

O objetivo do trabalho foi avaliar o grau de conversão de três resinas compostas fotoativadas (Fill Magic, TPH Spectrum e Te-Econom). Cento e vinte amostras foram preparadas, as quais foram irradiadas por 20 e 40s usando quatro fontes diferentes (duas halógenas e duas à base de LED). O grau de conversão foi avaliado a partir de dados de absorção no infravermelho próximo obtidos em um espectrofotômetro infravermelho. Os resultados mostram que o grau de conversão aumenta com o tempo de irradiação somente quando as resinas foram irradiadas com fontes de luz com densidade de potência menor do que 233 mW/cm². Todas as três resinas alcançaram o nível de conversão tipicamente observado em resinas fotoativadas comerciais.

Palavras-chave: grau de conversão; compósitos fotoativados; espectroscopia no infravermelho.

Abstract

The purpose of this study was to evaluate the degree of conversion of three photo-cured composite resins (Fill Magic, TPH Spectrum and Te-Econom). One hundred and twenty samples were prepared, which were irradiated for 20 and 40 s using four light units (two halogens and two LEDs) of different power densities. The degree of conversion was evaluated from near infrared absorption data obtained in a Fourier transform infrared spectrometer. The results show that the degree of conversion increases with the irradiation time only when the resins were radiated with light units of power density smaller than 233 mW/cm². All three composite resins achieved levels of conversion within the range typically observed in commercial light-cured resins.

Keywords: degree of conversion; photo-cured composites; FTIR spectroscopy.

Agradecimentos

À Fapesp, CNPq, Capes e Fundunesp pelo suporte financeiro.

Introdução

Resinas compostas fotoativadas são amplamente usadas na Odontologia restaurativa, tanto em clínicas privadas como em serviços públicos. Esta popularização é devido ao material permitir um confortável tempo de trabalho, controlado diretamente pelo operador, ter opções de cores que permitem excelentes resultados estéticos e, principalmente, por possuir propriedades mecânicas satisfatórias. Entretanto, aliada a esta popularização, muitos problemas inerentes às resinas fotopolimerizáveis, ainda não resolvidos, foram trazidos ao dia-a-dia do cirurgião-dentista. Um destes sérios problemas que pode passar até despercebido pelo profissional é a subpolimerização, ou seja, moléculas não reagidas no interior das restaurações. Isto pode acarretar em resultados indesejáveis como: redução das propriedades físicas (falha na retenção, alta solubilidade, infiltração marginal) e mecânicas (dureza) (6) desses materiais; comprometimento estético e danos pulpares, que poderiam acarretar um posterior tratamento endodôntico anteriormente desnecessário. Esta subpolimerização pode estar relacionada a vários fatores como: tipo, tamanho e quantidade de partículas de carga (10), tipo de matriz resinosa, tempo de exposição à luz, tipo e intensidade da fonte luminosa (3, 5, 7). Durante a polimerização, as duplas ligações entre carbonos do metacrilato são convertidas em ligações simples dentro da cadeia polimérica formada. Níveis típicos de conversão em resinas compostas comerciais fotoativadas, sob condições de irradiação convencional, são da ordem de 55 a 75% (8, 9). Fatores como tempo de exposição (ou de irradiação) (4, 11, 12), tipo (1, 14) e intensidade da fonte de luz (4, 9, 12) influenciam as propriedades físicas e mecânicas finais do material.

Material e Método

A informação sobre cada material utilizado neste estudo é apresentada na Tabela I.

Centos e vinte amostras foram preparadas, as quais foram divididas em quatro grupos, um para cada fonte de luz (Tabela II). Cada grupo contém trinta amostras, dez para cada resina. Das dez amostras de cada material, metade foi irradiada por 20s e o restante por 40s. Para a preparação das amostras, a resina composta foi colocada em um molde de latão (20 mm de diâmetro interno e 2 mm de espessura) e as superfícies foram cobertas com lâminas de vidro. O conjunto formado pelas lâminas e mol-

de preenchido com o material foi utilizado para obtenção do espectro de absorção da amostra não curada. Em seguida, o conjunto foi irradiado e mantido em ambiente escuro durante sete dias e, somente após este tempo, o espectro de absorção da amostra curada foi medido. O período de armazenamento foi definido após a curva GC x tempo ter sido levantada para cada resina.

Tabela I. Materiais usados neste estudo

Materiais	Cor	Lote nº	Fabricante
Fill Magic (FM)	A3	139/05	Vigodent, RJ - Brasil
TPH Spectrum (TPH)	A3	352439	Dentsply, RJ - Brasil
Te-Econom (TE)	A3	G08388	Ivoclar Vivadent, Schaan - Fürstentum Liechtenstein

Tabela II. Grupos de amostras e informações das fontes de luz

Grupos	Fontes	Tipo	Densidade de Potência (mW/cm²)
I	CL - K50 of Kondortech, São Carlos, Brazil	Halogen	200
II	Degulux of Dentsply, RJ, Brazil	Halogen	312
III	Poly 600 of Kavo, Joinville, Brazil	LED	100
IV	Free Light II Elipar of 3M, Campinas, Brazil	LED	230

Quatro diferentes fontes de luz foram utilizadas neste trabalho, duas halógenas e duas a base de LED. A Tabela II contém informações de cada fonte de luz. A potência de cada fonte foi medida utilizando um medidor de potência 13-PEM 001 (CVI Melles Griot, Albuquerque, NM, USA). A densidade de potência de cada fonte foi determinada dividindo a potência pela área da ponteira.

Os espectros de absorção foram obtidos em um espectrofotômetro NEXUS 670 FTIR (Nicolet, USA) usando o método de

transmissão, no intervalo espectral de 4500 a 5000 cm⁻¹, com 64 varreduras e resolução de 4 cm⁻¹. O GC foi avaliado usando bandas alifática e aromática = C-H localizadas em 4743 e 4623 cm⁻¹, respectivamente (Figura 1). Du-

$$GC(\%) = \left[1 - \frac{(Abs(alifática) / Abs(aromática))_{polímero}}{(Abs(alifática) / Abs(aromática))_{monômero}} \right] \times 100$$

sendo *Abs* a intensidade da banda de absorção.

Os dados foram submetidos à análise de variância pelo teste F de acordo com o delineamento inteiramente casualizado, com 24 tratamentos e cinco repetições, num esquema fatorial 4x2x3 (4 grupos, 2 tempos e 3 materiais). Os valores médios foram comparados pelo teste Tukey a 5% de probabilidade.

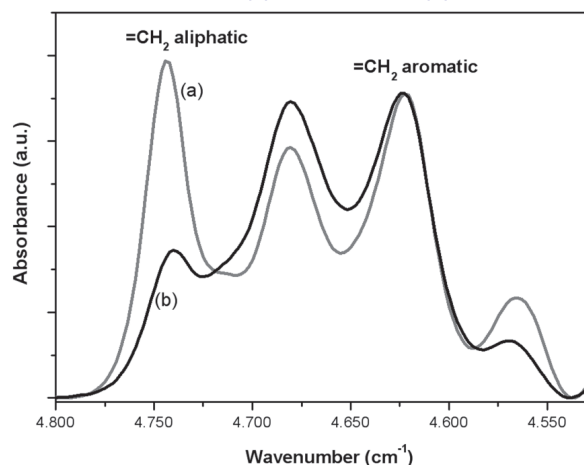
Resultados

Os valores de GC e respectivos desvios padrões (DP) associados às três resinas analisadas, usando tempo de exposição de 20 e 40s e quatro diferentes fontes de luz, são apresentados na Tabela III. As médias seguidas de pelo menos uma letra maiúscula por Grupo dentro da combinação Resina x Tempo, uma letra minúscula por Resina dentro da combinação Grupo x Tempo e uma letra Grega por Tempo dentro da combinação Grupo x Resina, indica que não há diferença estatística pelo teste Tukey a 5% de probabilidade.

Discussão

Os valores de GC obtidos no presente estudo estão entre 57,56

Figura 1. Espectro infravermelho de um dos compostos estudados na região das absorções alifáticas e aromáticas: (a) não curada e (b) curada



e 64,48% para 20s de tempo de irradiação e de 58,06 a 64,32% para 40s, os quais estão dentro do intervalo 55-75% observado em resinas compostas comerciais (12). Não foi observada diferença significativa entre as resinas TE e TPH (Grupo I com 20s de irradiação e Grupo III com 40s), FM e TE (Grupo II e Grupo III, ambos com 40s), quando se analisa o efeito Resina dentro da combinação Grupo x Tempo. Uma comparação de entre resinas, tomando a média global, onde todas as combinações de Grupo e Tempo são consideradas, mostrou uma diferença significativa ($p < 0,01$) nos valores de GC: 63,36% para FM, 61,15% para TE, e 58,88% para TPH.

Tabela III. Análise da interação Grupo x Resina x Tempo, efeito do Grupo dentro de cada combinação Resina x Tempo, da Resina dentro da combinação Grupo x Tempo e do Tempo dentro da combinação Grupo x Resina para a variável GC

Grupo	Resina	Tempo de exposição		Teste F Tempo
		20s	40s	
I	FM	61,68 ± 0,16 B a β	63,82 ± 0,64 A a α	24,16**
	TE	58,50 ± 0,19 B b β	61,12 ± 1,00 A b α	36,22**
	TPH	58,02 ± 0,40 AB b β	59,22 ± 0,45 B c α	7,60**
	Teste F Resina	41,75**	56,39**	
II	FM	64,48 ± 0,98 A a α	63,88 ± 0,72 A a α	1,90 ^{NS}
	TE	61,20 ± 0,84 A b β	62,66 ± 0,26 A a α	11,25**
	TPH	57,96 ± 0,56 AB c α	58,06 ± 0,58 B b α	0,05 ^{NS}
	Teste F Resina	112,16**	99,41**	
III	FM	61,46 ± 0,79 B a β	63,76 ± 0,96 A a α	27,91**
	TE	59,52 ± 1,20 B b β	62,72 ± 0,67 A ab α	54,03**
	TPH	57,56 ± 0,55 B c β	61,30 ± 0,76 A b α	73,81**
	Teste F Resina	40,13**	16,09**	
IV	FM	63,48 ± 0,54 A a α	64,32 ± 0,70 A a α	3,72 ^{NS}
	TE	61,48 ± 0,20 A b α	62,00 ± 0,64 A b α	1,43 ^{NS}
	TPH	59,32 ± 0,79 A c α	59,62 ± 0,69 B c α	0,47 ^{NS}
	Teste F Resina	45,68**	58,28**	
Teste F por grupo dentro de	FM	22,28**	0,68 ^{NS}	
	TE	21,07**	5,86**	
	TPH	6,17**	18,98**	

^{NS} = non significant at 5% probability ($p > 0,05$)

** = Significant at 1% of probability ($p < 0,01$)

O fator tempo de exposição dentro da combinação Grupo x Resina não foi importante na conversão das três resinas quando elas foram irradiadas com as fontes dos grupos II e IV, exceto para a resina TE no grupo II. A fonte do grupo II tem uma densidade de potência de 312 mW/cm² e do grupo IV 230 mW/cm². RUEGGERBERG *et al.* (9) concluíram que a fonte halógena deve ter no mínimo 233 mW/cm² de densidade de potência para obter um adequado grau de con-

versão. Por outro lado, STAHL *et al.* (13) avaliaram a performance em converter monômeros em polímeros de uma fonte halógena com irradiância de 755 mW/cm² e uma fonte LED com uma irradiância de 350 mW/cm². Para estimar a eficiência relativa, eles consideraram o espectro de absorção da conforoquinona e a irradiância e distribuição espectral da luz emitida de cada fonte. Eles concluíram que as fontes LED têm um desempenho de quase duas vezes maior do que as fontes halógenas. Assim, as fontes LED de 100 e 230 mW/cm² utilizadas no presente estudo deveriam ter um desempenho equivalente às fontes halógenas de 200 e 460 mW/cm², respectivamente. Portanto, as fontes dos grupos II e IV satisfazem o mínimo de densidade de potência antes mencionado e isto explicaria o fato dos valores de GC dos grupos II e IV não haverem diferença significativa quando o efeito Grupo dentro de cada combinação Resina x Tempo foi analisado. Além disso, nossos resultados estão em concordância com a conclusão acima sobre o desempenho comparativo entre as fontes LED e halógena. Estatisticamente, não existe diferença entre os valores de GC dos grupos I (fonte halógena de 200 mW/cm²) e III (fonte LED de 100 mW/cm²), dentro de cada combinação Resina x Tempo, exceto para a resina TPH e tempo de 40s.

Outro resultado importante revelado após analisar o efeito Grupo dentro da combinação Resina x Tempo e que todas as fontes alcançaram o mesmo nível de conversão quando as resinas foram irradiadas durante

40s, exceto para a resina TPH do grupo III. Dentre os fatores que determinam o grau de conversão em resinas compostas fotoativadas, a densidade de energia (densidade de potência x tempo de exposição) da fonte é considerada fator crucial (2, 8, 11). Considerando que o mínimo de densidade de potência recomendado é de 233 mW/cm² para fontes halógenas e que o tempo mínimo de irradiação recomendado pelo fabricante é de 20s para as três resinas estudadas, o mínimo de densidade de energia necessária para obter um nível adequado de conversão seria de 4,66 J/cm². Assim, as fontes com den-

sidade de energia menor do que 233 mW/cm² forneceram este mínimo de densidade de energia somente quando o tempo de exposição foi aumentado de 20 para 40s, propiciando níveis apropriados de conversão de cada resina.

Conclusão

Nossos resultados mostraram que: o fator tempo de irradiação foi importante somente quando as resinas foram irradiadas com fontes com densidade de potência menores do que 233 mW/cm²; as três resinas estudadas alcançaram níveis de conversão dentro do intervalo tipicamen-

te observado em resinas fotocuradas; todas as fontes utilizadas no presente estudo podem levar a níveis de conversão apropriados desde que os profissionais usem um tempo de irradiação apropriado para fornecer um mínimo de densidade de energia de 4,66 J/cm². 

Referências Bibliográficas

1. DISCACCIATI, J. A. C., NEVES, A. D., ORÉFICE, R. L. *et al.* Effect of light intensity and irradiation time on the polymerization process of a dental composite resin. *Material Research*, v. 7, n. 2, p. 313-8, 2004.
2. EMANI, N., SÖDERHOLM, K. J. M., BERGLUND, L. A. Effect of light power density variations on bulk curing properties of dental composites. *J. Dent.*, v. 31, n. 3, p. 189-96, 2003.
3. KAWAGUCHI, M., FUKUSHIMA, T., MIYAZAKI, K. The relationship between cure depth and transmission coefficient of visible-light-activated resin composites. *Journal of Dental Research*, v. 2, n. 73, p. 516-25, 1994.
4. LOHBAUER, U., RAHIOTIS, C., KRAMER, N. *et al.* The effect of different light-curing units on fatigue behavior and degree of conversion of a resin composite. *Dental Materials*, v. 21, n. 7, p. 608-15, 2005.
5. MACCABE, J. F., CARRICK, T. E. Output from visible-light activation units and depth of cure of light-activated composites. *Journal of Dental Research*, v. 68, n. 2, p. 1534-39, 1989.
6. OBICI, A. C., SINHORETI, M. A. C., FROLINI, E. *et al.* Degree of conversion and knock hardness of Z250 composite using different photo-activation methods. *Polymer testing*, v. 24, n. 7, p. 814-18, 2005.
7. ONOSE, H., SANO, H., ANDO, S. *et al.* Select curing characteristics of light-activated resin composites. *Dental Materials*, v. 1, n. 3, p. 48-54, 1985.
8. RAHIOTIS, C., KAKABOURA, A., LOUKIDIS, M. *et al.* Curing efficiency of various types of light-curing units. *European Journal of Oral Science*, v. 112, n. 1, 89-94, 2004.
9. RUEGGEGER, F. A., CAUGHMAN, W. F., CURTIS JR., J. W. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Operative Dentistry*, v. 19, n. 1, p. 26-32, 1994.
10. RUEGGEGER, F. A., GRAIG, R. G. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light cured composite. *Journal of Dental Research*, v. 6, n. 67, p. 932-7, 1988.
11. SAKAGUSHI, R. L., BERGE, H. X. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. *Journal of Dentistry*, v. 26, n. 8, p. 695-700, 1998.
12. SILIKAS, N., ELIADES, G., WATTS, D. C. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dental Materials*, v. 16, n. 4, p. 292-6, 2000.
13. STAHL, F., ASHWORTH, S. H., JANDT, K. D. *et al.* Light-emitting diode (LED) polymerization of dental composites: flexural properties and polymerization potential. *Biomaterials*, v. 21, n. 13, p. 1379-85, 2000.
14. STANSBURY, J. W., DICKENS, S. H. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. *Dental Materials*, v. 17, n. 1, p. 71-9, 2001.

Recebido em: 08/10/2009

Aprovado em: 09/12/2009

João Carlos Silos Moraes

Departamento de Física e Química da Unesp

Av. Brasil, Centro 56 - Caixa Postal 31

Ilha Solteira/SP, Brasil - CEP: 13385-000

E-mail: joca@dfq.feis.unesp.br