

# EFFECTO DE LA ENERGÍA DE POLIMERIZACIÓN SOBRE EL GRADO DE CONVERSIÓN EN RESINAS COMPUESTAS DE USO DENTAL ENVEJECIDAS POR UV

M. Ramírez <sup>a</sup>, A. Ancona <sup>b</sup>, N. J. Dimas <sup>b</sup>, E. Zamarripa <sup>b</sup>.

<sup>a</sup> Alumno de la Maestría en Ciencias Biomédicas y de la Salud ICSa. UAEH

<sup>b</sup> Profesores del Área Académica de Odontología ICSa UAEH      eliezerz@uaeh.edu.mx

## RESUMEN

Una de las características que las resinas compuestas de restauración deben poseer, es mantener las propiedades físicas y mecánicas necesarias para su óptimo funcionamiento, se han utilizado varios métodos de envejecimiento para inferir el comportamiento. El Grado de Conversión (GC), factor en el comportamiento físico y mecánico de este material, es determinado por la energía de polimerización, producto del tiempo de exposición y la potencia lumínica por lo que el objetivo de este estudio es determinar el comportamiento de los valores de GC en probetas de resina compuesta de uso dental relacionándolo con la energía de polimerización y el tiempo sometido a envejecimiento acelerado por exposición a radiación UV. Dos composites híbridos y dos de nanorelleno fueron seleccionados como materiales de estudio, de manera aleatoria, se formaron 4 subgrupos de 5 probetas y fueron colocadas en un equipo de envejecimiento acelerado. A 1000 horas de envejecimiento, aproximadamente un 25% de los grupos metacrilato no han reaccionado y esto pudiera ser por la densidad alcanzada por la red polimérica, así mismo a 1500 horas de envejecimiento el GC disminuye, lo que sugiere que la matriz orgánica, ha sufrido algún tipo de degradación. La energía de polimerización no es un factor que genere cambios en el GC después de sufrir envejecimiento por UV, sin embargo el GC es responsable de las características físicas y mecánicas del material, factor a tomar en cuenta.

## INTRODUCCIÓN

En la literatura odontológica, en ocasiones se utiliza el término “grado de polimerización” en lugar de Grado de Conversión (GC), siendo que el primero se define como el número de las unidades monoméricas en una molécula de polímero, y el segundo es la medida en porcentaje de enlaces dobles de carbono-carbono que se convierten en sencillos al polimerizar el material <sup>1</sup>.

El GC es un factor importante, que está relacionado con las características físicas y mecánicas de la restauración final, que a su vez depende de la calidad y cantidad de energía entregada al sistema a la hora de polimerizar; por esta razón ha sido ampliamente estudiado.

Son varios los estudios con los cuales se puede obtener este porcentaje. Sin embargo, el análisis por medio de espectroscopia infrarroja es uno de los procedimientos más utilizados. En esta técnica analítica, se mide la señal emitida por el estiramiento o la deformación de las uniones de una molécula. En los composites dentales, la metodología de análisis de conversión se basa en calcular la relación entre la señal emitida por la doble unión carbono-carbono alifática ( $1635-1640\text{ cm}^{-1}$ ) y la señal de la doble unión carbono-carbono aromática ( $1608 - 1612\text{ cm}^{-1}$ ) tomando como estándar interno este último, ya que no se modifica durante la polimerización, porque corresponde a un grupo sustituyente.

Con el mejoramiento de la tecnología y en busca de una medición más certera, se han propuesto otros métodos de análisis para la obtención del GC <sup>2</sup>. Sin embargo, la utilización del análisis con FTIR sigue siendo de los más requeridos para determinar estos valores en los composites dentales disponibles a nivel comercial.

De la misma manera en que se ha estudiado el efecto de la estructura química de los composites dentales sobre el grado de conversión <sup>3</sup>, también la calidad y cantidad de energía de polimerización ha sido estudiada profundamente relacionándola con el GC y otras propiedades mecánicas.

Lohbauer et. al <sup>4</sup>, encontraron correlación significativa entre la densidad energética aplicada y el GC, utilizando al igual que en el estudio anterior, lámparas LED, de arco de plasma y las tradicionales halógenas. De la misma manera otros estudios determinan que la cantidad de energía aplicada al material al momento de iniciar la polimerización es directamente proporcional al grado de conversión obtenido en la restauración final<sup>44</sup>.

Emami et. Al <sup>5</sup> realizan un trabajo, en el cual comparan el grado de conversión, entre otras variables, en las marcas Z-100 y Z-250 utilizando diferentes protocolos de polimerización con una unidad halógena y a una distancia de 7 mm de la superficie del material, tratando de simular una situación clínica. Llegaron a la conclusión que para un espesor de 2 mm de material era necesario 30 J/cm<sup>2</sup> de energía, bajo las condiciones del estudio.

## MATERIALES Y MÉTODO

En este estudio se analizaron cuatro marcas comerciales de composite fotopolimerizables, dos materiales híbridos: Filtek Z250 y Tetric Ceram y dos con nanorelleno: Filtek Supreme y Tetric EvoCeram. Las especificaciones del fabricante de cada una de las marcas mencionadas, son presentadas en la tabla 1.

Marca	Color	Matriz orgánica	Tipo de relleno	% en volumen	Rango de tamaño de partículas	Lote	Fecha de caducidad	Fabricante
F. Z-250	A3	Bis-GMA UDMA EMA	Bis- Zirconia-silica	60%	0.001 - 3.5 µm	4LK	Aug-07	3M ESPE
F. Supreme	A3 cuerpo	Bis-GMA UDMA TEGDMA Bis-EMA	Zirconia-silica	60%	5 - 20 nm	5GK	Apr-08	3M ESPE
Tetric Ceram	A3	Bis-GMA UDMA TEGDMA	Trifloruro de Iterbio Silicato de Fluor Vidrio de bario	60%	0.04 - 3 µm	G13301	Jun-08	Ivoclar Vivadent
Tetric EvoCeram	A3	Bis-GMA UDMA TEGDMA	Trifloruro de Iterbio Vidrio de bario óxidos y prepolímeros	83%	40 - 3000 nm	G16907	Jul-08	Ivoclar Vivadent

tabla 1 Especificaciones según el fabricante.

Sobre un portaobjetos de vidrio y una tira de celuloide, utilizando un conformador de acero inoxidable de 6 mm de diámetro por 2 mm de altura, se dispuso el material directamente de la jeringa, en un solo incremento. Se colocó una tira de celuloide con un portaobjetos de vidrio sobre este, se aplicó una ligera presión para eliminar excedentes y se curó el material, únicamente en una de sus superficies de acuerdo con los parámetros de polimerización establecidos.

La superficie irradiada al momento de la polimerización fue también la que estuvo expuesta directamente a la radiación UV. Terminado el tiempo de envejecimiento las probetas fueron pulidas con papel abrasivo 600. Utilizando un mortero manual cerámico, las 5 probetas de cada uno de los subgrupos fueron finamente pulverizadas, conservando lo obtenido en un recipiente a prueba de luz a una temperatura de 37° C hasta el momento de la valoración. Para determinar la relación entre la energía y el GC, se formaron tres grupos en los cuales se varió la cantidad de energía entregada al sistema según el siguiente criterio:

- Grupo A (Potencia 250 mW/cm<sup>2</sup>) (tiempo de exposición 15 s) = 3.75 J/cm<sup>2</sup>
- Grupo B (Potencia 450 mW/cm<sup>2</sup>) (tiempo de exposición 20 s) = 9.00 J/cm<sup>2</sup>
- Grupo C (Potencia 800 mW/cm<sup>2</sup>) (tiempo de exposición 30 s) = 24.00 J/cm<sup>2</sup>

Para el curado de las probetas se utilizó una unidad halógena comercial de polimerización, que cuenta con la posibilidad de variar la intensidad de luz emitida (Spectrum 800 Denstply Caulk, Milford, DE, USA). El voltaje fue mantenido constante mediante un estabilizador automático y antes del curado de cada una de las probetas, se verificó la intensidad de la irradiación lumínica mediante un radiómetro digital (Cure Rite Model # 800 EFOS Incorporation Willamsville USA). Todas las probetas fueron confeccionadas por un solo operador.

Una vez elaboradas todas las probetas (N=240) 60 por cada marca, se forman cuatro subgrupos por cada grupo antes descrito.

Los subgrupos 2, 3 y 4, fueron sometidos a envejecimiento acelerado por UV durante 500, 1000 y 1500 horas respectivamente. Las probetas fueron colocadas en un equipo de envejecimiento acelerado (Accelerated Weathering Tester, modelo QUV/Basic, Q-Panel Lab. Products Cleaveland, Ohio USA) de acuerdo con las normas ASTM D 4329 y ASTM G 154, utilizando tubos fluorescentes UVB 313 con un pico máximo de 313 nm y a 100% de humedad relativa, con el siguiente ciclo:

- 4 horas de radiación ultravioleta a 60 °C
- 4 horas de condensación de vapor de agua a 40 °C

Para

$$GC(\%) = \left[ 1 - \frac{A/B_{pol}}{A/B_{mon}} \right] \cdot 100$$

obtuvo

los espectros de las dobles ligaduras de carbonos alifáticos ( $1639 \text{ cm}^{-1}$ ) y un estándar interno, que en este caso fue la señal emitida por los dobles enlaces entre carbonos aromáticos ( $1609 \text{ cm}^{-1}$ ) utilizando la fórmula que se publica en varios trabajos relacionados con el GC en composites dentales<sup>6,7</sup>:

valorar el GC se utilizó un Espectrómetro Infrarrojo con Transformada de Fourier (Modelo Magna 590 Nicolette Instrument Coporation Madison, W.I. U.S.A.). El GC se de la relación entre la altura de los picos que emitieron

Donde:

A = altura del pico a  $1639 \text{ cm}^{-1}$

B = altura del pico a  $1609 \text{ cm}^{-1}$

pol = material polimerizado

mon= material sin polimerizar

Para determinar la línea base en las mediciones de las alturas de los picos, se utilizó el método que se muestra en la fig.1

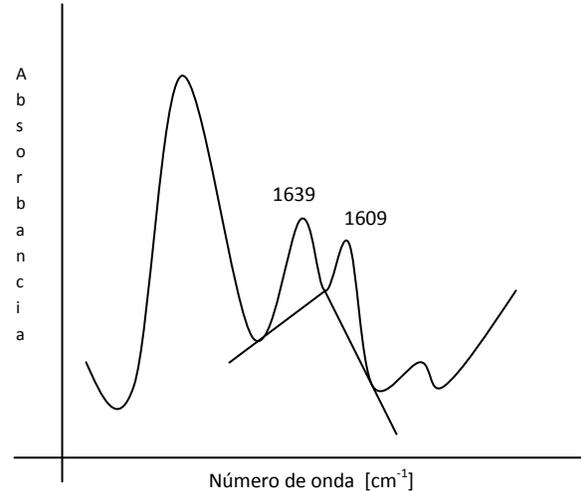


fig.1 Determinación de la línea base

En 5 ml de dimetilsulfóxido (DMSO) se disolvieron 100 mg de composite sin polimerizar y se colocó por medio de un tubo capilar pequeñas cantidades sobre una pastilla de bromuro de potasio (KBr) la solución, una vez evaporado el solvente se llevó al equipo y se obtuvo el gráfico en absorbancia sin suavizado, este procedimiento se repitió cinco veces por cada marca y el promedio de los valores obtenidos son lo que se utilizaron para aplicarlos en la fórmula.

Por cada muestra de polvo de composite polimerizado, se pesaron en una balanza analítica (Analytcs Estándar Mod. AS2000, OHAUS corp. Florham N.J. U.S.A.) 100 mg de sal de bromuro de potasio y 10 mg de polvo. Con una prensa manual se fabricaron cinco pastillas. En absorbancia y sin suavizado se obtuvieron los gráficos correspondientes. Por lo tanto por cada subgrupo evaluado se registraron cinco valores de GC, los que posteriormente se analizaron con la prueba de análisis de varianza.

## RESULTADOS

Los valores de GC, en probetas no envejecidas, son comparables con los obtenidos en trabajos anteriormente publicados.<sup>5, 8-10</sup>

En el subgrupo sin tiempo de envejecimiento, se observa que la energía de polimerización es un factor determinante en el GC, dado que existe una relación directa entre ambos parámetros, es decir, a mayor energía de polimerización el GC aumenta, una explicación de este hecho es que a mayor energía de polimerización, más son los radicales libres que se generan, produciendo que un número mayor de grupos metacrilato reaccionen<sup>8, 11-12</sup>.

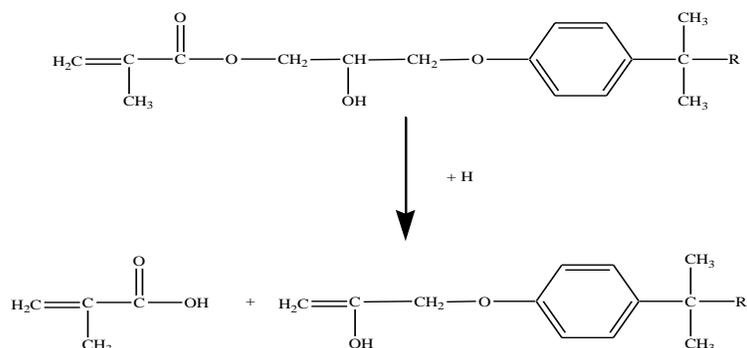
La cinética de la reacción de polimerización continúa, aún después de haber terminado la activación con luz visible<sup>13, 14</sup> y después de 500 horas de envejecimiento por radiación UV, la energía de polimerización, deja de ser un factor predisponente en los valores de GC, como se muestra en la tabla 2.

<i>Horas de envejecimiento</i>	<i>N</i>	<i>Coefficiente de correlación</i>	<i>p</i>
0 h	60	0.86	< 0.05
500h	60	0.26	< 0.05
1000h	60	0.14	> 0.05
1500h	60	-0.05	> 0.05

tabla 2. Coeficiente de correlación del grado de conversión y energía de polimerización a diferente tiempo de envejecimiento acelerado.

El tiempo transcurrido desde el inicio de la polimerización permite que los grupos metacrilato aún sin reaccionar por efecto de la energía lumínica, vayan alcanzando paulatinamente extremos de cadenas con radicales libres para reaccionar y unirse a ella. Estas, en el material polimerizado con menor energía tienen mayor facilidad de movimiento y, por lo tanto, mayor velocidad de reacción de los grupos metacrilato libres; conforme pasa el tiempo, llega a alcanzar una densidad tal, que se equipara con las probetas polimerizadas con mayor energía, por lo que es entendible que el GC sea similar entre grupos polimerizados con diferentes energías después de 500 horas de envejecimiento.

Teshima et. al<sup>15</sup> identifican la formación de ácido metacrílico a partir de la degradación térmica de grupos metacrilatos. Los resultados muestran que a 1500 horas de envejecimiento el GC disminuye, lo que sugiere que la matriz orgánica, ha sufrido algún tipo de degradación. Uno de estos tipos pudiera ser la formación de ácido metacrílico por hidrólisis de los grupos metacrilato no reactivos (fórmula 1).



fórmula 1 Generación de dobles ligaduras a partir del grupo pendiente de metacrilato

Datos proporcionados por Göpferich <sup>16</sup>, hacen referencia a que las uniones éster tienen una vida media de 3.3 años, que es aproximadamente, el tiempo a la intemperie que se ha simulado con 1500 horas en el Q-Pannel.

## BIBLIOGRAFÍA

1. Rawls HR, Esquivel-Upshawa J. Resinas para restauración. In: Anusavice KJ, editor. *Phillips Ciencia de los materiales dentales*. Madrid: Elsevier-Saunders; 2004. p. 399 - 441
2. Stansbury JW, Dickens SH. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. *Dent Mater* 2001;17(1):71-9
3. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2002;23(8):1819-29.
4. Lohbauer U, Rahiotis C, Kramer N, Petschelt A, Eliades G. The effect of different light-curing units on fatigue behavior and degree of conversion of a resin composite. *Dent Mater* 2005;21(7):608-15
5. Emami N, Soderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *Eur J Oral Sci* 2003;111(6):536-42.
6. Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J Oral Rehabil* 2002;29(12):1165-73.
7. Mendes LC, Tedesco AD, Miranda MS. Determination of degree of conversion as function of depth of a photo-initiated dental restoration composite. *Polymer Testing* 2005;24(4):418 - 22.
8. Emami N, Soderholm KJ, Berglund LA. Effect of light power density variations on bulk curing properties of dental composites. *J Dent* 2003;31(3):189-96.
9. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater* 2002;18(6):463-9.
10. Turssi CP, Ferracane JL, Vogel K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. *Biomaterials* 2005;26(24):4932-7
11. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *J Dent Res* 2005;84(7):659-62.
12. Powers JM, Fan PL, Marcotte M. In vitro accelerated aging of composites and a sealant. *J Dent Res* 1981;60(9):1672-7.
13. Ruyter IE. Monomer systems and polymerization. In: Vanherele G, Smith D, editors. *Posterior composite resin dental restorative materials*: Peter Szulc Publishing Co.; 1985. p. 109-37.
14. Oréface RL, Discacciati JA, Neves AD, Mansur HS, Jansen WC. In situ evaluation of the polymerization kinetics and corresponding evolution of the mechanical properties of dental composites. *Polymer Testing* 2003;22:77 - 81.
15. Teshima W, Nomura Y, Ikeda A, Kawahara T, Okazaki M, Nahara Y. Thermal degradation of photo-polymerized BisGMA/TEGDMA-based dental resins. *Polymer Degradation and Stability* 2004;84:167 - 72.
16. Göpferich A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomaterials* 1996;17(2):103-14.