

## EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE SILANO SOBRE PROPRIEDADES DE COMPÓSITO ODONTOLÓGICO EXPERIMENTAL

**SILVA, Ricardo M.<sup>1</sup>, PRATI, Carlo.<sup>2</sup>, ZANCHI, Cesar H.<sup>1</sup>, LUND, Rafael G.<sup>1</sup>, PIVA, Evandro.<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>CDTec, Universidade Federal de Pelotas, CEP 96010-00, Pelotas, RS, Brasil;

<sup>2</sup>Università di Bologna Via Zamboni, 33 - 40126 Bologna - Partita IVA: 01131710376.  
ricardomarqueseng@globomail.com

### 1 INTRODUÇÃO

Atualmente, nas formulações comerciais de compósitos odontológicos a adesão entre as partículas vítreas e matriz orgânica é promovida por agentes de ligação na interfase matriz-partícula que proporcionam propriedades satisfatórias aos compósitos odontológicos (Wilson et al., 2005; 2006; 2007). A porcentagem de agentes de ligação (silano) deve ser otimizada como medida para aumentar a distribuição de tensão de uma matriz orgânica flexível até partículas vítreas rígidas, protegendo, desta forma, o compósito de (Calais et al., 1998), reduzindo o processo de degradação (Brown 1980) e alcançando estabilidade hidrolítica satisfatória (Söderholm 1981).

Silanos preparados para uso em materiais odontológicos apresentam concentração que varia de 0,5 a 5 vol % (Matinlinna et al., 2004). Existem poucas informações disponíveis na literatura sobre a porcentagem de silano utilizado para tratamento de micropartículas e com pouco enfoque, considerando inclusive a área superficial de partículas (Lim et al., 2002). Portanto, este estudo visa investigar se diferentes concentrações de silano ( $\gamma$ -MPTS) no tratamento de micropartículas de resinas compostas experimentais (ECR) alteram as propriedades avaliadas. A hipótese nula testada foi de que diferentes porcentagens de peso silano (% em massa) não influenciam a resistência à flexão, módulo de Young, absorção de água e solubilidade em água dos ECRs.

### 2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

Seis blendas monoméricas experimentais com diferentes porcentagens de monômeros silano organo-funcionalizado foram formuladas e avaliadas como promotores de adesão. Partículas de vidro de borossilicato de bário foram acrescentadas as blendas monoméricas para caracterização dos compósitos odontológicos. Gama-metacriloxipropiltrimetoxisilano ( $\gamma$ -MPTS) foi acrescentado em um material para cimentação em uma concentração de 0, 1, 3, 5, 7 e 10 % (massa %). Um grupo sem o conteúdo de partículas vítreas foi também formulado para servir como grupo controle. Através de ensaio de resistência a flexão foram obtidos os valores de resistência a flexão ( $\sigma$ ) e módulo de Young ( $E$ ), expressados em Mpa e Gpa, respectivamente. A sorção de água e a solubilidade foram determinadas com base na especificação ISO 4049:2000. Em relação à análise estatística foram aplicadas as análises de Kruskal-Wallis e Student-Newman-Keuls para cálculo da resistência a flexão, módulo de Young e sorção de água, enquanto Análise de Variância segundo uma via ANOVA e teste de Tukey foi utilizado para o cálculo da solubilidade.

As blendas de resinas experimentais foram formuladas pela mistura de monômeros 2,2-bis[4-(2-hidroxi-3-metacryloyloxypropyl)fenil]-propano e dimetacrilato trietilenoglicol (TEGDMA) (Esstech Inc., Essington, PA, EUA), que foram utilizados na proporção 60/40 % em peso. Para fazer os materiais fotopolimerizáveis foi feito um sistema de fotopolimerização binário formado por 0,4% (em peso) de canforoquinona (CQ, Esstech) e 0,8% de etil 4-dimethylaminebenzoate (EDAB, Fluka, Milwaukee, WI, EUA) que foram dissolvidos na mistura. Os reagentes foram utilizados sem purificação adicional. O enchimento de vidro de borossilicato (4 mm de tamanho médio de partícula, Esstech Inc., Essington, PA, EUA) foram silanizadas por gama-metacryloyloxypropyltrimethoxysilane ( $\gamma$ -MPS, Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI, EUA) de acordo com o percentual de peso silano (% em peso) 0, 1, 3, 5, 7 e 10%. As cargas foram adicionados em um acetona (Labsynth Ltda., Diadema, SP, Brasil) e em uma solução contendo  $\gamma$ -MPS, assim uma pasta foi criada. A mistura foi armazenada por 24 horas a 37 °C para garantir a remoção completa do solvente. Após o armazenamento, as cargas foram peneiradas em uma peneira de 150  $\mu$ m. As cargas foram adicionadas à mistura de resina, 60% em peso, e misturadas mecanicamente através de um misturador motorizado (agitação). A fim de assegurar a dispersão adequada dos enchimentos, os ECR foram colocados no ultra-som durante 1 hora. Um grupo controle sem enchimento também foi formulado.

A resistência à flexão (FS) e módulo de Young (E) foram obtidos por mini-teste de flexão. Dezesete amostras foram feitas em forma de barras de cada ECR experimental usando um molde metálico com dimensões internas de 12,0 mm ( $\pm$  0,1 mm) de comprimento, 2,0 mm ( $\pm$  0,1 mm) de largura e 2,0 mm ( $\pm$  0,1 mm) de espessura. O molde foi posicionado sobre uma lâmina de vidro e uma tira de poliéster, após a lâmina ter sido preenchida com o compósito (MARCA COMERCIAL), onde foi inserido em um único incremento. Outra tira Mylar foi posicionada, pressionada e, com uma lâmina de vidro, foi realizada a remoção de excesso antes da polimerização. Um aparelho fotopolimerizador LED (Radii, SDI, Bayswater, Victoria, Austrália), com irradiância de 1400 mW / cm<sup>2</sup>, foi utilizado. A intensidade da luz LED foi medida com um radiômetro modelo 100 (Demetron Research Corp, Danbury, CT, EUA) antes do uso. Os cimentos experimentais e a cimentação de resina foram fotopolimerizados por 40 segundos em dois pontos consecutivos, produzindo uma sobreposição parcial. O excesso de material no canto foi cuidadosamente removido com uma lâmina de bisturi e os espécimes foram armazenados em temperatura ambiente por 7 dias, para ser, posteriormente, submetidos a um teste de flexão de três pontos com uma máquina universal de ensaios (DL-500, Emic, São José dos Pinhais, Brasil) a uma velocidade de 1 mm/min. A carga máxima e a resistência à flexão (FS) foram calculadas em MPa, já o módulo de Young foi determinado em GPa. A absorção de água e solubilidade foram determinadas com base na ISO 4049:2000, exceto para as dimensões do disco e número de espécimes. Sete espécimes em forma de disco foram fabricados em um molde de alumínio entre duas lâminas de vidro coberta com filme de polietileno. Os espécimes apresentaram 6,0 mm de diâmetro e 1,0 mm de espessura (Malacarne et al., 2006). Após a remoção da lâmina de vidro, os espécimes foram irradiados com um aparelho fotopolimerizador LED (Radii, SDI, Bayswater, Victoria, Austrália) com a exposição de 40 segundos em ambas as superfícies, superior e inferior. Imediatamente após a polimerização, os espécimes foram colocados em um dessecador contendo sílica gel recentemente desidratada e cloreto de cálcio. Após 24 horas as amostras foram removidas e armazenadas em um dessecador a 23 °C

por 1 hora e pesadas em balança de precisão de 0,001 mg (AUW 220D, Shimadzu Corp Nakagyo-ku, Kyoto, Japão). Este ciclo foi repetido até que uma massa constante ( $m_1$ ) foi obtida. A espessura e o diâmetro dos espécimes foram aleatoriamente medidos em cinco pontos utilizando um paquímetro digital, arredondado para o 0,01 mm e essas medidas foram usadas para calcular o volume ( $V$ ) de cada amostra (em  $\text{mm}^3$ ). Os discos foram imersos em água destilada a 37 °C por 7 dias e, em seguida removidos, secos com papel absorvente e pesados ( $m_2$ ). Após a pesagem, as amostras foram secas novamente dentro de um dessecador e pesados diariamente para gravar uma terceira massa constante ( $m_3$ ), como descrito anteriormente. A resistência à flexão, módulo de Young e os resultados da absorção de água foram submetidos a teste de Kruskal-Wallis one-way Análise de Variância (ANOVA) e Student-Newman-Keuls para comparações múltiplas. Os resultados de solubilidade e teste de Tukey foram realizados novamente para comparações múltiplas e a significância estatística foi estabelecida ao nível de significância de 0,05.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A hipótese nula foi rejeitada. O tratamento com 3% de silano resultou estatisticamente maior resistência a flexão ( $\sigma$ ), enquanto o maior módulo de Young ( $E$ ) foi obtido com 1% de silano ( $p < 0,05$ ). O Grupo Controle (sem partículas) apresentou valor de solubilidade, estatisticamente, superior aos demais grupos ( $p < 0,05$ ).

Os grupos com tratamento com silano não mostraram diferenças estatísticas para solubilidade e sorção, exceto para o grupo com 3% de silano que demonstrou a mais alta sorção de água, sendo esta diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ).

Grupos	Resistência a Flexão (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Sorção de água ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )	Solubilidade ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )
Sem Partículas	83.4 (5.3) <sup>C</sup>	8.7 (0.9) <sup>E</sup>	48.1 (1.8) <sup>B</sup>	7.06 (1.6) <sup>A</sup>
Sem Silano (Controle)	71.0 (11.3) <sup>D</sup>	28.0 (4.7) <sup>A</sup>	58.4 (3.4) <sup>A</sup>	1.34 (0.7) <sup>B</sup>
1%	124.7 (20.3) <sup>B</sup>	27.3 (2.9) <sup>A</sup>	30.7 (2.1) <sup>D</sup>	0.50 (1.4) <sup>B</sup>
3%	147.5 (24.8) <sup>A</sup>	25.5 (3.4) <sup>B</sup>	33.1 (1.5) <sup>C</sup>	0.35 (1.3) <sup>B</sup>
5%	136.7 (15.7) <sup>B</sup>	22.7 (2.9) <sup>C</sup>	31.8 (2.2) <sup>D</sup>	0.19 (0.8) <sup>B</sup>
7%	129.4 (13.7) <sup>B</sup>	21.2 (1.5) <sup>D</sup>	29.6 (1.2) <sup>D</sup>	0.34 (0.4) <sup>B</sup>
10%	125.6 (16.8) <sup>B</sup>	21.1 (3.6) <sup>D</sup>	31.5 (2.4) <sup>D</sup>	0.98 (0.7) <sup>B</sup>

\*Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significante entre grupos dentro de uma mesma coluna ( $p < 0,05$ ).

Tabela 1 - Médias e desvio padrão ( $\pm$ d.p.) dos ensaios e análises realizados no estudo.

### 4 CONCLUSÃO

O acréscimo de 1% de silano ( $\gamma$ -MPS) demonstrou ser a porcentagem mais adequada para o tratamento da superfície de partículas de vidro borossilicato de bário com tamanho médio de 4  $\mu\text{m}$  em função de conciliar a melhor relação de propriedades físicas e mecânicas encontradas em formulações experimentais de compósitos odontológicos.

**AGRADECIMENTOS:** FAPERGS, CAPES e CNPq.

## **5 REFERÊNCIAS**

Manhart J, Chen H, Hamm G, Hickel R. Buonocore Memorial Lecture. **Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition.** Oper Dent. 2004 Sep-Oct; 29(5):481-508. Review.

Barghi N. **To silanate or not to silanate: making a clinical decision.** Compend Contin Educ Dent. 2000 Aug; 21(8):659-62, 664; quiz 666.

Bowen RL. **Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations.** Journal of American Dental Association, 66:57-64, 1963.

Karabela MM., Sideridou ID. **Effect of the structure of silane coupling agent on sorption characteristics of solvents by dental resin-nanocomposites.** Dental Materials 2008; 24(12): 1631-9.