

Profundidade de polimerização de um compósito com matriz de silorano

Depth of cure of a silorane-based composite

Luiza Motta¹
Cristiane Soares Mota²
Eduardo de Sousa Lima³
Fernanda Pitta⁴
Reinaldo de Souza Ferreira⁵

Resumo

O objetivo do presente estudo foi de avaliar a influência de diferentes tempos de fotoativação na profundidade de polimerização de um compósito de baixa contração. Dois compósitos foram utilizados: um com matriz de silorano (P90) e outro com matriz de dimetacrilato (Z 250). Quatro grupos foram formados, variando o tipo de material utilizado e o tempo de polimerização em segundos, respectivamente: (G1) – Z250, 20; (G2) – Z250, 40; (G3) – P90, 20; e (G4) – P90, 40. Os espécimes foram fotativados com um LED de 1.400mW/cm² (Radii-Cal), incluídos em resina epóxi e desgastados longitudinalmente até a metade do diâmetro para aferição da dureza Knoop em 3 diferentes profundidades: superficial, 1,25mm e base. Os dados foram analisados por ANOVA 2-fatores e teste de comparações múltiplas Student-Newman-Keuls, com $p=0,05$. Os resultados mostraram que a profundidade não influenciou significativamente os valores de dureza do compósito Z250 ($p = 0,8338$) e do P90 ($p = 0,1578$). O tempo de ativação não interferiu significativamente na dureza do compósito Z250 ($p = 0,4602$), todavia influenciou no resultado do P90 ($p=0,0407$), com valores significativamente superiores para o tempo de 40s. Conclui-se que o compósito de baixa contração requer maior tempo de fotoativação para obtenção de maiores valores de dureza e que ambos os compósitos apresentam adequada profundidade de polimerização até 2,5mm.

Palavras-chave: resinas compostas; polimerização; dureza.

Abstract

This study evaluated the influence of different curing times in the depth of cure of two different composites. The silorane-based composite, Filtek P90, was compared with the methacrylates-based composite, Filtek Z250. Specimens were divided into four groups varying type of material and polymerization time in seconds, respectively: (G1) - Z250, 20, (G2) - Z250, 40, (G3) - P90, 20, and (G4) - P90, 40. Specimens were cured with a 1400mW/cm² LED (RadiiCal). These were embedded in epoxy resin and worn longitudinally by half the diameter in order to measure the Knoop Hardness in three different depths: top, 1.25 mm and bottom of specimens. Data were analyzed by two-way ANOVA test for multiple comparisons, the Student-Newman-Keuls test with $p = 0.05$. The depth did not significantly affect the hardness of Z250 composite ($p = 0.8338$) and P90 ($p = 0.1578$). Curing time was not significant in the hardness of Z250 ($p = 0.4602$), but influenced P90 ($p = 0.0407$), with significantly higher values for G4. It was concluded that the composite of low shrinkage requires more time for curing to obtain high values of hardness than the dimetacrilate composite and, that both composites have adequate values of Hardness on 2.5 mm depth of cure.

Key words: composite resins; curing light; hardness.

¹Cirurgiã-Dentista; Especialista em Dentística pela OCM.

²Primeiro-Tenente (CD); Instrutora do Curso de Especialização em Dentística da OCM; Mestre em Dentística pela UFPel; Doutoranda em Dentística pela FO-UERJ.

³Tenente Coronel do Exército; Mestre e Doutor em Ciências dos Materiais do IME; Professor Adjunto do IME; .

⁴Primeiro-Tenente (CD); Mestre em Ciência dos Materiais COPPE-UFRJ; Instrutora do Curso de Especialização em Dentística da OCM.

⁵Capitão-de-Fragata (CD); Mestre e Doutorando em Dentística pela FO-UERJ; Instrutor do Curso de Especialização em Dentística da OCM.

Introdução

Embora existam melhoras significativas em suas propriedades, as resinas compostas ainda apresentam deficiências que limitam sua aplicação como, por exemplo, a contração de polimerização (1).

As resinas compostas dentais rotineiramente utilizadas são materiais poliméricos repletos de ligações cruzadas, reforçados por partículas de carga orgânica, unidas à matriz resinosa por agentes de união, os denominados silanos (5).

A matriz resinosa é comumente constituída pelo Bis-GMA ou pelo UDMA como monômero principal. Entretanto, a fim de tornar a base de dime-tacrilato mais fluida, para o uso clínico e para incorporação de carga, são adicionados os diluentes TEGDMA e EDMA. As partículas orgânicas por sua vez, ora denominadas quartzo, foram as primeiras espécies de cargas incorporadas, sendo a sílica e o vidro fluorsilicato de alumínio posteriormente introduzidos. O bário e o estrôncio garantem a radiopacidade ao material e a canforoquinona, a fotoiniciação. Além dos diluentes, o fabricante incorpora, para garantir a vida útil do material, inibidores de polimerização, sendo a hidroquinona o material mais frequentemente utilizado (3).

A despeito dos benefícios da adição dos diluentes, o seu excessivo adcionamento pode gerar um aumento da contração de polimerização, que pode levar à má integridade marginal, microinfiltração, cáries secundárias, manchamento marginal, sensibilidade pós-operatória, trincas e fraturas dentais (3).

O clínico pode tentar controlar esses efeitos indesejáveis através do emprego de técnicas apropriadas de inserção do material e de estratégias de fotoativação que prolonguem a fase pré-gel e permitam o escoamento do material antes da completa polimerização. No entanto, tal controle não sana os efeitos maléficos da contração (1).

Nos Estados Unidos, o compósito à base de Silorano é conhecido como Filtek™ LS (*Low Shrinkage*), na Europa como Filtek™ Silorane e no Brasil, Filtek P90™. Classificado como micro-híbrido, contém partículas de carga tradicionais (quartzo) e trifluoreto de ítrio. A matriz orgânica é composta por monômeros obtidos da reação do oxirano e do siloxano, conciliando a alta reatividade e a baixa contração daquele, com a hidrofbicidade e a biocompatibilidade desse (4).

A reação de polimerização da Filtek P90 (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) apresenta reduzida contração se comparada aos dimetacrilatos, sendo aquela menor que 1%, enquanto o Filtek Z250 (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) apresenta 2 % e o Tetric Ceram (Ivoclar Vivadent, Lietchtenstein) em torno de 2,5 %. Essa melhora decorre do mecanismo de polimerização, que é catiônico por abertura de anéis (processo dos grupos oxiranos), ao contrário dos dimetacrilatos que polimerizam por reação de radicais livres, sem abertura de anéis, numa reação de adição das ligações duplas no grupo funcional (5).

PEREIRA et. al., 2007 (6) demonstraram que há correlação positiva entre a dureza e o grau de conversão para um mesmo compósito. Entretanto, os valores de dureza não podem ser usados para comparar o grau de conversão de diferentes compósitos.

O objetivo desta pesquisa foi de avaliar a profundidade de polimerização de dois compósitos com diferentes composições de matriz, fotoativados com uma unidade LED com diferentes tempos de irradiação. Para tal, foi utilizado o teste de Microdureza Knoop.

Materiais e Métodos

Quatro grupos (n=5) foram formados, variando-se o tipo de compósito (Filtek Z250 e Filtek P90) e tempo de irradiação (20 e 40s) (TABELA 1).

TABELA 1 - Grupos Testados.

GRUPOS	COMPÓSITO	TEMPO DE FOTOATIVAÇÃO (segundos)
1	Filtek Z250	20
2	Filtek Z250	40
3	Filtek P90	20
4	Filtek P90	40

Os corpos de prova foram confeccionados utilizando-se uma matriz bipartida de teflon com um orifício de 4 mm de diâmetro e 2,5 mm de altura (FIGURA 1).

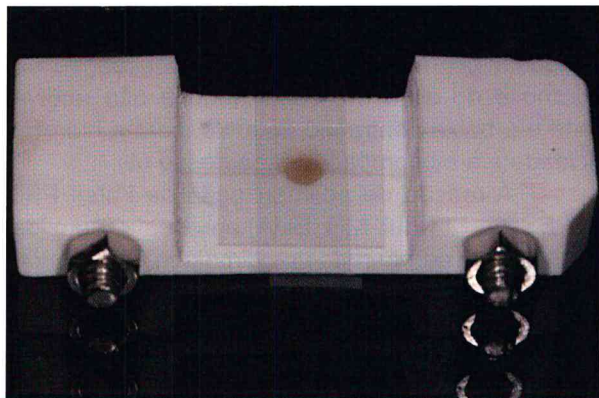


FIGURA 1 - Confeção dos corpos de prova com matriz bipartida de teflon.

A matriz foi apoiada sobre uma placa de vidro, um incremento único do compósito testado foi inserido preenchendo completamente a cavidade da matriz. Para alisar a superfície e evitar bolhas na superfície onde a luz foi aplicada, usou-se uma lamínula de vidro com um pressão digital durante cinco segundos sobre ela.

As resinas compostas foram polimerizadas com a unidade fotoativadora Radii-Cal (SDI, Austrália, AU), com irradiância de 1.400 mW/cm², por 20 ou 40s, de acordo com o grupo testado. A ponta ativadora tocou na superfície da lamínula (distância de 0 mm), padronizando a distância ponta-compósito.

Finda a polimerização, as amostras foram removidas da matriz e o topo (superfície irradiada) foi marcado com um pequeno traço, por uma lâmina de bisturi no 12, para diferenciar as superfícies topo e base.

Após o armazenamento por 30 dias em um recipiente escuro, os espécimes foram incluídos em resina epóxi autopolimerizável (GY260, Fibercom Rio Com. Repr Ltda). Para indelével identificação do topo irradiado, diferenciando-o da base, foi também incluída uma pequena esfera de resina acrílica vermelha (Duralay – Relien Dental Mfg Co, EUA) próxima à superfície do topo dos corpos de prova. Esses foram desgastados longitudinalmente com lixas d'água (3M ESPE, EUA) com granulação decrescente (80, 400, 600, 1200, 2500), em uma politriz (ECOMET6, BUEHLER, EUA), alternando 90 graus, para eliminar ranhuras de outras lixas. Em seguida, foi realizado polimento com pasta de alumina 15 µm (AROTEC) e pasta diamantada 1 µm (AROTEC) em feltro na mesma politriz (FIGURA 2).



FIGURA 2 - Corpos de prova incluídos e polidos.

A microdureza Knoop foi aferida nas profundidades superficial, 1,25mm e 2,5 de profundidade em um Microdurômetro (modelo HMV 2, Bhueiler, USA), com carga de 50 gramas, por 15s. Foram realizadas 5 endentações em cada profundidade (FIGURA 3).

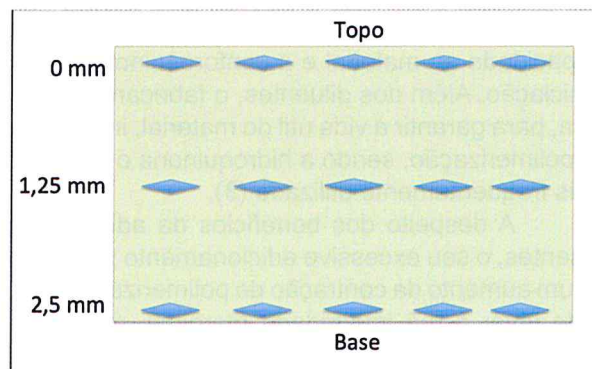


FIGURA 3 - Esquema do ensaio de dureza em cada corpo-de-prova. 5 endentações em cada profundidade.

Resultados

Na TABELA 2 podem ser observados os resultados de dureza por grupo, profundidade e compósito.

Análise Estatística

A análise estatística foi realizada com o software Statgraphics 5.1 (Manugistics, Rockville, MD, USA). Todos os testes foram aplicados com nível de significância de 5% ($p=0,05$).

Foram aplicados os testes de Kolmogorov-Smirnov e de Levene para verificar a normalidade da distribuição dos dados e a homogeneidade das variâncias dentro dos dois diferentes grupos de cada compósito.

Os valores de dureza dos dois compósitos foram comparados pelo teste Mann-Whitney (Wilcoxon).

TABELA 2 - Valores de dureza Knoop, média (desvio padrão).

GRUPO	Dureza por grupo	Dureza por profundidade		Dureza por compósito
		Topo	Média	
1 – Z250 20s	85,5 (17,2)	86,7 (17,6)	87,9 (20,7)	87,6 (14,8)
		Base	81,6 (16,7)	
		Topo	90,6 (10,9)	
2 – Z250 40s	89,8 (12,2)	Média	90,1 (14,8)	87,6 (14,8)
		Base	88,7 (13,2)	
		Topo	66,0 (6,6)	
3 – P90 20s	63,0 (6,4)	Média	62,1 (6,9)	65,3 (6,3)
		Base	59,7 (5,5)	
		Topo	70,6 (4,7)	
4 – P90 40s	67,6 (5,5)	Média	65,5 (6,0)	65,3 (6,3)
		Base	66,9 (5,3)	
		Topo	66,9 (5,3)	

Para cada compósito, foi aplicada Análise de Variância 2 fatores para verificar influência da profundidade e do tempo de fotoativação sobre os valores de dureza Knoop. O teste de comparações múltiplas Student-Newman-Keuls (SNK) foi empregado para explicitar diferenças significativas entre os grupos, como também entre os subgrupos.

Como o teste Kolmogorov-Smirnov evidenciou diferenças significativas ($p < 0,001$) entre as distribuições dos dados de dureza dos dois compósitos (Filtek Z250 x Filtek P90), foi empregado o teste Mann-Whitney para comparar as medianas dos resultados de dureza. Foi observada diferença estatística ($p < 0,001$) entre a dureza dos dois compósitos, sendo que o Filtek Z250 apresentou os maiores resultados.

Para a comparação entre grupos 1 e 2 (compósito Filtek Z250) o teste de Kolmogorov-Smirnov apresentou $p = 0,6604$ e o teste de Levene, $p = 0,0607$. Análise de Variância 2-fatores evidenciou que o tempo de fotoativação ($p = 0,4602$) e a profundidade ($p = 0,8338$) não exerceram influência significativa sobre os valores de dureza do compósito Filtek Z250.

Para a comparação entre grupos 3 e 4 (compósito Filtek P90) o teste de Kolmogorov-Smirnov apresentou $p = 0,1815$ e o teste de Levene, $p = 0,4932$. Análise de Variância 2-fatores evidenciou que a profundidade não exerceu influência significativa ($p = 0,1578$) sobre os valores de dureza. Todavia, o tempo de fotoativação ($p = 0,0407$) apresentou influência significativa sobre a

dureza do compósito Filtek P90, tendo a irradiação por 40s gerado maiores valores.

Discussão

Foi empregado o ensaio de dureza para estimar o grau de conversão, já que SANTOS et al. (7) demonstraram que há correlação positiva entre a dureza e o grau de conversão para um mesmo compósito. Entretanto, os valores de dureza não podem ser usados para comparar o grau de conversão de diferentes compósitos.

SANTOS et al. (7) referiram que independente do método utilizado para determinar a profundidade de cura, foi observado que os resultados apresentaram-se significativamente menores para unidade LED 360 mW/cm² do que para a unidade halógena com irradiância de 550 mW/cm². CALHEIROS et al. (8), MOBARAK et al. (9) e PEREIRA et al. (6) relataram que o fator irradiância quando analisado isoladamente interfere nos resultados de dureza. De acordo com LIEN e VANDEWALLE (10) as baixas irradiâncias exigem maiores tempos de polimerização para compensar exposição radiante e profundidade de cura inferiores. Neste trabalho, o uso de uma unidade fotoativadora LED com alta irradiância (1.400 mW/cm²) pode ter possibilitado um grau de conversão semelhante nas diferentes profundidades.

No presente estudo, foram utilizados dois diferentes compósitos com a mesma cor (A2), já que BRISO et al. (11) e PEREIRA et al. (6) con-

cluíram que os valores de microdureza Knoop variaram de acordo com a cor da resina composta independente da fonte de ativação LED ou halógena. Dessa forma, a padronização da cor nesta pesquisa reduziu o número de variáveis que poderiam interferir nos resultados.

Nesta pesquisa, observou-se que com os tempos de fotoativação de 20s e 40s com unidade fotoativadora LED de alta irradiância, o compósito Filtek Z250 apresentou valores de dureza Knoop similares. Todavia, o compósito a base de silorano Filtek P90 apresentou dureza significativamente menor com fotoativação por 20s do que quando irradiado por 40s.

SANTOS et al. (7) avaliaram a microdureza Knoop da resina a base de metacrilato (Filtek Z250) fotoativada por uma unidade LED com irradiância de 360 mW/cm². Os resultados de seu estudo nas profundidades de 0, 1 e 2 mm foram de 73, 69,9 e 65,6 KNH, respectivamente. No presente estudo, os valores para as profundidades de 0, 1,25 e 2,5mm foram de 96, 90,1 e 88,7 KNH, respectivamente. Os maiores valores encontrados nesta pesquisa podem ser explicados pela maior irradiância do fotoativador LED empregado (1.400mW/cm²).

GANIME et al. (8) avaliaram a microdureza Knoop da resina a base de metacrilato (Filtek Z250) fotoativada por uma unidade LED com irradiância de 13 J. Os resultados de seu estudo tiveram uma média de dureza 82,98 KNH. No presente estudo, o valores da média e dureza foi 87,6 KNH. Os similares valores encontrados nesta pesquisa podem ser explicados pela maior irradiância do fotoativador LED empregado.

Assim como no presente trabalho, ALONSO et al. (13), ILIE e HICKLE (14), GANIME et al. (12) e MOTE ALTO et al. (15) também não verificaram variação nos valores de dureza entre o topo e a base em uma profundidade de 2mm de fotoativação com LED soft start e convencional (com luz halógena para os dois últimos) para a resina composta Filtek Z250.

Apesar de não ter sido proposição desta pesquisa, verificou-se que o compósito Filtek Z250 apresentou maiores valores de dureza que o Filtek P90. LIEN e VANDEWALLE (10) e RODRIGUES et al. (16) encontram uma correlação positiva entre o conteúdo de carga inorgânica dos compósitos. A Filtek Z250 tem uma composição de 60% em volume de partículas de zircônia/sílica com tamanho médio de 0,6 µm (17). Diferente da Filtek P90 que tem sua parte inorgânica representada por 55% em volume de quartzo e trifluoreto de ítrio, com tamanho médio inferior a 0,5 µm (variação de 0,1 a 2 µm) (4). Sendo assim, além da diferença na composição da matriz orgânica, a maior porcentagem

de partículas inorgânicas da Filtek 250 poderia ser um dos fatores que resultaram em maior dureza em relação à Filtek P90.

PALLIN et al. (18) não encontraram nenhuma diferença significativa no grau de conversão na resina composta Filtek Z250 e do compósito à base de silorano após armazenamento de 1, 4, 24, 48h, o que embasa o protocolo empregado nesta pesquisa, armazenando os espécimes por sete dias.

Nos dois compósitos avaliados, fotoativados com unidade LED de alta irradiância (1400 mW/cm²), a dureza Knoop (logo, o grau de conversão) não reduziu significativamente da superfície até uma profundidade de 2,5mm. Na clínica, o uso de incrementos de 2,5mm poderia ser empregado sem prejuízo para a conversão monomérica nas partes mais profundas dos materiais. Lembrando que, apesar disso, deve-se observar se a polimerização de incrementos espessos unidos à estrutura dental poderia gerar maiores tensões que implicariam consequências danosas, como falha na adesão, microinfiltração e sensibilidade pós-operatória.

Para a Filtek Z250, ambos os tempos de fotoativação (20s e 40s) promoveram valores de dureza similares. Clinicamente esse compósito poderia ser fotoativado por apenas 20s. Contudo, foi observado que o compósito Filtek P90 apresentou valores de dureza significativamente maiores quando fotoativado por 40s em relação à fotoativação durante 20s. Clinicamente, o compósito Filtek P90 deveria ser fotoativado por 40s mesmo com o uso de unidade fotoativadora LED de alta irradiância, ao contrário do que é recomendado pelo fabricante do compósito.

Os resultados dos estudos de ASMUSSEN e PEUTZFELDT (19) mostraram que com os tempos de fotoativação de 20s e de 40s, a contração de polimerização foi igual para o compósito à base de silorano. Nesta pesquisa, onde foram avaliados valores de dureza para 20s e 40s de fotoativação, foi encontrada uma dureza maior no tempo de ativação de 40s. Assim, um tempo de ativação de 40s, se torna mais indicado para o Filtek P90, uma vez que não interfere na contração de polimerização e gera maiores valores de dureza.

A alta estabilidade ambiente dos compósitos à base de silorano pode ser explicada por um sistema de iniciação de três componentes que é necessário para gerar espécies ativas do processo de iniciação. Esse sistema gera maior estabilidade a luz ambiente (cerca de 10 min) (5). Com base nos resultados deste estudo, poderia ser especulado que o sistema fotoiniciador requer maior energia para promover alto grau de conversão. Por

ser um material relativamente novo no mercado, há necessidade de mais estudos relacionando a composição do sistema do fotoiniciador, baseado em três componentes (canforoquinona, dimetil-amino benzoato e sal iodônio) e uma requisição de maior exposição radiante para promover um ótimo padrão de cura.

Conclusão

Dentro das limitações da metodologia empregada neste trabalho pôde-se concluir que:

- 1 – A unidade fotoativadora LED de alta irradiância foi capaz de promover uma conversão monomérica semelhante nas diferentes profundidades (superfície, 1,25mm e 2,5mm) para cada compósito testado, tanto com 20s quanto com 40s de ativação.
- 2 – O compósito Filtek Z250, com matriz baseada em dimetacrilatos, apresentou grau de conversão semelhante com os tempos de fotoativação de 20s e 40s, com unidade LED empregada.
- 3 – O compósito Filtek P90, com matriz baseada em silorano, apresentou grau de conversão superior quando fotoativado por 40s em comparação à fotoativação por 20s com a unidade fotoativadora utilizada.

Referências Bibliográficas

1. BARATIERI, L.N. et al. *Dentística. Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores*. São Paulo: São Paulo, 1998. 3 e 81p.
2. ANUSAVICE, K.J. et al. *Materiais Dentários*. Phillips *Materiais Dentários*. 11 ed. Rio de Janeiro: Rio de Janeiro, 2005. 376-378p
3. CONCEIÇÃO, E. N. et al. *Dentística. Dentística - Saúde e Estética*. 2. ed. Rio Grande do Sul: Porto Alegre, 2007. 164 e 272p.
4. 3M ESPE. *Filtek™ LS Low Shrink Posterior Restorative*. USA: 3M ESPE; 2007 (Technical Product Profile).
5. Weinmann W.; Thalacker C.; Guggenberger R. Siloranes in dental composites. *Dent Mater*. v. 21, n. 1, p. 68-74, 2005.
6. Perreira S. K.; Porto C. L. A.; Mendes A. J. D. Avaliação da dureza superficial de uma resina composta híbrida em função de cor, tempo de exposição, intensidade de luz e profundidade do material. *Jornal Brasileiro de Clínica e Estética em Odontologia*. v. 4, n. 23, Set. 2000.
7. SANTOS G. B.; Medeiros I. S.; Fellows C. E.; Muech A.; Braga R. R. Composite depth of cure obtained with QTH and LED units assessed by microhardness and micro-Raman spectroscopy. *Operative Dentistry*. v. 3, n. 1, p. 79-83, 2007.
8. CALHEIROS F. C.; Kawano Y.; Stansbury W. J.; Braga R. R. Influence of radiant exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composite. *Dent Mater*, v. 22, p. 799-803, 2006.
9. MOBARAK, E.; ELSAYAD, I.; IBRAHIM, M.; E EL-BADRAWY W. Effect of LED Light-curing on the Relative Hardness of Tooth-colored Restorative Materials. *Oper Dent*, v. 34, n. 1, p. 65-71, Jan. 2009.
10. Lien, W. e Vandewalle, K. S. Physical properties of a new silorane-based restorative system. *Dent Mater*. v.26, p. 337-344, 2010.
11. BRISO A. L. F.; Fedel T. M.; PEREIRA S. M.; Mauro J. S. Influence of light curing source on microhardness of composite resins of different shades. *J Appl Oral Sci*. v. 14, n. 1, p. 10-5, 2006.
12. GANIME M. M.; Giorgi M. C. C.; Dias C. T. S.; Paulillo L. A. M. S. Avaliação da dureza Knoop das resinas compostas ativadas por diferentes fontes de luz. *Cienc Odontol Bras*. v. 11, n. 3, p. 74-80, jul. 2008.
13. ALONSO R. C. B.; Cunha L. G.; Correr G. M.; SANTOS P.H. Comparative evaluation of Knoop and depth of cure of ORMOCER based resin composite. *Cienc Odontol Bras*. v. 7, n. 1, jan. 2004.
14. Ilien N.; HICKLE, R. Silorane-based Dental Composite: Behavior and Abilities. *Dent Mater J*, v. 25, n. 3, p. 445-454, 2006.
15. MOTE ALTO R.V.; Guimarães J. G. A.; Poskus L. T.; Silva E. M. Depth of cure of dental composite submitted to different light-curing modes. *J Appl Oral Sci*. v. 14, n. 2, p. 71-6, 2006.
16. RODRIGUES R. A.; Rebellato C.; BASTOS R. A.; SANTOS D. F. S.; Filho E. S. D. D. Análise da microdureza Knoop de quatro tipos de resina composta através do microdurômetro HVS-1000. *Odontol Clín Cien*, v. 9, n. 1, p. 55-58, jan. 2010.
17. 3M ESPE. *Filtek™ Z250*. USA: 3M ESPE; 1998 (Technical Product Profile).
18. PALIN W. M.; Fleming G. J. P.; Burke F. J. T.; Marquis P. M.; Randall R. C. The influence of short and medium-term water immersion on the hydrolytic stability of novel low-shrink dental composites. *Dent Mater*. v. 21, n. 9, p. 852-63, Sep. 2005.
19. Asmussen E.; Peutzfeldt A. Polymerization contraction of a silorane-based resin composite and four methacrylate-based composites. *Europ Cells Mater*. v. 10. Suppl. n. 4, p. 8, 2005.