

INFLUÊNCIA DO TEMPO DE FOTOATIVÇÃO SOBRE A DUREZA KNOOP E DEGRADAÇÃO EM ETANOL ABSOLUTO DE UM COMPÓSITO RESINOSO

Gustavo Garcia Tavares

Área de Odontologia Restauradora do Curso de Odontologia
da Universidade de Uberaba (UNIUBE), Uberaba, MG, Brasil.

Marco Tulio de Oliveira Filho

Área de Odontologia Restauradora do Curso de Odontologia
da Universidade de Uberaba (UNIUBE), Uberaba, MG, Brasil.

Laura de Oliveira Mendonça

Área de Odontologia Restauradora do Curso de Odontologia
da Universidade de Uberaba (UNIUBE), Uberaba, MG, Brasil.

Ailla Carla Rocha Acosta Lancellotti

Departamento de Odontologia Restauradora, Universidade Federal Rio Grande do Sul (UFRGS),
Porto Alegre, RS, Brasil.

Luciano de Souza Gonçalves

Área de Odontologia Restauradora do Curso de Odontologia
da Universidade de Uberaba (UNIUBE), Uberaba, MG, Brasil.

E-mail: <goncalves1976@yahoo.com.br>.

RESUMO

O presente estudo avaliou a Dureza Knoop (DK) de um compósito resinoso com diferentes tempos fotoativação e submetido ao amolecimento em etanol absoluto. Foram confeccionados 10 discos de 8mm de diâmetro e 2mm de espessura em uma matriz de aço inoxidável (n=5). Os compósitos foram inseridos na matriz em incremento único, sobre a amostra foi posicionada uma tira de poliéster e sobre a tira uma lâmina de vidro. Os discos foram divididos em dois grupos, no primeiro grupo o compósito foi fotoativado por 15s, enquanto para o segundo grupo a fotoativação foi de 35s. Após 24h a leitura inicial de DK foi realizada em com pressão 50gF por 15s. Os discos foram então imersos em etanol absoluto por 24h e as leituras de dureza repetidas com os parâmetros descritos anteriormente. Os resultados foram submetidos à análise variância de dois fatores e o teste de Tukey. A degradação dos dois grupos foi comparada pelo teste T de *Student*. Não houve diferença estatística significativa entre os valores de DK para os dois tempos de ativação avaliados. A imersão em etanol reduziu significativamente os valores de DK para os dois tempos de ativação, entretanto, não houve diferença significativa nos valores de degradação dos grupos testados. Concluiu-se que o aumento do tempo de fotoativação não influenciou os valores de DK.

Palavras-chave: Resinas Sintéticas, Materiais Dentários, Dureza Knoop

1 INTRODUÇÃO

Compósitos resinosos fotoativados apresentam uma série de vantagens quando comparados aos materiais de presa dupla, tais como: melhor controle do tempo de trabalho e de presa, maior grau de conversão, melhores propriedades mecânicas e maior estabilidade de cor(1,2). Fatores como, espectro e irradiância da fonte de luz e o tipo de sistema fotoiniciador do compósito podem influenciar essas propriedades(3,4).

A estrutura molecular dos monômeros, o grau de conversão e a densidade de ligações cruzadas ajudam a definir a susceptibilidade de dissolução em solventes orgânicos e podem ajudar a prever a longevidade do material na cavidade bucal(4,5). A densidade de reticulação dos polímeros, desempenha um papel fundamental sobre as propriedades do material polimérico, e compósitos altamente reticulados geralmente apresentam maior resistência à fratura e ao desgaste(6). Apesar de apresentar boa estabilidade química e física, esses materiais podem absorver água ou outros componentes químicos liberando componentes o que prejudica a estrutura e função do material podendo resultar em alteração volumétrica e oxidação do polímero(7). Os fenômenos de sorção e solubilidade podem iniciar uma variedade de processos químicos e físicos que produzem efeitos deletérios sobre a estrutura da rede polimérica e função do compósito(7).

A imersão do compósito em etanol absoluto associado ao ensaio de dureza Knoop é utilizado como parâmetro indireto para analisar a densidade de ligações cruzadas(6). Uma vez que a absorção do solvente em um compósito com menor densidade de ligações cruzadas revela maior planificação, pois este é mais sensível à ação dos solventes(7-9). Além disso, alterações nos componentes da matriz orgânica podem resultar em alterações na magnitude do parâmetro de solubilidade dos compósitos, que descreve a facilidade com que uma molécula pode penetrar e dissolver outra substância, resultando no amolecimento do próprio polímero(8, 9). O parâmetro de solubilidade de etanol a 100% é $[2.6 \times 10^{-4} (J1/2m-3/2)](6)$ e o parâmetro de solubilidade do TEGDMA é aproximadamente 15% menor do que a do BisGMA(6).

Vários estudos que avaliam o amolecimento da estrutura da rede de polímeros promovido por diferentes modos de fotoativação vem apresentando resultados conflitantes quanto à influência da

luz nas propriedades encontradas(9, 11-13). Essas diferenças podem ser observadas devido as formas de fotoativação, escolha do tempo de armazenamento de cada amostra do material testado (4, 6).

Baseado nos apontamentos acima, o objetivo nesse estudo foi avaliar a dureza Knoop de um compósito resinoso fotoativado em diferentes tempos de fotoativação submetido ao amolecimento em etanol absoluto. Dessa forma a hipótese testada foi de que o tempo de fotoativação iria influenciar no grau de degradação do compósito testado, uma vez que quanto maior o tempo de fotoativação, maior seria a porcentagem de ligações reticuladas. Tendo uma maior quantidade de ligações reticuladas, imagina-se um compósito com maior resistência a absorção de solvente, conseqüentemente, uma melhor resistência a degradação.

2 MATERIAL E MÉTODO

2.1 ENSAIO DE DUREZA KNOOP

Uma matriz resinosa composta por Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA, EDAB, fotoiniciador, cargas e pigmentos de nome comercial BRILLIANT™ COLTENE – Esmalte A3/D3 – Lote 1302241 (Vigodent S/A Ind. E Com. Rio de Janeiro, RJ, Brasil), foi submetida ao teste de dureza Knoop. Para o ensaio de dureza Knoop foram confeccionados 5 discos de 8mm de diâmetro e 2mm de espessura em uma matriz de aço inoxidável. Os compósitos foram inseridos na matriz em incremento único. Sobre a amostra, foi posicionada uma tira de poliéster e sobre a tira uma lâmina de vidro. Sobre a lâmina foi aplicada uma carga de 0,5 KgF durante 30s para homogeneização do material. As amostras foram divididas em dois grupos: um grupo fotoativado durante 15s, e outro grupo fotoativado durante 35s, ambos com uma fonte de luz LED BIOLUX (Bio-Art Equipamentos Odontológicos Ltda. São Carlos, SP, Brasil) com irradiância 410mW/cm^2 . A leitura inicial da dureza Knoop foi realizada nas superfícies de topo após 24h da fotoativação sob uma carga de 50g por 15s em um durômetro modelo H MV-2 (Shimadzu, Tóquio, Japão). Após a leitura inicial de dureza, as amostras foram imersas em álcool absoluto por 24h e, posteriormente feita novas leituras para avaliar a redução na densidade de ligação cruzada dos compósitos.

2.2 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Após a realização do ensaio, os resultados foram analisados quanto a normalidade ($P = 0,059$) e a igualdade das variâncias ($P = 0,394$). Em seguida foram aplicadas a Análise de Variância de dois fatores e as diferenças decompostas pelo teste de Tukey. A diferença entre as porcentagens da degradação da DK foi analisada pelo teste de T de Student para amostras pareadas.

3 RESULTADOS

O aumento no tempo de fotoativação não influenciou os valores de dureza Knoop do compósito, conforme mostrado na tabela 1. O Tratamento com álcool absoluto à 100% influenciou negativamente nos valores de dureza, promovendo degradação do compósito nos dois tempos de fotoativação. Entretanto não houve diferença significativa com relação aos tempos. Os dados do teste de dureza Knoop são mostrados na tabela 1.

Tabela 1. Resultados do Teste de Dureza Knoop.

	Fotoativação	
	15 s	35 s
Antes	36,5 (8,0) ^{Aa}	38,9 (6,5) ^{Aa}
Depois	22,1 (4,2) ^{Ba}	27,5 (1,9) ^{Ba}
Degradação	39,3% ^a	29,3% ^a

Letras diferentes, maiúsculas dentro cada coluna e minúsculas dentro de cada linha indicam diferença estatística. ($p < 0,05$).

4 DISCUSSÃO

Os resultados do presente estudo mostram que a hipótese foi rejeitada uma vez que o aumento do tempo de fotoativação não interferiu na degradação do material testado.

A fotoativação por 15s resultou em valores de DK estatisticamente semelhantes ao grupo ativado por 35s, o que pode ser interpretado como semelhança no grau de conversão para ambos os tempos de fotoativação. Uma vez que fontes de luz com alta irradiância possibilitam polimerizações adequadas em tempos reduzidos (3,14,15), o aumento do tempo de fotoativação eleva a dose de energia fornecida para a polimerização do compósito. No entanto, no presente estudo essa

elevação não promoveu aumento nos valores de DK do compósito testado, como seria esperado de acordo com estudos anteriores (3, 11). Sabendo que a DK serve de parâmetro indireto para avaliação do grau de conversão (6, 15), pode-se observar que essa propriedade dentro dos métodos adotados no presente estudo não foi alterada. O fabricante do compósito utilizado recomenda fotoativação por 20s para fontes de luz com irradiância maior que 800 mW/cm² e fotoativação por 30s quando forem utilizadas fontes de luz com irradiância menor que 800 mW/cm². Sendo assim, para o grupo fotoativado por 15s, menores valores de DK eram esperados, o que não foi observado. Dessa maneira, a fotoativação por 15s se mostrou tão efetiva quanto a realizada por 35s, resultando provavelmente em um grau de conversão semelhante.

A leitura da DK após a imersão com o álcool absoluto mostrou mudança significativa nos resultados. Houve degradação do compósito fotoativado nas duas condições resultando na diminuição dos valores de DK. O solvente consegue penetrar no material removendo a parte de ligações lineares mais fracas, porém não consegue desfazer as ligações reticuladas. Por isso um polímero mais reticulado apresenta menos redução da DK (6). No presente estudo, pode-se observar que a ação do solvente sobre o compósito fotoativado, nos dois tempos, indicou densidade de ligações cruzadas semelhantes.

Segundo Moraes et al. (6), o álcool 100% se mostra um solvente importante na análise de ligações cruzadas. Esse solvente promoveu degradação semelhante no compósito, ou seja, o parâmetro de solubilidade do álcool não foi modificado pelo aumento da dose de energia promovido pelo aumento do tempo de fotoativação. Dessa forma é possível observar que nem o grau de conversão, nem a densidade de ligação cruzada foi alterada pelo aumento do tempo de fotoativação. Se por um lado isso indica que melhores condições do compósito foram atingidas com 15s de fotoativação, fica difícil prever se essas condições seriam ideais para a utilização clínica. Uma vez comprovado que as propriedades dos compósitos resinosos podem ser melhoradas pela utilização de fontes de luz mais potentes (3, 14, 15), ou sistemas fotoiniciadores mais eficientes (15) talvez a ideia de que o aumento do tempo de fotoativação resulte num polímero de melhor qualidade deva ser reavaliada.

CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos pelos experimentos descritos no material e método, observa-se que não houve alteração na dureza Knoop com o aumento do tempo de fotoativação. O aumento do tempo de fotoativação não influenciou na degradação do material testado. A fotoativação por 15s mostrou-se efetiva na dureza Knoop do material testado.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Vigodent S/A Ind. E Com. pela doação do compósito restaurador utilizado nesse estudo.

REFERÊNCIAS

1. Brandt WC, Schneider LFJ, Frollini E, Correr-Sobrinho L, Sinhoretti MAC. Effect of different photo-initiators and light curing units on degree of conversion of composites. *Braz Oral Res.* 2010;3:263-70.
2. Stansbury, JW. Dimethacrylate networks formation and polymer property evolution as determined by the selection of monomers and curing conditions. *Dent Mater.* 2012;28:13-22.
3. Piva E, Sobrinho LC, Sinhoretti MAC, Consani S, Demarco FF, Powers JM. Influence of energy density of different light sources on Knoop hardness of a dual-cured resin cement. *J Appl Oral Sci.* 2008;16:189-93.
4. Rencs A, Hickel R, Ilie N. Curing efficiency of modern LED units. *Clin Oral Investig.* 2012;16:173-9.
5. Pfeifer CS, Shelton ZR, Braga RR, Windmoller D, Machado JC, Stansbury JW. Characterization of dimethacrylate polymeric networks: A study of the crosslinked structure formed by monomers used in dental composites. *Eur Polym J.* 2011;47:162-70.
6. Moraes RR, Schneider LFJ, Sobrinho LC, Consani S, Sinhoretti MAC. Influence of Ethanol Concentration on Softening Tests for Cross-link Density Evaluation of Dental Composites. *Mater Res.* 2007;10:79-81.
7. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater.* 2006;22:211-22.
8. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials.* 2003;24:655-65.
9. Silva EM, Poskus LT, Guimarães JGA, Barcellos AAL, Fellows CE. Influence of light polymerization modes on degree of conversion and cross-link density of dental composites. *J Mater Sci: Mater Med.* 2008;19:1027-32.
10. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of Pulse-Delay Curing on Softening of Polymer Structures. *J Dent Res.* 2001;80:1570-3.
11. Soh MS, Yap AUJ. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent.* 2004;32:321-6.
12. Yap AU, Soh MS, Han TT, Siow KS. Influence of curing lights and modes on cross-link density of dental composites. *Oper Dent.* 2004;29:410-5.
13. Mainardi Mdo C, Giorgi MC, Lima DA, Marchi GM, Ambrosano GM, Paulillo LA, Aguiar FH. Effect of energy density and delay time on the degree of conversion and Knoop microhardness of a dual resin cement. *J Investig Clin Dent.* 2015;6:53-8.
14. Correr AB, Sinhoretti MAC, Sobrinho LC, Tango RN, Schneider LFJ, Consani S. Effect of the Increase of Energy Density on Knoop Hardness of Dental Composites Light-Cured by Conventional QTH, LED and Xenon Plasma Arc. *Braz Dent J.* 2005;16: 218-24.
15. Gonçalves LS, Moraes RR, Oligari FA, Boaro L, Braga RR, Consani S. Improved polymerization efficiency of methacrylate-based cements containing an iodonium salt. *Dent Mater.* 2013;29:1251-5.

Influence of photoactivation time on knoop hardness and degradation in absolute ethanol of a resin composite

ABSTRACT

The present study evaluated the Hardness Knoop (HK) of a light-cured resin composite with different times and subjected to softening in absolute ethanol. Ten disks were made of 8 mm in diameter and 2 mm thickness and a stainless steel matrix (n = 5). The composites were placed in the matrix in a single increment, millar strip and a glass slide were placed over the specimen. The discs were divided into two groups, for the first group the light-curing during 15 s, while for the second group the light-curing was performed for 35 s. After 24 h the initial KH readings was made with 50 gF for 15 s. The discs were then immersed in absolute ethanol for 24 h and the measurements were repeated with the same parameters previously described. Results were submitted to two way ANOVA and Tukey test. Degradation data of the two groups were compared by the t-Student test. There was no statistically significant difference between the KH values for the two studied activation times. Soaking in ethanol significantly reduced KH values for the two activation times, however, there was no significant difference in the degradation values of the tested groups. In conclusion, increasing the light-curing time did not influence the HK values.

Keywords: Synthetic resins, Dental Materials, Knoop Hardness

Autor Correspondente:

Luciano de Souza Gonçalves

Av. Nenê Sabino, 1801 - Bairro Universitário - CEP: 38.055-500 –
Campus Aeroporto - Bloco D, sala 2D04.