

# Influência de Diferentes Espessuras no Grau de Conversão de uma Resina Adesiva

Influence of Different Thickness in the Degree of Conversion of an Adhesive Resin

Isadora Martini Garcia<sup>1</sup>, Vicente Castelo Branco Leitune<sup>2</sup>, Susana Maria Werner Samuel<sup>3</sup>, Fabrício Mezzomo Collares<sup>4</sup>

## Abstract

**Aim:** the purpose of this study was to evaluate the degree of conversion (DC) of different thicknesses (1, 2, 3 and 4 mm) of a translucent dental adhesive resin. **Materials and Methods:** the degree of conversion (DC) of adhesive resins was measured by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) equipped with an attenuated total reflectance device (ATR). It were used four matrices of polyvinylsiloxane with dimensions of 1; 2; 3 or 4 mm in thickness and 7 mm in diameter each one to contain the dispensed adhesive (n = 3) on the diamond crystal of the ATR device. The data were analyzed by one-way ANOVA and Student-Newman-Keels' post hoc test ( $\alpha=0.05$ ). **Results:** specimens of 1 mm of thickness showed statistically higher DC ( $62.19 \pm 0.20$ ) compared to the other groups ( $p<0.05$ ). The DC of specimens of 2 mm did not differ from specimens of 3 mm in thickness ( $p>0.05$ ), but groups of 2 and 3 mm showed higher DC than the group of 4 mm ( $p<0.05$ ). **Conclusion:** the standardization of the thickness of the specimens for DC assay using FTIR-ATR is necessary.

**Keywords:** Dental materials. Polymerization, Dentin-bonding agents.

## Resumo

**Objetivo:** o objetivo desse trabalho foi avaliar o grau de conversão (GC) de diferentes espessuras (1; 2; 3 e 4 mm) de uma resina adesiva translúcida de uso odontológico. **Materiais e métodos:** o GC de uma resina adesiva translúcida foi avaliado por meio de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) acoplado a um dispositivo de refletância total atenuada (ATR). Foram utilizadas quatro matrizes de polivinilsiloxano de 1; 2; 3 ou 4 mm de espessura por 7 mm de diâmetro cada uma para conter o adesivo dispensado (n = 3) sobre o cristal de diamante do dispositivo de ATR. ANOVA de uma via e teste de comparações múltiplas de Student-Newman-Keuls foram utilizados com um nível de significância estatística de 5%. **Resultados:** espécimes de 1 mm de espessura apresentaram estatisticamente maiores valores de GC ( $62,19 \pm 0,20$ ) comparado aos demais grupos ( $p<0,05$ ). Os grupos de 2 e 3 mm não apresentaram diferença entre si ( $p>0,05$ ), mas foram maiores que o grupo de 4mm ( $p>0,05$ ). **Conclusão:** : é necessária a padronização da espessura dos espécimes submetidos ao ensaio de avaliação de GC por FTIR-ATR.

**Descritores:** Materiais dentários. Polimerização. Adesivos dentinários.

<sup>1</sup> Aluna de graduação, Laboratório de materiais dentários, Faculdade de Odontologia da UFRGS

<sup>2</sup> Professor Adjunto, Laboratório de materiais dentários, Faculdade de Odontologia da UFRGS

<sup>3</sup> Professora Titular, Laboratório de materiais dentários, Faculdade de Odontologia da UFRGS

<sup>4</sup> Professor Adjunto, Laboratório de materiais dentários, Faculdade de Odontologia da UFRGS

**Correspondência:** Fabrício Mezzomo Collares

**Endereço:** Laboratório de Materiais Dentários, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Rua Ramiro Barcelos, 2492 - Rio Branco, 90035-003 - Porto Alegre, RS, Brasil

**E-mail:** fabricio.collares@ufrgs.br

Data de Submissão: 06/08/2014

Data de Aceite: 01/07/2015

## Introdução

O processo de polimerização radicalar das resinas odontológicas envolve a conversão das ligações duplas alifáticas (C=C) em ligações simples (C-C) após o processo de ativação (DARONCH, M; RUEGGERBERG, F.A.; DE GOES, M.F., 2005; ANDRZEJEWSKA, 2001). O grau de conversão (GC) de ligações duplas em simples está intimamente relacionado às propriedades do polímero formado, podendo determinar o desempenho mecânico deste material (COLLARES et al, 2011; BAE et al, 2005; HASS et al, 2013). Sabe-se que diversos fatores podem afetar os valores de GC, como a composição da resina, a geometria da amostra, a concentração de fotoiniciadores, a intensidade e duração da irradiação, a exposição ao oxigênio (STANSBURY; DICKENS, 2001) e a temperatura do meio (COOK, 1992; PRICE et al, 2011; DARONCH et al, 2005; DARONCH et al, 2006). Uma vez que o meio oral apresenta características adversas à polimerização dos metacrilatos, o GC dos materiais poliméricos é bastante analisado na Odontologia para inferir as dificuldades no processo de ativação que ocorrem *in vivo* (ANDRZEJEWSKA, 2001; DARONCH et al, 2006; STANSBURY; DICKENS, 2001).

Diversas metodologias para avaliar o GC são realizadas, como a remoção mecânica do material não polimerizado (ISO 4049/2009), análises termogravimétricas (IKEMURA et al, 2008; PFEIFER et al, 2008; LEITUNE et al, 2013) e espectroscópicas como Raman (SANTINI; MILETIC, 2008; PUPO et al, 2014) e Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) (COLLARES et al, 2011; OZTURK et al, 2013; STANSBURY; DICKENS, 2001; BORGES et al, 2012; GUO et al, 2008). O FTIR é uma metodologia rápida e fácil para determinar-se o GC de resinas odontológicas. Entretanto, a espessura dos espécimes é pouco informada e discutida na literatura. Diferenças de espessura podem alterar o processo de polimerização do material interferindo no GC final. Portanto, o objetivo do presente estudo é avaliar o GC de uma resina adesiva translúcida com diferentes espessuras por meio de FTIR-ATR.

## Materiais e Métodos

### Grau de conversão (GC)

Para o ensaio de GC foi utilizada a resina adesiva de um sistema adesivo convencional de três passos comercial (Adper Scotchbond Multipurpose, 3M ESPE; St. Paul, Estados Unidos da América), composta por Bis-GMA, HEMA, aminas terciárias e fotoiniciadores.

O GC do material foi avaliado usando Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier em um espectrômetro (VERTEX 70, Bruker Optics, Ettlingen, Alemanha) equipado com acessório de reflectância total atenuada (ATR) composto por um cristal horizontal de diamante, formando um ângulo de 45° com o espelho. Foram utilizadas quatro matrizes de polivinilsiloxano (ADSIL, VIGODENT; Rio de Janeiro, Brasil) com 1; 2; 3 e 4mm de espessura por 7mm de diâmetro, cada uma, para se obter espécimes da resina adesiva com as mesmas espessuras (n = 3) após serem dispensadas diretamente sobre o cristal de diamante.

As amostras foram fotoativadas utilizando-se equipamento de LED (Radii; SDI, Bayswater, Australia) com irradiação de 1200 mW/cm<sup>2</sup> por 20 s, com padronização da distância de 1mm entre a ponta do equipamento e as amostras. O software Opus 6.5 (Bruker Optics, Ettlingen, Alemanha) foi utilizado para o processamento dos espectros, usando a apodização Blackman Haris 3-Term, em um espectro de 1750 a 1550 cm<sup>-1</sup>, resolução de 4 cm<sup>-1</sup> e velocidade de espelho de 2,8mm/s. A análise foi executada em uma sala com temperatura controlada de 23°C e 60% de umidade relativa.

A porcentagem de ligações duplas carbono-carbono não reagidas (%C=C) foi determinada por meio do quociente das intensidades de absorbâncias entre as ligações duplas de carbono alifáticas (pico em 1640 cm<sup>-1</sup>) e o padrão interno, antes e após a fotoativação das amostras. A absorbância da ligação aromática carbono-carbono (pico em 1610 cm<sup>-1</sup>) foi usada como padrão interno. O GC foi determinado por meio da subtração da %C=C, de 100%. Para a obtenção do GC foi utilizada a equação:

$$GC = \left( 1 - \frac{\text{absorbância (1640 cm}^{-1}\text{) / absorbância (1610 cm}^{-1}\text{) polímero}}{\text{absorbância (1640 cm}^{-1}\text{) / absorbância (1610 cm}^{-1}\text{) monômero}} \right) \times 100$$

### Análise estatística

A normalidade dos dados foi avaliada por meio do teste de Shapiro-wilk. Foram verificadas diferenças entre os grupos experimentais utilizando-se o teste de ANOVA de uma via e o teste de comparações múltiplas de Student-Newman-Keuls. O nível de significância foi de 5% para todos os testes.

## Resultados

Os valores do grau de conversão da resina adesiva nas espessuras de 1, 2, 3 e 4 mm estão demonstrados na Tabela 1. Os espécimes com 1mm de espessura apresentaram estatisticamente maiores valores de grau de conversão (62,19 ± 0,20 %) comparado aos demais grupos (p<0,05). Os grupos de 2 e 3 mm não apresentaram diferença entre si (p>0,05), mas foram maiores que o grupo de 4mm (p>0,05).

Tabela 1. Média e desvio-padrão dos valores de grau de conversão (GC), em %, dos grupos com diferentes espessuras.

Grupos	GC (%)
1 mm	62,19 (± 0,20) <sup>A</sup>
2 mm	61,24 (± 0,34) <sup>B</sup>
3 mm	61,43 (± 0,37) <sup>B</sup>
4 mm	60,32 (± 0,46) <sup>C</sup>

Letras diferentes indicam diferença estatística (p<0,05).

## Discussão

O grau de conversão (GC) das resinas adesivas está relacionado às propriedades do polímero. Elevados valores de grau de conversão estão associados a maiores valores de dureza (FERRACANE, 1985) e resistência à tração (BAE et al, 2005; HASS et al, 2013) e menores valores de sorção e solubilidade (COLLARES et al, 2011). Entretanto, diversos fatores podem influenciar no grau de conversão final do material, como a espessura do espécime.

As amostras de resina adesiva são caracterizadas para os ensaios de GC geralmente quanto ao seu volume (CONDE et al, 2009; MORAES et al, 2010; COLLARES et al, 2011) ou peso (IKEMURA et al, 2008; PFEIFER et al, 2008; LEITUNE et al, 2013), sendo sua espessura relatada apenas nos ensaios que utilizam resinas opacas (DARONCH et al, 2006; DARONCH; RUEGGERBERG; DE GOES, 2005; CZASCH; ILIE, 2013). No presente estudo, diferentes espessuras de adesivo influenciaram o grau de conversão.

Estudos anteriores, ao trabalharem com resina composta, demonstraram haver diferenças na cinética de polimerização desse material dependendo de sua profundidade. Regiões mais superficiais apresentaram maiores taxas de polimerização e em menores tempos quando comparados a regiões mais profundas (DARONCH et al, 2006; DARONCH; RUEGGERBERG; DE GOES, 2005). Contudo, sabe-se que esse fato está intimamente relacionado à opacidade que as cargas inorgânicas fornecem aos compósitos e à consequente dificuldade de transmissão da luz quanto maior a espessura do espécime. Assim, sendo a resina adesiva testada nesse estudo desprovida de cargas, a diferença no GC provavelmente ocorreu pela mudança de velocidade da difusão das moléculas dependendo da espessura do espécime. Durante a cinética de polimerização, enquanto as difusões segmentar e translacional das cadeias poliméricas são contrabalaneadas, a constante de terminação da reação é constante ou moderadamente diminuída. Contudo, no início do processo (quando se atinge cerca de 20 a 40% do GC de monômeros dimetacrilatos) há um rápido aumento na Rp, atingindo a Rp<sup>máx</sup> devido à autoaceleração. Acredita-se que esse fenômeno ocorra quando a difusão translacional das cadeias poliméricas começa a controlar o processo de terminação, levando à diminuição no processo de terminação e na constante de terminação, aumentando a concentração de radicais livres. Surge o efeito gel e a autodesaceleração, o qual freia a reação, fazendo com que a difusão segmentar das cadeias controle a reação devido à redução na mobilidade e dissolução dos monômeros, dos radicais livres e das cadeias moleculares no meio viscoso. Logo, a reação prossegue com uma Rp decrescente até o consumo total dos monômeros ou o máximo de conversão devido à vitrificação do meio (DARONCH, 2006; ANDRZEJEWSKA, 2001; POLLACO, G.; SEMINO, D.; PALLA). Possivelmente ocorra o predomínio da difusão segmentar das cadeias em relação à translacional ao haver maior viscosidade do

meio. Assim, com maiores espessuras, há aumento da viscosidade e diminuição da Rp com consequente redução do GC.

Logo, faz-se necessária a indicação clara da espessura do espécime polimérico submetido ao teste de GC por FTIR-ATR na metodologia dos artigos científicos. Assim, é possível a melhor análise, interpretação e comparação dos resultados obtidos nos ensaios de caracterização do material polimérico, além de possíveis comparações entre os estudos na literatura.

## Conclusão

O presente estudo mostrou haver diferença no grau de conversão para diferentes espessuras de resina adesiva translúcida submetida à metodologia de FTIR-ATR. Por isso, é necessário padronizar e indicar a espessura dos espécimes submetidos a esse ensaio.

## Referências

- ANDRZEJEWSKA, E. Photopolymerization kinetics of multifunctional monomers. **Prog. Polym. Sci.**, Bristol, v. 26, n. 4, p.605-665, maio 2001.
- BAE J. H. et al. Adhesive layer properties as a determinant of dentin bond strength. **J. Biomed. Mater. Res. B. Appl. Biomater.**, Hoboken, v. 74, n. 2, p. 822-28, agosto 2005.
- BORGES, B. C. et al. Degree of conversion of simplified contemporary adhesive systems as influences by extended air-activated or passive solvent volatilization modes. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 37, n. 3, p. 246-52, maio/junho 2012.
- COLLARES, F. M. et al. Influence of 2-hydroxyethyl methacrylate concentration on polymer network of adhesive resin. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v.13, n. 2, p. 125-9, abril 2011.
- CONDE, M. C. Nanofiller loading level: influence on selected properties of an adhesive resin. **J. Dent.**, Bristol, v. 37, n. 5, p. 331-5, maio 2009.
- COOK, W.D. Thermal aspects of the kinetics of dimethacrylate photopolymerization. **Polymer**, Bristol, v. 33, n. 10, p. 2152-2161, 1992.
- CZASCH, P; ILIE, N. In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of a self-adhesive and four novel flowable composites. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v.15, n. 33, p. 229-36, junho 2013.
- DARONCH, M. et al. Polymerization kinetics of pre-heated composite. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 85, n.1, p. 38-43, janeiro 2006.
- DARONCH, M; RUEGGERBERG, F.A.; DE GOES, M.F. Monomer Conversion of Pre-heated Composite. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 84, n. 7, p. 663-7, julho 2005.
- FERRACANE, J. L. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 1, n. 1, p. 11-14, fevereiro 1985.
- GUO, X. et al. Effect of initiator on photopolymerization of acidic, aqueous dental model adhesives. **J. Biomed. Mater. Research. A**, Hoboken, v. 90, n. 4, p. 1120-7, setembro 2009.
- HASS V. et al. Correlation between degree of conversion, resin-dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 29, n. 9, p. 921-8, setembro 2013.
- IKEMURA, K et al. UV-Vis spectra and photoinitiation behaviors of acylphosphine oxide and bisacylphosphine oxide derivatives in unfilled, light-cured dental resins. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 27, n. 6, p. 765-74, novembro 2008.
- LEITUNE, V. C. et al. Niobium pentoxide as a novel filler for dental adhesive resin. **J. Dent.**, Bristol, v. 41, n. 2, p. 106-13, fevereiro 2013.
- LIU, Y; WANG, Y. Effect of proanthocyanidins and photo-initiators on photo-polymerization of a dental adhesive. **J. Dent.**, Bristol, v. 41, n. 1, p. 71-9, janeiro 2013.
- MORAES, R. R. Preparation and evaluation of dental resin luting agents with increasing content of bisphenol-A ethoxylated dimethacrylate. **J. Biomater. Appl.**, Lancaster, v. 24, n. 5, p. 453-73, janeiro 2010.
- OZTURK, B. et al. Conversion degrees of resin composites using different light sources. **Eur. J. Dent.**, Ankara, v. 7, n. 1, p. 102-109, janeiro 2013.
- PFEIFER, C. S. et al. Factors affecting photopolymerization stress in dental composites. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 87, n.11, p. 1043-7, novembro 2008.
- POLLACO, G. SEMINO, D.; PALLA, M. Temperature profiles in batch methyl methacrylate polymerization in gelled suspension. **Polymer engineering & science**, Hoboken, v.36, n. 16, p. 2088-2100, agosto 1996.
- PRICE, R. B. et al. The effect of specimen temperature on the polymerization of a resin-composite. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 27, n. 10, p. 983-89, outubro 2011.
- PUPO, Y. M. et al. Effect of a novel quaternary ammonium methacrylate polymer (QAMP) on adhesion and antibacterial properties of dental adhesives. **Int. J. Mol. Sci.**, Basel, v. 15, n. 5, p. 8998-9015, maio 2014.
- SANTINI, A; MILETIC, V. Quantitative micro-Raman assessment of dentine demineralization, adhesive penetration, and degree of conversion of three dentine bonding systems. **Eur. J. Oral Sci.**, Copenhagen, v. 116, n. 2, p. 177-83, abril 2008.
- STANSBURY, J. W.; DICKENS, S. H. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 17, n. 1, p. 71-9, janeiro 2001.