

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira
Departamento de Física e Química
Pós-Graduação em Ciência dos Materiais

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**“ANÁLISE QUANTITATIVA DE ESPECTROS DE ABSORÇÃO NO
INFRAVERMELHO DE COMPÓSITOS ODONTOLÓGICOS
FOTOATIVADOS”**

Luciene Gonçalves Palmeira Moraes

Orientador: Prof. Dr. Jean Richard Dasnoy Marinho

Dissertação apresentada à
Faculdade de Engenharia do
Campus de Ilha Solteira – SP,
Universidade Estadual Paulista -
UNESP, Departamento de Física e
Química, como parte das
exigências para a obtenção do
Título de Mestre em Ciência dos
Materiais.

Ilha Solteira – SP
2004

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DISSERTAÇÃO DE
MESTRADO DE

Luciene Gonçalves Palmeira Moraes

APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA
DOS MATERIAIS, UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE
MESQUITA FILHO” – CAMPUS DE ILHA SOLTEIRA, EM 30 DE ABRIL
DE 2004.

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Jean Richard Dasnoy Sobrinho
Orientador

Prof. Dr. Renato Herman Sundfeld
Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP

Prof. Dr. José Carlos Pereira
Faculdade de Odontologia de Bauru - USP

DEDICATÓRIA

A todos aqueles que buscam, por ideal, ampliar seus conhecimentos e especialmente a meu marido João Carlos, pelos vinte anos de amor, companheirismo e apoio incondicional em todas as aventuras, particularmente nesta pelo mundo da Física.

AGRADECIMENTOS

Ao professor Jean, pela orientação, análises críticas, sugestões e especialmente pelo apoio e generosidade.

A minha filha, pela compreensão e amor com os quais sempre pude contar.

Aos meus pais Manoel e Lola, exemplo, estímulo e presença constantes em minha vida.

Aos meus irmãos, pela graça de tê-los.

A todos os meus queridos amigos pelo carinho, convívio e particularmente ao Lalo, pela amizade na vida e parceria nos bancos escolares.

Aos colegas do departamento de Física e Química: André, Daniela, Célio, Francisco, Gilson, Reginaldo, Luiz Henrique, Joelson, Ana Paula Prudencio, Sílvia, Vabson, Cristiano, Renato e Erick.

Ao Conselho da pós-graduação em Ciência dos Materiais, cuja mentalidade arrojada, proporcionou a uma Cirurgiã Dentista como eu, a oportunidade de realizar este trabalho misturando dois mundos aparentemente tão distantes.

A todos os professores do departamento, especialmente, ao professor Cláudio, pela amizade e colaboração nos trabalhos.

Ao Erlon, pela prontidão, carinho e precisão.

Ao João da Biblioteca, pela colaboração.

Às secretárias Mary e Nancy, pela cordialidade e disponibilidade.

Ao instituto de Física de São Carlos, na pessoa do professor Dr. Antonio Carlos Hernandez, onde foram realizadas as medidas de microdureza.

A prefeitura Municipal de Ilha Solteira , cuja administração permite o aprimoramento científico de seus servidores.

À 3M do Brasil pela doação de materiais necessários à nossa pesquisa.

A todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para a realização desta dissertação.

SUMÁRIO

<i>PUBLICAÇÕES</i>	<i>ix</i>
<i>Resumo</i>	<i>x</i>
<i>Abstract</i>	<i>xi</i>
<i>1.Introdução</i>	<i>1</i>
<i>2.Fundamentos Teóricos</i>	<i>4</i>
<i>2.1. compósitos fotopolimerizáveis</i>	<i>4</i>
<i>2.2. Espectrometria com transformada de Fourier</i>	<i>12</i>
<i>2.3. Dureza</i>	<i>16</i>
2.3.1.Dureza por choque.....	16
2.3.2.Dureza por risco.....	17
2.3.3.Dureza por penetração.....	17
<i>3.Materiais e métodos</i>	<i>22</i>
<i>3.1. Determinação do grau de conversão</i>	<i>22</i>
<i>3.2. Preparação de amostras para obtenção de espectros de absorção</i>	<i>24</i>
<i>3.3. Medidas de Microdureza</i>	<i>29</i>
<i>4.Resultados e discussão</i>	<i>30</i>
<i>4.1. grau de conversão</i>	<i>30</i>
<i>ANEXO: ARTIGOS PUBLICADOS</i>	<i>42</i>
<i>4.2. microdureza</i>	<i>33</i>
<i>5.Conclusões</i>	<i>36</i>
<i>6.Referências</i>	<i>38</i>
<i>7. Anexo</i>	<i>43</i>

Lista de Figuras

<i>Figura 1: Moléculas de (a) dimetacrilato de bisfenolA-bisglicidila (BISGMA) e (b) dimetacrilato de isooctil-bis-etilenoglicoluretano (UDMA).....</i>	<i>5</i>
<i>Figura 2: Diagrama representando o processo de polimerização em compósitos fotoativados.....</i>	<i>8</i>
<i>Figura 3: Reações de formação de (a) radicais livres responsáveis pela fotopolimerização do metacrilato de dimetilaminoetila (DMAEMA) e (b) da rede polimérica.....</i>	<i>10</i>
<i>Figura 4: Indentor de Vickers e figura geométrica impressa na superfície do material testado (obtida no site CALCE Eletronic Products and Systems Center).....</i>	<i>19</i>
<i>Figura 5: Espectro de Absorção de compósito fotoativado mostrando a região utilizada para medidas de grau de conversão.....</i>	<i>23</i>
<i>Figura 6: Compósitos TPH e P60.....</i>	<i>23</i>
<i>Figura 7: Arranjo experimental para medidas de DC em filmes de resina entre tiras de poliéster.....</i>	<i>25</i>
<i>Figura 8: Sistema utilizado para preparação de amostras na forma de disco.....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 9: Espectrômetro FTIR Nexus 670 da Nicolet.....</i>	<i>28</i>
<i>Figura 10: Fotopolimerizadores (a) CL-K50 e (b) LEC 470I.....</i>	<i>29</i>
<i>Figura 11: Coincidência entre linha de absorção da água (espectro a) presente no ar e banda de absorção do compósito (espectro b) utilizado para medida de DC.....</i>	<i>31</i>
<i>Figura 12: Espectros de absorção mostrando a diminuição de conversão de C=C alifáticas..</i>	<i>33</i>
<i>Figura 13: Comparação entre variação de microdureza versus espessura para as fontes (a) LED e (b) LCU.</i>	<i>35</i>

Lista de Tabelas

<i>Tabela 1: DC (%) em função da profundidade.....</i>	<i>32</i>
<i>Tabela 2: Diminuição do DC (%) em função da profundidade.....</i>	<i>32</i>
<i>Tabela 3: Medida de microdureza das faces irradiadas de amostras (Kg/mm²).....</i>	<i>34</i>
<i>Tabela 4: Medidas de microdureza das faces não irradiadas(Kg/mm²).....</i>	<i>35</i>

PUBLICAÇÕES

- 1.** MORAES, L.G.P.; MORAES, J.C.S.; MARINHO, J.R.D.; RANGEL, E.C.; CRUZ, N.C. Estudo do Grau de Conversão de Resinas Fotoativadas. CBECIMAT, Natal - RN, p. 4308-4313, 2002.

RESUMO

O uso extensivo de materiais restauradores estéticos na odontologia moderna justifica o grande interesse no estudo destes materiais. A exigência estética atual explica este uso extensivo e estimula as pesquisas no sentido de buscar novos materiais e técnicas que proporcionem resultados clínicos seguros e duradouros. A proposta deste trabalho foi estudar o grau de conversão na polimerização de compósitos fotoativados através da espectrometria no infravermelho com transformada de Fourier e determinar a microdureza destes compósitos, ambos em função da profundidade. Para tanto, fez-se necessário o desenvolvimento de metodologia adequada visando obtenção de medidas quantitativas precisas de espectros no infravermelho. Nesta metodologia, pastilhas contendo 4,5 mg de compósito e 150 mg de KBr foram confeccionadas. Como compósitos foram utilizados o TPH Spectrum (Dentsply) e o P60 (3M). Foram utilizados dois tipos de fontes de radiação para ativar o processo de polimerização em diferentes profundidades (1, 2, 3 e 4 mm). Os espectros infravermelhos foram obtidos em um espectrômetro NEXUS 670 (Nicolet) e as medidas de microdureza em um mhp 160 (Carl Zeiss/Jena). Os resultados obtidos no estudo do grau de conversão mostraram que, independentemente do tipo de fonte de luz utilizada, o compósito P60 apresenta uma capacidade maior de conversão. Além disso, de acordo com trabalhos anteriores, para os dois compósitos, ocorre uma diminuição no grau de conversão a medida que se aumenta a profundidade. Com relação as medidas de microdureza, o compósito P60 apresenta valores maiores, particularmente para espessuras de 1 e 2 mm.

ABSTRACT

The extensive use of esthetic restorative materials in the modern dentistry justifies the great interest in the study of these materials. The current esthetic demand explains this extensive use and it stimulates the researches in the sense of looking for new materials and techniques to provide safe and durable clinical results. The aim of this work was to study the degree of conversion in the polymerization of visible-light-activated resin composites through the infrared spectrometry and to determine the hardness of these resins, both in function of the depth. For so much, it was necessary to develop an appropriate methodology to obtain quantitative measures from infrared spectra. In this methodology, samples containing 4,5 mg of composite and 150 mg of KBr were made. As composites were used the TPH Spectrum (Dentsply) and P60 (3M). Two types of radiation sources were used to activate the polymerization process in different depths (1, 2, 3 and 4 mm). The infrared spectra were obtained in a spectrometer NEXUS 670 (Nicolet) and the hardness measures in a mhp 160 (Carl Zeiss/Jena). The results obtained in the study of the conversion degree showed that, independently of the type of source of used light, the composite P60 presents a larger capacity of conversion. Besides, with the increase of the depth a decrease was observed in the conversion degree. In the microhardness measurements, the composite P60 presents larger values than TPH, mainly for thickness of 1 and 2 mm.

1. INTRODUÇÃO

A manutenção e recuperação da função, forma e estética dos dentes desde sempre representou um grande desafio para a Dentística Restauradora, especialidade da Odontologia responsável por procedimentos preventivos e restauradores. Fazendo-se uma breve pesquisa na área, encontram-se relatos de trabalhos executados no período que antecede a segunda Grande Guerra, onde pôde-se verificar um grande desenvolvimento das resinas acrílicas, tornando possível, a restauração direta de dentes com estas resinas. Com o avanço da química dos polímeros, no início da década de sessenta, R.L. Bowen¹ publicou resultados de suas pesquisas onde se buscava o reforço de resinas epoxídicas com partículas de carga. Este foi um grande marco para a odontologia que se pratica atualmente, pois as deficiências da resina epoxídica, tais como lenta polimerização e instabilidade de cor, estimularam Bowen a direcionar suas pesquisas no sentido de combinar as vantagens desta resina com aquelas da resina a base de ésteres acrílicos. A partir destes trabalhos ocorreu o desenvolvimento da molécula de Metacrilato de bisfenolglicidila (bis-GMA), que ainda hoje é utilizada como matriz orgânica em muitos compósitos odontológicos empregados na Dentística Restauradora.

Nos últimos anos, embora sempre presente, o interesse por materiais restauradores estéticos tem aumentado fortemente e isto tem estimulado muitas pesquisas na área de materiais odontológicos. Conseqüentemente, como prática comum em consultórios odontológicos, atualmente temos o uso de compósitos

fotopolimerizáveis. Isto ocorre por estes compósitos permitirem um confortável tempo de trabalho controlado diretamente pelo operador², possuírem opções de cores que promovem excelentes resultados estéticos e, principalmente, apresentarem propriedades mecânicas satisfatórias. Como exemplo de propriedades mecânicas pode-se citar a dureza, a resistência à tração, a resistência à compressão, a resistência à abrasão e o módulo de elasticidade. Entretanto aliada à popularização no uso dos compósitos fotopolimerizáveis, muitos problemas ainda não resolvidos, inerentes a este material, foram trazidos ao dia a dia do cirurgião dentista. Um destes sérios problemas é a subpolimerização³, ou seja, a presença de moléculas não reagidas no interior das restaurações com compósitos fotoativados. Isto traz resultados indesejáveis que podem passar despercebidos pelo profissional, como, por exemplo, propriedades mecânicas insatisfatórias, danos pulpares, irritação tecidual local e aumento no potencial de formação de cáries secundárias que culminam no insucesso das restaurações realizadas. Portanto, a limitação na profundidade do compósito a ser polimerizada tem sido um dos maiores problemas clínicos enfrentados pelo cirurgião dentista, e isto pode ser comprovado pelas inúmeras pesquisas na área^{4,5}. Desta forma, torna-se muito importante o estudo da profundidade de cura dos compósitos fotopolimerizáveis empregados nas técnicas de restaurações dentais diretas. Através disto poderão se aperfeiçoar técnicas que orientarão os clínicos no seu dia a dia quanto à espessura máxima segura e adequada do compósito que poderá ser utilizado durante

procedimentos de restaurações dentais diretas. Numerosos estudos têm sugerido que a profundidade de cura sofre a influência de vários fatores como a intensidade de luz, espectro de distribuição e tempo de exposição⁶. Ferracane et al.⁷ avaliaram a profundidade de cura de vários tons de compósito e relataram que esta profundidade pode estar relacionada com a translucidez. Macabe e Carrik⁸ relatam que tanto a intensidade da fonte de luz, quanto a baixa potência influenciam a profundidade de cura.

Através do estudo do grau de conversão na polimerização^{9,10} de dois compósitos fotopolimerizáveis comercialmente bastante utilizados e disponíveis no mercado, utilizando-se dois tipos de fonte de luz, propõe-se neste trabalho, estabelecer e implantar no laboratório do grupo de Vidros e Cerâmicas da UNESP, Campus de Ilha Solteira, uma metodologia adequada para medidas quantitativas com a técnica de espectrometria no infravermelho com transformada de Fourier. Além disso, através de medidas de microdureza destes compósitos, verificar se existe uma correlação entre esta microdureza e o grau de conversão na polimerização. A partir desta metodologia estabelecida seria possível realizar o estudo de qualquer compósito fotopolimerizável e com isto, auxiliar na elaboração de técnicas seguras a serem empregadas para utilização destes materiais restauradores.

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1. COMPÓSITOS FOTOPOLIMERIZÁVEIS

Desde os primórdios da década de 70, tendo como base os estudos de Bowen, os compósitos têm evoluído muito em relação às propriedades fundamentais para o uso clínico como materiais restauradores dentais e por isto substituíram completamente as resinas acrílicas.

Podemos definir o termo compósito como um material formado por dois ou mais diferentes materiais com propriedades finais superiores ou intermediárias às dos materiais constituintes.

Como exemplo de evolução dos compósitos podemos citar a melhoria na estabilidade de cor, o aumento na resistência à abrasão, a melhoria da dureza, as boas condições de manipulação e o armazenamento, etc.

Mesmo que nenhum sistema se encaixe perfeitamente em todas as exigências para um material restaurador ideal a ser utilizado na cavidade bucal, os compósitos que possuem em sua matriz orgânica os dimetacrilatos, como, por exemplo, o dimetacrilato de bisfenolA-bis-glicidila (bis-GMA) (Figura 1a), o dimetacrilato de etilenoglicol (TEGDMA), o dimetacrilato de isooctil-bis-etilenoglicoluretano (UDMA) (Figura 1b) e o dimetacrilato de bisfenolA-bis-poli(etilenoglicol)(3)(bis-EMA(6)), representam um grupo que atende boa parte dos seguintes requisitos:

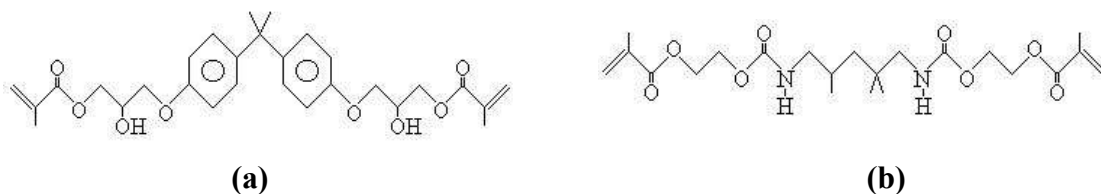


Figura 1: Moléculas de (a) dimetacrilato de bisfenolA-bisglicidila (BISGMA) e (b) dimetacrilato de isooctil-bis-etilenoglicoluretano (UDMA)

Propriedades físicas e mecânicas: o compósito deve possuir adequada resistência às forças mastigatórias e de compressão, resistência aos desgastes e impactos que podem ocorrer na cavidade oral. Além disso deve ter estabilidade dimensional quando sujeito a variações de temperaturas e cargas;

Propriedades estéticas: deve permitir polimento adequado culminando em brilho e lisura, possuir estabilidade de cor e esta, como também a translucidez, devem ser semelhantes à dos dentes;

Características de manipulação: ser de fácil manuseio, permitir inserção, modelamento e polimerização além de ser insensível aos procedimentos de manipulação;

Considerações biológicas: ser insípido, inodoro, atóxico e não irritante aos tecidos bucais. Quando usado como material de preenchimento ou cimento ele deve ser capaz de se unir a estrutura dental para impedir a penetração de bactérias ao longo da interface dente-restauração;

Considerações econômicas: o custo do compósito e o método de processamento devem ser acessíveis e seu uso não deve requerer equipamentos sofisticados.

Quanto a sua composição, além da matriz orgânica, os compósitos odontológicos fotopolimerizáveis possuem: partículas de carga que melhoram suas propriedades físicas e mecânicas; um agente silanizador responsável pela união das partículas de carga à matriz orgânica; um sistema ativador–inibidor que possibilita a fotopolimerização; um inibidor que a impede durante o armazenamento do material; pigmentos que dão ao material tonalidades que permitam restaurações estéticas e; opacificadores que fazem com que o material possa ser identificado em procedimentos radiológicos.

Inicialmente os compósitos eram quimicamente ativados, porém, com o desenvolvimento das pesquisas surgiram os compósitos polimerizados com o uso de luz, chamadas fotopolimerizáveis.

No início da década de 70 a ativação física através do uso da luz ultravioleta foi substituindo gradativamente a ativação química. Na década de 80, a luz ultravioleta, devido a problemas quanto ao seu poder de penetração e preocupações relativas a segurança do uso para a saúde oral, foi substituída¹¹ pela luz visível, através da utilização de aparelhos de luz, compostos basicamente de uma luz halógena e um filtro seletor dos comprimentos de onda de interesse para a fotopolimerização.

Atualmente fontes de luz alternativas para a luz halógena tem sido pesquisadas, pois o efetivo tempo de vida do bulbo destas fontes que gira em torno de 100 horas, a degradação do filtro e do refletor que ocorrem devido as altas temperaturas geradas durante os ciclos, resultam na diminuição da

eficiência do processo de fotopolimerização¹². Desta forma, como alternativa, surgem os LED (Light Emitting Diodes) que são aparelhos que utilizam uma tecnologia diferente para a produção de luz. Através de uma junção de semicondutores de Nitreto de Gálio (InGaN), estes aparelhos emitem uma luz azul¹³ e apresentam como principal vantagem um espectro de emissão entre 450 e 490 nm, que se acopla perfeitamente a banda de absorção, centrada em 470nm, das canforquinonas que são os fotoiniciadores presentes com grande frequência na composição dos compósitos fotopolimerizáveis. Este acoplamento permite um total aproveitamento de energia, fato não verificado nos aparelhos com luz halógena onde ocorre grande desperdício, pois o feixe carrega grande quantidade de energia fora da região espectral de interesse, centrada em 470nm¹⁴.

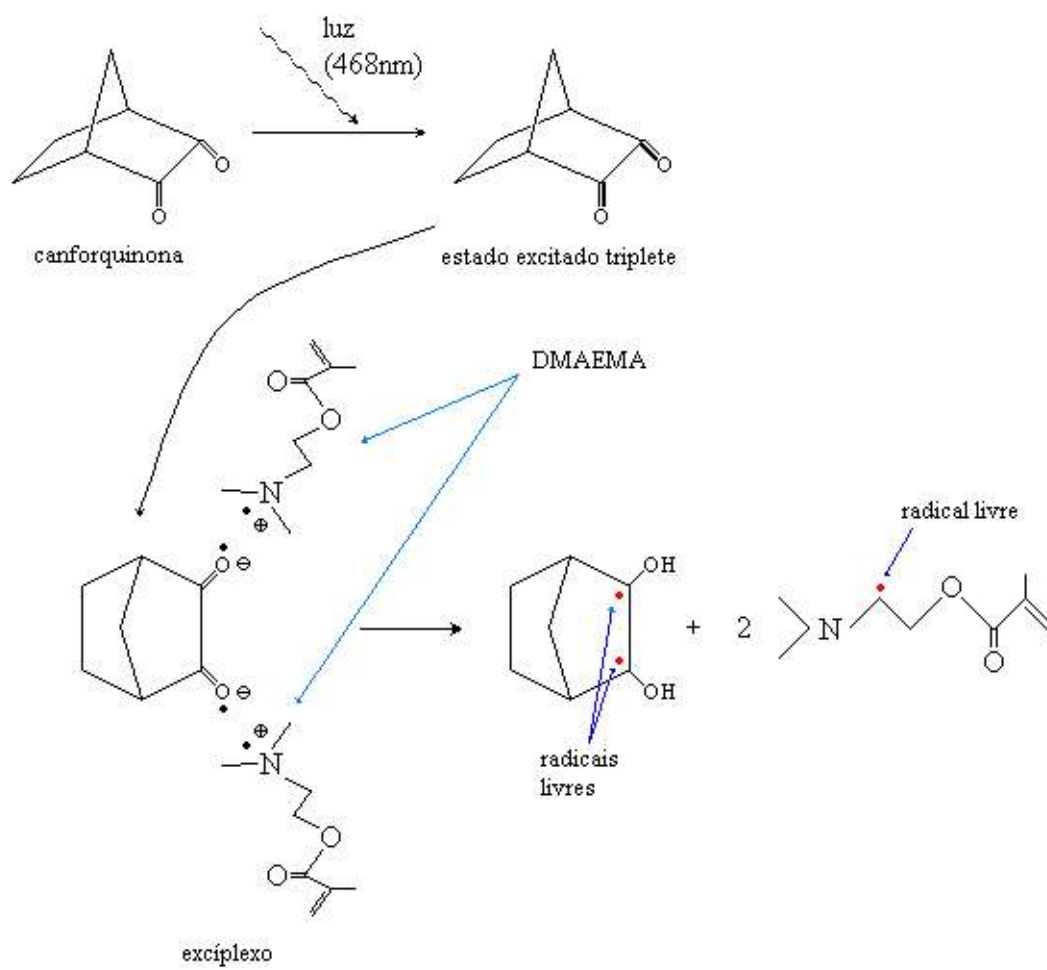
A reação de fotopolimerização⁷, simplificada no diagrama da Fig. 2 e mostrada com detalhes na Fig. 3, com luz visível, se inicia através de uma substância fotossensível e culmina na conversão das ligações duplas em ligações simples entre carbonos presentes no monômero (dimetacrilatos). Portanto é necessário que a luz utilizada seja capaz de excitar moléculas fotoiniciadoras¹⁵ (canforquinonas). Excitadas, as moléculas de canforquinona passam para um estado triplete excitado e reagem com substâncias ativadoras (aminas terciárias) formando radicais livres (Fig. 3a) capazes de atacar as ligações duplas alifáticas presentes no monômero iniciando assim a reação de polimerização (Fig. 3b).



Figura 2: Diagrama representando o processo de polimerização em compósitos fotoativados.

Na figura 3a é mostrado, inicialmente o processo de excitação luminosa da canforquinona seguido de sua complexação com aminas terciárias, no caso duas moléculas de metacrilato de dimetilaminoetila gerando, subseqüentemente, a espécie ativa (radical livre) que dará início ao processo de polimerização.

Na figura 3b é proposto um esquema reacional onde uma espécie ativa, semelhante à descrita na figura 3a, ataca a molécula de bis-GMA dando início a propagação da polimerização, resultando em um produto final reticulado. No esquema além da inativação da espécie ativa, proveniente da canforquinona, não se descarta a possibilidade de que ela também possa dar início ao processo de polimerização.



(a)

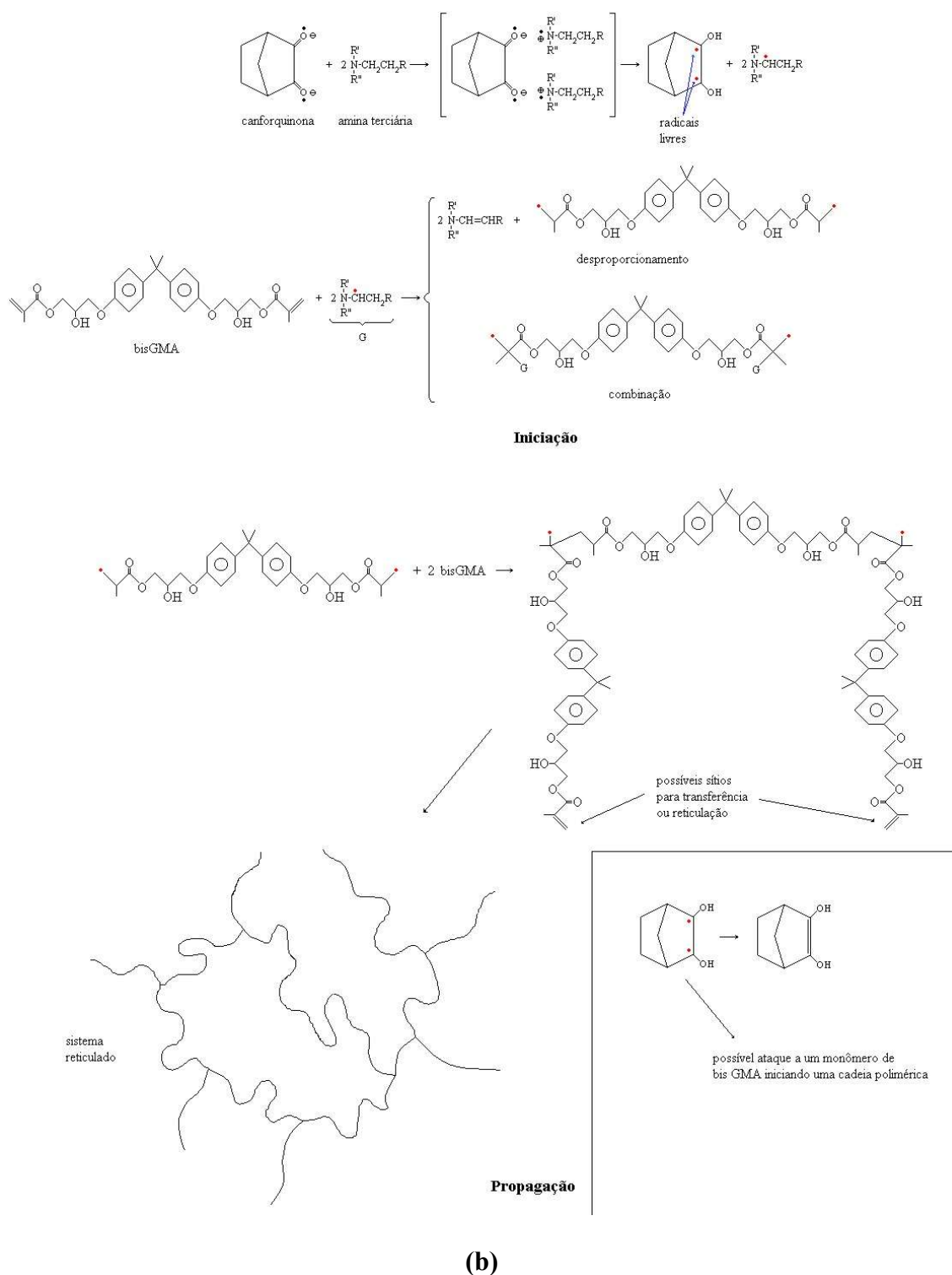


Figura 3: Reações de formação de (a) radicais livres responsáveis pela fotopolimerização do metacrilato de dimetilaminoetila (DMAEMA) e (b) da rede polimérica.

As classificações¹¹ utilizadas para compósitos odontológicos normalmente baseiam-se no tamanho médio das partículas de carga presentes em maior quantidade em sua composição:

Compósitos tradicionais: atualmente pouco utilizados, são compostos geralmente por macropartículas de quartzo moído com tamanho de 8 a 12 μm (micrometros). Possuem grande rugosidade superficial que impede polimento e conseqüentemente brilho e lisura superficial satisfatórios;

Compósitos microparticulados: utilizados nos dias de hoje por permitirem uma excelente estética. Possuem partículas de carga composta por sílica coloidal com 0,04 μm . Apresentam propriedades físicas e mecânicas inferiores devido a grande quantidade de matriz orgânica em relação às partículas de carga, sendo, portanto, indicados para restaurações estéticas das faces lisas dos dentes;

Compósitos Híbridos: são a grande maioria dos materiais restauradores encontrados no mercado, compostos normalmente por dois tipos de partículas, sendo estas sílica coloidal e vidro moído com tamanho médio de 0,6 a 1,0 μm . Possuem superfície relativamente lisa e boa resistência, sendo portanto amplamente utilizados em dentes localizados em área de grande estresse;

Compósitos para dentes posteriores: uma outra categoria de materiais atualmente presentes no mercado. O apelo estético atual e as preocupações quanto à toxicidade potencial do mercúrio presente no amalgama têm direcionado as pesquisas no sentido de se encontrar um material restaurador

adequado para estes dentes^{16,17}. Assim já existem a disposição materiais que contêm como partículas de carga a sílica coloidal e a zirconita, e apresentam boa resistência mecânica, baixo desgaste e são indicados para serem utilizados em regiões que merecem uma atenção especial por se tratarem de áreas submetidas a grande estresse, como é o caso dos dentes posteriores.

Pode-se dizer então que grandes progressos têm sido obtidos na área de materiais restauradores diretos, porém, a contração de polimerização, o desgaste e a profundidade de cura ainda são motivo de grande preocupação e estudos devem ser empreendidos na busca de resultados que ajudem a solucionar estes problemas.

2.2. ESPECTROMETRIA COM TRANSFORMADA DE FOURIER

A espectrometria com transformada de Fourier é uma técnica muito potente para aquisição de dados, podendo ser aplicada em muitas áreas do conhecimento. Oferece uma abordagem direta para o estudo da profundidade de cura dos compósitos odontológicos fotopolimerizáveis através da determinação do grau de conversão na polimerização do monômero. Entende-se como grau de conversão, a quantidade de ligações duplas carbono-carbono do monômero, que compõem a matriz orgânica do compósito utilizado, que são quebradas e convertidas em ligações¹⁸ simples durante o processo de fotopolimerização.

A espectrometria no infravermelho consegue, com a ajuda da computação, obter dados de alta resolução e tem como grande vantagem a possibilidade de monitoramento contínuo da amostra.

A chamada radiação no infravermelho corresponde à parte do espectro eletromagnético situada entre as regiões do visível e das microondas.

A técnica baseia-se no acoplamento entre a frequência da radiação infravermelha e a frequência vibracional da matéria. A radiação infravermelha quando absorvida pela amostra converte-se em energia vibracional molecular. A frequência vibracional depende das massas relativas dos átomos ligados, das constantes de força das ligações e da geometria das moléculas. Existem dois tipos de vibrações moleculares: as deformações axiais (ou estiramento) e as deformações angulares. Uma vibração de deformação axial é um movimento rítmico ao longo do eixo da ligação, de forma que a distância interatômica aumenta e diminui alternadamente. As vibrações de deformação angular correspondem às variações de ângulos de ligações, seja internamente em um grupo de átomos, seja deste grupo de átomos em relação à molécula como um todo. Somente as vibrações que resultam em uma variação do momento dipolar da molécula são ativas no infravermelho. O campo elétrico alternado produzido pela mudança da distribuição da carga que acompanha a vibração, acopla a vibração molecular com o campo elétrico oscilante da radiação eletromagnética e o resultado deste processo é a absorção de energia radiante¹⁹.

As posições das bandas no espectro de infravermelho são apresentadas em comprimento de onda ou número de ondas. Os espectroscopistas preferem usar a unidade número de ondas (cm^{-1}) pelo fato desta ser diretamente proporcional à energia e a frequência, conforme equação abaixo.

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} = hc\bar{\nu} \quad (1)$$

A intensidade das bandas pode ser expressa em transmitância ou absorvância. A transmitância é a razão entre a energia radiante transmitida (I) por uma amostra e a energia radiante que nela incide (I_0). A absorvância, é o logaritmo decimal do recíproco da transmitância, isto é

$$A = \log_{10}\left(\frac{1}{T}\right) = \log_{10}\left(\frac{I_0}{I}\right) \quad (2)$$

Os instrumentos modernos de infravermelho consistem normalmente em cinco partes principais:

- *Fonte de radiação*: a radiação infravermelha é produzida por uma fonte aquecida eletricamente a temperaturas que alcançam de 1.000 a 1.800 °C. Se permitido um tempo adequado para seu aquecimento esta fonte é capaz de produzir um mesmo padrão de intensidade em um determinado intervalo de comprimento de onda;
- *Compartimento de amostras*: nesta área podem-se acomodar vários acessórios para realizar medidas de amostras gasosas, líquidas e sólidas;
- *Banco óptico*: constituído basicamente de um interferômetro de Michelson e um conjunto de espelhos responsáveis pela divisão e recombinação dos feixes

produzidos pela fonte que serão analisados antes e depois de terem passado pela amostra. O interferômetro de Michelson é o dispositivo fundamental no espectrômetro, por ser o responsável em separar os comprimentos de ondas, presentes na radiação infravermelha, gerados pela fonte. Nele, um “beamsplitter” separa o feixe de radiação infravermelha em duas partes. Um deles incide em um espelho fixo e o outro em um espelho móvel, ambos retornando para o “beamsplitter”. Quando estes feixes se recombina uma diferença de fase entre eles será introduzida devido à diferença de caminho ótico percorrido pelos dois feixes, gerando uma interferência construtiva ou destrutiva. Para cada comprimento de onda do feixe infravermelho haverá uma única posição do espelho móvel que produzirá, na recombinação dos feixes, uma interferência construtiva;

- *Detetor*: instrumento usado para medir a energia radiante por meio de seu efeito térmico. O detector produz um sinal elétrico em resposta a intensidade de cada comprimento de onda que nele chega. Como resultado, um interferograma é gerado e enviado para o computador que faz a transformada de Fourier;

- *Computador*: através da transformada de Fourier o computador será responsável pela transformação do interferograma, fornecendo então, um espectro de absorção, caracterizando a amostra estudada quanto a intensidade em relação ao comprimento de onda.

2.3. DUREZA

O conceito físico de dureza não possui o mesmo significado para todos os que tratam desta propriedade mecânica, amplamente usada para o estudo e caracterização de materiais²⁰. Dentre os vários conceitos podemos entender dureza como a resistência à penetração de um material duro no outro.

Dependendo da maneira como são conduzidos, os ensaios de dureza podem ser divididos em três principais grupos: dureza por choque, por risco e por penetração. Ênfase maior será dada ao ensaio por penetração por ter sido este o utilizado neste trabalho de dissertação.

2.3.1. DUREZA POR CHOQUE

Utilizado para metais, consiste em um ensaio dinâmico que produz a impressão em um corpo de prova pôr meio de um indenter (pêndulo ou êmbolo em queda livre) que bate na superfície plana do material a ser testado. As primeiras medidas foram feitas em 1895 por Martel²⁰ e desde então modificações foram introduzidas para aprimoramento da técnica. Como exemplo, Shore²⁰ propôs uma medida de dureza que mede a altura do ressalto de um peso que cai livremente até bater na superfície lisa e plana do corpo de prova. Através da altura do ressalto pode-se medir a perda da energia cinética do peso absorvida pelo corpo de prova.

2.3.2. DUREZA POR RISCO

Geralmente usado para minerais, está relacionada quanto à possibilidade de um material riscar o outro. A escala de dureza mais antiga surgiu no ano de 1822 e é denominada Mohs. Consiste em uma tabela que relaciona 10 minerais arranjados em ordem crescente quanto à possibilidade de ser riscado pelos seguintes minerais: talco, gipsita, calcita, fluorita, apatita, ortoclásio, quartzo, safira e diamante.

2.3.3. DUREZA POR PENETRAÇÃO

Nestes ensaios, um material mais duro é pressionado contra a superfície daquele a ser testado, através da aplicação de uma carga fixa para superar sua resistência, causando, assim, uma impressão permanente na superfície da amostra. A área da superfície desta impressão é basicamente a medida da dureza deste material. Quanto maior a área, menos duro o material é.

O objeto forçado contra a superfície do material a ser testado é chamado indutor. A carga (P) bem como a forma do indutor varia de teste para teste. Os indutores são selecionados entre materiais extremamente duros como por exemplo diamante, carbeto e aço inox. Para cada método existe uma equação para o cálculo da dureza que leva em consideração a carga aplicada e parâmetros da figura impressa pelo indutor na superfície da amostra.

A dureza é definida como a razão entre a carga e a área superficial da impressão permanente provocada na superfície do material, ou seja:

$$\text{Dureza} = \frac{\text{Carga}}{\text{Área}_{\text{superfície impressa}}} \quad (3)$$

Diversos testes padrões são usados para níveis diferentes de dureza. A seguir reportam-se três testes, sendo o último mais detalhado por ter sido utilizado para se obter as medidas de microdureza apresentadas no capítulo 4.

Dureza Brinell: proposta em 1900 e simbolizada por HB, é ainda um dos testes mais utilizados na engenharia. Consiste em comprimir lentamente uma esfera de aço de diâmetro D sobre uma superfície plana, polida e limpa de um metal através de uma carga Q, durante um tempo t. A impressão é medida por um micrômetro óptico e o cálculo leva em consideração todos os parâmetros citados.

Dureza Rockwell: introduzida em 1922, simbolizada por HR, apresenta como grande vantagem o fato dos parâmetros serem lidos direta e automaticamente na máquina de ensaio, eliminando assim erros pessoais. Os indutores são do tipo esférico (aço) ou cônicos (diamantes). A leitura de dureza é feita em uma escala apropriada que associa o indutor à carga.

Dureza Vickers: introduzida em 1925 por Smith e Sandland, recebendo este nome por ter sido a Companhia Vickers – Armstrong LTDA a responsável pela construção das máquinas mais conhecidas para operar com esta dureza. Nos testes são utilizados indutores piramidais de diamante de base quadrada

cujos lados opostos, se encontram no ápice da pirâmide, formando um ângulo de 136°. O indutor é pressionado na amostra aplicando-se uma carga controlada com precisão que varia entre 1 e 1.200 g. Esta carga é mantida por um tempo específico sem interrupção, normalmente de 10 a 15 segundos. Após este tempo, o indutor é removido deixando uma impressão quadrada na superfície da amostra. A dimensão desta impressão é determinada opticamente.

O número da dureza Vickers é uma função da carga aplicada (P) e da diagonal da base quadrada da impressão na superfície do material (Fig. 4), conforme a equação abaixo:

$$HV = \frac{1,854P}{d^2} \quad (4)$$

onde HV é geralmente expresso em N/mm².

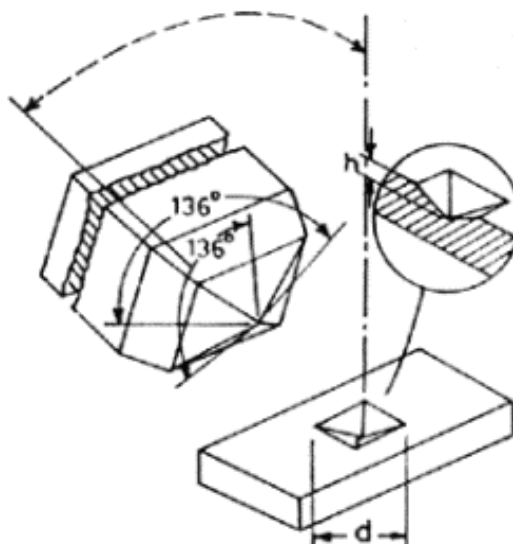


Figura 4: Indutor de Vickers e figura geométrica impressa na superfície do material testado (obtida no site CALCE Electronic Products and Systems Center)

Como principais vantagens desta técnica podemos citar²⁰: impressões extremamente pequenas que não inutilizam a amostra; medida de grande precisão; deformação nula do indutor e; aplicação em uma vasta gama de dureza de materiais de qualquer espessura.

Porém como inconvenientes, deve-se dizer que é um teste que exige uma cuidadosa preparação da amostra. Isto é necessário para que o ponto de teste seja determinado com precisão. Esta precisão dará uma visão clara da profundidade do recorte e assim, serão obtidas medidas exatas com maior segurança. A dureza obtida corresponde às cargas existentes e possíveis de serem aplicadas.

Muitas das aplicações da dureza Vickers estão direcionadas para testes de microdureza. Como o próprio nome diz, os testes produzem uma impressão microscópica no material, empregam uma força menor que 1,2 kgf e utilizam um indutor de diamante. Nos testes a superfície da amostra deve ser plana. Existem dois tipos de microdureza: Vickers e Knoop. Para Vickers a técnica é a mesma descrita anteriormente e para Knoop usa-se um indutor em forma de pirâmide alongada.

A microdureza permite ensaios em materiais muito duros e ao mesmo tempo frágeis. Os cuidados na preparação da amostra são os mesmos citados anteriormente e deve-se estar atento a calibração das máquinas, pois um erro na aplicação da carga altera muito o valor da dureza obtido.

A dureza, portanto, é usada extensivamente para caracterizar materiais e determinar se estes são apropriados ou não para o uso pretendido. Para a análise de materiais odontológicos os testes de Knoop e Vickers são os mais utilizados.

Os testes de dureza, quando comparados com outros testes mecânicos, são amplamente usados por serem de fácil execução, rápidos, relativamente baratos e não destrutivos. A profundidade de cura em compósitos dentais tem sido freqüentemente avaliada indiretamente pelo método de Dureza do material em profundidades específicas^{9,21,22,23}. Estes testes se relacionam bem com medidas do grau de conversão através da espectroscopia com transformada de Fourier, e são utilizados para avaliar indiretamente a profundidade de cura dos compósitos odontológicos. Normalmente altos valores de dureza indicam uma extensa polimerização^{24,25}.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. DETERMINAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO

A forma direta de se determinar o grau de conversão na polimerização é baseada na medida da diminuição de intensidade da banda de estiramento C=C do metacrilato, em 1638 cm^{-1} , quando o monômero é convertido em polímero^{26,27}. Este procedimento espectroscópico depende da presença de uma banda de absorção que não é alterada com a polimerização, e serve como padrão de normalização dos espectros do monômero e do polímero. Como exemplo, compostos que possuem monômeros aromáticos, com bandas de absorção em 1608 ou 1583 cm^{-1} podem servir como padrão interno de normalização, como pode ser observado na Figura 5. Isto elimina a necessidade de se considerar a espessura da amostra.

O valor do grau de conversão (DC) é obtido pela equação

$$DC = \left(1 - \frac{C}{U}\right) \times 100 \quad (5)$$

onde C e U são razões de intensidade entre absorções C=C alifática e aromática antes e após a polimerização, respectivamente. Com ela determina-se o percentual de ligações duplas carbônicas que não reagiram durante a reação de polimerização¹⁹. O grau de conversão é determinado pela subtração da porcentagem residual de C=C alifática de 100%.

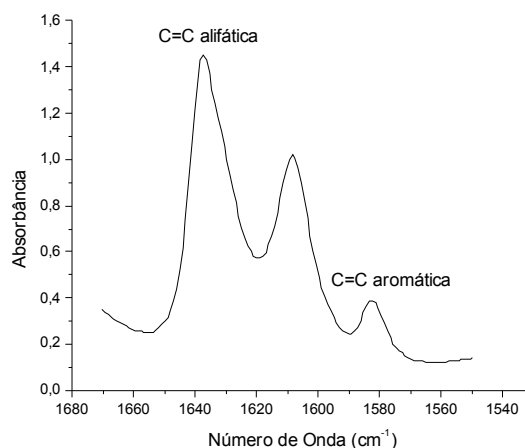


Figura 5: Espectro de Absorção de composto fotoativado mostrando a região utilizada para medidas de grau de conversão.

Como nosso interesse desde o princípio foi estudar materiais que estivessem relacionados ao dia a dia do cirurgião dentista, que fossem fabricados por respeitadas indústrias de materiais odontológicos e bastante utilizados em clínicas odontológicas, os dois compósitos e respectivas cores escolhidas para análise foram o TPH Spectrum, da Dentsply e Filtek P60, da 3M, ambos de cor A3[§] (Fig. 6).



Figura 6: Compósitos TPH e P60

[§] Na escala Vita a letra se refere a cor (A = vermelho – amarronzado) e o número se refere a concentração de pigmentos.

Conforme informações fornecidas pelos fabricantes, o compósito TPH é um material considerado micro-híbrido, indicado para dentes anteriores e posteriores. Tem em sua composição, entre outros componentes, o Bis-GMA Uretano modificado como matriz orgânica e Sílica Pirolítica, como partícula de carga. Consagrado nos consultórios odontológicos, de preço acessível e com estética e durabilidade aceitáveis, este compósito tem como recomendação técnica um incremento máximo de 2mm com ciclos de polimerização de no mínimo 20 segundos. O compósito P60, considerado híbrido, teve lançamento no mercado posterior ao TPH e é indicado para dentes posteriores. Tem como matriz orgânica o Bis-GMA, UDMA e Bis-EMA e como partícula de carga a Zirconita e Sílica. Pode ser colocado em incrementos de no máximo 2,5 mm com ciclo de polimerização de 20 segundos por incremento. Não tão popular quanto o TPH devido ao recente lançamento e custo elevado, o compósito P60 promete propriedades mecânicas superiores.

3.2. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA OBTENÇÃO DE ESPECTROS DE ABSORÇÃO

Para a determinação do grau de conversão foi necessário estabelecer uma metodologia que produzisse medidas de absorção quantitativas precisas, e este processo foi lento e trabalhoso. Na primeira tentativa utilizou-se uma metodologia descrita em alguns trabalhos¹², onde duas tiras de poliéster são utilizadas para sustentar um filme da resina em forma líquida. Sobre este

conjunto, poliéster-resina-poliéster, coloca-se um disco de alumínio na espessura escolhida preenchido com o compósito a ser polimerizado (Fig. 7). A radiação da luz utilizada para a polimerização do compósito é incidida na superfície do disco preenchido. Como o filme de resina líquida fica separado do disco somente por uma tira de poliéster, considera-se que o grau de polimerização neste filme é igual ao da superfície oposta àquela irradiada.

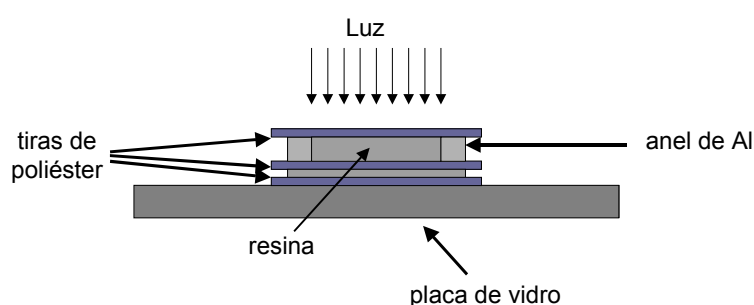


Figura 7: Arranjo experimental para medidas de DC em filmes de resina entre tiras de poliéster.

Para se obter o espectro de absorção, primeiro fez-se um “background” com duas tiras de poliéster sem resina líquida entre elas. Depois disto depositou-se um filme de resina entre a duas tiras e espectros relativos a resina não polimerizada foram obtidos para servirem como padrão no cálculo do grau de conversão. Feito isto, anéis com espessuras que variaram entre 1 a 4 mm foram preenchidos, um de cada vez, com os compósitos em forma de pasta e colocados sobre o filme. Em seguida, foram expostos a luz por 40 segundos para que o compósito fosse polimerizado. Imediatamente após, estes filmes (entre tiras de poliéster) foram armazenados na ausência de luz por 24 horas e

somente então espectros foram feitos com o objetivo de se determinar o grau de conversão.

Infelizmente não foi possível, com esta metodologia, obter-se resultados confiáveis do grau de conversão, uma vez que não se conseguiu reproduzir os espectros que permitissem obter medidas quantitativas precisas. Vários fatores podem ter contribuído para isto e dentre eles pode-se citar: dificuldade no controle e reprodução da espessura da camada do filme que se depositava sobre a tira de poliéster; impossibilidade na manutenção do mesmo posicionamento do filme em relação ao porta-amostras antes (“background”) e depois da polimerização (espectro de absorção) e; pares de tiras de poliéster reproduziam “backgrounds” diferentes quanto a intensidade.

Após muitas tentativas, decidiu-se utilizar a metodologia que usa pastilhas de brometo de potássio (KBr) para produzir amostras. Nesta metodologia, confeccionou-se primeiramente discos de compósito com diferentes espessuras. Para isto, utilizou-se anéis de alumínio de 10 mm de diâmetro com espessuras de 1, 2, 3 e 4 mm. Os anéis foram preenchidos com o compósito em forma de pasta e no arranjo experimental da Figura 8 utilizou-se como base uma placa de vidro revestida por um plástico preto sobre o qual colocou-se uma outra lamina de vidro na qual finalmente apoiou-se o anel a ser preenchido.

Após ser preenchido com o compósito escolhido fez-se uma regularização deste preenchimento através do uso de outra lâmina de vidro. Neste processo é

fundamental colocar filmes de poliéster na base e superfície do anel a ser preenchido para evitar com isso a adesão do compósito às lâminas de vidro.

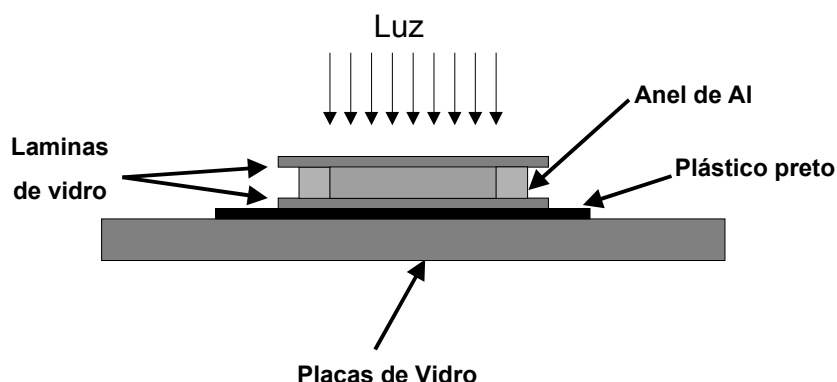


Figura 8: Sistema utilizado para preparação de amostras na forma de disco

Em seguida, incidiu-se luz sobre o compósito por 40 segundos, mantendo esta fonte de luz o mais próximo possível do compósito a ser polimerizado. Retirou-se então, com a ajuda de uma espátula, o disco de compósito do anel de alumínio, o qual foi mantido na ausência de luz por 24 horas.

Para a confecção das pastilhas (amostra + KBr) procedeu-se da seguinte forma: para a amostra com compósito não polimerizado utilizou-se 4,5 mg dele em forma de pasta e 150 mg de KBr que foram macerados com o auxílio de um graal e pistilo, por aproximadamente 50 minutos. O pó obtido desta forma foi então submetido a uma pressão de 10MPa, obtendo-se assim pastilhas com espessura de aproximadamente 0,5mm. Para o compósito polimerizado utilizou-se o mesmo procedimento, porém a amostra foi obtida raspando-se os discos, com uma lâmina de bisturi, na face oposta àquela onde houve incidência de luz.

Os espectros de absorção foram obtidos em um espectrômetro Nexus 670 FT-IR (Fig. 9) pelo método de transmissão, na região entre 1670 e 1540 cm^{-1} , com 64 varreduras e 2 cm^{-1} de resolução.



Figura 9: Espectrômetro FTIR Nexus 670 da Nicolet.

Como fonte de luz para polimerização dos compósitos estudados utilizou-se um fotopolimerizador convencional com lâmpada halógena (fonte batizada aqui por LCU), CL-K50 da Kondortech (Fig. 10a), e outro baseado em LEDs (light emitting diode) azuis (batizada por LED), da MM Optics modelo LEC 470I (Fig. 10b). A densidade de energia de cada fonte é de 440 mW/cm^2 para a LCU e de 60 mW/cm^2 para a LED.



(a)



(b)

Figura 10: Fotopolimerizadores (a) CL-K50 e (b) LEC 470I

3.3. MEDIDAS DE MICRODUREZA

Para as medidas de microdureza foi preparada uma amostra de cada espessura para cada um dos compósitos estudados, utilizando-se para a polimerização os dois aparelhos de luz disponíveis, totalizando 16 amostras. O tempo de exposição à luz, independentemente da fonte, foi de 40 segundos. Para o teste, a superfície de cada amostra foi polida com um papel toalha e então com a utilização de um “Microhardness Tester” (dureza Vickers), modelo mhp 160 da Carl Zeiss/Jena (Grupo de Crescimento de Cristais do Instituto de Física da USP de São Carlos), aplicou-se uma carga de 50 g por 15 segundos. Para cada superfície foram feitas três leituras.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. GRAU DE CONVERSÃO

Para compósitos que possuem em sua composição o Bis-GMA ou UEDMA, como é o caso dos analisados neste trabalho, espera-se uma significativa concentração de monômeros não reagidos durante o processo de fotopolimerização pela luz visível²⁸. Acredita-se que isto acontece em função da alta viscosidade da cadeia polimérica que se forma, diminuindo a reatividade e mobilidade de seus radicais.

Os resultados obtidos no estudo do grau de conversão na polimerização em função da profundidade de cura dos compósitos TPH e P60, estão resumidos na Tabela 1. Foram feitas mais de uma amostra para cada espessura, e para cada amostra, foram medidos, em média, 10 espectros. Observa-se que todas as medidas apresentam um erro grande, com tendência de aumento com a profundidade. Acredita-se que o principal fator que contribui para esta imprecisão é o fato da região espectral estudada (1550 a 1670 cm^{-1}) ser uma região onde a água apresenta fortes absorções. Qualquer variação na umidade do ar dentro do espectrômetro, durante a obtenção dos espectros do “background” e da amostra, causa diferença na intensidade das linhas de absorção da água, gerando deformações principalmente na banda centrada em 1638 cm^{-1} , associada a C=C alifática. Na Fig. 11 apresenta-se o espectro do “background” e um espectro de uma das amostras estudadas, onde pode-se

observar uma absorção da água coincidindo com a banda C=C alifática, causando visível deformação.

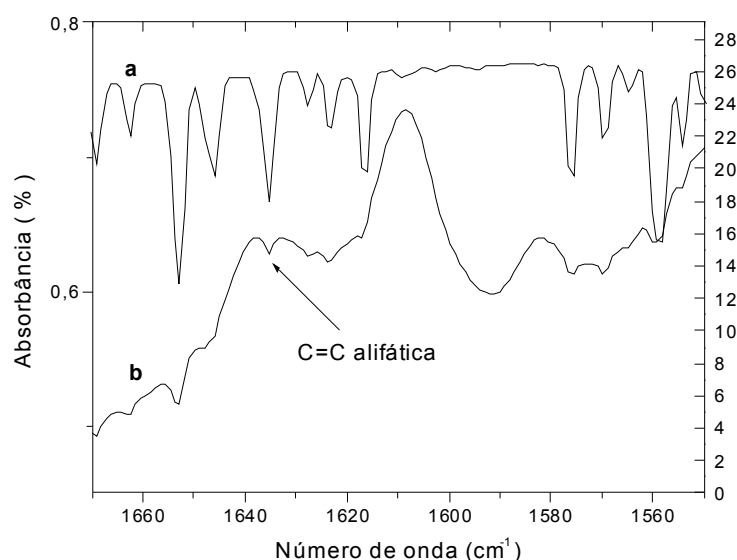


Figura 11: Coincidência entre linha de absorção da água (espectro a) presente no ar e banda de absorção do composto (espectro b) utilizado para medida de DC.

Independente dos erros observa-se na Tabela 1 que, para os dois compósitos conforme aumenta a profundidade de material a ser polimerizado, diminui o grau de conversão, sendo mais acentuada quando utilizada a fonte LED. Este resultado está de acordo com trabalhos anteriores, onde se afirma que a polimerização é influenciada pela atenuação da intensidade da radiação, independentemente da fonte de luz, quando o feixe passa através do compósito. Além disto, pode ser explicado também, pela diferença na densidade de potência fornecida pelas duas fontes. A densidade de potência sete vezes

menor da fonte LED faz com que a luz emitida por esta fonte possua um poder de penetração menor, culminando em um menor grau de conversão. Em uma comparação entre os compósitos, observa-se que o P60 apresenta uma capacidade maior de conversão, independente do tipo de luz utilizada. Isto poderia ser explicado pela diferente composição química entre os compósitos analisados.

Tabela 1: DC (%) em função da profundidade

Espessura	LCU		LED	
	TPH	P60	TPH	P60
1mm	50±4	55±3	46±2	43±4
2mm	35±3	48±4	33±5	39±3
3mm	26±6	33±5	11±5	26±4
4mm	18±6	25±4	0	17±4

Tabela 2: Diminuição do DC (%) em função da profundidade

Espessura	LCU		LED	
	TPH	P60	TPH	P60
1mm p/2mm	7%	3%	38%	34%
2mm p/ 3mm	33%	17%	52%	60%
3mm p/ 4mm	39%	29%	66%	71%

Na Figura 12, apresenta-se como exemplo, espectros de absorção obtidos nas profundidades de 1 a 4 mm, onde observa-se claramente a diminuição de conversão de ligações duplas entre carbonos, conforme aumenta a espessura da camada da camada do compósito a ser polimerizada.

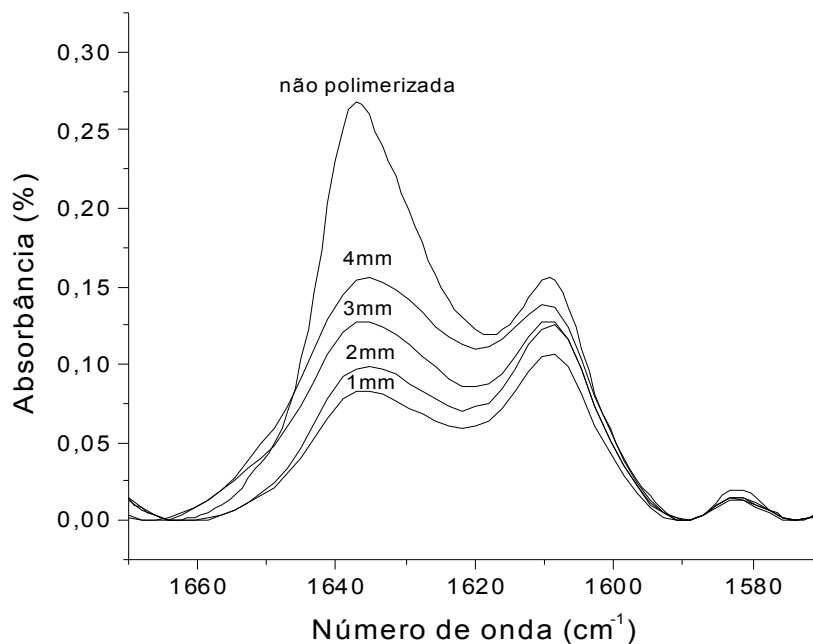


Figura 12: Espectros de absorção mostrando a diminuição de conversão de C=C alifáticas.

4.2. MICRODUREZA

As medidas de microdureza dos compósitos TPH e P60 nas profundidades entre 1 e 4 mm estão resumidas nas tabelas 3 e 4. Algumas amostras, principalmente as mais espessas, apresentam um desvio muito alto. A precisão das medidas depende muito da condição de planiridade das faces e do paralelismo entre elas. De qualquer maneira, verifica-se que existe uma coerência nas medidas de microdureza encontradas para as faces irradiadas (Tabela 3) independentemente da espessura. Desta forma, pode-se estabelecer uma microdureza média para a face irradiada (valores destacados na Tabela 3)

considerando para tanto as medidas que apresentaram menores erros. Considerando-se a microdureza média obtida desta forma, observa-se que: (1) o compósito P60, na face irradiada, apresenta em média uma microdureza 25% maior que o compósito TPH, independente do tipo de fonte; (2) apesar da fonte LED fornecer uma densidade de energia sete vezes menor que a LCU, a microdureza obtida com esta fonte é somente 13,5% menor do que aquela obtida com a LCU. As possíveis explicações para este fato podem advir primeiramente do melhor acoplamento entre o espectro de emissão da fonte LED e o de absorção da canforquinona e, na diferença de distribuição entre os tamanhos das partículas de carga de cada um dos compósitos. A distribuição ampla de tamanho das partículas leva um espalhamento complexo da luz, resultando em um menor coeficiente de transmissão do compósito^{2,18}.

Tabela 3: Medida de microdureza das faces irradiadas de amostras (Kg/mm²)

Espessura	LCU		LED	
	TPH	P60	TPH	P60
1mm	63,8±0,5	81±3	54±3	73±5
2mm	65±1	80±8	56±3	69±3
3mm	66±3	79±8	59±3	65±4
4mm	75±5	85±10	56±11	69±3

Para os dois compósitos, observa-se a tendência de diminuição da microdureza em função do aumento da espessura (Tabela 4). Para amostras de 1mm de diâmetro, não há diferença significativa no valor de microdureza nas faces irradiadas e não irradiadas. Com a fonte LED, observa-se para os dois compósitos comportamentos semelhantes na diminuição da dureza em função da profundidade (Fig. 13a). O mesmo não se observa quando se usa a fonte

LCU (Fig. 13b). O compósito P60 apresenta maior dureza que a TPH, particularmente para espessuras de 1 e 2mm. Outra constatação da figura 13a é que não há diferença significativa na dureza dos dois compósitos para profundidades de 3 e 4 mm.

Tabela 4: Medidas de microdureza das faces não irradiadas(Kg/mm²)

Espessura	LCU		LED	
	TPH	P60	TPH	P60
1mm	61±2	70±3	50±3	68±7
2mm	56,8±0,2	68±7	31±4	45±4
3mm	41±1	58±3	24±3	27±6
4mm	37±12	50±3	17±3	20±3

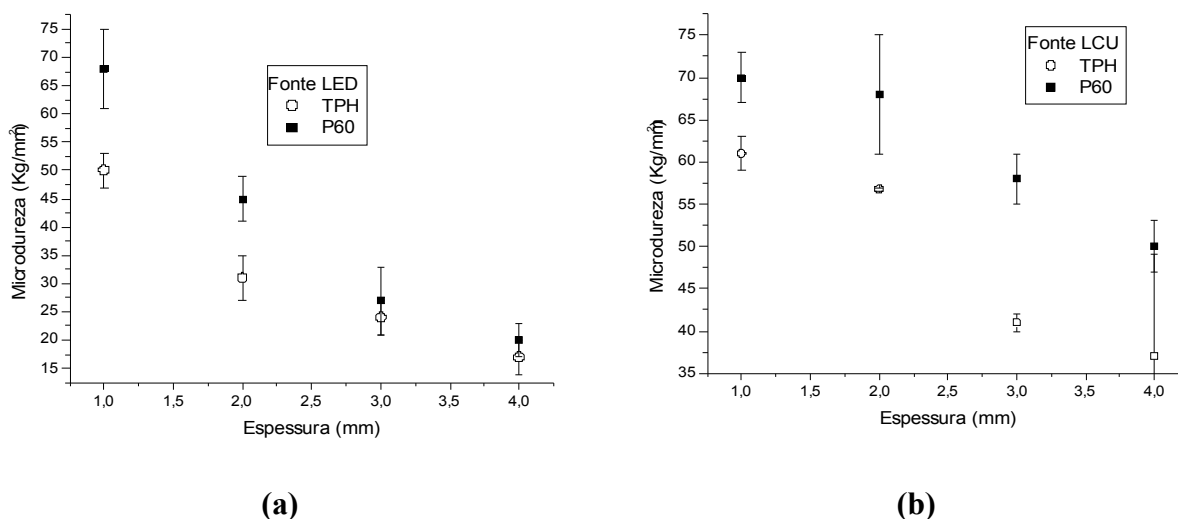


Figura 13: Comparação entre variação de microdureza versus espessura para as fontes (a) LED e (b) LCU.

Quando comparados dois compósitos diferentes, um número absoluto de dureza não pode ser utilizado para prever um valor de grau de conversão²⁸. Apesar disto, de acordo com os resultados obtidos podemos concordar com estudos¹⁰ que relatam uma relação entre o grau de conversão de polimerização

e a microdureza, onde altos valores de microdureza são indicativos de um alto grau de conversão.

5. CONCLUSÕES

Pode-se dizer que os objetivos, inicialmente propostos, foram alcançados. Foi possível realizar medidas de microdureza e estabelecer uma metodologia para, através de medidas quantitativas utilizando-se a espectrometria infravermelho com transformada de Fourier, determinar o grau de conversão na polimerização. É importante salientar que a precisão dos resultados obtidos na determinação do grau de conversão pode ser melhorada observando-se bandas de absorção do compósito em outra região espectral, onde não existam bandas de absorção da água.

De acordo com os resultados obtidos pode-se concluir que o tempo de exposição recomendado pelo fabricante não é suficiente para uma fotopolimerização efetiva e segura. Mesmo com uma exposição de 40 segundos (o dobro da recomendada pelo fabricante para ambos os compósitos), obteve-se uma redução no grau de conversão na profundidade de 1mm para 2mm em média, de 5% quando utilizada a luz halógena convencional e 36% quando utilizado o LED. Apesar do fabricante recomendar camadas incrementais de 2,5mm para a P60 e 2mm para a TPH, os resultados aqui obtidos indicam que uma efetiva polimerização é alcançada com camadas incrementais de 1mm. Isto é fundamental quando se pensa no uso clínico destes materiais, pois uma total polimerização do compósito colocado na cavidade a ser restaurada é de suma importância para o sucesso da restauração. Considerando-se que muitos fatores, além do grau de conversão e microdureza dos compósitos fotoativados,

interferem no sucesso das restaurações realizadas com estes compósitos, sugere-se que mais estudos sejam feitos no sentido de se conhecer melhor estes materiais. Como consequência, novas propostas de melhoria nas técnicas clínicas poderiam ser feitas.

6. REFERÊNCIAS

- ¹ BOWEN, R.L. Properties of silica reinforced polymer of dental restorations. **Journal of the American Dental Association**, Chicago, v.1, n.66, p.57-64, 1963.
- ² KAWAGUCHI, M.; FUKUSHIMA, T.; MIYAZAKI, K. The relationship between cure depth and transmission coefficient of visible-light-activated resin composites. **Journal of Dental Research**, Washington, v.2, n.73, p.516-525, 1994.
- ³ DE WALD, J.P.; FERRACANE, J.L. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. **Journal of Dental Research**, Washington, v.3, n.66, p.727-730, 1987.
- ⁴ ONOSE, H.; SANO, H.; ANDO, S.; HASUIKE, T. Select curing characteristics of light-activated resin composites. **Dental Materials**, Kidlington, v.1, p.48-54, 1985.
- ⁵ UHL, A.; MILLS, R.W.; JANDT, K.D. Photoinitiator dependent composites depth of cure and Knoop hardness with halogen and LED light curing units. **Biomaterials**, Surrey, v.24, p.1787-1795, 2003.
- ⁶ COOK, W.D.; STANDISH, P.M. Cure of resin based restorative materials white light photopolymerized resins. **Australian Dental Journal**, North Sydney, v.28, p.307-311, 1983.
- ⁷ FERRACANE, J.L.; ADAY, P.; MATSUMOTO, H.; MARKER, V.A. Relationship between shade and depth of cure for light-activated dental resin composites. **Dental Materials**, Kidlington, v.2, p.80-84, 1986.

- ⁸ MACCABE, J.F.; CARRICK, T.E. Output from visible-light activation units and depth of cure of light-activated composites. **Journal of Dental Research**, Washington, v. 68, p.1534-1539, 1989.
- ⁹ JOHNSTON, W.M.; LEUNG, R.L.; FAN, P.L. A mathematical model for post-irradiation hardening of photoactivated composite resins. **Dental Materials**, Kidlington, v.1, p.191-194, 1985.
- ¹⁰ LEUNG, R.L.; FAN, P.L.; JOHNSTON, W. Post-irradiation polymerization of visible-light-activated composite resin. **Journal of Dental Research**, Washington, v.62, p.363-365, 1983.
- ¹¹ ANUSAVICE, K.J. **Phyllips materiais dentários**. 10.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998.
- ¹² STAHL, F.; ASWORTH, S.H.; JANDT, K.D.; MILLS, R.W. Light-emitting diode (LED) polymerization of dental composites: flexural properties and polymerization potential. **Biomaterials**, Surrey, v.21, p.1379-1385, 2000.
- ¹³ CHAIN, M.C.; REBELATTO, C. LEDs em odontologia. **Arquivo dental Gaúcho**, Estética, www.dentalgaucho.com.br.
- ¹⁴ MEDEIROS, I.S. **Dispositivos LED para polimerização de resinas compostas dentais. Comparação com outras fontes de luz**. São Paulo, 2001. Dissertação (Mestrado em Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade de São Paulo.
- ¹⁵ VENHOVEN, B.A.M.; GEE, A.J.; DAVIDSON, C.L. Light initiation of resins: dynamics of the polymerization. **Biomaterials**, Surrey, v.17, p.2313-

2318, 1996.

¹⁶ LEINFELDER, K. F. Resinas compostas anteriores e posteriores. **The Dental Advisor**, v.1, p.1-6, 1994.

¹⁷ BAYNE, S.C.; HEYMANN, H.O.; SWIFT Jr, E.J. Up-date on composite restorations. **JADA**, São Paulo, v.125, p.687-700, 1994.

¹⁸ RUYTER, I.E.; OYSED, H. Conversion in different depths of ultraviolet and visible light-actived composite materials. **Acta Odontologica Scandinavica**, Oslo, v.40, p.179-192, 1982.

¹⁹ SILVERSTEIN, R.M.; BASSLER, G.C.; MORRILL, T.C. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1979.

²⁰ SOUZA, S.A. **Ensaaios mecânicos de materiais metálicos**. 3.ed.. São Paulo: Edgard Blücher, 1977.

²¹ COOK, W. Factors affecting the depth of cure of ultra violet-polymerized composites. **Journal of Dental Research**, Washington, v.59, p.800-808, 1980.

²² LEUNG, R.L.; KAHN, R.L.; FAN, P.L. Comparison of Depth of polymerization evaluation methods for photo-activated composite, **Journal of Dental Research**, Washington, 1984. (Abst. No 1095).

²³ THIRTHA, R.; FAN, P.L.; DENNISON, J.B.; POWERS, J.M. In vitro depth of cure of photo-activated composites. **Journal of Dental Research**, Washington, v.61, p.1184-1187, 1982.

- ²⁴ ASMUSSEN, E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. **Scandinavian Journal of Dental Research**, Copenhagen, v.90, p.484-489, 1982.
- ²⁵ RUYTER, I.E.; SVENDSEN, S.A. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. **Acta Odontologica Scandinavica**, Oslo, v.36, p.75-82, 1978.
- ²⁶ SILIKAS, N.; ELIADES, G.; WATTS, D.C. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. **Dental Materials**, Kidlington, v.16, p.292-296, 2000.
- ²⁷ STANSBURY, J.W.; DICKENS, S.H. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. **Dental Materials**, Kidlington, v.17, p.71-79, 2001.
- ²⁸ CHUNG, K.H; GREENER, E.H. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. **Journal of Oral Rehabilitation**, v.17, p.487-494, 1990.