



Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

Instituto de Ciencias de la Salud



Dr. J. Eliezer Zamarripa Calderón
Mtra. Adriana L. Ancona Meza

Trabajo presentado en la **XXXIX Reunión Anual de la Sociedad Argentina de Investigación Odontológica.**

Materiales Dentales

Relación de la Energía de Polimerización y Degradación por UV sobre el Grado de Conversión en Composites.

Energy Density and Degree of Conversion in Resin Composites Aged by UV



Relación de la Energía de Polimerización y Degradación por UV sobre el Grado de Conversión en Composites.

Área del Conocimiento 3: Medicina y Ciencias de la Salud

The degree of conversion (DC) is directly related with the physical and mechanical properties that allow a successful restorative treatment. The aim of this study was to evaluate the influence of the energy density, on the DC in composites, as a function of the subjected time to accelerated aging by UV. Two hundred and forty resin composite specimens were made, using a stainless steel mold of 6mm - diameter x 2mm - depth; the energy output was applied, only, over the top area of the samples. The materials used were: Filtek Z-250 - Filtek Supreme / 3M ESPE and Tetric Ceram - Tetric EvoCeram / Ivoclar Vivadent. The specimens were divided in three groups (according the energy output): A (3.75 J/cm²), B (9 J/cm²) and C (24 J/cm²), and each one of them, subdivided in: 1(no aging), 2 (500 hours of aging), 3 (1000 hours of aging) and 4 (1500 hours of aging). The results were analyzed by means of ANOVA and Tukey tests ($p < 0.05$) to determine the effect of the factors. Correlation and lineal regression were performed to determine the possible relationship among the variables. The energy density determined the DC in specimens without aging; however, it is not a decisive factor after 500 h under accelerated aging by UV. The DC increases significantly, while the time of aging increases: 0 h (53.9%), 500 h (62.7%), 1000 h (77.5%), but after 1500 h, the material presents a significant decrease of DC (61.4%).

The organic matrix degradation and the generation of double bonds, after 1500 h under accelerated aging is, probably, the cause for the decrease of DC. The clinician, should keep this behavior in mind, to check the composite restorations frequently.

Key Words: Energy Density, Degree of Conversion, Accelerated Aging , Dental composite



Relación de la Energía de Polimerización y Degradación por UV sobre el Grado de Conversión en Composites.

Área del Conocimiento 3: Medicina y Ciencias de la Salud

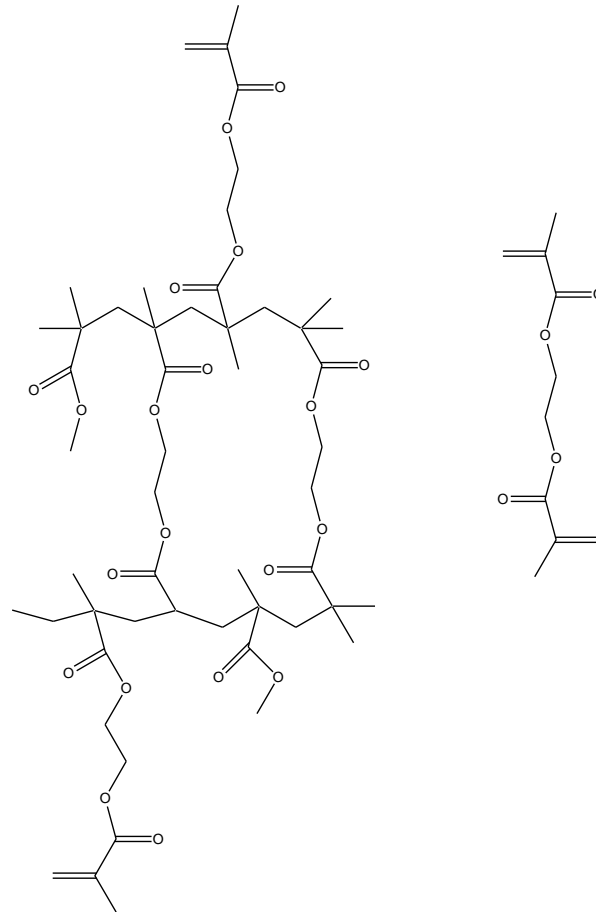
El grado de conversión (GC) está relacionado directamente con las propiedades físicas y mecánicas que permiten un tratamiento restaurador exitoso. El objetivo de este estudio fue analizar la influencia de la energía de polimerización, sobre el grado conversión en composites, en función del tiempo sometido a envejecimiento acelerado por UV. Se fabricaron 240 probetas, con un conformador de acero inoxidable de 6 mm de diámetro y 2 mm de profundidad, y se aplicó la energía lumínica en una sola de las caras. Se formaron tres grupos de acuerdo con la energía de polimerización utilizada: A (3.75 J/cm²), B (9 J/cm²) y C (24 J/cm²), subdividiéndolos a su vez en 1(0 h de envejecimiento), 2 (500 h), 3 (1000 h) y 4 (1500 h); cada subgrupo estaba formado por 5 probetas para las cuatro marcas incluidas en el estudio: F. Z.250, F. Supreme (3M ESPE), Tetric Ceram y Tetric EvoCeram (Ivoclar Vivadent). Los datos obtenidos se analizaron con ANOVA y prueba de Tukey ($p < 0.05$). La energía de polimerización determina el GC en las probetas sin envejecimiento. Sin embargo, deja de ser un factor que influya después de 500 h bajo UV. El GC aumentó significativamente conforme aumentaba el tiempo de envejecimiento: 0 h (53.9%), 500 h (62.7%), 1000 h (77.5%), pero a las 1500 h el material presentaba una disminución significativa de estos valores (61.4%).

La generación de dobles enlaces, debido a la degradación de la matriz orgánica a las 1500 h de envejecimiento, es la causa por la que los valores de GC disminuyen. El profesional clínico responsable de aplicar estos materiales, debe tener en cuenta este comportamiento para revisar con cierta frecuencia las restauraciones con composite.

Palabras clave: Energía de Polimerización, Grado de Conversión, UV, resina Dental



El grado de conversión, es la medida en porcentaje, de enlaces dobles de carbono-carbono que se convierten en sencillos al polimerizar el material: Se ha publicado en diversas ocasiones, que el grado de conversión está relacionado directamente con las propiedades físicas y mecánicas, que permiten un tratamiento restaurador exitoso con resinas compuestas, a medida que aumenta el Grado de Conversión, las propiedades mecánicas son más favorables para que este material funcione como restauración dental. También, está ampliamente estudiado, que la energía de polimerización es factor determinante, para que un número mayor de dobles enlaces carbono – carbono reaccionen y se obtengan los valores adecuados de grado de conversión, que dependiendo de la técnica de medición va desde el 50 al 70 %.



● Lohbauer U, et. al. *Dent Mater* 2005;21(7):608-15.

● Mendes LC, et. al. *Polymer Testing* 2005;24(4):418 - 22.

● Emami N, et. al. *Eur J Oral Sci* 2003;111(6):536-42.

● Yoon TH, et. al. *J Oral Rehabil* 2002;29(12):1165-73.

● Rahiotis C, et. al. *Eur J Oral Sci* 2004;112(1):89-94.



Objetivo

Analizar la influencia de la energía de polimerización, sobre el grado de conversión en composites, en función del tiempo sometido a envejecimiento acelerado por UV.

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



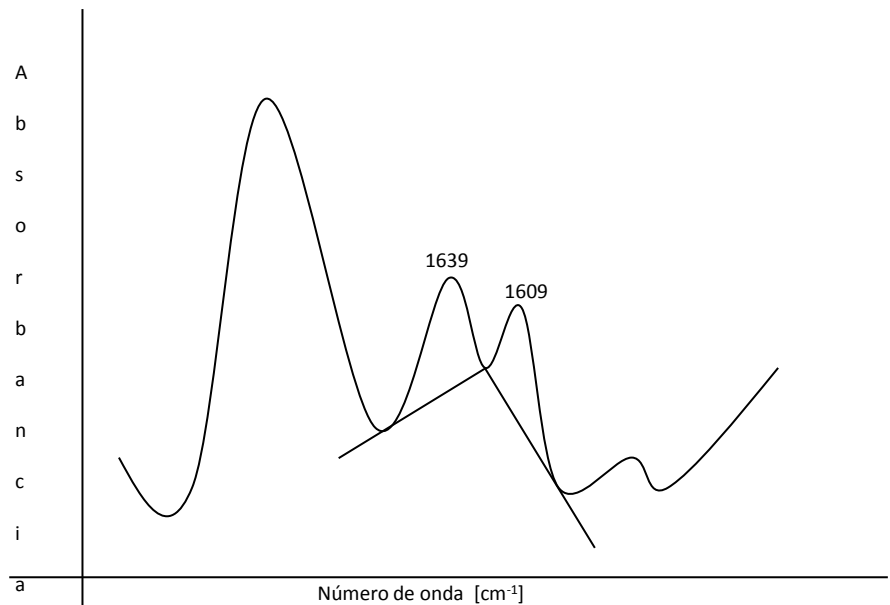
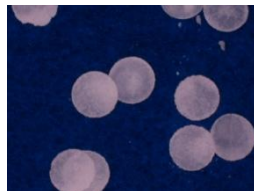
Se fabricaron 60 probetas por cada marca, cuyas dimensiones fueron, de 6 mm de diámetro por 2 de alto, se formaron tres grupos en los cuales se varió la cantidad de energía entregada: Grupo A, probetas polimerizadas con 3.75 J sobre cm^2 , Grupo B utilizando 9 J sobre cm^2 y grupo C aplicándoles 24 J sobre cm^2 . 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. 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. Es importante recalcar que las probetas solo fueron irradiadas por un solo lado. Todas las probetas fueron confeccionadas por un solo operador. De manera aleatoria se formaron 4 subgrupos con 5 probetas cada uno los cuales fueron expuestos a 0, 500, 1000 y 1500 h de envejecimiento acelerado en un equipo Q-pannel con un ciclo de de 4 horas de radiación Ultra Violeta a 60° centígrados y 4 horas de condensación de vapor a 40° centígrados.



Se utilizó un Espectrómetro Infrarrojo con Transformada de Fourier para obtener los gráficos en absorbancia de los materiales analizados. De inicio, se obtuvieron los espectros del material sin polimerizar. Las probetas polimerizadas y envejecidas fueron molidas en un mortero manual hasta pulverizarlas y utilizando 100 mg de sal de bromuro de potasio y 10 mg de polvo, se fabricaron 5 pastillas para analizar con el espectrómetro. El GC se obtuvo de la relación entre la altura de los picos que emitieron los espectros de las dobles ligaduras de carbonos alifáticos en 1639 cm^{-1} y la señal emitida por los dobles enlaces entre carbonos aromáticos, 1609 cm^{-1} . Se utilizó la fórmula que se publica en varios trabajos donde A es la altura del pico a 1639 cm^{-1} y B es la altura del pico a 1609 cm^{-1} .



3.75 J/cm^2				9 J/cm^2				24 J/cm^2				Totales
0 h	500 h	1000 h	1500 h	0 h	500 h	1000 h	1500 h	0 h	500 h	1000 h	1500 h	
5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	60



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



Resultados: Se obtiene la media aritmética y la desviación estándar de cada uno de los subgrupos analizados que es presentada en estos cuadro, y a primera instancia podemos observar lo que ya está comprobado y publicado, a mayor energía de polimerización mayor es el grado de conversión, por lo que no hace pensar que la metodología utilizada es la correcta.

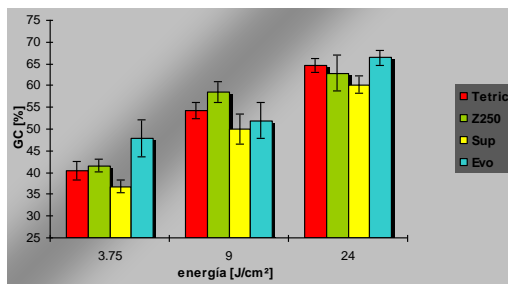


Pruebas de los efectos inter-sujetos

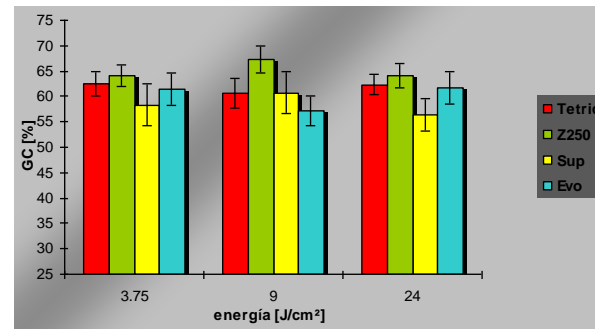
Variable dependiente: Grado de conversión

Fuente	Suma de cuadrados tipo III	gl	Media cuadrática	F	Significación
MARCA	614.85	3	204.95	21.07	0.00
HORAS	15053.77	3	5017.92	515.87	0.00
ENERGÍA	1895.12	2	947.56	97.41	0.00
MARCA * HORAS	969.72	9	107.75	11.08	0.00
MARCA * ENERGÍA	846.43	6	141.07	14.50	0.00
HORAS * ENERGÍA	3318.98	6	553.16	56.87	0.00
MARCA * HORAS * ENERGÍA	848.18	18	47.12	4.84	0.00
Error	1867.61	192	9.73		
Total	990857.314	240			

Prueba de ANOVA para Grado de conversión



GC con 0 h de envejecimiento



GC con 1500 h de envejecimiento



Se realizó el análisis de varianza de todos los datos y se observa que existen diferencias, más lo interesante es saber interpretar donde están estas diferencias, por lo que se procedió a analizar en particular cada uno de los subgrupos de cada marca. En las probetas sin envejecimiento se observa claramente que la energía de polimerización es un factor determinante del grado de conversión y todas las marcas analizadas presentan el mismo comportamiento, más sin embargo después de las primeras 500 horas de envejecimiento, esta determinación deja de existir, por lo que la energía de polimerización deja de ser un factor determinante en los valores de grado de conversión. Ante esta información se decide analizar en conjunto todas las marcas ya que presentan el mismo comportamiento y analizar por separado el subgrupo sin envejecimiento de los subgrupos envejecidos.



<i>Fuente</i>	<i>Suma de cuadrados tipo III</i>	<i>gl</i>	<i>Media cuadrática</i>	<i>F</i>	<i>p</i>
MARCA	350.76	3	116.92	15.69	3.0E-07
ENERGÍA	4792.43	2	2396.21	321.54	1.6E-28
MARCA * ENERGÍA	279.42	6	46.57	6.25	6.7E-05
Error	357.70	48	7.45		
Total	174064.95	60			

Energía de polimerización	<i>N</i>	<i>Subconjunto</i>		
		1	2	3
3.75	20	41.667		
9	20		53.6905	
24	20			63.522



Se hace la prueba de correlación y se comprueba lo que ya se había observado desde las primeras graficas en donde la energía de polimerización deja de ser factor después de las primeras 500 horas de envejecimiento, la regresión lineal nos muestra un R^2 de 0.74.

La segunda parte del análisis estadístico consistió en hacer el ANOVA de las probetas envejecidas, donde arroja que existen diferencias e interacciones significativas, pero como sabemos que todas las marcas tienen el mismo comportamiento se incluyen todas en el análisis post hoc, y también sabemos que la energía de polimerización ya no es un factor que influya en los valores de grado de conversión por lo que también se incluyen todas las energías dentro del análisis. Encontrando que ha 1500 horas el grado de conversión disminuye significativamente, por lo que se pudiera pensar que las propiedades mecánicas también pudieran ser afectadas.



<i>Fuente</i>	<i>Suma de cuadrados tipo III</i>	<i>gl</i>	<i>Media cuadrática</i>	<i>F</i>	<i>p</i>
HORAS	6292.89	2	3146.44	300.08	4.4E-52
MARCA	446.54	3	148.85	14.20	3.7E-08
ENERGÍA	110.91	2	55.45	5.29	6.1E-03
HORAS * MARCA	787.27	6	131.21	12.51	2.5E-11
HORAS * ENERGÍA	310.76	4	77.69	7.41	1.9E-05
MARCA * ENERGÍA	607.11	6	101.18	9.65	6.4E-09
HORAS * MARCA * ENERGÍA	808.08	12	67.34	6.42	4.6E-09
Error	1509.90	144	10.49		
Total	816792.36	180			

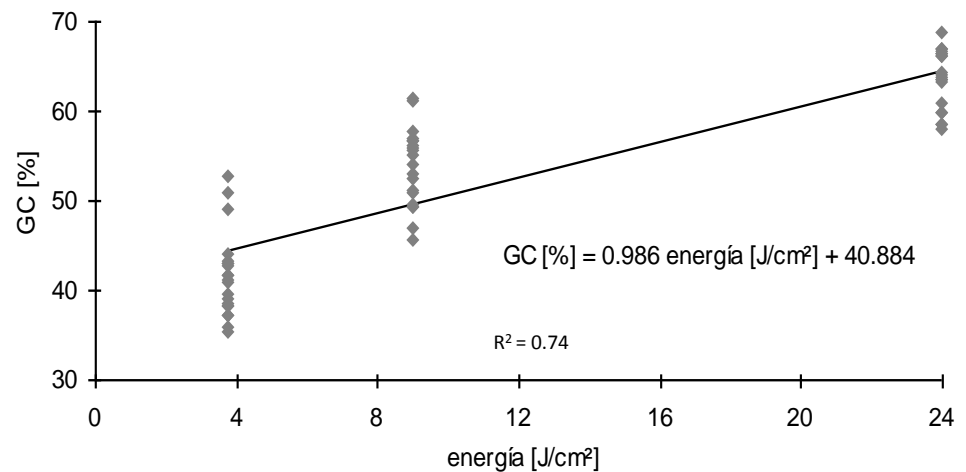
Cuadro de ANOVA variable Grado de Conversión

Hrs. de envejecimiento	<i>N</i>	<i>Subconjunto</i>		
		1	2	3
1500	60	61.4		
500	60		64.2	
1000	60			75.1

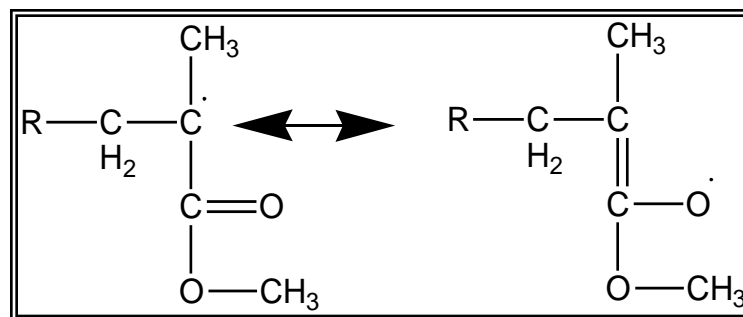
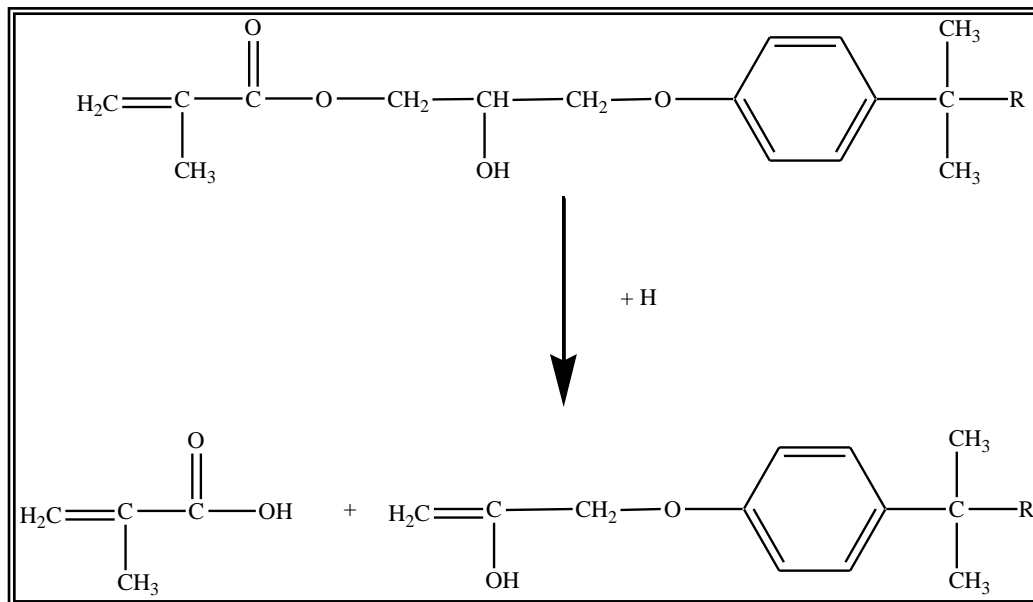


Horas de envejecimiento	N	Coefficiente de correlación	p
0 h	60	0.86	< 0.05
500h	60	0.26	< 0.05
1000h	60	0.14	> 0.05
1500h	60	-0.05	> 0.05

Correlación del grado de conversión y energía de polimerización a diferente tiempo de envejecimiento acelerado.



Regresión lineal para el grupo con 0 horas de envejecimiento



Estabilización de radicales generadas por despolimerización en los grupos metacrilato.



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. Se conoce que inmediatamente después de la activación lumínica, aproximadamente entre el 30 y el 50% de los grupos metacrilato, no han reaccionado y quedan como grupos pendientes; los resultados de este estudio sugieren, que a 1000 horas de envejecimiento por efecto del calor y la radiación UV, aproximadamente un 25% de los grupos metacrilato no han reaccionado y esto se debe a la densidad alcanzada por la red polimérica. Teshima y colaboradores identificaron la formación de ácido metacrílico a partir de la degradación térmica de grupos metacrilatos. Los resultados de este estudio 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 duplicando de este modo los dobles enlaces carbono-carbono del grupo pendiente.



GRACIAS

Energy Density and Degree of Conversion in Resin Composites Aged by UV.
ZAMARRIPA, J. E. ^{*3}, ANCONA, A. L.³, D'ACCORSO, N.², MACCHI, R. L. ¹, ABATE,
P. F.¹ Dental Materials Department F.O. U.B.A¹ – Organic Chemistry Department
F.C.E.y N. U.B.A.² Dentistry Department I.C.Sa. U.A.E.H.³

Contacto: eliezerz@uaeh.edu.mx