



**CENTRO UNIVERSITÁRIO CHRISTUS  
CAMPUS PARQUE ECOLÓGICO  
CURSO DE ODONTOLOGIA**

**ISABEL ANDRADE MUNIZ**

**MICRO-RAMAN COMO FERRAMENTA PARA AVALIAR ALTERAÇÕES  
ESTRUTURAIS EM RESINA COMPOSTA APÓS DIFERENTES  
PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO**

**FORTALEZA  
2025**

ISABEL ANDRADE MUNIZ

MICRO-RAMAN COMO FERRAMENTA PARA AVALIAR ALTERAÇÕES  
ESTRUTURAIS EM RESINA COMPOSTA APÓS DIFERENTES  
PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO

Trabalho de conclusão de curso  
apresentado como requisito parcial  
para obtenção do título de Graduada  
em Odontologia, pelo Curso de  
Odontologia do Centro Universitário  
Christus

Orientadora: Profa. Dra. Diana Araújo  
Cunha.

FORTALEZA

2025

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Centro Universitário Christus - Unichristus  
Gerada automaticamente pelo Sistema de Elaboração de Ficha Catalográfica do  
Centro Universitário Christus - Unichristus, com dados fornecidos pelo(a) autor(a)

M963m Muniz, Isabel Andrade.

Micro-Raman como Ferramenta para Avaliar Alterações  
Estruturais em Resina Composta após Diferentes Protocolos de  
Envelhecimento / Isabel Andrade Muniz. - 2025.

27 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Centro  
Universitário Christus - Unichristus, Curso de Odontologia,  
Fortaleza, 2025.

Orientação: Profa. Dra. Diana Araújo Cunha.

1. Resina Composta. 2. Odontologia Legal. 3. Análise Espectral  
Raman. I. Título.

CDD 617.6

ISABEL ANDRADE MUNIZ

MICRO-RAMAN COMO FERRAMENTA PARA AVALIAR ALTERAÇÕES  
ESTRUTURAIS EM RESINA COMPOSTA APÓS DIFERENTES  
PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO

Trabalho de conclusão de curso  
apresentado como requisito parcial  
para obtenção do título de Graduado  
em Odontologia, pelo Curso de  
Odontologia do Centro Universitário  
Christus

Orientador(a): Prof(a). Dr(a). Diana  
Arajo Cunha.

Aprovado em: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_.

BANCA EXAMINADORA

---

Prof. Ma. Ana Carolina Luna  
Centro Universitário Christus (UNICHRISTUS)

---

Prof. Dr. Pedro Henrique Acioly  
Centro Universitário Christus (UNICHRISTUS)

---

Prof. Dra. Diana Araújo Cunha  
Centro Universitário Christus (UNICHRISTUS)

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus, por me conceder força, saúde e fé ao longo dessa caminhada. Sem Sua presença constante, teria sido muito mais difícil enfrentar os desafios e manter a esperança viva em cada etapa dessa jornada.

Aos meus pais, meu alicerce, que sempre estiveram ao meu lado com palavras de incentivo, muito apoio e amor. Agradeço por acreditarem em mim mesmo nos momentos em que eu mesma duvidei.

Ao meu companheiro, pelo seu amor, pela paciência, carinho e por caminhar comigo mesmo nos dias mais difíceis. Obrigada por ser meu porto seguro e por estar sempre presente, mesmo nas ausências.

Aos meus filhos, que me ensinaram o verdadeiro significado de amor incondicional e me motivaram a seguir firme até a conquista deste sonho. Ser mãe durante esse processo foi um dos maiores desafios, mas também uma das maiores forças que pude encontrar dentro de mim.

Agradeço também a todos que, de alguma forma, contribuíram para que este trabalho se tornasse possível, sejam com palavras de encorajamento, ajuda prática ou simplesmente acreditando em mim quando eu mesma já não tinha certeza. Finalizo esta etapa com o coração cheio de gratidão. Cada esforço valeu a pena, e dedico esta conquista a todos que torceram por mim, e acreditaram que eu era capaz.

## RESUMO

As resinas compostas são amplamente empregadas na odontologia restauradora por sua estética, versatilidade e capacidade adesiva, mas estão sujeitas à degradação causada por umidade, variações térmicas e exposição prolongada, fatores que podem alterar suas propriedades estruturais. Na odontologia forense, compreender o comportamento desses materiais frente ao envelhecimento é essencial para a identificação humana e análise de vestígios. Nesse contexto, a espectroscopia micro-Raman, técnica sensível e não destrutiva, permite identificar alterações químicas em materiais restauradores.

Este estudo avaliou possíveis alterações estruturais em resinas compostas submetidas a diferentes protocolos de envelhecimento artificial, por meio da espectroscopia micro-Raman, considerando sua aplicabilidade forense. Corpos-de-prova foram distribuídos em três grupos: Imediato, Estufa (3 meses) e Açude (3 meses), submetidos à imersão em água doce ou armazenamento em estufa. As análises Raman foram realizadas entre 1500–1700 cm<sup>-1</sup>, com foco nos picos 1608 cm<sup>-1</sup> (C=C aromática) e 1635 cm<sup>-1</sup> (C=C alifática). Os resultados mostraram ausência de diferenças estatisticamente significativas entre os grupos envelhecidos e o imediato ( $p > 0,05$ ). Embora pequenas variações numéricas tenham sido observadas, os protocolos utilizados não promoveram alterações detectáveis na estrutura química da resina composta. Essa estabilidade é relevante para a odontologia forense, pois indica que as resinas mantêm sua assinatura espectral mesmo após exposição a condições ambientais desafiadoras. Conclui-se que a micro-Raman é uma ferramenta útil e sensível na caracterização de resinas compostas envelhecidas, com potencial aplicação em análises laboratoriais e forenses. Estudos futuros devem investigar tempos maiores de exposição, métodos de envelhecimento mais agressivos e diferentes tipos de resinas para ampliar o conhecimento sobre seu comportamento em ambientes extremos.

**Palavras-chave:** Resina composta. Odontologia legal. Análise Espectral Raman.

## ABSTRACT

Composite resins are widely used in restorative dentistry due to their aesthetics, versatility, and adhesive capacity, but they are susceptible to degradation caused by moisture, thermal variations, and prolonged exposure, factors that may alter their structural properties. In forensic dentistry, understanding the behavior of these materials under aging conditions is essential for human identification and trace analysis. In this context, micro-Raman spectroscopy, a sensitive and non-destructive technique, enables the detection of chemical changes in restorative materials. This study evaluated possible structural alterations in composite resins subjected to different artificial aging protocols using micro-Raman spectroscopy, considering their forensic applicability. Specimens were divided into three groups: Immediate, Oven (3 months), and Freshwater Pond (3 months), undergoing either immersion in freshwater or storage in an oven. Raman analyses were performed between  $1500\text{--}1700\text{ cm}^{-1}$ , focusing on the peaks at  $1608\text{ cm}^{-1}$  (aromatic C=C) and  $1635\text{ cm}^{-1}$  (aliphatic C=C). The results showed no statistically significant differences between the aged groups and the immediate group ( $p > 0.05$ ). Although small numerical variations were observed, the protocols used did not promote detectable chemical changes in the composite resin structure. This stability is relevant to forensic dentistry, as it indicates that composite resins maintain their spectral signature even after exposure to challenging environmental conditions. It is concluded that micro-Raman spectroscopy is a useful and sensitive tool for characterizing aged composite resins, with potential application in laboratory and forensic analyses. Future studies should investigate longer exposure times, more aggressive aging methods, and different types of resins to expand knowledge about their behavior in extreme environments.

**Keywords:** Composite resins. Forensic Dentistry. Spectrum Analysis. Raman.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>09</b>
<b>2. JUSTIFICATIVA .....</b>	<b>11</b>
<b>3. OBJETIVOS.....</b>	<b>12</b>
<b>3.1 Objetivo geral.....</b>	<b>12</b>
<b>4. REFERENCIAL TEÓRICO .....</b>	<b>13</b>
<b>5. MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>15</b>
<b>5.1. Tipo de estudo e considerações éticas.....</b>	<b>15</b>
<b>5.2. Confecção dos corpos de prova.....</b>	<b>15</b>
<b>5.3. Grupos experimentais e condições de envelhecimento.....</b>	<b>15</b>
<b>5.3.1. Envelhecimento em água doce.....</b>	<b>16</b>
<b>5.4. Análise por espectroscopia Micro-Raman.....</b>	<b>16</b>
<b>5.5. Análise estatística.....</b>	<b>17</b>
<b>6. RESULTADOS.....</b>	<b>18</b>
<b>7. DISCUSSÃO .....</b>	<b>20</b>
<b>8. CONCLUSÃO .....</b>	<b>23</b>
<b>9. REFERÊNCIAS .....</b>	<b>24</b>

## 1. INTRODUÇÃO

As resinas compostas são materiais amplamente utilizados atualmente na odontologia restauradora, em razão de três características fundamentais: estética refinada, adesão eficiente aos tecidos dentários e adequação funcional, permitindo tanto o restabelecimento da forma quanto da função do dente. Em estudos clínicos e laboratoriais, essas vantagens consolidaram os compósitos como a escolha preferencial nas restaurações diretas e em procedimentos com forte apelo estético (SILVA *et al.*, 2008; ARAÚJO-NETO *et al.*, 2020; RODRIGUES *et al.*, 2021).

Entretanto, ao longo do tempo, essas restaurações ficam sujeitas, no ambiente bucal, a condições complexas e agressivas, tais como penetração de água, ciclos térmicos repetidos, ação de agentes biológicos e ácidos, bem como a influência provocada por alimentos e poluentes. Esses fatores ambientais podem desencadear alterações na estrutura molecular do material, na interface matriz–carga e nas suas propriedades físico-químicas (SOARES; NAHÓRNY; MARTIN, 2013). Estudos indicam que a sorção de água e a solubilidade estão diretamente associadas à liberação de monômeros residuais e à redução da dureza e estabilidade de cor dos compósitos (DÜLGER; KOŞAR, 2023).

Além disso, pesquisas mais recentes demonstram que o modo e os parâmetros de polimerização (cura) afetam de forma significativa a sorção de água e a estabilidade cromática das resinas, o que impacta diretamente a longevidade clínica das restaurações (HUGHAN *et al.*, 2022). A degradação decorrente desses fenômenos não compromete apenas o desempenho clínico das restaurações também possui relevância crescente na área da odontologia forense.

O estudo das alterações em resinas compostas submetidas a condições de envelhecimento, como imersão em ambientes agressivos, apresenta grande relevância para a perícia forense. A identificação de mudanças na microdureza, rugosidade e coloração desses materiais permitem não apenas diferenciar tipos de restaurações, mas também estimar o tempo de exposição a determinadas condições ambientais, contribuindo para a reconstrução de eventos pós-morte. Dessa forma, compreender o comportamento e a degradação de resinas compostas em cenários forenses amplia a precisão das análises odontológicas

e fortalece o uso desses materiais como evidência pericial (SALEMA *et al.*, 2020).

Diante desse panorama, técnicas analíticas de alta sensibilidade ganham destaque. A espectroscopia Raman e, mais especificamente, a micro-Raman se mostra como uma técnica não destrutiva apta a investigar modificações na estrutura molecular, na interface matriz–carga e no grau de conversão dos monômeros em polímero. Revisões recentes destacam que essa técnica é capaz de analisar tanto os componentes orgânicos quanto inorgânicos de materiais odontológicos, identificando bandas vibracionais como C=O, C=C e Si–O–Si, e detectando alterações que ainda não se manifestam macroscopicamente (OTEL *et al.*, 2023).

Outros estudos laboratoriais mostram que a sorção de água e a hidroabsorção contribuem para a degradação da rede polimérica dos compósitos: a penetração de água na matriz promove expansão da rede, ruptura de pontes de hidrogênio, lixiviação de monômeros e enfraquecimento da interface matriz–carga, resultando em deterioração do material (ALRAHLAH *et al.*, 2022). Esse conjunto de fatores ambientais e intrínsecos justifica a necessidade de avaliar protocolos de envelhecimento acelerado tais como ciclos térmicos, imersão em soluções ácidas ou pigmentadas e de empregar técnicas analíticas capazes de evidenciar alterações estruturais sutis (HUGHAN *et al.*, 2022).

Nesse contexto, o presente estudo propõe-se a avaliar, por meio da espectroscopia micro-Raman, as alterações estruturais em resinas compostas submetidas a diferentes protocolos de envelhecimento, com ênfase em sua aplicação para a perícia forense odontológica.

## 2. JUSTIFICATIVA

As resinas compostas estão sujeitas a degradação estrutural decorrente de fatores ambientais, como umidade, temperatura e exposição prolongada a diferentes meios. Compreender como esses materiais se comportam após o envelhecimento é essencial tanto para a odontologia restauradora quanto para a odontologia forense, especialmente em situações nas quais restaurações podem ser utilizadas como elementos de identificação em ambientes extremos. A espectroscopia micro-Raman destaca-se como técnica sensível e não destrutiva capaz de detectar alterações vibracionais sutis na matriz polimérica, permitindo avaliar a estabilidade estrutural de resinas mesmo após desafios ambientais. Assim, justifica-se este estudo pela necessidade de investigar se diferentes protocolos de envelhecimento artificial são capazes de promover mudanças detectáveis nos picos Raman característicos da resina composta, contribuindo para a compreensão de sua durabilidade e para sua aplicabilidade em contextos periciais.

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1. Objetivo geral**

Avaliar, por meio da espectroscopia micro-Raman, possíveis alterações estruturais em resinas compostas submetidas a diferentes protocolos de envelhecimento, examinando sua aplicabilidade como método analítico para identificação e caracterização de materiais restauradores.

#### 4. REFERENCIAL TEÓRICO

As resinas compostas odontológicas consistem em uma matriz orgânica de monômeros dimetacrilato, reforçada por partículas de carga inorgânicas e agentes de acoplamento silânico. Esta composição permite aliar estética e desempenho mecânico. Estudos nacionais destacam que “a composição dos monômeros e as características das partículas de carga influenciaram significativamente as propriedades físico-mecânicas dos compósitos testados” (ARAÚJO-NETO; SEBOLD; CASTRO *et al.*, 2020). A qualidade da cura da rede polimérica influencia diretamente propriedades como dureza, contração de polimerização e absorção de água (SILVA *et al.*, 2008).

O processo de polimerização das resinas compostas gera contração de volume e tensões internas que podem comprometer a integridade da interface dente-restauração, favorecendo microgaps e infiltração. No estudo sobre eficiência de fotopolimerização, argumenta-se que “a energia radiante das unidades de fotopolimerização deve ser suficiente; caso contrário, afetará as propriedades físico-mecânicas das resinas compostas” (RODRIGUES *et al.*, 2021). Assim, a integridade estrutural está diretamente ligada ao desempenho clínico e, em contexto forense, à análise de falhas restauradoras.

O envelhecimento das resinas compostas por imersão em água, termociclagem, desgaste mecânico ou exposição química promove alterações estruturais na matriz polimérica e na interface partícula-carga, levando à fissuração, lixiviação de monômeros residuais e degradação do silano. Em estudo brasileiro, foi constatada alteração significativa de propriedades físicas de resinas compostas após envelhecimento artificial (SOARES; NAHÓRNY; MARTIN, 2013). Essas alterações são críticas para a durabilidade do material e para sua avaliação em contextos clínicos ou forenses, tornando imperativo o uso de técnicas analíticas capazes de detectar mudanças estruturais precocemente.

A espectroscopia Raman configura-se como ferramenta promissora para avaliação de alterações microestruturais, pois permite análise vibracional das ligações químicas com alta resolução espacial e praticamente sem preparo invasivo da amostra. García-Manrique *et al.* (2019) demonstraram que a técnica pode ser utilizada para analisar a interface adesivo-dentina, mostrando-se

sensível à presença de modificações químicas e estruturais nos materiais odontológicos.

No contexto das resinas compostas, a aplicação da espectroscopia Raman permite avaliar grau de conversão e alterações microestruturais após protocolos de envelhecimento, como imersão, termociclagem ou desgaste. Assim, a utilização da espectroscopia Raman se mostra de elevado valor técnico e científico, contribuindo para parametrizar o envelhecimento artificial de resinas compostas e fornecer subsídios para estudos periciais.

Portanto, este estudo considera pertinente a utilização da espectroscopia Raman como ferramenta analítica para investigar alterações estruturais em resinas compostas submetidas a protocolos de envelhecimento artificial, tendo em vista sua alta sensibilidade, resolução micrométrica e caráter quase não destrutivo. A análise das bandas vibracionais relacionadas às ligações C=C alifáticas e aromáticas permite identificar padrões de estabilidade ou reorganização molecular que podem ocorrer ao longo do tempo, influenciando o comportamento clínico do material restaurador.

## 5. MATERIAIS E MÉTODOS

### 5.1. Tipo de estudo e considerações éticas

Trata-se de um estudo experimental, quantitativo e controlado, realizado entre maio e julho de 2025. A pesquisa dispensa submissão à Plataforma Brasil, uma vez que não envolve seres humanos ou animais, utilizando exclusivamente materiais odontológicos para a confecção dos espécimes.

### 5.2. Confecção dos corpos de prova

Os corpos de prova foram confeccionados utilizando um molde em silicona de condensação (Figuram1), obtido de um negativo com 2 mm de espessura e 14 mm de diâmetro externo, contendo um orifício central de 6 mm de diâmetro (Figura 2).— correspondente ao diâmetro da ponta do aparelho fotopolimerizador.

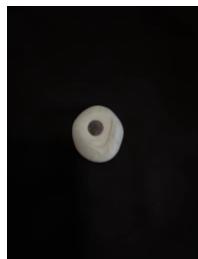


Figura 1. Molde de silicona de condensação. Imagem de arquivo pessoal.



Figura 2. Negativo com 2mm de espessura e 14mm de diâmetro externo, contendo um orifício central de 6mm de diâmetro. Imagem de arquivo pessoal.

Foram produzidos nove espécimes para cada grupo experimental ( $n = 9$ ), totalizando 27 amostras.

A resina composta utilizada foi Opallis A2E nanohíbrida (FGM, Brasil). A inserção foi realizada em camada única, preenchendo o orifício central do molde (Figura 3). Foram produzidos nove espécimes para cada grupo experimental ( $n = 9$ ), totalizando 27 amostras.



Figura 3. Molde preenchido com resina composta Opallis A2E nanohíbrida para confecção dos espécimes. Imagem de arquivo pessoal.

Sobre a superfície foi posicionada uma tira de poliéster, seguida da fotoativação por 40 segundos utilizando um fotopolímerizador LED Radii-cal (SDI, Austrália), cuja potência foi previamente aferida ( $\approx 400 \text{ mW/cm}^2$ ) com radiômetro Demetron (Kerr Sybron Dental, EUA).

Após a polimerização, os espécimes foram regularizados com lixas de granulação grossa, média e fina, em sequência padronizada. (Figura 4). Em seguida, foram acondicionados em recipientes opacos para proteção da luz e armazenados a  $37^\circ\text{C}$  por 24 horas para conclusão da reação de pós-polimerização.



Figura 4. Espécime após regularização. Imagem de arquivo pessoal.

### 5.3. Grupos experimentais e condições de envelhecimento

Os espécimes foram distribuídos em três grupos experimentais:

- G1 – Imediato: leitura Raman realizada após as 24 horas de armazenamento inicial.

- G2 – Estufa: espécimes mantidos em estufa a 37 °C por 3 meses.
- G3 – Açude (água doce): espécimes submersos por 3 meses em água doce.

### 5.3.1. Envelhecimento em água doce

Para o grupo Açude, os espécimes foram acondicionados em tubos de coleta esterilizados, agrupados e fixados com segurança em ponto estável, sendo posteriormente submersos em água doce em local indicado pela equipe gestora da pesquisa (Figura 4). Após 3 meses de imersão contínua, as amostras foram retiradas, secas suavemente e encaminhadas para análise.



Figura 4. Tubo de coleta contendo água doce para submersão dos espécimes.

### 5.4. Análise por espectroscopia Micro-Raman

As amostras foram analisadas por espectroscopia micro-Raman com o objetivo de mensurar as intensidades das bandas vibracionais características da matriz orgânica das resinas compostas, avaliando possíveis alterações decorrentes do envelhecimento. As leituras foram realizadas utilizando um espectrômetro micro-Raman (Xplora Horiba, Paris, França) equipado com laser de 785 nm, objetiva de 100×, tempo de aquisição de 5 segundos e 10 acumulações por leitura, na faixa espectral de 1500 a 1700  $\text{cm}^{-1}$ .

Para cada espécime, foram obtidas três leituras em diferentes regiões, totalizando nove medições por grupo experimental. Todas as análises foram realizadas em temperatura ambiente padronizada ( $23 \pm 1$  °C).

Duas bandas principais foram selecionadas para análise:

- $1608 \text{ cm}^{-1}$  — banda atribuída ao estiramento da ligação C=C aromática
- $1635 \text{ cm}^{-1}$  — banda atribuída ao estiramento da ligação C=C alifática

### **5.5. Análise estatística**

Os dados foram tabulados no Microsoft Excel e expressos como média e desvio-padrão. A normalidade foi verificada pelo teste de Kolmogorov-Smirnov. Para comparação entre os grupos experimentais, aplicou-se ANOVA one-way, seguida do teste post-hoc de Tukey, adotando nível de significância de 5% ( $p < 0,05$ ).

## 6. RESULTADOS

A análise das intensidades dos picos Raman em  $1608\text{ cm}^{-1}$  e  $1635\text{ cm}^{-1}$  permitiu avaliar possíveis alterações estruturais nas resinas compostas submetidas aos diferentes protocolos de envelhecimento. Os grupos avaliados foram: Imediato, Açude (3 meses) e Estufa (3 meses). Apesar de variações numéricas entre os grupos, observou-se alta variabilidade interna que influenciou a significância estatística das comparações.

Os valores de média e desvio-padrão mostram que o grupo Imediato apresentou maior dispersão dos dados, sobretudo no pico  $1608\text{ cm}^{-1}$ , sugerindo que a estrutura inicial da matriz orgânica recém-polimerizada apresenta maior heterogeneidade. Essa variabilidade é esperada devido à reação de polimerização ainda em processo de estabilização nas primeiras horas, o que influencia diretamente a intensidade das bandas vibracionais.

No grupo Açude, os valores médios foram mais baixos e com menor variabilidade, o que pode indicar leve reorganização estrutural após o envelhecimento em meio aquoso. A manutenção de picos relativamente estáveis está de acordo com relatos da literatura, que descrevem que a água pode atuar como plastificante, reduzindo tensões internas sem grandes alterações químicas detectáveis pelos picos analisados.

O grupo Estufa apresentou valores intermediários para os picos, porém com desvios-padrão elevados, especialmente no pico  $1608\text{ cm}^{-1}$ . O aquecimento prolongado tende a promover relaxamento pós-cura e rearranjos estruturais internos, porém esses ajustes podem ocorrer de maneira não uniforme entre os espécimes, justificando a variabilidade observada.

A ANOVA one-way foi utilizada para verificar se as diferenças observadas nas intensidades dos picos Raman entre os grupos eram estatisticamente significativas.

Para o pico em  $1608\text{ cm}^{-1}$ , não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos ( $p = 0,299$ ;  $p > 0,05$ ). Para o pico em  $1635\text{ cm}^{-1}$ , também não foi observada diferença significativa entre os grupos ( $p = 0,172$ ;  $p > 0,05$ ).

Esses resultados demonstram que, apesar das mudanças numéricas nas médias, o envelhecimento por três meses, tanto em açude quanto em estufa, não promoveu alterações suficientemente consistentes para modificar estatisticamente as intensidades dos picos analisados.

Tabela 1 - Médias e desvios-padrão das intensidades dos picos Raman em  $1608\text{ cm}^{-1}$  e  $1635\text{ cm}^{-1}$  nos três grupos experimentais.

Grupo	Pico 1608 (média $\pm$ DP)	Pico 1635 (média $\pm$ DP)
<b>Imediato</b>	$22.89 \pm 35.90$	$8.39 \pm 1.46$
<b>Açude</b>	$5.93 \pm 1.21$	$4.11 \pm 1.35$
<b>Estufa</b>	$14.62 \pm 15.52$	$11.87 \pm 14.54$

Fonte: Próprio autor

## 7. DISCUSSÃO

O presente estudo investigou, por meio da espectroscopia micro-Raman, possíveis alterações estruturais em resinas compostas submetidas a diferentes protocolos de envelhecimento artificial. A análise das intensidades dos picos  $1608\text{ cm}^{-1}$  e  $1635\text{ cm}^{-1}$  demonstrou variações numéricas entre os grupos Imediato, Açude e Estufa; porém, tais diferenças não foram estatisticamente significativas, indicando que os protocolos empregados não promoveram modificações estruturais detectáveis nas bandas vibracionais avaliadas. Esses achados sugerem que, nas condições testadas, a matriz orgânica da resina composta manteve estabilidade suficiente para preservar o comportamento vibracional das bandas monitoradas.

A literatura demonstra que a espectroscopia micro-Raman é uma ferramenta poderosa para a análise estrutural de resinas compostas, especialmente devido à sua alta sensibilidade às ligações químicas presentes no material. Um dos marcadores mais relevantes no espectro Raman é o pico na região de  $1607\text{--}1608\text{ cm}^{-1}$ , atribuído ao estiramento C=C aromático dos monômeros metacrilatos. Essa banda funciona como um ponto de referência interno essencial, permitindo avaliar características estruturais e a integridade química das resinas (ZOU *et al.*, 2007; ALREFEAI *et al.*, 2021). Embora o presente estudo não tenha calculado o grau de conversão, a avaliação individual desses picos forneceu informações relevantes sobre a estabilidade vibracional do compósito.

Pesquisas mostram que a espectroscopia micro-Raman pode ser mais sensível do que técnicas como FTIR para detectar alterações na polimerização e na estrutura molecular de materiais restauradores (PIANELLI *et al.*, 1999). Essa sensibilidade ampliada é particularmente útil em cenários forenses, nos quais compósitos podem sofrer exposição a estressores ambientais, como variações de temperatura, umidade ou submersão prolongada. De fato, estudos recentes destacam que o Raman é capaz de

identificar pequenas mudanças químicas induzidas por diferentes condições ambientais (DUMITRESCU *et al.*, 2025), reforçando sua aplicabilidade quando materiais restauradores são encontrados em situações pós-morte ou em ambientes adversos.

Um aspecto importante observado neste estudo é que, mesmo após três meses de envelhecimento em condições distintas, submersão em água doce e armazenamento em estufa, as cadeias poliméricas da resina composta mantiveram estabilidade estrutural, preservando o padrão vibracional característico dos picos analisados. A ausência de alterações significativas nas bandas de  $1608\text{ cm}^{-1}$  e  $1635\text{ cm}^{-1}$  indica que o material mantém sua assinatura espectral mesmo após exposição ambiental prolongada. Este resultado é especialmente relevante na odontologia forense, pois sugere que resinas submetidas a períodos semelhantes de envelhecimento mantêm marcadores espectrais confiáveis, o que pode auxiliar no reconhecimento e caracterização de restaurações em contextos periciais, inclusive em situações nas quais se busca estimar condições de exposição pós-morte.

Além da avaliação estrutural, a espectroscopia micro-Raman também tem sido empregada no estudo da resistência de união e das propriedades interfaciais entre resinas compostas e substratos dentários (ALSHAHRANI *et al.*, 2020; HAN *et al.*, 2018). Embora o presente estudo não tenha analisado aspectos mecânicos, os resultados obtidos são compatíveis com a evidência de que exposições ambientais moderadas nem sempre produzem alterações moleculares suficientes para serem detectadas pelas bandas vibracionais monitoradas.

A ausência de diferenças significativas entre os grupos pode ser explicada pela natureza dos protocolos de envelhecimento empregados. Tanto a submersão em água doce quanto o armazenamento em estufa por três meses são considerados desafios relativamente moderados. Estudos mostram que alterações estruturais mais evidentes tendem a ocorrer em exposições mais prolongadas ou em condições extremas, como termociclagem, radiação UV intensa ou ambientes quimicamente agressivos (SOARES *et al.*, 2013). Assim, os achados deste estudo são coerentes com a literatura e reforçam que a resina composta apresenta boa estabilidade estrutural frente aos desafios testados.

Entre as limitações do estudo, destaca-se o tempo relativamente curto de exposição, bem como a utilização de apenas uma marca e um tipo de resina composta, o que reduz a possibilidade de extrapolação dos resultados. Futuros trabalhos podem empregar tempos maiores de envelhecimento, diferentes graus de agressividade ambiental, termociclagem ou técnicas complementares como FTIR, MEV e DSC para ampliar a compreensão das alterações induzidas por diferentes cenários periciais.

Por fim, os resultados confirmam a aplicabilidade da espectroscopia micro-Raman como método sensível, não destrutivo e útil na caracterização de materiais restauradores, com potencial de apoio tanto em pesquisas laboratoriais quanto em investigações forenses envolvendo identificação humana e análise de remanescentes odontológicos expostos a diferentes condições ambientais.

## 8. CONCLUSÃO

A espectroscopia micro-Raman mostrou que os diferentes protocolos de envelhecimento avaliados, submersão em açude e armazenamento em estufa por três meses, não promoveram alterações estatisticamente significativas nas intensidades dos picos  $1608\text{ cm}^{-1}$  e  $1635\text{ cm}^{-1}$  das resinas compostas. Apesar das variações numéricas observadas, a ANOVA e o teste de Tukey confirmaram que a estrutura vibracional do material permaneceu estável nas condições testadas. Assim, a resina composta manteve comportamento estrutural consistente após o envelhecimento artificial, e a técnica micro-Raman demonstrou ser uma ferramenta adequada para caracterização e análise desse material, com potencial aplicação em contextos clínicos e forenses.

## REFERÊNCIAS

- ALHENAKI, Aasem M. *et al.* Dentin Bond Integrity of Filled and Unfilled Resin Adhesive Enhanced with Silica Nanoparticles—An SEM, EDX, Micro-Raman, FTIR and Micro-Tensile Bond Strength Study. **Polymers**, [s.l.], v. 13, n. 7, p. 1093, 30 mar. 2021. Disponível em <https://www.mdpi.com/2073-4360/13/7/1093>. Acesso em: 15 dez. 2025.
- ALRAHLAH, Ali *et al.* Water Sorption, Water Solubility, and Rheological Properties of Resin-Based Dental Composites Incorporating Immobilizable Eugenol-Derivative Monomer. **Polymers**, [s.l.], v. 14, n. 3, p. 366, 18 jan. 2022. Disponível em <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/35160354/>. Acesso em: 15 dez. 2025.
- ALREFEAI, Mohammad H. *et al.* Application of  $\beta$ -Tricalcium Phosphate in Adhesive Dentin Bonding. **Polymers**, [s.l.], v. 13, n. 17, p. 2855, 25 ago. 2021. Disponível em <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC8434446/>. Acesso em: 15 dez. 2025.
- ALSHAHRANI, Abdullah *et al.* Graphene oxide nano-filler based experimental dentine adhesive. A SEM / EDX, Micro-Raman and microtensile bond strength analysis. **Journal Of Applied Biomaterials & Functional Materials**, [s.l.], v. 18, jan. 2020. Disponível em <https://journals.sagepub.com/doi/10.1177/2280800020966936>. Acesso em: 15 dez. 2025.
- ARAÚJO-NETO, Vitaliano Gomes de *et al.* Evaluation of physico-mechanical properties and filler particles characterization of conventional, bulk-fill, and bioactive resin-based composites. **Journal Of The Mechanical Behavior Of Biomedical Materials**, [s.l.], v. 115, p. 104288, mar. 2021. Disponível em <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1751616121000662>. Acesso em: 15 dez 2025.
- DÜLGER, Kivanç; KOŞAR, Tuğba. Microhardness, Degree of Conversion, and Water Sorption/Solubility of Non-expired and Expired (Two and Three Years) Dental Composites. **Bezmialem Science**, [s.l.], v. 11, n. 2, p. 151-157, 26 abr. 2023. Disponível em <https://bezmialemscience.org/articles/microhardness-degree-of-conversion-and-water-sorptionsolubility-of-non-expired-and-expired-two-and-three-years-dental-composites/bas.galenos.2022.64935>. Acesso em: 15 dez. 2025.
- FAUZIAH, Yessy Andriani *et al.* Forensic Identification Using Dental Restorations: a radiographic and material-based perspective. **Conservative Dentistry Journal**, [s.l.], v. 15, n. 1, p. 1-4, 26 mar. 2025. Disponível em <https://e->

journal.unair.ac.id/CDJ/article/view/71330/32253. Acesso em: 15 dez. 2025.

GARCÍA-MANRIQUE, Juan A. *et al.* Study of the Degree of Cure through Thermal Analysis and Raman Spectroscopy in Composite-Forming Processes. **Materials**, [S.L.], v. 12, n. 23, p. 3991, 2 dez. 2019. Disponível em <https://www.mdpi.com/1996-1944/12/23/3991>. Acesso em: 15 dez. 2025.

HEMASATHYA, Bahavathiananthan; BALAGOPAL, Sundaresan. A study of composite restorations as a tool in forensic identification. **Journal Of Forensic Dental Sciences**, [s.l.], v. 5, n. 1, p. 35, 2013. Disponível em <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC3745656/>. Acesso em 15 dez. 2025.

HUANG, Wenkai *et al.* Evaluation of the Color Stability, Water Sorption, and Solubility of Current Resin Composites. **Materials**, [s.l.], v. 15, n. 19, p. 6710, 27 set. 2022. Disponível em <https://www.mdpi.com/1996-1944/15/19/6710>. Acesso em: 15 dez. 2025.

OTEL, Iulian *et al.* Overall Review on Recent Applications of Raman Spectroscopy Technique in Dentistry. **Quantum Beam Science**, [s.l.], v. 7, n. 1, p. 5, 1 fev. 2023. Disponível em <https://www.mdpi.com/2412-382X/7/1/5>. Acesso em 15 dez. 2025.

PIANELLI, C. *et al.* The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. **Journal Of Biomedical Materials Research**, [s.l.], v. 48, n. 5, p. 675-681, 1999. Disponível em [https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/\(SICI\)1097-4636\(1999\)48:5](https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/(SICI)1097-4636(1999)48:5). Acesso em 14 dez. 2025.

RODRIGUES, Bianca Berto *et al.* Propriedades da resina composta bulk fill: uma revisão da literatura. **Research, Society And Development**, [s.l.], v. 10, n. 13, p. 136101320852, 9 out. 2021. Research, Society and Development. <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i13.20852>. Disponível em: <https://rsdjurnal.org/index.php/rsd/article/view/20852>. Acesso em: 14 dez. 2025.

SALEMA, Caroline Frota Brito de Almeida *et al.* Forensic study of mechanical properties of dental fillings after immersion in marine environment. **Forensic Science International**, [s.l.], v. 313, p. 110362, ago. 2020. Disponível em <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0379073820302716>. Acesso em: 14 dez. 2025.

SILVA, Eduardo Moreira da *et al.* Relationship between the degree of conversion, solubility and salivary sorption of a hybrid and a nanofilled resin composite. **Journal Of Applied Oral Science**, [s.l.], v. 16, n. 2, p. 161-166, abr. 2008. Disponível em <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC4327638/>. Acesso 15 dez. 2025.

SOARES, Luís Eduardo Silva; NAHÓRNY, Sídney; MARTIN, Airton Abrahão. FT-Raman Spectroscopy Study of Organic Matrix Degradation in Nanofilled Resin Composite. **Microscopy And Microanalysis**, [s.l.], v. 19, n. 2, p. 327-334, 7 fev. 2013. Disponível em <https://www.cambridge.org/core/journals/microscopy-and-microanalysis/article/ftraman-spectroscopy-study-of-organic-matrix-degradation-in-nanofilled-resin-composite/7E5E0D3E3E1A9B2E3A5E5B8C8C3A6F3F>. Acesso em: 15 dez. 2025.

VAN MEERBEEK, B. *et al.* Chemical Characterization of the Resin-Dentin Interface by Micro-Raman Spectroscopy. **Journal Of Dental Research**, [s.l.], v. 72, n. 10, p. 1423-1428, out. 1993. Disponível em <https://journals.sagepub.com/doi/10.1177/00220345930720101201>. Acesso em: 15 dez. 2025.

ZOU, Yuan; ARMSTRONG, Steven R.; JESSOP, Julie L. P.. Apparent conversion of adhesive resin in the hybrid layer, Part 1: identification of an internal reference for raman spectroscopy and the effects of water storage. **Journal Of Biomedical Materials Research Part A**, [s.l.], v. 86, n. 4, p. 883-891, 27 nov. 2007. Disponível em <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/18041710/>. Acesso em: 15 dez. 2025.