

Aline Bassi Denis Bordini do Amaral

**Avaliação do grau de conversão monomérica,  
parâmetros de cinética de polimerização e  
determinação de monômeros residuais em resinas  
experimentais**

Tese apresentada ao Instituto de Química de São Carlos da Universidade de São Paulo para obtenção do título de doutor em ciências.

Área de concentração: Química Analítica e Inorgânica.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Maria de Guzzi Plepis

**Exemplar revisado**

**O exemplar original encontra-se disponível no  
Serviço de Pós-Graduação do IQSC-USP**

São Carlos  
2012

*Dedicatória*

---

---

## DEDICATÓRIA

- *A Deus, que em sua infinita bondade me abençoou com essa vida maravilhosa.*
  
- *Aos meus pais Geraldo e Ivone, que além de me darem a vida, só por isto já me sentiria infinitamente grata, me presentearam com mais, com muito amor, carinho e dedicação. Com humildade me ensinaram a ser responsável, dedicada e acima de tudo humilde. Trabalharam para que meus sonhos pudessem ser realizados. Compartilho com eles os méritos desta conquista.*
  
- *Ao meu amado marido Mauricio, por me fazer feliz e apoiar os meus sonhos, demonstrando sempre muito amor, companheirismo, dedicação e compreensão, sempre pronto a me ajudar. Caminhamos juntos nessa jornada e isto foi essencial para mim nessa conquista.*
  
- *A toda minha família, em especial aos meus irmãos Eduardo e Anali pelo apoio e incentivo. E a minha sobrinha Isabella que proporciona alegria e felicidade em minha vida.*

## *Agradecimentos Especiais*

---

---

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

- *A minha orientadora Prof<sup>a</sup>. Ana Maria de Guzzi Plepis, um exemplo de humildade e honestidade, agradeço pelo incentivo e confiança que permitiu que eu fizesse minhas escolhas na realização dessa tese, bem como pela convivência bastante agradável e amizade durante todos estes anos que ficarão sempre guardados em minha memória.*

- *A minha querida amiga Prof<sup>a</sup> Cristina Diagone, um exemplo de humildade e competência, a quem não tenho palavras para agradecer pela importância para a realização dessa tese, se desdobrando em muitos momentos para me ajudar.*

- *Aos meus sogros Joaquim e Vera, por eles tenho eterna gratidão, pois sempre me incentivaram, principalmente nos momentos mais difíceis, acompanhando toda essa trajetória da minha vida, sendo muito importantes para mim.*

*Agradecimientos*

---

## AGRADECIMENTOS

- Ao Instituto de Química de São Carlos da Universidade de São Paulo e todos os seus funcionários pela oportunidade da realização desse trabalho.
- Ao Laboratório de Bioquímica e Biomaterias do Instituto de Química de São Carlos. Agradeço a todos os colegas que sempre foram receptivos durante o doutorado e, em especial agradeço a Virginia, que sempre muito atenciosa e prestativa, me orientou em muitos momentos.
- Ao Laboratório de Cromatografia, em especial ao Prof. Fernando Lanças, que possibilitou a realização das análises cromatográficas desse trabalho neste laboratório. Aos funcionários Alcimar, Elaine e Odete que sempre foram muito receptivos e aos colegas Paulo, Carlos, Ariane e Raquel que me ajudaram várias vezes.
- Ao Laboratório de Eletroquímica, em especial ao Prof. Hamilton Varela, que possibilitou a utilização do aparelho de FT-IR e ao funcionário Mauro que sempre foi muito atencioso e prestativo e me ajudou na realização das análises por espectroscopia de absorção no infravermelho.
- A todos os professores do curso de pós-graduação do IQSC, pelos ensinamentos transmitidos ao longo do curso de doutorado.
- À empresa Kavo do Brasil (Joinville - SC) que emprestou os equipamentos de fotoativação utilizados nessa tese.
- Ao meu eterno professor de inglês Gary Monroe que nunca mediu esforços para nos ensinar e ajudar (in memoriam).
- Ao Rommel Viana que me ajudou muito, principalmente com os artigos.
- A Anuradha Prakki e Renato Cilli parceiros em um artigo.

- A Silvia da pós-graduação do IQSC, pelas orientações.
  
- As funcionárias da biblioteca do IQSC, em especial a Eliana, pelas orientações na formatação da tese.
  
- À Pro Reitoria, pelo auxílio concedido ao congresso 87th General Session and Exhibition da International Association for Dental Research realizado em Miami, 2009.
  
- A Alcione, que atenciosamente me ajudou na correção gramatical dessa tese.
  
- A Karoline que me ajudou na formatação dessa tese e a Dayana que sempre me ajudou indiretamente.
  
- Ao meu irmão Eduardo e minha cunhada Tatiana Vanzo, que em vários momentos me ajudaram nas correções de inglês de artigos e abstracts enviados para congressos.
  
- À empresa 3M/ESPE, que forneceu resinas para testes piloto.
  
- Aos meus cunhados, Caio, Ricardo e Américo, e cunhadas, Tatiana e Muriel, pelo apoio e incentivo e aos meus sobrinhos Matheus, Alice e Isabella que me fazem muito feliz.
  
- E não esquecendo das professoras Maria Cecília Veronezi e Maria Silvia de Lima Pazim que um dia plantaram uma sementinha da curiosidade para a pesquisa em mim e as quais hoje sou muito grata.



*" Nas grandes batalhas da vida, o primeiro passo para a vitória  
é o desejo de vencer "*  
*Mahatma Gandhi*

## RESUMO

DENIS, A.B. **Avaliação do grau de conversão monomérica, parâmetros de cinética de polimerização e determinação de monômeros residuais em resinas experimentais.** 2012. 115f. Tese (Doutorado) - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2012

Este estudo teve como objetivo investigar múltiplos aspectos relacionados a polimerização da resina composta como: o grau de conversão monomérica (GC), parâmetros da cinética de polimerização e a determinação de monômeros residuais TEGDMA e BisGMA, além de avaliar o desempenho de aparelhos fotoativadores. As resinas compostas experimentais foram manipuladas variando-se os fotoiniciadores R1-) canforoquinona/amina, R2-) PPD/amina, R3-) PPD + canforoquinona/amina) e foram utilizados dois aparelhos para a fotoativação (I-) lâmpada halógena (Demetron LC/ SDS Kerr-USA) e II-) LED (Poly 600/Kavo-Brasil) ambos com  $600 \text{ mW cm}^{-2}$ , por 40 s. O GC após 300 s e os parâmetros de cinética como taxa máxima de conversão ( $R_p^{\text{máx}}$ ), tempo em que ocorreu a taxa máxima de polimerização ( $t_{\text{máx}}$ ) e a conversão quando ocorreu a  $R_p^{\text{máx}}$ , foram determinados por meio de espectroscopia de absorção no infravermelho em tempo real (RT-FTIR). Os espectros foram coletados dos espécimes (n=5) no modo cinética, durante 305 s, entre  $1680$  e  $1550 \text{ cm}^{-1}$ . As 5 primeiras varreduras coletadas serviram para fornecer o espectro de absorção da resina não polimerizada (utilizado no cálculo do GC). Na 6ª varredura, o fotoativador foi ligado (por 40 segundos) enquanto o espectro continuava a ser coletado até 300 s após a ativação da luz. A presença de monômeros residuais (TEGDMA e BisGMA) foi avaliada por meio da cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), sendo que os espécimes (n=6) foram imersos em acetonitrila (5 mL-24 h) com agitação mecânica, o método desenvolvido utilizou: HPLC, coluna C18, fase móvel A: água com trietilamina (0,05%) acidificada com ácido acético (pH 4) e B: acetonitrila, modo de eluição com gradiente (40-85%-17 min/  $55^\circ\text{C}$ ), fluxo de  $1 \text{ mL min}^{-1}$ , detector UV em 210 nm, injeção de  $20 \mu\text{L}$ . Em relação aos resultados de GC após 300 s os maiores valores foram para a resina R1 tanto fotoativada com LED ( $65,90\% \pm 1,81$ ) quanto com a lâmpada halógena ( $64,40\% \pm 0,83$ ), e os menores valores encontrados foram quando a resina R2 foi fotoativada pelo LED ( $35,64\% \pm 1,73$ ) e a única resina que apresentou diferenças significantes em relação as fontes de luz foi a R2. Os valores da  $R_p^{\text{máx}}$  diminuíram nas resinas que apresentavam o fotoiniciador PPD. O tempo de ocorrência da taxa máxima de conversão ( $t_{\text{máx}}$ ) aconteceu mais rapidamente para a resina com CQ. Todas as resinas apresentaram valores de grau de conversão similares no  $t_{\text{máx}}$ . Em relação aos resultados de HPLC, a quantidade de monômeros extraídos (M/M%) variou de  $1,98\% \pm 0,16$  à  $3,34\% \pm 0,07$  para os monômeros TEGDMA e de  $3,57\% \pm 0,30$  à  $7,57\% \pm 0,40$  para os monômeros BisGMA. A resina R2 apresentou a maior quantidade de monômeros residuais quando fotoativada com ambas as fontes, principalmente quando fotoativada com o LED. As resinas R1 e R3 obtiveram comportamento parecidos para ambos fotoativadores. Conclui-se que a resina R3 pode ser uma boa opção, pois quando comparada com a resina R1 apresentou vantagens como: redução na  $R_p^{\text{máx}}$ , bem como o momento em que esta ocorreu ( $t_{\text{máx}}$ ), além de ser adequadamente fotoativada com aparelhos de LED.

Palavras chave: resina, fotoiniciador, grau de conversão, cinética de polimerização, monômeros residuais

## Gracias por visitar este Libro Electrónico

Puedes leer la versión completa de este libro electrónico en diferentes formatos:

- HTML(Gratis / Disponible a todos los usuarios)
- PDF / TXT(Disponible a miembros V.I.P. Los miembros con una membresía básica pueden acceder hasta 5 libros electrónicos en formato PDF/TXT durante el mes.)
- Epub y Mobipocket (Exclusivos para miembros V.I.P.)

Para descargar este libro completo, tan solo seleccione el formato deseado, abajo:

