

Avaliação da sorção e solubilidade de uma resina composta em diferentes meios líquidos

Sorption and solubility assessment of a resin composite in different liquids

Vera Lúcia Schmitt¹, Fabiana Scarparo Naufel¹, Flávia Pardo Salata Nahsan², Wagner Baseggio³, Veridiana Camilotti¹, Márcio José Mendonça⁴, Renata Rafael⁵

1. Professora Adjunta da Disciplina de Dentística, Universidade Estadual do Oeste do Paraná
2. Doutoranda em Dentística pela Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo.
3. Professor Assistente em Dentística da Unipar, Campus de Cascavel - PR
4. Professor Adjunto da Disciplina de Prótese, Universidade Estadual do Oeste do Paraná
5. Cirurgiã-dentista graduada pela Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Campus de Cascavel.

DESCRIPTORES:

Resinas compostas; Solubilidade; Propriedades Físicas.

RESUMO

Este trabalho avaliou a sorção e a solubilidade de uma resina composta nanoparticulada em três meios líquidos diferentes: água destilada, Coca-Cola® e etanol/água a 75%, em função de dois períodos de armazenamentos: 7 e 15 dias. Foram confeccionados 30 espécimes, acondicionados em sílica gel azul, desidratada a 37°C, por 24 horas. Em seguida, foram pesados em balança analítica de precisão, repetindo-se até que se obtivesse massa constante (m1). Com a obtenção da m1, os espécimes foram subdivididos em 6 grupos e armazenados na solução. Três grupos permaneceram por 7 dias, e os outros três, por 15 dias. Após o período de armazenamento, os espécimes foram removidos, lavados, secos, pesados para a obtenção de uma segunda medida de massa, denominada m2. Os espécimes foram, então, recondicionados em estufa a 37°C. Mensurações de massa foram realizadas durante a desidratação, a cada 24 horas, obtendo-se a m3. Os dados de sorção e solubilidade foram calculados e submetidos à análise estatística. A resina nanoparticulada mostrou-se resistente à degradação química em meio ácido e em meio aquoso, mas foi suscetível à degradação, quando imerso em solução de etanol/água a 75%, apresentando solubilidade, sem diferença estatística entre os períodos de armazenamento.

Keywords:

Composite resin; Solubility; Physical Properties.

ABSTRACT

This study evaluated the sorption and solubility of resin composite nanoparticle in three different liquid: distilled water, Coca-Cola® and ethanol / water at 75%, according two periods of stores: 7 and 15 days. We prepared 30 specimens, packed in plastic container containing silica gel blue dehydrated and taken to an incubator at 37 ° C for 24 hours. Following, we weighed in analytical balance, and repeated until achieving constant mass (m1) on every 24 hour period. By getting the m1, the specimens were been divided into six groups and stored separately in 5 mL of each solution. Three groups were been maintained for 7 days and the other three for 15 days. After the storage period, the specimens were removed, washed, dried, weighed to obtain a second measure of mass, called m2. The specimens was reconditioned at 37 ° C. Mass measurements were performed during dehydration, every 24 hours, getting the dough reconditioned, with constant value of mass, called m3. The Data from sorption and solubility, we calculated and subjected to statistical analysis. The composite resin Filtek Z350 was found to be resistant to chemical degradation in acid and aqueous, but was susceptible to degradation when immersed in a solution of ethanol / water at 75%, with solubility, no statistical difference between the periods of storage.

Endereço para correspondência

Vera Lúcia Schmitt
UNIPAR - Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Rua Universitária, 1.619 Caixa Postal 701 Jardim Universitário Cascavel - Paraná
CEP 85819-110
Tels: 45-3220-3241 ou 45- 3220-3169
Email: flavia_odonto@hotmail.com; veraschmitt@uol.com.br

INTRODUÇÃO

A busca incessante pela estética e o anseio dos próprios profissionais da odontologia por procedimentos restauradores harmônicos, que propiciem a reprodução das características naturais dos dentes aliado ao restabelecimento da função do elemento dental, impulsionou um imenso desenvolvimento científico e tecnológico, com o objetivo de elaborar novas técnicas e materiais que atendam a essa demanda estética.

A resina composta, introduzida no início da década de 60 por Bowen, sofreu várias modificações na sua for-

mulação inicial, melhorando suas propriedades. Apesar dessa evolução, as resinas compostas ainda demonstram susceptibilidade a vários tipos de degradações químicas, dentre os quais, os efeitos de sorção, de água e de outros líquidos, o que, muitas vezes, influencia, de forma irreversível, as propriedades do material¹.

Atualmente, existe, no mercado, grande variedade de resinas compostas, com distintas formulações e de diferentes fabricantes, propondo indicações clínicas específicas. Para a determinação da mais adequada indicação de cada compósito, é imprescindível analisar sua fórmula,

e um dos aspectos importantes se refere ao tamanho e à quantidade de partículas que compõem o material.

O emprego da nanotecnologia propiciou a obtenção de materiais com partículas de tamanhos significativamente menores, podendo estas serem dissolvidas em altas concentrações e polimerizadas dentro de um sistema resinoso, gerando características únicas (físicas, mecânicas e ópticas). Com isso, além de beneficiar a adesão dos biomateriais restauradores aos tecidos duros dos dentes, aumenta-se força mecânica, adaptação marginal e longevidade das restaurações adesivas, podendo, assim, cada vez mais se considerar o procedimento restaurador como semipermanente². Esses materiais se propõem a representar a evolução no sentido de equilibrar propriedades estéticas mecânicas, o que configura uma resina universal para dentes anteriores e posteriores. As resinas compostas, nanoparticuladas agregaram inúmeras vantagens em relação às micro-híbridas, como menor contração de polimerização, melhores propriedades mecânicas, comportamento óptico favorecido, melhor brilho e lisura de superfície, melhor estabilidade de cor bem como desgaste diminuído³⁻⁷.

A estabilidade dimensional das resinas, cuja matriz seja a base de Bis-GMA e Bis-EMA, fica comprometida devido à sua hidrofilidade¹⁻⁸, além de outros fatores, como contração de polimerização, contração térmica, sorção e solubilidade em meio aquoso. A interação da resina composta com os fluidos bucais ocorre pela separação da cadeia do polímero por uma molécula, que não faz parte da ligação química primária do polímero⁹.

A sorção de água gera movimentação externa dos monômeros residuais e de íons, ocasionando solubilidade. Além disso, pode desencadear falhas na reação dos componentes, especialmente nos monômeros e pela hidrólise do silano, resultando em contração, menor peso e redução das propriedades mecânicas, diminuindo a durabilidade das resinas compostas e a formação de microfendas¹⁰. Secundariamente ocorre um efeito inverso: a água ocasiona um aumento do volume e do peso do material resinoso; difunde-se para dentro da resina e separa suas cadeias, gerando a expansão¹¹. Inicialmente essa expansão pode ser benéfica para a resina composta, pois seria um efeito compensatório à contração de polimerização, o que aumentaria o selamento marginal¹². Porém, isso não é verificado, uma vez que a contração de polimerização ocorre em poucos segundos, e a sorção de água em dias ou até semanas, não sendo, portanto, efetiva no relaxamento proporcional à contração¹³.

Algumas pesquisas simulam, em condições laboratoriais, sorção e solubilidade de resinas compostas após imersão em água, por um determinado tempo^{9-14,15}, porém as condições intraorais são mais complexas em relação à água destilada utilizada em alguns experimentos¹¹. Um simulador mais apropriado e relevante clinicamente, segundo a FDA (Food and Drug Administration), é o etanol, utilizado em proporção de 75% etanol/água.

Além disso, tem sido observado que o baixo pH, como o da Coca-Cola® (pH±2,3), ou meio alcoólico, como a solução a 75% etanol/água, podem afetar a integridade da superfície das resinas compostas, além de alterar sua cor e sua microdureza¹.

Nesse contexto, este estudo visou analisar uma resina nanoparticulada, submetendo-a a meios passíveis de degradar matrizes orgânicas, considerando que a sorção e a solubilidade podem ser precursores de vários processos químicos e físicos, que acarretam efeitos deletérios na estrutura do material polimérico, podendo comprometer

seu desempenho clínico. Este trabalho se propôs a avaliar a sorção e a solubilidade da resina composta Filtek Z350 (3M/ESPE) em três soluções diferentes: água destilada, solução de 75% etanol/água e Coca-Cola®, em função de dois tempos de armazenagem.

MATERIAL E MÉTODOS

A resina composta selecionada para este estudo foi a de Filtek Z350 (3M ESPE, St Paul, MN, USA) na cor A2, que é nanoparticulada com a quantidade de partículas de 78,5 % peso (Matriz: Bis-fenolA diglicidil metacrilato, trietileno glicol dimetacrilato, uretano dimetacrilato, Bis-fenolA polietileno glicol, diether dimetacrilato. Carga: nanopartículas de sílica -5-75 nm-, zircônia/sílica nanoclusters - 0.6-1.4 µm).

Foram confeccionados 30 espécimes, subdivididos em três diferentes soluções de imersão, em função de dois tempos de armazenamento, totalizando seis grupos, como é descrito na tabela 1 que foram submetidos aos testes de sorção e solubilidade.

Tabela 1 – Grupos estudados, em função da solução de imersão e do tempo de armazenagem, submetidos aos testes de sorção e solubilidade

Grupos	Tempo de armazenagem	Solução de imersão
G1	7 dias	Água destilada
G2	15 dias	
G3	7 dias	Coca-Cola®
G4	15 dias	
G5	7 dias	Etanol/água a 75%
G6	15 dias	

Os espécimes foram obtidos por meio de uma matriz, confeccionada com sílica de adição, com 2mm de espessura e 8mm de diâmetro. A matriz foi posicionada sobre uma placa de vidro, sendo interposta entre elas uma película matriz de poliéster. A resina composta foi manipulada de acordo com as recomendações do fabricante e inserida em um único incremento na matriz, sendo, então, recoberta por outra tira de poliéster e, então, por outra placa de vidro de 2mm de espessura, com a finalidade de obter superfícies lisas.

Para a fotopolimerização de cada corpo de prova, foi removida a placa de vidro, e feita a fotopolimerização por meio da tira de poliéster. A exposição à luz foi de 40 segundos, utilizando-se uma unidade de luz Elipar™ 2500 Curing Light 3M™ ESPE™, Campinas, SP), com irradiância de 800mW/cm², aferida por radiômetro (Demetron - São Paulo/SP).

Os espécimes foram identificados e acondicionados em um recipiente plástico, contendo sílica gel azul e levados à estufa na temperatura de 37°C. Após 24 horas, foram pesados em balança analítica de precisão ±0,0001g (Mettler-Toledo AG285, São Paulo - SP).

A pesagem foi repetida a cada 24 horas, até que a perda de massa de cada espécime não fosse superior a 0,0002g, obtendo-se, assim, a massa constante 'm1' para cada disco de resina. Após a obtenção de 'm1', foi calculado o volume (V) para cada corpo de prova. Para esse cálculo, foi utilizado um paquímetro metálico de precisão de 0,0001mm, o qual mensurou seu diâmetro que, dividindo-se por dois, obtém-se o raio de cada disco, (Figura 1). A

espessura (t) foi obtida por meio da média de cinco mensurações em cada corpo de prova, no centro e em quatro pontos equidistantes desse, ao longo da circunferência (figura 2).



Figura 1: Mensuração do diâmetro



Figura 2: mensuração da espessura

O volume foi calculado de acordo com a seguinte equação:

$$V = (\pi \times r^2) \times t$$

V é o volume do corpo de prova (mm³) = 3,1416

R é o raio de cada corpo de prova (mm)

t é a espessura de cada corpo de prova (mm)

Os espécimes foram armazenados separadamente em 5ml de cada solução (água destilada, solução de 75% de etanol/água e Coca-Cola®) a 37°C.

Para cada solução, um grupo, composto por cinco espécimes, ficou armazenado por 7 dias, e o outro grupo, por 15 dias. Depois de completados os períodos de armazenamento, os espécimes foram removidos com pinças, lavados em água corrente e secos com toalha de papel absorvente, até não apresentarem umidade visível e agitados no ar por 15 segundos, e, após 1min., foram pesados para a obtenção da segunda medida de massa, denominada 'm2'.

Os espécimes foram, então, novamente recondicionados no recipiente plástico, contendo sílica gel azul desidratada, e levados à estufa a 37°C. As mensurações durante a desidratação foram novamente realizadas seguindo a mesma metodologia descrita, em ciclos de 24 horas, até obter-se a massa constante recondicionada. Um valor constante de massa, denominada 'm3'.

Os valores de sorção Wsp, em µg/mm³, para cada um dos espécimes, foram obtidos pela equação:

$$Wsp = m2 - m3$$

V

m2 é a massa do corpo de prova, em µg, após a imersão por 7 dias

m3 é a massa recondicionada do corpo de prova em µg

Para o teste de solubilidade, serão calculados os valores de Wsl, em µg/mm³, usando-se a seguinte equação:

$$Wsp = m1 - m3$$

V

m1 é a massa do corpo de prova antes da imersão por 7 dias

m3 é a massa recondicionada do corpo de prova em µg

Os valores de sorção e solubilidade foram calculados, e os dados obtidos foram submetidos à análise de Variância (ANOVA) two-way, seguido do pós-teste de Tukey, com p<0,05.

RESULTADOS

Os resultados do teste de sorção da resina composta Z350 estão representados na Tabela 2.

Demonstrou-se que grupos imersos em etanol a 75% (G5 e G6) apresentaram maior sorção em relação aos demais grupos (G1, G2, G3 e G4), sendo estatisticamente diferentes dos grupos armazenados em Coca-Cola® e em água destilada, que não apresentaram diferença estatística entre si, ou seja, estatisticamente os valores obtidos para os grupos Coca-Cola® e água destilada são semelhantes. O período de armazenamento não apresentou diferenças estatisticamente significantes para os valores obtidos de sorção para os grupos estudados.

Tabela 2 – Valores das médias obtidas para a avaliação de sorção, segundo os grupos avaliados, em µg/mm³. (Desvio padrão entre parênteses)

Solução	07 dias	15 dias
Água destilada	12,57 (+2,94)Aa - G1	15,13 (+ 0,80)Aa - G2
Coca-Cola®	12,86 (±2,79)Aa - G3	14,40 (± 0,84)Aa - G4
Etanol 75%	20,46 (+4,44)Ba - G5	15,13 (± 4,12)Ba - G6

Letras minúsculas diferentes significam diferenças na linha
Letras maiúsculas diferentes significam diferenças na coluna

Na Tabela 3, estão expressos os resultados obtidos para o teste de solubilidade.

Tabela 3 – Valores das médias obtidas para a avaliação de solubilidade segundo os grupos avaliados, em µg/mm³. (Desvio padrão entre parênteses)

Solução	07 dias	15 dias
Água destilada	0,00 (0)Aa - G1	0,00 (0)Aa - G2
Coca-Cola®	0,00 (0)Aa - G3	0,00 (0)Aa - G4
Etanol 75%	11,08 (± 4,12)Ba - G5	10,85 (± 3,59)Ba - G6

Letras minúsculas diferentes significam diferenças na linha
Letras maiúsculas diferentes significam diferenças na coluna

Os resultados obtidos e a análise de Tukey (p<0,05%) demonstram que apenas os grupos armazenados em solução de etanol a 75% (G5 e G6) apresentaram solubilidade, sendo estatisticamente diferentes dos demais grupos. O tempo de armazenamento não foi estatisticamente significativo nos valores obtidos de solubilidade em todos os grupos.

DISCUSSÃO

A metodologia adotada neste estudo utilizou-se de desidratação inicial e final dos espécimes, pois isso pode afetar, de maneira direta, a sorção e a solubilidade dos compósitos, como foi evidenciado no estudo de Mortier (2005)¹⁸. Ele avaliou a solubilidade de diferentes materiais, com e sem ciclo de dessecação inicial, concluindo que há um aumento de até 8 vezes na solubilidade, em espécimes não desidratados. Foram necessárias duas semanas para a dessecação inicial dos espécimes, e esse período foi indicado por um teste piloto, estando de acordo com a norma da ISO¹⁶, que sugere duas a três semanas para esse processo.

A água destilada é um solvente recomendado para materiais restauradores resinosos¹⁷, pois simula o ambiente úmido intraoral, resultante da presença de saliva e água. A solução de 75% de etanol tem sido o solvente de escolha para simular o envelhecimento acelerado das restaurações, pois tem um parâmetro de solubilidade, que coincide com o do BisGMA⁹. Quando o etanol penetra na rede polimérica provoca uma expansão da estrutura polimérica, permitindo a liberação de monômeros residuais e causando a dissolução da cadeia linear do polímero¹⁹. Em bebidas com baixo pH, como a Coca-Cola® (pH±2,3), as resinas compostas apresentam maior solubilidade, o que causa erosão na superfície e dissolução da matriz, podendo afetar a dureza da resina²⁰. Diaz-Arnold et al. (1995)²¹ mostraram que baixo pH causa erosão em materiais compósitos híbridos pelo efeito do ácido na superfície da matriz, o que não ocorreu com a resina Z350 utilizada neste estudo.

A degradação química das resinas compostas pode ocorrer em consequência da difusão de moléculas e de íons dos monômeros residuais. Quando a resina é imersa em uma solução aquosa, a sorção de água ocorre entre polímeros, e, mesmo sendo utilizados silanos para melhorar sua propriedade mecânica, ocorre degradação e prejuízo à resistência adesiva entre a matriz resinosa e a carga inorgânica²².

Khokhar et. al. (1991)²³ observaram que, em condições habituais, o UDMA apresentou menor sorção de água do que o Bis-GMA. Sendo assim, a sorção e a solubilidade das resinas compostas estão intimamente relacionadas ao tipo de matriz resinosa, à sua composição e às características do solvente¹⁴.

Sabe-se que materiais hidrofílicos apresentam maior degradação por sorção de água do que materiais hidrofóbicos⁶, no entanto matrizes hidrofóbicas, como o Bis-GMA e o UDMA, presentes na resina composta Z350, também são susceptíveis a reações químicas pelo álcool. Apesar de ambos ocasionarem degradações, os compósitos contendo UDMA foram mais susceptíveis à degradação pelo álcool¹. Neste estudo, a solubilidade ocorreu apenas no grupo imerso na solução etanol/água a 75%, sendo maior no período de imersão de 7 dias, mas essa diferença não foi estatisticamente significativa entre os valores obtidos para os dois períodos de armazenamento, o que corrobora estudos que evidenciaram maior perda de componentes resinosos no início da imersão¹⁹. Por outro lado, outros estudos demonstraram um valor de solubilidade crescente em relação ao tempo^{24,25}.

Segundo a norma 4049 da ISO¹⁶, para que as resinas compostas possam ser indicadas como materiais restauradores, devem apresentar sorção de água menor que 40 µg/mm³ e solubilidade menor que 7,5 µg/mm³ para um período de armazenamento de 7 dias. Os valores encontrados para sorção de água neste estudo foram bem menores, mesmo no período de 15 dias. Os valores de sorção aumentaram no período de armazenamento de 15 dias, porém esse aumento não foi significativo estatisticamente, e a solubilidade não ocorreu no referido grupo, para os dois diferentes tempos de armazenamento.

A literatura científica reporta a diversos estudos experimentais promissores em relação à sorção e solubilidade, porém é necessário um acompanhamento clínico a longo prazo, objetivando uma melhor definição e/ou ampliação das suas indicações como material restaurador universal.

CONCLUSÃO

A resina composta Z350 utilizada neste estudo mostrou-se resistente à degradação química em meio ácido e em meio aquoso, o que resultou numa solubilidade nula para os espécimes armazenados em Coca-Cola® e água destilada para os dois diferentes períodos de tempos.

O compósito testado foi suscetível à degradação quando imerso em solução de etanol/água a 75%, apresentando solubilidade, sem diferença estatística entre os períodos de armazenamento.

REFERÊNCIAS

1. Mallmann A, Jesus SS, Neto AT, Fontes CM, Jacques LB. Resistência flexural de resinas compostas imersas em diferentes líquidos. *Robrac*. 2009; 18 (45): 11-7.
2. Andrade MV, Oliveira LGF, Filho PFM, Silva CHV. Tendências das resinas compostas nanoparticuladas. *Int J Dent*. 2009; abr./jun; 8(2): 153-7.
3. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Assoc*. 2003; 134: 1382-90.
4. Moszner N, Klapdohr S. Nanotechnology for dental composites. *International Journal of Nanotechnology*. 2004; 1(1-2):130-56.
5. Moszner N, Salz U. New development of polymeric dental composites. *Progress in Polymer Science* 2001; 26(4):536-76.
6. Reis AF, Giannini M, Lovadino JR, Ambrosano GM. Effects of various finishing systems on the surface roughness and staining susceptibility of packable composite resins. *Dent Mater* 2003;19: 12-8.
7. Hirata R, Higashi C, Masotti A. Simplificando o uso de resinas compostas em dentes posteriores. *R Dental Press Estét*. 2004; out./nov./dez; 1(1): 18-34.
8. Lopes LG, Jardim Filho Ada V, de Souza JB, Rabelo D, Franco EB, de Freitas GC. Influence of pulse-delay curing on sorption and solubility of a composite resin. *J Appl Oral Sci*. 2009; Feb;17(1):27-31.
9. Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C, et al. Effect of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomaterials*. 2005; 26(33):6449-59.
10. Sideridou I, Achilias DS, Spyroudi C, Karabela M. Water sorption characteristics of light-cured dental resins and composites based on Bis-EMA/PCDMA. *Biomaterials*. 2004; (25): 367-76.
11. Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi ECh. Volumetric dimensional changes of dental light-cured dimethacrylate resins after sorption of water or ethanol. *Dent Mater*. 2008; Dec;24(12):1631-9.
12. Martin N, Jedynakiewicz N. Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials*. 1998; 19: 77-83.
13. Yap AU, Low JS, Ong LF. Effect of food-simulating liquids on surface characteristics of composite and polyacid-modified composite restoratives. *Oper Dent*. 2000; May-June;25(3):170-6.
14. Archegas LRP. Sorção e solubilidade de resinas compostas polimerizadas com luz halógena e led. Dissertação de mestrado. Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba. 2005.

15. Karabela MM, Sideridou ID. Effect of the structure of silane coupling agent on sorption characteristics of solvents by dental resin-nanocomposites. *Dent Mater.* 2008; 24: 1631-39.
16. International Organization for Standardization. ISO 4049: Dentistry polymer – based filling, restorative and luting materials. Switzerland; 2000.
17. International Organization for Standardization. ISO 4049: dentistry –resin-based filling materials. Geneva: The Organization; 1988.
18. Mortier E, Gerdolle DA, Dahoun A, Panighi MM. Influence of initial water content on the subsequent water sorption and solubility behavior in restorative polymers. *Am J Dent.* 2005; 18 (3): 177-81.
19. Ferracane JL. Elution of leachable components from composites. *J Oral Rehabil.* 1994; 21(4):441-52.
20. Witzel MF, Calheiros FC, Gonçalves F, Kawano Y, Braga RR. Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in ethanol and contraction stress of resin-based materials. *J Dent.* 2005; 33(9):773-9.
21. Diaz-Arnold AM, Holmes DC, Wistrom DW, Swift EJ Jr. Short-term fluoride release/uptake of glass ionomer restoratives. *Dent Mater.* 1995; 11(2):96-101.
22. Cattani-Lorente MA, Dupuis V, Moya F, Payan J, Meyer JM. Effect of water on the physical properties of resin-modified glass ionomer cements. *Dent Mater.* 1999; 15(1):71-8.
23. Khokhar ZA, Razzoog ME, Yaman P. Color stability of restorative resins. *Quintessence Int.* 1991; 22(9):733-7.
24. Örtengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil.* 2001; 28:1106-15.
25. Palin WM, Fleming GJP, Burke FJT, Marquis PM, Randall RC. The influence of short and medium-term water immersion on the hydrolytic stability of novel low-shrink dental composites. *Dent Mater.* 2005; 21: 852-63.