

Influência do tempo de fotoativação na resistência à flexão de compósitos restauradores

Influence of photoactivation time on flexural strength of restorative Composites

Luciano de Souza Gonçalves*
Aloísio Oro Spazzin**
Simonides Consani***
Marcelo Ferraz Mesquita****
Daniel Galafassi*****
Bruno Carlini Júnior*****

Resumo

Este estudo avaliou a influência de dois tempos de fotoativação sobre a resistência à flexão de quatro compósitos comerciais. Amostras em forma de barra (25 mm x 2 mm x 2 mm) foram confeccionadas em matriz de aço inoxidável de acordo com a ISO 4049 e fotoativadas com um aparelho LED com cinco ativações de 20 ou 60s, em diferentes pontos ao longo das superfícies de topo e base da amostra. O teste foi realizado em uma máquina de ensaios mecânicos com velocidade de 0,5 mm/min. As médias (MPa) foram submetidas à análise de variância de dois fatores e ao teste de Tukey ($p < 0,05$). Em ambos os tempos de fotoativação, os compósitos Filtek Supreme® e Esthet-X® apresentaram os maiores valores de resistência à flexão. O compósito Opallis® apresentou valores intermediários com 20s de ativação, diferindo estatisticamente do compósito 4 Seasons® com a menor média. Com 60s de ativação, os compósitos Opallis® e 4 Seasons® obtiveram médias significativamente menores que os demais, mas não diferiram entre si. Todos os compósitos apresentaram aumento significativo dos valores de resistência à flexão com o aumento do tempo de ativação. Concluiu-se que a fotoativação por 60s aumentou os valores de resistência à flexão dos compósitos.

Palavras-chave: Resinas compostas. Polímeros. Materiais dentários.

Introdução

A evolução das resinas compostas e a progressiva melhora em suas propriedades mecânicas transformaram esse material na primeira opção em procedimentos restauradores, mesmo na região posterior, onde, historicamente, o amálgama era o material de escolha. A resistência à flexão é uma propriedade importante nos compósitos restauradores, principalmente quando utilizados em áreas sob tensão mastigatória¹.

O grau de conversão (GC) dos compósitos é definido como a quebra das ligações duplas dos monômeros e a transformação em ligações simples durante a polimerização^{2,3}. O GC depende de fatores como o modo e o tempo de fotoativação², em razão da energia fornecida ao compósito para a quebra dessas ligações. A combinação dos diferentes monômeros que compõem a resina composta e da temperatura de transição vítreia desses monômeros⁴⁻⁷ influencia diretamente as propriedades mecânicas, como a resistência à flexão, após a polimerização. A conversão de ligações duplas em simples pode ser mensurada de forma direta por meio da espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR)^{8,9}, que informa a porcentagem de ligações duplas rompidas e de ligações simples formadas.

* Mestre em Materiais Dentários, aluno do curso de Doutorado em Materiais Dentários pela FOP/Unicamp.

** Aluno do curso de Mestrado em Clínica Odontológica, área de concentração Prótese Dental pela FOP/Unicamp.

*** Doutor em Materiais Dentários, professor Titular da área de Materiais Dentários na FOP/Unicamp.

**** Doutor em Prótese Dental, professor Titular da área de Prótese Dental na FOP/Unicamp.

***** Aluno do curso de Mestrado em Odontologia Restauradora, área de concentração Dentística pela Fop/USP.

***** Doutor em Dentística, professor das disciplinas de Dentística e Clínica Intergrada da Foup.

O teste de dureza é o método indireto mais utilizado para verificação do GC, embora outros testes, como a resistência à flexão, também possam ser utilizados¹⁰. Em 2000, a International Organization for Standardization (ISO) classificou os compósitos restauradores (norma 4049) e determinou os valores mínimos de resistência à flexão para cada classificação de material¹¹. Compósitos restauradores diretos são classificados como: Tipo 1 (polímero restaurador com carga, indicado para face oclusal); Classe 2 (necessita de fotoativação); Grupo 1 (fotoativação realizada em boca). Para esses materiais, a resistência à flexão mínima deve ser de 80 MPa; para os demais polímeros restauradores (Tipo 2), deve ser de 50 MPa.

Os métodos indiretos não fornecem a porcentagem de ligações convertidas, mas são utilizados como método comparativo avaliando um material fotoativado por diferentes modos. Entretanto, não permitem a comparação entre diferentes polímeros, em virtude da presença de outras variáveis, como diferentes monômeros e/ou quantidade e tipo de carga inorgânica empregada nesses materiais.

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de dois tempos diferentes de fotoativação sobre a resistência à flexão de três pontos em quatro compósitos restauradores de uso clínico. A hipótese do estudo foi que diferentes tempos de fotoativação promoveriam diferentes valores de resistência à flexão em diferentes compósitos.

Materiais e método

Os materiais avaliados neste estudo estão mostrados na Tabela 1. As amostras em forma de barra, com 25 mm de comprimento, 2 mm de espessura e 2 mm de largura, foram confeccionadas por um único pesquisador, de acordo com as especificações da ISO 4049. O compósito inserido em uma matriz de aço inoxidável foi recoberto por uma tira de matriz de poliéster (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA). Uma lâmina de vidro foi posicionada sobre o conjunto e sobre ela aplicada uma força constante de 0,5 kgf, durante 1 min. As amostras foram fotoativadas em modo contínuo com um aparelho LED Radii (SDI Victoria®, Austrália) de *spot size* de 10 mm, com irradiação de 1 400 mW/cm² verificada com medidor de potência (Ophir Optronics Ltda.®, Jerusalém, Israel). Para os grupos de controle de cada compósito, a fotoativação foi realizada nas superfícies de topo e base da amostra, durante 20s, em cinco pontos ao longo da barra. Foram confeccionadas dez barras para cada compósito. Para os grupos experimentais foram adotados os mesmos procedimentos realizados nos grupos anteriores, porém a fotoativação em cada aplicação foi de 60s. Após a ativação, as amostras foram imersas em água destilada por 15min, quando foram polidas com lixas de carbeto de silício com granulação 1 200 (Norton S.A., São Paulo, SP, Brasil) e armazenadas em água destilada, protegidas da luz por 24h.

Tabela 1 - Compósitos restauradores utilizados no estudo

Compósito	Características	Fabricante	Tempo de ativação recomendado
Filtek Supreme® cor A2	Carga: 59,5 % em volume de sílica coloidal e zircônia, com tamnaho entre 20 e 75 nm Matriz: Bis-GMA, Bis-EMA(6), UDMA, TEGDMA	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	20s
Esthet-X® cor A2	Carga: vidros de bário boro alumínio silicato com tamanho em torno de 1 µm e sílica coloidal de tamanho nanométrico (0,04 µm) Matriz: Bis-GMA, UDMA, TEGDMA	DENTSPLY Caulk, Milford DE, EUA	20s
Opallis® cor A2	Carga: 79% em peso de vidro de bário alumínio silicato e óxido de silício	FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil	20s
4 Seasons® cor A2	Carga: partículas inorgânicas não informadas pelo fabricante no MSDS Matriz: Bis-GMA, UDMA, TEGDMA	Ivoclar Vivadent AG. Bendererstrasse, Liechtenstein.	20s

Bis-GMA (Bisfenol A Glicidil metacrilato), Bis-EMA (Bisfenol A Glicidil metacrilato etoxilado), TEGDMA (Trietilen glicol dimetacrilato), UDMA (Uretano dimetacrilato)

Para a realização do teste de resistência à flexão, as amostras eram retiradas da água, secadas com papel absorvente, e suas dimensões verificadas com paquímetro digital com precisão de 0,01 mm (Mitutoyo Corporation®, Tokyo, Japão). As mensurações foram realizadas tanto para altura quanto pela largura, em cinco pontos equidistantes da amostra a partir de 2,5 mm das extremidades, local onde as amostras seriam apoiadas no dispositi-

tivo para flexão. A média dessas medidas foi adotada como o valor a ser inserido na fórmula para o cálculo da resistência à flexão. As amostras foram posicionadas no dispositivo acoplado à máquina de ensaios mecânicos Emic DL 2000® (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil) e ensaiadas a uma velocidade de 0,5 mm/min (Fig. 1). Os valores obtidos foram aplicados à fórmula $\sigma_{3\text{pts}} = 3.P.S/2B.H^2$, onde S é a distância entre os suportes (20 mm), P representa

a carga máxima registrada pela máquina antes da fratura, B e H representam a largura e a altura da amostra, respectivamente. As médias foram convertidas em MPa e submetidas à análise de variância de dois fatores (fotoativação e material) e ao teste de Tukey ($p < 0,05$).

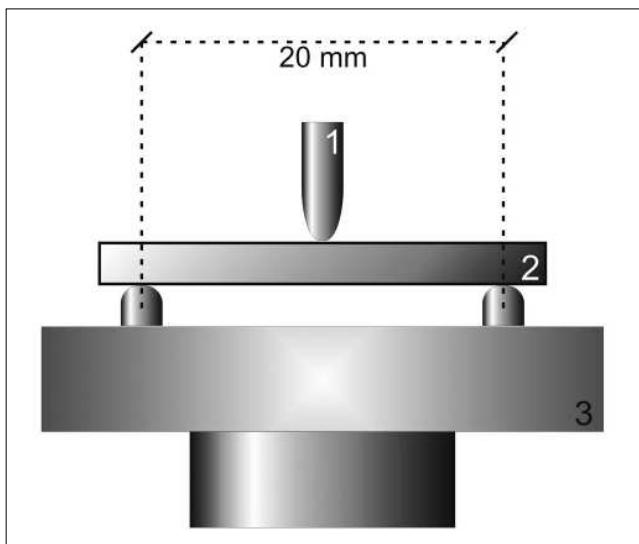


Figura 1 - Desenho esquemático do teste de resistência à flexão de três pontos mostrando o cinzel de ponta arredondada ligado à máquina de ensaios (1), o corpo-de-prova de compósito em forma de barra conforme as especificações da ISO 4049 (2) e o dispositivo para flexão (3). A linha pontilhada mostra a distância entre os apoios da barra

Resultados

A Tabela 2 mostra a diferença estatisticamente significativa para os fatores tempo e resina ($p < 0,001$) e para a interação entre eles ($p = 0,003$). As médias e o desvio-padrão para o teste de resistência à flexão de três pontos são mostrados na Tabela 3. Em ambos os tempos de ativação, os compósitos Filtek Supreme® e Esthet-X® apresentaram os maiores valores de resistência à flexão, não diferindo estatisticamente entre si. Os compósitos 4 Seasons® e Opallis® não alcançaram o valor mínimo de resistência à flexão determinado pela ISO 4049, quando polimerizados por 20s. O compósito 4 Seasons® apresentou os menores valores de resistência à flexão nos dois tempos de ativação, diferindo estatisticamente dos demais. Todos os compósitos apresentaram aumento significativo dos valores de resistência à flexão quando o tempo de ativação foi aumentado de 20 para 60s.

Tabela 2 - Análise de variância dois fatores

Fontes de variação	GL	SQ	MQ	F	p
Resina	3	37134,862	12378,287	35,077	< 0,001
Tempo	1	37787,941	37787,941	107,082	< 0,001
Resina x tempo	3	5403,012	1801,004	5,104	0,003
Total	77	107092,755	1390,815		

GL: Graus de liberdade; SQ: Soma dos quadrados; MQ: Média dos quadrados.

Tabela 3 - Média e desvio-padrão para os valores de resistência à flexão de três pontos

	Tempo da fotoativação	
	20s	60s
Filtek Supreme®	104,85 (25,52) B,a	148,05 (23,09) A,a
Esthet-X®	110,16 (19,95) B,a	128,97 (16,64) A,ab
Opallis®	70,50 (16,85) B,b	119,69 (18,36) A,bc
4 Seasons®	38,40 (6,73) B,c	103,46 (13,69) A,c

* Letras maiúsculas diferentes em linha e minúsculas diferentes em coluna mostram diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Discussão

A hipótese do estudo de que diferentes tempos de fotoativação promoveriam diferentes valores de resistência à flexão em diferentes compósitos foi confirmada.

As propriedades mecânicas dos compósitos utilizados em odontologia estão diretamente ligadas a fatores como o grau de conversão e a densidade de ligações cruzadas^{12,13}. Esses fatores são dependentes dos tipos de monômeros utilizados nos compósitos, da irradiância utilizada na fotoativação¹³ e, por consequência, da quantidade de energia fornecida ao compósito. A quantidade de energia é o produto da multiplicação da irradiância pelo tempo de aplicação da luz, medida em J/cm^2 . No presente estudo, a quantidade de energia influenciou positivamente a resistência à flexão de todos os compósitos utilizados, aumentando significativamente os valores. Isso, provavelmente, ocorreu em razão do aumento do GC. Embora o GC apresente relação direta com a dureza dos materiais poliméricos e este seja o método indireto mais utilizado para essa verificação, não é único¹⁴. O módulo de elasticidade e a resistência à flexão também apresentam relação com a transformação de monômeros em polímeros¹⁰.

Era previsto que o aumento da energia fornecida aumentasse a resistência à flexão de todos os compósitos. No entanto, o aumento foi maior que o esperado para o compósito 4 Seasons®, que passou de 38,40 MPa para 103,46 MPa, representando aumento de quase 170%. Embora menor diferen-

ça entre os valores de resistência à flexão nos dois tempos de ativação tenha sido encontrada para o compósito Opallis®, ambos os materiais restauradores não alcançaram os valores mínimos recomendados pela ISO 4049 quando fotoativados por 20s. Os fabricantes de todos os materiais estudados neste trabalho informam que 20s é tempo suficiente para uma polimerização adequada, o que não foi confirmado no presente trabalho. Esses valores somente foram alcançados quando o tempo de fotoativação foi de 60s, reforçando a idéia da influência da relação entre a composição e os tempos de fotoativação nas propriedades das resinas compostas.

Embora os compósitos Filtek Supreme® e Esthet-X® também tenham apresentado diferença significativa entre os tempos de fotoativação, as médias encontradas nos dois tempos estavam adequadas à norma ISO.

Segundo estudos anteriores, diversos fatores podem influenciar o GC e, consequentemente, as propriedades mecânicas dos compósitos^{5-7,15}. Um dos principais seria a diferente combinação de monômeros utilizada pelos fabricantes. Em estudo prévio que verificou o GC de diferentes misturas de monômeros em temperatura ambiente, observou-se que o Bis-GMA apresentava menor percentual no GC quando comparado ao UDMA, resultado atribuído à menor temperatura de transição vítreia do Bis-GMA, propriedade que mede a flexibilidade dos monômeros na formação da cadeia⁴. Em outro estudo realizado com compósitos experimentais variando a porcentagem de Bis-GMA/TEGDMA em 30%, 50% e 70%, respectivamente, observou-se maior conversão de duplas ligações nas combinações com maior concentração de TEGDMA. Os autores reconhecem que tal fato se deve à menor viscosidade do monômero no início da reação¹⁶, possibilitando melhor mobilidade dos monômeros durante a reação.

Variações no tamanho, tipo e formato das partículas de carga também influenciam na resistência à flexão dos compósitos restauradores. Autores relatam que compósitos comerciais com partículas pré-polimerizadas tendem a apresentar propriedades mecânicas inferiores em virtude da menor tenacidade à fratura, ao passo que resinas que apresentam cargas com formato irregular, como a Esthet-X®, mostram propriedades intermediárias, as quais podem ser geradas pela maior concentração de tensões no momento do ensaio^{5,15}. No entanto, um estudo prévio que avaliou resinas compostas comerciais com diferentes formatos de partículas de carga utilizando diferentes testes mecânicos mostra valores similares de resistência à flexão para Filtek Supreme® (partículas esféricas), Esthet-X® (partículas irregulares) e Tetric Ceram® (combinação entre partículas esféricas e irregulares)¹⁷.

A comparação entre materiais de fabricantes diferentes é difícil em razão da grande variedade de formulações. Além disso, informações importantes, como tipo de silano empregado, quantidade de fotoiniciadores e inibidores e, até mesmo, o percentual de cada monômero presente nos compósitos, dificilmente são reveladas. Para avaliar a influência de um determinado componente isoladamente seria ideal a utilização de compósitos experimentais, a fim de que todas as variáveis pudessem ser controladas com segurança. O fotoiniciador é um importante componente, que apresenta diferentes picos de absorção de luz dependendo do tipo empregado. Além disso, podem ser utilizadas combinações de diferentes fotoiniciadores, influenciando diretamente o comportamento dos compósitos¹⁸.

No entanto, fica claro que os compósitos necessitam de diferentes quantidades de energia para sua polimerização, influenciando diretamente nas suas propriedades mecânicas. Outros estudos, como grau de conversão, cinética de polimerização através do FTIR, avaliação da densidade de ligações cruzadas e sorção e solubilidade em água, podem ser empregados para fornecer dados mais precisos sobre o comportamento desses materiais.

Conclusão

Dentro das limitações deste estudo, foi possível concluir que:

- a fotoativação por 60s aumentou o grau de conversão e os valores de resistência à flexão dos compósitos testados quando comparada à fotoativação por 20s;
- a resistência à flexão foi influenciada pela composição dos compósitos.

Abstract

The objective of this study is to evaluate the influence of two times of light-curing on flexural strength of four commercial composites. The specimens in bar shape (25 mm x 2 mm x 2 mm) were made in stainless steel matrix according to ISO 4049 and then photoactivated through a LED unit with five activations of 20 or 60 seconds in different points along the surfaces of the top and bottom of the sample. The test was achieved in a mechanical test machine at a cross head speed of 0.5 mm/min. The average (MPa) were submitted to analysis of variance of two factors and to the Tukey test ($p < 0.05$). In both times of light-curing the composites Filtek SupremeTM and Esthet-XTM showed higher mean values concerning flexural strength considering both light-curing times tested. The composite OpallisTM showed intermediate mean values with 20 seconds activation, therefore statistically higher than those observed for four SeasonsTM. The composites OpallisTM and four Sea-

sonsTM obtained significantly lower mean values than the others with 60seconds activation, but they were not different among themselves. All composites showed significant increase of flexural strength values with the increase of activation time. Therefore, it is concluded that, the 60-second light-curing increased the flexural strength mean values of the composites tested.

Key words: Composites. Polymers. Dental materials.

Referências

- Chung SM, Yap AU, Chandra SP, Lim CT. Flexural strength of dental composite restoratives: comparison of biaxial and three-point bending test. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2004; 71:278-83.
- da Silva EM, Poskus LT, Guimaraes JG, Barcellos AD, Fellows CE. Influence of light polymerization modes on degree of conversion and crosslink density of dental composites. *J Mater Sci Mater Med* 2008; 19(3):1027-32.
- Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci* 1997; 105:97-116.
- Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2002; 23:1819-29.
- Rodrigues Junior SA, Zanchi CH, Carvalho RV, Demarco FF. Flexural strength and modulus of elasticity of different types of resin-based composites. *Braz Oral Res* 2007; 21:16-21.
- Sideridou ID, Karabela MM, Bikaris DN. Aging studies of light cured dimethacrylate-based dental resins and a resin composite in water or ethanol/water. *Dent Mater* 2007; 23:1142-9.
- Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res* 1986; 20:121-31.
- Imazato S, Tarumi H, Kobayashi K, Hiraguri H, Oda K, Tsuchitani Y. Relationship between the degree of conversion and internal discoloration of light-activated composite. *Dent Mater J* 1995; 14:23-30.
- Imazato S, McCabe JF, Tarumi H, Ehara A, Ebisu S. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. *Dent Mater* 2001; 17:178-83.
- Ozturk N, Usumez A, Usumez S, Ozturk B. Degree of conversion and surface hardness of resin cement cured with different curing units. *Quintessence Int* 2005; 36:771-7.
- ISO 4049. dentistry-resin based dental fillings. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2000.
- Santos GB, Medeiros IS, Fellows CE, Muench A, Braga RR. Composite depth of cure obtained with QTH and LED units assessed by microhardness and micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent* 2007; 32:79-83.
- Rueggeberg F. Contemporary issues in photocuring. *Compend Contin Educ Dent Suppl* 1999; S4-15; quiz S73.
- Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res* 1988; 67:932-7.
- Kim KH, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent* 2002; 87:642-9.
- Feilzer AJ, Dauvillier BS. Effect of TEGDMA/BisGMA ratio on stress development and viscoelastic properties of experimental two-paste composites. *J Dent Res* 2003; 82:824-8.
- Lu H, Lee YK, Oguri M, Powers JM. Properties of a dental resin composite with a spherical inorganic filler. *Oper Dent* 2006; 31:734-40.
- Neumann MG, Miranda WG Jr, Schmitt CC, Rueggeberg FA, Correa IC. Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiators and light curing units. *J Dent* 2005; 33:525-32.

Endereço para correspondência

Luciano de Souza Gonçalves.
Av. Barão de Serra Negra 1120, apto. 1,
Bloco B
13405-220 Piracicaba - SP
Fone: (19) 2106-5345; (19) 9700-5093
E-mail: goncalves1976@yahoo.com.br

Recebido: 29/11/2007

ACEITO: 17/03/2008