

# Efeito dos Protocolos de Fotoativação na Dureza de uma Resina Composta Nanoparticulada

## Effect of Curing Protocols in the Hardness of Nanofilled Resin Composite

José H. P. PEQUENO<sup>1</sup>, Gustavo S. ARAÚJO<sup>1</sup>, Jiovanne R. NERI<sup>2</sup>, Andréa G. M. BOMFIM<sup>2</sup>, Juliano S. MENDONÇA<sup>3</sup>, Sérgio L. SANTIAGO<sup>4</sup>

1 - Graduando de Odontologia da Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem da Universidade Federal do Ceará.

2 - Mestre em Odontologia pelo Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará.

3 - Doutor e professor adjunto do Curso de Odontologia da Universidade de Fortaleza.

4 - Doutor e professor associado da Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem da Universidade Federal do Ceará.

### RESUMO

**Objetivo:** O objetivo do presente estudo foi avaliar a dureza de uma resina composta nanoparticulada com diferentes protocolos de fotoativação. **Material e Método:** Foram confeccionados 10 espécimes (5 mm de diâmetro x 2 mm de espessura) através da inserção de um único incremento do material em uma matriz metálica bipartida com um orifício central. A resina foi fotoativada com uma unidade de luz halógena utilizando dois protocolos: convencional (700 mW/cm<sup>2</sup>, durante 30 segundos) ou gradual (300 mW/cm<sup>2</sup> durante 10 segundos + 700 mW/cm<sup>2</sup> durante 20 segundos). Foram realizadas cinco penetrações nas superfícies de topo e de base (500 g por 10 segundos). Os dados

foram submetidos à análise de variância (ANOVA) a dois critérios, seguido do teste de Student-Newman-Keuls. O nível de significância adotado foi 5%. **Resultados:** Observou-se que não houve diferença estatística ( $p > 0,05$ ) entre os protocolos de fotoativação em nenhuma das superfícies avaliadas (topo e base); e a dureza na superfície de topo foi estatisticamente superior à base ( $p < 0,01$ ) em ambos protocolos. **Conclusão:** O emprego de diferentes protocolos de fotoativação não afetou a dureza superficial da resina nanoparticulada.

**PALAVRAS-CHAVE:** Resinas compostas, dureza, fotoativação.

### INTRODUÇÃO

A polimerização adequada das resinas compostas é fundamental para que se obtenham propriedades físicas e mecânicas satisfatórias<sup>1,2</sup>. Variações na densidade de energia, intensidade da luz, tempo de irradiação e técnica de fotoativação podem afetar a polimerização, conseqüentemente, prejudicando o desempenho clínico das restaurações de resinas composta<sup>3,4</sup>.

Durante um longo período acreditou-se que a exposição das resinas compostas a alta densidade de luz resultaria em um alto grau de polimerização<sup>5-7</sup>. Entretanto, Peutzfeldt e Asmussen (2005)<sup>8</sup> evidenciaram que ao contrário do que se imaginava a exposição à alta densidade de luz reduz o grau de polimerização das resinas compostas, comprometendo assim as suas propriedades mecânicas, estabilidade química e longevidade. Além disso, a rápida polimerização contribui ainda para o desenvolvimento das tensões de contração na estrutura das resinas compostas e limitam o relaxamento das mesmas, aumentando rapidamente o módulo de elasticidade e reduzindo a possibilidade de alívio da contração de polimerização<sup>9</sup>.

Diversos tipos de fonte de luz e de protocolos de fotoativação de resinas compostas são empregados atualmente<sup>4,10</sup>. A reação de polimerização inicial mais lenta permite o alívio das tensões provenientes da contração de polimerização e pode ser conseguida através da técnica de fotoativação gradual<sup>6,7,11</sup>. Essa técnica se caracteriza por uma exposição inicial da resina composta a baixa densidade de luz por um curto período de tempo e, logo em seguida, é aplicada uma densidade de luz mais alta por um

tempo maior, podendo ser uma alternativa ao método convencional de fotoativação<sup>11,12</sup>. O início da reação de polimerização com baixa intensidade de luz ativa uma quantidade reduzida de moléculas de canforoquinona o que resulta na formação de uma estrutura polimérica linear com poucas ligações cruzadas. Enquanto, uma polimerização com alta intensidade de luz resulta na formação de múltiplos núcleos de crescimentos de polímeros e uma alta densidade de ligações cruzadas<sup>13,14</sup>.

A polimerização varia não somente com a intensidade de luz, mas também com a composição da resina composta<sup>13</sup>. Dessa forma, a quantidade, o tipo e o tamanho da carga, assim como a cor da resina composta podem interferir no coeficiente de transmissão de luz através do espalhamento dos seus feixes, resultando em menor profundidade de polimerização<sup>15,16</sup>. As resinas compostas nanoparticuladas possuem cargas com tamanhos que variam de 5 a 100 nm e são extremamente utilizadas na confecção de restaurações em dentes anteriores e posteriores, devido a sua excelente estética, lisura superficial e propriedades mecânicas, como dureza superficial<sup>17,18</sup>. Contudo, existem poucos estudos que avaliaram a relação entre resinas nanoparticuladas e o uso do protocolo de fotoativação gradual<sup>19</sup>.

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito de dois protocolos de fotoativação na dureza de uma resina composta nanoparticulada. A hipótese testada é que o protocolo gradual apresentará valores de dureza menores que o protocolo convencional.

## MATERIAL E MÉTODO

Foram confeccionados 10 espécimes de resina composta nanoparticulada - Filtek<sup>®</sup> Z350; 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA - (Tabela 1) utilizando-se uma matriz metálica com um orifício no centro com dimensões de 5 mm de diâmetro x 2 mm de altura.

Cada espécime foi obtido a partir da inserção de um único incremento de resina composta no centro da matriz, com o auxílio de uma espátula de inserção nº1 (Golgran, São Caetano do Sul, SP, Brasil). Em seguida, a resina foi acomodada com um condensador metálico de Hollenback nº 5 (Golgran, São Caetano do Sul, SP, Brasil), para evitar a inclusão de bolhas de ar e coberta com uma matriz de poliéster e uma lamínula de vidro, a qual foi pressionada manualmente por 60 segundos, promovendo o extravasamento do excesso de material.

Após a remoção da lamínula de vidro, os espécimes foram irradiados através da fita de poliéster utilizando uma unidade de luz halógena (Ultralux; Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil) seguindo dois protocolos de fotoativação (Aguiar *et al.* 2005) (Tabela 2).

Imediatamente após a fotoativação as superfícies de topo e de base dos espécimes foram devidamente identificadas e os mesmos foram armazenados individualmente em frascos âmbar, a 37 °C por 24 horas.

A dureza das superfícies (topo e base) foi determinada a partir do teste de microdureza Vickers. Cinco penetrações foram realizadas na superfície de topo (0 mm) e na base (2 mm) de cada espécime através de um penetrador acoplado a um durômetro Universal (Micro Hardness Tester HNV2; Shimadzu, Tóquio, Japão) com carga de 500 g por 10 segundos. A média entre os valores das penetrações determinou o valor da dureza de cada região do espécime.

Os dados de dureza foram submetidos à análise de variância (ANOVA) a dois critérios (protocolos de fotoativação e superfícies), seguido do teste de Student-Newman-Keuls. O programa utilizado para realizar as análises foi o Bioestat 2.0 (Sociedade Civil Mimirauá, Manaus, AM, Brasil) e o nível de significância adotado foi 5%.

## RESULTADOS

Os valores de dureza Vickers estão apresentados na Tabela 3. A média dos valores de dureza da resina composta na superfície de base foi significativamente menor que da superfície de topo, para ambos os protocolos de fotoativação ( $p < 0,01$ ). Em cada superfície (topo e base) não foi observada diferença estatística significativa entre os valores de dureza obtidos quando do uso de cada protocolo ( $p > 0,05$ ).

## DISCUSSÃO

A hipótese foi rejeitada uma vez que não houve diferença estatística entre os valores de dureza da resina composta ativada através dos diferentes protocolos.

O grau de conversão dos monômeros resinosos pode ser medido através de métodos diretos, como a espectroscopia no infravermelho com Transformada de Fourier<sup>4,8</sup> e a espectroscopia Raman<sup>20</sup>. Por outro lado, os métodos indiretos como o teste de dureza Knoop<sup>21,22</sup> e dureza Vickers<sup>2,10</sup> são empregados para avaliar o grau de polimerização desses materiais, devido à facilidade técnica e à confiabilidade dos dados<sup>23,24</sup>. Entretanto, há

Tabela 1. Composição da resina composta.

Resina composta	Composição	Lote
Filtek Z 350 (A3 shade)	Carga: nanopartículas de sílica não-aglomerada de 20 nm e nanoaglomerados de zircônia/sílica com cargas de tamanho entre 5-20 nm. A porcentagem de carga é de 78.5% , em peso. Matriz polimérica: Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA	8PU
Bis-GMA: Bisfenol glicidil dimetacrilato; Bis-EMA: bisfenol A dimetacrilato etoxilado; UDMA: Uretano dimetacrilato; TEGDMA: Trietileno glicol dimetacrilato.		

Tabela 2. Descrição e densidade de energia dos protocolos de fotoativação utilizados.

Protocolo de fotoativação	Descrição	Densidade de Energia
Convencional (n=5)	700m W/cm <sup>2</sup> durante 30 segundos	21 J/cm <sup>2</sup>
Gradual (n=5)	300m W/cm <sup>2</sup> durante 10 segundos + 700m W/cm <sup>2</sup> durante 20 segundos	17 J/cm <sup>2</sup>

Tabela 3. Média dos valores de dureza Vickers e desvio padrão entre as superfícies, de acordo com o protocolo de fotoativação

Protocolo de ativação	Superfícies	
	Topo (0 mm)	Base (2 mm)
Convencional (n=5)	82,66 ± 0,91 <sup>A</sup>	70,04 ± 3,39 <sup>B</sup>
Gradual (n=5)	84,58 ± 0,24 <sup>A</sup>	68,14 ± 2,15 <sup>B</sup>

Letras maiúsculas diferentes entre si representam diferenças estatisticamente significantes ( $p < 0,01$ ), enquanto que, letras maiúsculas semelhantes entre si representam a ausência de diferenças estatisticamente significantes ( $p > 0,05$ ).

que se analisarem os resultados dos valores de dureza cautelosamente, uma vez que polímeros com resultados de dureza similares podem apresentar diferenças quanto à linearidade da estrutura polimérica e à densidade de ligações cruzadas<sup>14,25</sup>. Assim, se especula que ambos os protocolos de fotoativação empregados originaram polímeros com estruturas e densidades de ligações cruzadas diferentes, porém, com durezas similares. Adicionalmente, o emprego de protocolos de fotoativação distintos não produzem diferença significativa nos valores de dureza em espécimes de 2 mm espessura<sup>26</sup>.

A densidade de energia (densidade de potência x tempo de exposição) influencia diretamente o grau de conversão, a profundidade de polimerização e as propriedades físico-mecânicas das resinas compostas<sup>27</sup>. O aumento da potência da unidade de emissão de luz ou da duração da exposição do material à luz resulta em melhoria na polimerização das resinas compostas<sup>8</sup>. Embora a maioria dos estudos tente padronizar a densidade de energia para minimizar a interferência de sua variação nos resultados<sup>8,14,28,29</sup>, o presente estudo optou por padronizar o tempo de exposição e verificar o efeito da variação da densidade de energia decorrente do uso de diferentes protocolos de fotoati-

vão nos valores de dureza. De acordo com o presente estudo, os protocolos de fotoativação convencional e gradual obtiveram densidades de energia de 21 J e 17 J, respectivamente (Tabela 2), as quais foram capazes de polimerizar a resina de modo semelhante para ambos os protocolos em espécimes de 2 mm de espessura.

A exposição das resinas compostas a altas densidades de energia resulta em alto grau de conversão de monômeros em polímeros<sup>5,6</sup>. Porém, a rápida polimerização contribui para o desenvolvimento das tensões de contração na estrutura das resinas compostas e limitam o relaxamento das mesmas<sup>9</sup>. O protocolo de fotoativação gradual vem sendo muito pesquisado nos últimos anos devido a sua proposta de minimizar a contração de polimerização sem interferir nas propriedades mecânicas das resinas compostas<sup>6,30-32</sup>. Os achados de Amaral *et al.*<sup>33</sup> (2002), Bayindir *et al.*<sup>34</sup> (2003) e de Camargo *et al.*<sup>21</sup> (2009) empregando a mesma metodologia do presente estudo não evidenciaram diferença entre os valores de dureza dos protocolos de fotoativação em estudo, reforçando que a possível diferença no grau de conversão das resinas compostas não interfere nas propriedades mecânicas.

Idealmente, o grau de polimerização das resinas compostas deveria ser constante em toda a profundidade do espécime ou do incremento<sup>21</sup>. Porém, conforme Rueggeberg *et al.*<sup>35</sup> (1993) quando a luz de uma unidade de fotoativação atravessa a resina composta ocorre a perda da sua intensidade devido à dispersão dos feixes. De acordo com De Wald e Ferracane<sup>16</sup> (1987), Koupis *et al.*<sup>36</sup> (2006) e Clifford *et al.*<sup>37</sup> (2009), o grau de polimerização e dureza são afetados pela profundidade da resina composta, tendo sido corroborado pelos resultados do presente estudo, dado que os valores de dureza da superfície de topo foram mais altos do que os da superfície de base. Apesar da diferença entre esses valores, a polimerização da resina composta pode ser considerada adequada desde que a razão entre os mesmos seja igual ou superior a 0,80<sup>38</sup>. Nesse estudo foram obtidas relações de 0,84 e 0,80, respectivamente para os protocolos convencional e gradual.

O tamanho, o tipo e a quantidade de partículas de carga que compõe uma resina composta influenciam diretamente o processo de polimerização<sup>14</sup>. A dispersão da luz no interior da resina composta é máxima quando as partículas de carga apresentam metade do tamanho do comprimento de onda da luz de ativação (450 – 500 nm)<sup>10</sup>. No presente estudo, foi utilizada a resina composta nanoparticulada Filtek Z350 com partículas de carga que variam em tamanho de 5 a 20 nm. Portanto, é possível sugerir que o tamanho das partículas de carga da resina utilizada não influenciou a reação de polimerização dos diferentes protocolos.

Novas abordagens para caracterização das diferentes resinas compostas poderão incluir metodologias que empreguem testes de sorção e solubilidade, espectroscopia por infravermelho, e avaliação de propriedades ópticas para análise aprofundada desses materiais.

## CONCLUSÃO

O emprego de diferentes protocolos de fotoativação não afetou a dureza superficial da resina nanoparticulada.

## REFERÊNCIAS

01. Aguiar FH, Braceiro AT, Ambrosano GM, Lovadino JR. Hardness and diametral tensile strength of a hybrid composite resin polymerized with different modes and immersed in ethanol or distilled water media. *Dent Mater.* 2005;21(12):1098-103.
02. Cekic-Nagas I, Egilmez F, Ergun G. The effect of irradiation distance on microhardness of resin composites cured with different light curing units. *Eur J Dent.* 2010;4(4):440-6.
03. Aravamudhan K, Floyd CJ, Rakowski D, Flaim G, Dickens SH, Eichmiller FC, Fan PL. Light-emitting diode curing light irradiance and polymerization of resin-based composite. *J Am Dent Assoc.* 2006;137(2):213-23.
04. Rencz A, Hickel R, Ilie N. Curing efficiency of modern LED units. *Clin Oral Investig.* 2011. [Epub ahead of print].
05. Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dent Mater.* 2001;17(6):504-11.
06. Ilie N, Jelen E, Hickel R. Is the soft-start polymerization concept still relevant for modern curing units? *Clin Oral Investig.* 2011;15(1):21-9.
07. Mehl A, Hickel R, Kunzelmann KH. Physical properties and gap formation of light-cured composites with and without 'softstart-polymerization'. *J Dent.* 1997;25(1):321-30.
08. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *J Dent Res.* 2005;84(7):659-62.
09. Lopes LG, Franco EB, Pereira JC, Mondelli RF. Effect of light-curing units and activation mode on polymerization shrinkage and shrinkage stress of composite resins. *J Appl Oral Sci.* 2008;16(1):35-42.
10. Mousavinasab SM, Meyers I. Comparison of Depth of Cure, Hardness and Heat Generation of LED and High Intensity QTH Light Sources. *Eur J Dent.* 2011;5(3):299-304.
11. Feilzer AJ, Dooren LH, De Gee AJ, Davidson CL. Influence of light intensity on polymerization shrinkage and integrity of restoration-cavity interface. *Eur J Oral Sci.* 1995;103(5):322-6.
12. Chan DC, Browning WD, Frazier KB, Brackett MG. Clinical evaluation of the soft-start (pulse-delay) polymerization technique in Class I and II composite restorations. *Oper Dent.* 2008;33(3):265-71.
13. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci.* 2001;109(4):282-5.
14. Soh MS, Yap AU. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent.* 2004;32(4):321-6.
15. Eliades GC, Vougiouklakis GJ, Caputo AA. Degree of double bond conversion in light-cured composites. *Dent Mater.* 1987;3(1):19-25.
16. DeWald JP, Ferracane JL. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res.* 1987;66(3):727-30.
17. Moraes RR, Ribeiro Ddos S, Klumb MM, Brandt WC, Correr-Sobrinho L, Bueno M. In vitro tooth brushing abrasion of dental resin composites: packable, microhybrid, nanohybrid and microfilled materials. *Braz Oral Res.* 2008;22(2):112-8.
18. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Assoc.* 2003;134(10):1382-90.
19. Clifford SS, Roman-Alicea K, Tantbirojn D, Versluis A. Shrinkage and hardness of dental composites acquired with different curing light sources. *Quint Int.* 2009;40(3):203-14.
20. Miletic V, Santini A. Micro-Raman spectroscopic analysis of the degree of conversion of composite resins containing different

- initiators cured by polywave or monowave LED units. *J Dent.* 2012;40(2):106-13.
21. Camargo EJ, Moreschi E, Baseggio W, Cury JA, Pascotto RC. Composite depth of cure using four polymerization techniques. *J Appl Oral Sci.* 2009;17(5): 446-50.
22. Resende ISL, Bonfim AGM, Passos VF, Santiago SL. Avaliação indireta do grau de conversão de resina composta utilizando dois protocolos de fotoativação. *Rev ABO Nac.* 2011;19(2):96-100.
23. Pollington S, Kahakachchi N, van Noort R. The influence of plastic light cure sheaths on the hardness of resin composite. *Oper Dent.* 2009;34(6):741-5.
24. Rueggeberg FA, Caughman WF. Factors affecting light transmission of single-use, plastic light-curing tips. *Oper Dent.* 1998;23(4):179-184.
25. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci.* 2001;109(4):282-5.
26. Rueggeberg FA, Ergle JW, Mettenburg DJ. Polymerization depths of contemporary light-curing units using microhardness. *J Esthet Dent.* 2000;12(6):340-9.
27. Ferracane JL, Berge HX. Fracture toughness of experimental dental composites aged in ethanol. *J Dent Res.* 1995;74(7):1418-23.
28. Lopes LG, Jardim Filho Ada V, de Souza JB, Rabelo D, Franco EB, de Freitas GC. Influence of pulse-delay curing on sorption and solubility of a composite resin. *J Appl Oral Sci.* 2009;17(1):27-31.
29. Silva EM, Almeida GS, Poskus LT, Guimarães JG. Relationship between the degree of conversion, solubility and salivary sorption of a hybrid and a nanofilled resin composite. *J Appl Oral Sci.* 2008;16(2):161-6.
30. Lim BS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Condon JR. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two step light-activation. *Dent Mater.* 2002;18(6):436-44.
31. Nalçacia A, Salbaça M, Ulusoyb N. The effects of soft-start vs continuous-light polymerization on microleakage in class II resin composite restorations. *J Adhes Dent.* 2005;7(4):309-14.
32. Tarle Z, Knezevic A, Demoli N, A Meniga, J Sutalo, G Unterbrink et al. Comparison of composite curing parameters: effects of light source and curing mode on conversion, temperature rise and polymerization shrinkage. *Oper Dent.* 2006;31(2):219-26.
33. Amaral CM, de Castro AKB, Pimenta LAF, Ambrosano GMB. Efeito das técnicas de inserção e ativação da resina composta sobre a microinfiltração e microdureza. *Pesqui Odontol Bras.* 2002;16(3):257-62.
34. Bayindir YZ, Yildiz M, Bayindir F. The effect of soft-start polymerization on surface hardness of two packable composites. *Dent Mater J.* 2003;22(4):610-6.
35. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW, Davis HC. Factors affecting cure at depths within light-activated resin composites. *Am J Dent.* 1993;6(2):91-5.
36. Koupis NS, Martens LC, Verbeeck RM. Relative curing degree of polyacid-modified and conventional resin composites determined by surface Knoop hardness. *Dent Mater.* 2006;22(11):1045-50.
37. Clifford SS, Roman-Alicea K, Tantbirojn D, Versluis A. Shrinkage and hardness of dental composites acquired with different curing light sources. *Quintessence Int.* 2009;40(3):203-14.
38. Pilo R, Cardash SH. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. *Dent Mater.* 1992;8(5):299-304.

## ABSTRACT

**Purpose:** The aim of this study was to evaluate the hardness of nanofilled resin composite with different curing protocols. **Material and Method:** Ten specimens of resin composite were prepared (5 mm x 2 mm). A single increment of material was inserted in a metallic matrix with a central hole. The resin was photoactivated with halogen light using two protocols: conventional (700 mW/cm<sup>2</sup> for 30 seconds) and soft-start (300 mW/cm<sup>2</sup> for 10 seconds + 700 mW/cm<sup>2</sup> for 20 seconds). Five indentations were made on the top and bottom surfaces (500 g load for

10 seconds). The results were statistically analyzed with Two-Way ANOVA and Student-Newman-Keuls post-hoc test (level of significance of 5%). **Results:** There was no statistically significant difference ( $p > 0.05$ ) between the curing protocols in any of the surfaces. Hardness values at the top surface were higher than at the bottom ( $p < 0.01$ ) for both protocols. **Conclusion:** The use of different curing protocols did not affect the surface hardness of the nanofilled resin composite.

**KEYWORDS:** Resins composite, Hardness, polymerization.

## AUTOR PARA CORRESPONDÊNCIA:

Sérgio Lima Santiago  
Rua Monsenhor Furtado, s/n Bairro: Rodolfo Teófilo  
CEP:60.430-355 Fortaleza-CE.  
sergiosantiago@yahoo.com  
(85) 3366.8232 / (85) 8824.2704