



## AVALIAÇÃO DE UM CO-INICIADOR ALTERNATIVO PARA FOTOPOLIMERIZAÇÃO EM MEIO ÁCIDO

M.S. Silva<sup>1</sup> G. S. Lima<sup>1</sup> F.A. Ogliari<sup>2</sup> C.L. Petzhold<sup>3</sup> F.F.Demarco<sup>1</sup> E. Piva<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas, Centro de Desenvolvimento e Controle de Biomateriais, Pelotas.

<sup>2</sup>Angelus Ciência e Tecnologia, Departamento de Pesquisa e Desenvolvimento, Londrina.

<sup>3</sup>Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Instituto de Química, Porto Alegre.

### 1- INTRODUÇÃO

A amina utilizada como iniciador para polimerização em sistemas iniciadores convencionais é incompatível com o meio ácido, soluções ácidas consomem a amina impedindo assim que o processo de polimerização dos monômeros seja iniciado.

Sistemas adesivos convencionais de dois passos e sistemas autocondicionantes de passo único, que não recebem uma camada adicional de resina hidrofóbica, ao polimerizar o adesivo a camada mais superficial, que não polimeriza devido à inibição pelo oxigênio e que contém monômeros ácidos, reage com a amina da resina composta e impede que a polimerização seja realizada. Tornando assim a interface resina-adesivo o elo fraco da adesão.

Portanto, o objetivo deste estudo foi avaliar um co-iniciador alternativo, livre de amina, para polimerização em meio ácido de monômeros metacrilatos.

### 2- METODOLOGIA

Uma resina base contendo 35% de BisGMA, 35% de TEGDMA e 30% de monômero ácido fosforado foi formulada, correspondendo então ao meio ácido. E para promover a polimerização deste material, diferentes sistemas iniciadores foram utilizados.

Para avaliar a influência da concentração de ácido sulfínico em composição de sistemas iniciadores, cinco amostras foram formuladas, todas contendo 0,4% de canforoquinona (CQ) e diferentes concentrações de ácido sulfínico (0,25, 0,5, 1, 2 e 4%) que foram avaliadas quando ao seu grau de conversão em tempo real.

O sistema iniciador contendo CQ 0,4% e ácido sulfínico 1% foi comparado com outros dois sistemas iniciadores, um contendo somente CQ 0,4% e outro contendo CQ 0,4% e EDAB 1% (grupo controle).

A cinética de conversão das resinas foi avaliada por meio de um espectrofotômetro infravermelho com Transformada de Fourier (RT-FTIR Shimadzu Prestige21 Spectrometer, Shimadzu, Japão) equipado com dispositivo de reflectância total atenuada (ATR), composto por um cristal horizontal de seleneto de zinco (ZnSe), com espelhos de angulação de 45° (PIKE Technologies, WI, USA). Um suporte foi acoplado para a fixação da unidade foto-ativadora ao espectrofotômetro, o que permitiu a padronização de uma distância de 5 mm entre a extremidade da ponteira de fibra ótica e a amostra. Cada amostra foi despejada diretamente no cristal de ZnSe em pequenas gotas (~3µl) e fotoativadas por 60 segundos. Para o monitoramento de varredura foi utilizado o software IRSolution, em uma faixa espectral entre 1750 e 1550 cm<sup>-1</sup>, resolução de 8 cm<sup>-1</sup> e velocidade de deslocamento de espelho de 2,8mm/s. Com esta configuração foi possível obter um espectro por segundo durante a foto-ativação. A análise foi realizada em ambiente com temperatura controlada de 23°C e umidade relativa de <60%. O grau de conversão, por segundo, foi calculado considerando a intensidade da vibração do tipo estiramento da dupla ligação carbono-carbono na frequência de 1635 cm<sup>-1</sup>. O estiramento simétrico do anel aromático em 1610 cm<sup>-1</sup> das amostras polimerizadas e não polimerizadas foi utilizado como padrão interno. Posteriormente, os dados obtidos foram plotados em uma curva ajustada pelo parâmetro regressivo não-linear de Hill.

As amostras contendo somente CQ, CQ + EDAB e CQ + 1% ácido sulfínico, foram ainda submetidas a teste de mini-flexão para serem avaliadas quanto ao módulo de elasticidade e resistência a flexão dos polímeros formados. Para isto corpos de prova foram confeccionados utilizando uma matriz metálica com 10 mm de comprimento, 2 mm de largura e 2 mm de espessura onde a amostra era dispensada, recoberta por uma tira de poliéster e fotoativada em duas janelas de 10s cada uma em ambos os lados da

amostra. Os corpos de prova após serem polidos foram então submetidos à ensaio em máquina de ensaios universal.

Todos os resultados obtidos foram analisados estatisticamente, os testes estatísticos utilizados foram: Teste T, Teste não-paramétrico de Mann-Whitney e regressão não linear de Hill 3 parâmetros.

### **3- RESULTADOS**

A utilização do ácido sulfínico como co-iniciador possibilitou a fotopolimerização da resina experimental.

Quanto à concentração de ácido sulfínico presente no sistema iniciador, observou-se que as amostras tiveram o grau de conversão dependente da concentração nos grupos com 0,25, 0,5 até 1%. A partir da concentração de 1% não apresentou ganho significativo no grau de conversão após 60 segundos de fotoativação, na resina ácida utilizada.

Quando comparado com o sistema iniciador convencionalmente utilizado na polimerização radicalar dos materiais odontológicos, o sistema contendo CQ + EDAB que obteve 54% de grau de conversão, o sistema com ácido sulfínico apresentou semelhante grau de conversão, 51%. E como já era esperado o sistema contendo apenas CQ não foi eficaz para polimerização da resina experimental.

Na avaliação da taxa de polimerização, que está relacionada com a velocidade em que a reação acontece e o momento em que a resina atinge o ponto gel, evidencia-se um comportamento muito semelhante àquele observado em sistemas com amina.

Através do teste de mini-flexão observou-se que o sistema alternativo contendo ácido sulfínico apresentou resistência à flexão de 50.84 MPa, semelhante estatisticamente ao sistema controle com EDAB (de 39.13 MPa) de acordo com teste T, e quanto ao módulo de elasticidade o método de Mann-Whitney revelou que o sistema controle (707.80 MPa) apresentou valor inferior ao grupo experimental (860.65 MPa). A amostra contendo como sistema iniciador somente CQ não pode ser avaliada, pois não promoveu a polimerização da resina experimental, impedindo assim a confecção de corpos de prova.

Estes resultados são indicativos de que este material precisa ser melhor investigado quanto sua utilização na fotoiniciação, pois pode representar uma alternativa com maior estabilidade ao longo do tempo uma vez que não apresenta incompatibilidade entre seus constituintes. Desta forma, em análise imediata pode não apresentar melhora nas propriedades e características da resina, comparada com o sistema que utiliza amina, no entanto pode oferecer um ganho na longevidade desta resina.

#### **4- CONCLUSÃO**

O uso do ácido sulfínico como co-iniciador em meio ácido revelou-se efetivo na reação de polimerização, à semelhança da amina terciária usada nos sistemas convencionais.

#### **5- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

Tay et al. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and self-cured or dual-cured composites. Part II. Single-bottle, total-etch adhesive. **J Adhes Dent** 2003; 5: 91-105.

Moll et al. Bond strength of Adhesive/composite combinations to dentin involving total and self-etch adhesives. **J Adhesive Dent** 2003; 4: 171-180.

Bolhuis et al. Contraction stress and bond strength to dentin for compatible and incompatible combinations of bonding systems and chemical and light-cured core build-up resin composites. **Dental Materials** 2006; 22: 223-233.