



## AVALIAÇÃO DE ADESIVOS EXPERIMENTAIS AUTOCONDICIONANTES CONTENDO TRIS (TRIMETILSILIL)

Ligia Pereira Aiala\* ; Caio Felipe de Almeida Nobre; Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

*Departamento de Odontologia Restauradora - Área de Materiais Dentários,  
Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP*

### OBJETIVO

Este trabalho teve como objetivo analisar o comportamento do sistema fotoiniciador (SFI) CQ/ TTMSS em resinas adesivas autocondicionantes experimentais, contendo um terceiro componente, o sal de iodônio hexafluorofosfato de difeniliodônio (DPIHP) que atua como um acelerador de elétrons. As hipóteses nulas testadas foram: (1) O grau de conversão dos adesivos experimentais com TTMSS será semelhante aos adesivos com DMAEMA, (2) A sorção e solubilidade dos adesivos experimentais com TTMSS será similar aos adesivos com DMAEMA. (3) A resistência de união dos adesivos experimentais com TTMSS será semelhante aos adesivos com DMAEMA.

### MATERIAIS E MÉTODOS

Neste estudo, foram sintetizados adesivos autocondicionantes experimentais fotopolimerizáveis descritos na tabela 1, suas propriedades físicas e químicas foram avaliadas de acordo com os testes laboratoriais que serão citados a seguir. Os grupos foram divididos de acordo com suas composições, onde os adesivos apresentaram os mesmos tipos de monômeros, variando apenas os co-fotoiniciadores utilizados, sendo eles TTMSS e DMAEMA.

**Tabela 1** – Definição dos grupos utilizados.

<b>Grupo</b>	<b>Abreviação</b>	<b>Aplicação</b>	<b>Iniciadores</b>
Autocondicionante Silano	TTMSS/DPIHP	Dois Passos	CQ + TTMSS + DPIHP
Autocondicionante Amina	DMAEMA/DPIHP	Dois Passos	CQ + DMAEMA + DPIHP
Autocondicionante Silano	DMAEMA	Dois Passos	CQ + DMAEMA
Autocondicionante Amina	TTMSS	Dois Passos	CQ + TTMSS

Foram formulados quatro adesivos experimentais contendo cinco gramas cada. A quantidade de cada composto utilizado na formulação está descrita na tabela 2. A mistura foi realizada em passos em que foram adicionados primeiro os

compostos mais viscosos, seguindo para os líquidos, e finalizando com os compostos granulados, e em seguida, pesados em balança analítica de precisão  $\pm 0,0001\text{g}$  (Mettler-Toledo AG285, São Paulo - SP). Após a mistura dos elementos químicos, os cimentos foram submetidos a um aparelho misturador mecânico à vácuo (SpeedMixer, DAC 150.1 FVZ- K, Hauschild Engineering, Hamm, North Rhine-Westphalia, Germany) na intenção de obter uma substância mais homogênea.

**Tabela 2** - Quantidade e composição utilizada nos adesivos experimentais.

<b>Compostos</b>	<b>PRIMER (%)</b>	<b>TTMSS/DPIHP (%)</b>	<b>DMAEMA/DPIHP (%)</b>	<b>DMAEMA (%)</b>	<b>TTMSS (%)</b>
<b>10MDP</b>	20	-	-	-	-
<b>UDMA</b>	15	35	35	35	35
<b>ETANOL</b>	25	-	-	-	-
<b>ÁGUA</b>	15	-	-	-	-
<b>TEGDMA</b>	15	30	30	30	30
<b>Bis-GMA</b>	-	10	10	10	10
<b>BISEMA</b>	-	22	22	22	22
<b>HEMA</b>	10	-	-	-	-
<b>CQ</b>	-	0,5	0,5	0,5	0,5
<b>SIDIF</b>	-	1,5	1,5	-	-
<b>TTMSS</b>	-	1	-	-	1
<b>DMAEMA</b>	-	-	1	1	-

(10MDP) fosfato de 10-metacrilóiloxidecil di-hidrogênio; (UDMA) uretano dimetacrilato; (TEGDMA) trietilenoglicol dimetacrilato; (Bis-GMA) bisfenol-glicidil-metacrilato; (bisema) dimetacrilato de bisfenol-A etoxilado; (HEMA) hidróxietil metacrilato; (CQ) canforoquinona; (SIDIF) sal de iodônio hexafluorofosfato de difeniliodônio; (TTMSS) tris (trimetilsilil) silano; (DMAEMA) dimetilaminoetil metacrilato.

### **Resistência de união**

Os incisivos bovinos extraídos foram armazenados em solução de cloramina/água a 0,1% (em peso) a uma temperatura de 4°C e utilizados por um período não superior a quatro meses após a extração. Os dentes foram lixados paralelamente ao longo eixo, na superfície vestibular para expor uma superfície plana em dentina. As raízes foram cortadas em máquina de corte (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL) com disco diamantado em baixa velocidade e refrigeração com água. A superfície plana em dentina foi lixada com lixa de carbetto de silício de granulação 600 previamente aos procedimentos adesivos. Cada grupo experimental utilizou 5 dentes (n=5), sendo um total de quatro grupos (TTMSS/DPIHP;

DMAEMA/DPIHP; DMAEMA; TTMSS). Depois de armazenados e imediatamente antes dos procedimentos adesivos, as superfícies planas em dentina foram polidas manualmente com a lixa de granulação 600 e água, por 30 segundos, para a obtenção de smear layer padronizada.

Na sequência, foram aplicadas as resinas adesivas experimentais seguindo os mesmos padrões da aplicação clínica e, depois, foram construídas restaurações com compósito Filtek Z100 (3M ESPE, St. Paul, USA) com 3 incrementos de no máximo 2 mm até atingir uma altura de aproximadamente 5 mm. As amostras restauradas foram armazenadas por 24 horas em água destilada a 37°C.

As amostras foram cortadas longitudinalmente em fatias de 1 mm e foram feitos cortes perpendiculares para obtenção de palitos de aproximadamente 1mm<sup>2</sup>. Esses palitos foram levados a uma máquina de ensaio universal EMIC DL 2000 (São José dos Pinhais, Brasil), fixados pelas extremidades com cianoacrilato e testados sob força de tração, a uma velocidade de 1mm/min., utilizando célula de carga de 500N, até ocorrer ruptura do espécime. Após a fratura, as amostras foram cuidadosamente removidas e sua área de seção transversal medidas com um paquímetro digital com precisão de 0,01 mm. A tensão necessária para causar a ruptura dos espécimes foi determinada pela razão entre a carga (kgf) no momento da fratura e a área da secção transversa do espécime em mm<sup>2</sup>. Os palitos provenientes de uma mesma amostra (dente restaurado) tiveram as resistências de união agrupadas e a média de resistência de união de cada amostra foi considerada como uma unidade estatística. Os palitos que fraturarem prematuramente antes do teste de microtração foram considerados com resistência de união igual a 0 MPa.

### **Grau de conversão**

O grau de conversão dos polímeros foi avaliado por meio de um espectrofotômetro de infravermelho transformado de Fourier (FTIR Bruker Spectrometer, Bruker, Bremen, Alemanha) com espelhos de angulação de 45° (PIKE Technologies, WI, USA). As amostras (n=3) foram confeccionados em uma matriz metálica (2mm de largura X 6mm de diâmetro) padronizadas a uma proporção de 40% de primer e 60% de Bond e fotopolimerizados individualmente pela unidade de LED Valo (Ultradent Products Inc., EUA) com irradiância de 1300 mW/cm<sup>2</sup> por 20 s. Após 24 horas, cada amostra foi dispensada diretamente no cristal de ATR. Os dados dos adesivos não polimerizado foram utilizados e o grau de conversão foi calculado por meio da fórmula:  $DC\% = \left(1 - \frac{R_{CURED}}{R_{UNCURED}}\right) \times 100$ . Onde R é a razão entre as alturas de 1639 cm<sup>-1</sup> e 1609 cm<sup>-1</sup> picos do material não curado e após a cura.

### **Sorção e solubilidade**

As amostras para os testes de sorção e solubilidade, foram confeccionadas com moldes de silicone padronizados a uma proporção de 40% de primer e 60% de

Bond e fotopolimerizados individualmente pela unidade de LED Valo (Ultradent Products Inc., EUA) com irradiância de 1300 mW/cm<sup>2</sup> por 20 s. Após 24 horas, as amostras foram colocadas em um dispositivo dessecador contendo sílica gel e armazenados a 37 ° C sob vácuo. As amostras foram pesadas repetidamente em uma balança analítica ± 0,0001 g (Mettler-Toledo AG285, São Paulo , Brasil) a cada 24 h, até que uma massa constante na qual a variação fosse inferior a 0,2 mg em um período de 24 h (m1) fosse obtido (Chimeli et al. 2014). A espessura e o diâmetro das amostras foram medidos em três pontos diferentes usando um paquímetro digital, e essas medidas foram usadas para calcular o volume (V) de cada amostra (em mm<sup>3</sup>). As amostras foram então colocadas individualmente em tubos de ensaio (frascos Eppendorf) contendo 1,5 mL de água destilada (pH 7,2) a 37 ° C por 7 dias. Posteriormente, os tubos foram removidos da incubadora e deixados para atingir a temperatura ambiente por 30 min. Os corpos-de-prova foram limpos suavemente com papel absorvente macio, pesados em balança analítica (m2). Depois disso, os espécimes foram secos em um dessecador contendo sílica gel fresca e pesados diariamente até que uma massa constante (m3) fosse obtida (conforme descrito anteriormente). A massa inicial determinada após o primeiro processo de dessecação (m1) foi usada para calcular a mudança de massa após cada intervalo de tempo fixo dos 7 dias de armazenamento. Mudanças na massa foram plotadas para obter a sorção de água e solubilidade. A sorção de água (Wsp) e a solubilidade (Wsl) ao longo de 7 dias de armazenamento de água foram calculadas ( $\mu\text{g} / \text{mm}^3$ ) por meio das seguintes fórmulas:  $W_{sp} = \left( \frac{m_2 - m_3}{V} \right)$   $W_{sl} = \left( \frac{m_1 - m_3}{V} \right)$ . Onde, m1 refere-se à massa constante seca inicial (mg) antes da imersão em água; m2 é atribuído à massa (mg) após imersão em água em vários períodos de tempo; m3 é a massa (mg) após a secagem final das amostras e V refere-se ao volume da amostra (mm<sup>3</sup>) (Argolo et al. 2015).

## RESULTADOS

De acordo com os resultados da resistência de união, o grupo que apresentou maior valor de resistência de união foi o TTMSS/DPIHP (28,9±2,8), que não apresentou diferença estatística do grupo DMAEMA/DPIHP (27,6±2,7) (p=0,89), estes que por sua vez, diferiram estatisticamente dos grupos TTMSS (17,7±1,4) e DMAEMA(16,8±1,9)que não apresentou diferença estatística entre si (p=0,87).

As médias e desvios-padrão dos valores do grau de conversão, apresentaram que o grupo com maior valor foi o TTMSS/DPIHP (76±8,2), que não apresentou diferença estatística do grupo DMAEMA/DPIHP (57±13) (p=0,08), que por sua vez, diferiu estatisticamente dos grupos TTMSS (34±1,7) e DMAEMA (22,6±4), que não apresentaram diferença estatística entre si(p=0,3).

Por fim, o resultado do teste de sorção, obteve o grupo DMEMA/DPIHP como maior valor de sorção, e este não apresentou diferença estatística dos grupos TTMSS/DPIHP, TTMSS e DMAEMA (p=0,9). O resultado do teste de solubilidade

também obteve o grupo DMEMA/DPIHP com maior valor de solubilidade, e este não diferiu estatisticamente dos grupos TTMSS/DPIHP, TTMSS e DMAEMA ( $p=0,6$ ).

## **CONCLUSÃO**

A partir dos resultados e limitações desse estudo, pode-se concluir que o TTMSS não apresentou melhores resultados de grau de conversão que a amina terciária (DMAEMA), e o sal de iodônio quando acrescentado nos adesivos autocondicionantes mostrou melhores resultados no grau de conversão e de resistência de união.