

# Evaluación de resinas compuestas fotopolimerizables preparadas con dos tipos de aerosil y dos sistemas monoméricos

**Yaymarilis Veranes Pantoja, Olinka Timno Tiomnova,\* Rosa Krael Revé,\* Gisselle Ramírez Ramos,\* Natalia Davidenko\* y Rubén Alvarez Brito.\***

Departamento de Química, Universidad de Oriente, Santiago de Cuba, Código Postal 90500, Cuba. \*Centro de Biomateriales, Universidad de la Habana, Código Postal 10400, Cuba.

Recibido: 14 de mayo de 2003. Aceptado: 10 de febrero de 2004.

Palabras clave: SPERNAT D10, FK310, composites dentales, fotopolimerizables, silano, absorción y solubilidad.  
Key words: SPERNAT D10, FK310, dental composites, silane, light-cured, absorption and solubility.

**RESUMEN.** Se prepararon formulaciones de composites dentales fotopolimerizables, las cuales fueron evaluadas mediante la determinación de la profundidad de curado, resistencia a la compresión, resistencia a la compresión diametral, absorción y solubilidad en agua. Las formulaciones se prepararon con los sistemas Bis-GMA/DMTEEG/SIPERNAT D 10 (SD); Bis-GMA/DMTEEG/FK310 (F) y Bis-GMA/MPS/FK310 (M). Con los dos primeros sistemas se trata de estudiar el comportamiento del SIPERNAT D 10 (relleno hidrófobo) y el FK310 (relleno hidrófilo). El tercer sistema cambia el monómero diluyente, tratando el relleno hidrófilo directamente con el silano con vistas a mejorar la adhesión matriz relleno y de esta forma, las propiedades ya mencionadas. Los composites preparados con los sistemas SD y F presentan las mejores propiedades, cumpliendo la mayoría de ellas con los valores reportados en la norma. Los composites preparados con el sistema M presentan valores pequeños de profundidad de curado y propiedades mecánicas y elevados de absorción y solubilidad en agua. La adición directa del silano en este caso no ha sido efectiva.

**ABSTRACT.** Light-cured dental composites, which are evaluated by means of the determination of the depth of cure, compression stress, diametrical tensile stress, absorption and solubility in water were studied. The composites formulation were prepared with Bis-GMA/DMTEEG/SIPERNAT D 10 (SD); Bis-GMA/DMTEEG/FK310 (F) y Bis-GMA/MPS/FK310 (M) systems. With the first two systems the authors intend to study the behavior of SIPERNAT D 10 (hydrophobic filler) and FK310 (hydrophilic filler). In the third system, it changes the diluter monomer, making the hydrophilic filler react directly with silane, to improve the mentioned properties. The prepared composites with the system SD and F were the best properties, fulfilling most of them, with the values reported in the corresponding norm. The M composites present small values of depth of cure, and mechanical properties and high properties of absorption and solubility in water.

## INTRODUCCION

La mayoría de las resinas compuestas de uso estomatológico están formadas por una mezcla de monómeros acrílicos y un relleno inorgánico. El proceso de polimerización se inicia a través de un mecanismo de formación de radicales libres, producidos tanto por vía química, como por la acción de la luz, clasificándose los sistemas en autopolimerizables y fotopolimerizables, respectivamente.<sup>1</sup> En la década del setenta se introducen en la práctica asistencial estos últimos sistemas de curado, que fueron desplazando a los sistemas autopolimerizables, debido a que ofrecen una técnica fácil al permitirle al estomatólogo mayor tiempo de trabajo.

La incorporación de partículas inorgánicas a la matriz polimérica garantiza mayor dureza y resistencia al desgaste, y su influencia sobre el comportamiento físico del composite está estrechamente relacionada con su geometría, tamaño y estado físico. La primera generación de composites utilizaba macrorrellenos (entre 20 y 50  $\mu\text{m}$ ), que mostraban buenas propiedades físico-mecánicas, pero perdían partículas superficiales en las interacciones con

## Correspondencia:

Yaymarilis Veranes Pantoja

Centro de Biomateriales, Universidad de La Habana, Avenida Universidad s/n entre Calles G y Ronda, El Vedado, Ciudad de La Habana, Código Postal 10 400, Cuba. Correo electrónico: yayma@biomat.uh.cu

el medio bucal y durante la masticación. Posteriormente, con la utilización de microrrellenos (0,05 µm) se lograban excelentes propiedades de pulido, pero debido a una elevada relación superficie/área sus propiedades físico-mecánicas eran muy inferiores.<sup>2</sup>

Actualmente, los composites híbridos (mezcla de partículas microfinas con otras de mayor tamaño) son los materiales de que se dispone para combinar la dureza de los macrorrellenos con un gran brillo, como consecuencia de un buen pulido.<sup>3</sup>

Por otro lado la adhesión de la matriz polimérica a las partículas de relleno es uno de los factores determinantes en la fortaleza y durabilidad de los composites. Para mejorar esta adherencia, la superficie del relleno es tratada con un agente acoplante, generalmente silanos. Este tratamiento de silanización puede ocurrir en un solo paso, cuando se adiciona el silano directamente a la mezcla de monómeros; o en dos pasos, cuando el relleno es tratado previamente con el silano y la posterior incorporación del relleno a la matriz.<sup>4,5</sup> La combinación del adecuado tamaño de partícula con los métodos de silanización ha dado como resultado resinas compuestas con excelentes propiedades físicas y mecánicas.

El objetivo del trabajo estuvo encaminado a la preparación y evaluación de resinas compuestas, utilizando microrrellenos y dos matrices monoméricas. Las formulaciones estudiadas fueron: Bis-GMA/DMTEEG/SIPERNAT D 10 (SD), Bis-GMA/DMTEEG/ FK310 (F) y Bis-GMA/MPS/ FK310 (M). Con los dos primeros sistemas se pretendió evaluar el comportamiento del relleno sobre la profundidad de curado, resistencia a la compresión, resistencia a la compresión diametral, absorción y solubilidad en agua. Con el último sistema se evaluó la influencia de la incorporación del silano sobre las propiedades estudiadas.

## MATERIALES Y METODOS

### Preparación de los composites

El monómero base empleado fue: 2,2-[p-(2-hidroxi-3-metacriloxipropoxi)fenil]propano (Bis-GMA), FREEMAN, 95 % de pureza y como diluyentes el dimetacrilato de tetraetilenglicol (TEEGDMA) y  $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxisilano ( $\gamma$ -MPS), ambos de FLUKA. La mezclas monoméricas utilizadas contenían 60 % en peso del monómero base y 40 %

del monómero diluyente. Como sistema iniciador se utilizó el par canforquinona/ metacrilato de N,N-dimetilaminoetilo (MDMAE), en relación (0,5 : 0,5) por ciento en peso.

Se prepararon formulaciones con los sistemas Bis-GMA/DMTEEG/SIPERNAT D 10(SD); Bis-GMA/DMTEEG/ FK310(F) y Bis-GMA/MPS/ FK310(M). Previamente, se realizó un estudio para saber la cantidad máxima de relleno que se logra incorporar a cada matriz. Finalmente, se decidió trabajar con 24 % de SIPERNAT D10 y FK 310, ambos rellenos suministrados por DEGUSSA S.A.<sup>6</sup>

### Evaluación de los composites

A los materiales estudiados se les determinó absorción (W) y solubilidad (S) en agua, profundidad de curado (Pc) según la norma ISO 4049 :2000<sup>7</sup> y propiedades mecánicas según los procedimientos descritos en la norma ISO 604.<sup>8</sup> Para el curado de los materiales se empleó la lámpara de luz halógena Visilux 2. El tiempo de irradiación de las pastas fue de 40 s por ambas caras, excepto para el ensayo de profundidad de curado.

Para la determinación de la profundidad de curado se prepararon tres probetas de los composites en moldes metálicos de 6 mm de altura x 4 mm de diámetro. Se irradiaron y retiraron del molde y se eliminó con ayuda de una espátula plástica la pasta que no polimerizó por la cara contraria a la irradiada. Se midió la altura con un micrómetro (0,01 mm), se dividió por dos y se reportó ese valor como profundidad de curado.

La determinación de la absorción y la solubilidad en agua de los materiales se realizó con cinco probetas preparadas en moldes de teflón de 1 mm de altura X 15 mm de diámetro. Se miden las probetas para el cálculo del volumen y se pesan hasta masa constante ( $m_1$ ), luego se sumergen en agua destilada durante siete días ( $m_2$ ) a 37 °C. Se ponen nuevamente a 37 °C hasta masa constante ( $m_3$ ). Para los cálculos se utilizaron las expresiones siguientes:

$$W = (m_2 - m_3) / V$$

$$S = (m_1 - m_3) / V$$

Las probetas (10) para la determinación de la resistencia a la compresión (Rc) y a la compresión diametral (Rcd) se prepararon en moldes de teflón de 8 mm de altura X 4 mm de diámetro y de 4 mm de altura X 6 mm de diámetro, respec-

tivamente. Fueron almacenadas a 37 °C durante una semana y ensayadas en la máquina de ensayos BIONIX 858 Test Systems con una celda de 25 kN y velocidad de compresión de 1 mm/min .

## RESULTADOS Y DISCUSION

Los resultados obtenidos para las formulaciones preparadas en cada sistema fueron procesados estadísticamente por comparación de medias y varianzas, mediante las pruebas t de Student y Fischer respectivamente, con un 0,95 de significación. Para todos los casos se reporta la media y como intervalo ( $\pm$ ) la desviación estándar (Tabla 1).

El SIPERNAT D 10 es una variante hidrófoba de aerosil y el FK 310 hidrófila, por lo que entre estos sistemas se debe analizar la influencia del relleno sobre las propiedades estudiadas. Las resinas preparadas con el sistema SD admitieron menor cantidad de relleno que las preparadas con el sistema F, lo cual resulta contradictorio si se tiene en cuenta que, la naturaleza hidrófoba del SIPERNAT D10 debía facilitar la incorporación del relleno a la matriz orgánica del composite, logrando mejor unión matriz relleno y con ello mejores propiedades. Este comportamiento puede explicarse sobre la base de la densidad compactada de ambos rellenos, el SIPERNAT D10 tiene un valor de 100 g/L y el FK 310 de 130 g/L,<sup>6</sup> razón por la cual, para la misma cantidad de matriz es posible incorporar mayor cantidad de FK 310. Las formulaciones del sistema SD resultan más fáciles de manipular, logrando que el relleno se embeba mejor en la matriz y su coloración es similar a la de las formulaciones del sistema F, lo que resulta lógico debido a su naturaleza hidrófoba.

La diferencia entre las formulaciones de los sistemas F y M radica en la parte monomérica. En el primer sistema se utiliza Bis-GMA/DMTEEG y en el segundo Bis-GMA/MPS, siendo el relleno para ambos sistemas el FK 310. En este caso puede analizarse la influencia del monómero diluyente en las propiedades estudiadas para cada resina.

Para estos sistemas, a pesar de que tienen el mismo relleno, se esperaba que M admitiera mayor cantidad de relleno, asumiendo la ocurrencia de la silanización en un solo paso. La incorporación del relleno a la matriz en el sistema M es mucho más fácil, ya que el relleno se embebe con gran rapidez sin necesidad de agitar mucho, pero admi-

**Tabla 1.** Resultados de las determinaciones de la profundidad de curado, las resistencias a la compresión y a la compresión diametral de las formulaciones estudiadas.

Muestra	SD	F	M
pc (mm)	2,86 ± 0,05	2,56 ± 0,02	2,44 ± 0,04
Rc (MPa)	142 ± 44	140 ± 25	100 ± 26
Rcd (MPa)	27,6 ± 0,2	25,8 ± 2,1	22,0 ± 1,0

tió solo 28 %, mientras que con el sistema F se logra un 33 %.

La profundidad de curado es una medida de la eficiencia de la polimerización, ya que el material que queda sin polimerizar puede migrar al medio bucal y producir reacciones alérgicas en algunos pacientes. La norma ISO 4049 exige que estos materiales deben tener profundidad de curado mayor de 2 mm y la pérdida del material sin polimerizar debe ser inferior a 0,5 mm, o sea, que la profundidad de curado debe ser superior a 2,5 mm teniendo en cuenta que la altura máxima del molde es de 6 mm y el valor que se reporta se ha dividido por dos (Tabla 1). El mayor valor para la profundidad de curado correspondió a la resina S (2,86 mm) seguida de la F (2,56 mm), ambas formulaciones cumplen con los dos requerimientos establecidos en la norma para esta propiedad. En el caso del sistema M, cuya profundidad de curado es 2,44 mm, cumple con el primer requerimiento, pues la pérdida del material sin polimerizar es ligeramente superior a 0,5 mm. Por esta razón se comparó estadísticamente la profundidad de curado con el valor de referencia y no se encontraron diferencias significativas entre ellos. Los resultados de la profundidad de curado para este sistema en el que se incluye el  $\gamma$ -MPS en la matriz, evidencian menor conversión, lo que coincide con los resultados de otros autores.<sup>4,9</sup>

Las propiedades mecánicas de un composite dental permiten predecir su comportamiento en el medio bucal, pero no todas son sensibles a cambios en el tamaño de partículas. Así por ejemplo, se ha encontrado que entre las diversas propiedades mecánicas, tales como resistencia a la tracción, al desgaste, la dureza, sólo el desgaste depende de la cantidad de relleno microfino. La dureza y la resistencia a la compresión dependen más del contenido de carga.<sup>3,10,11</sup>

Las resistencias a la compresión de las formulaciones estudiadas se encuentra entre 100 y 142 MPa (Ta-

bla 1), valores bajos para el fin que se persigue, pues para restauraciones de dientes posteriores la resistencia a debe ser mayor de 200 MPa,<sup>10</sup> ya que son piezas sometidas a grandes esfuerzos de compresión por el proceso de masticación. No se encontraron diferencias significativas entre la resistencia a la compresión para los tres sistemas. Los mejores valores para la resistencia a la compresión diametral corresponden a SD (27,6 ± 0,2) y no difieren significativamente de F (25,8 ± 2,1), estos valores están cercanos al límite (30 MPa) reportado para esta propiedad.

La baja resistencia mecánica de las resinas estudiadas se atribuye al bajo contenido de relleno inorgánico (24 %). Cuando se utilizan microrrellenos, como es el caso, no es posible incorporar más de un 50 % de él a la matriz, de ahí, la búsqueda de rellenos híbridos para mejorar estas propiedades.

Los valores de absorción obtenidos se correspondieron con lo reportado en la norma para estos materiales, ya que la absorción en agua de los sistemas SD y F es menor de 40  $\mu\text{g} \cdot \text{mm}^{-3}$ , para M se encuentra justo en el límite (Fig. 1). La solubi-

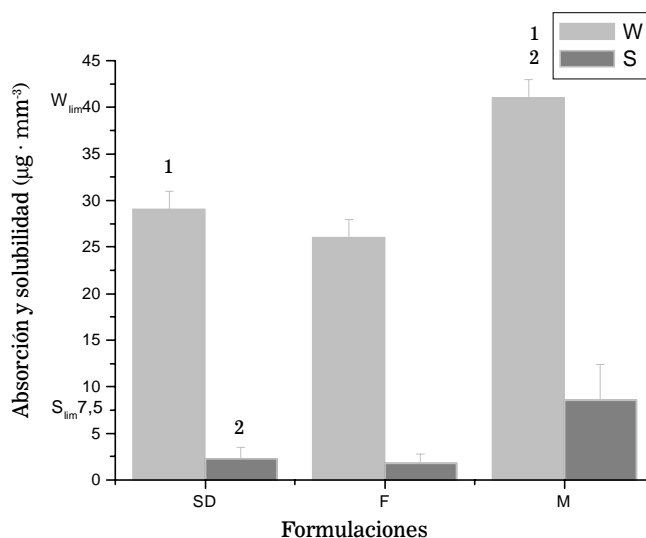
lidad de las formulaciones con los sistemas SD y F cumplen con la norma. No existen diferencias significativas entre la absorción y la solubilidad de estas resinas, lo que resulta razonable si se tiene en cuenta que para ambos sistemas la matriz es Bis-GMA/DMTEEG y es la matriz la máxima responsable del comportamiento de estas propiedades.

La solubilidad obtenida para el sistema M es ligeramente superior a 7,5  $\mu\text{g} \cdot \text{mm}^{-3}$ , valor límite reportado en la norma para esta propiedad, no obstante, no se encontraron diferencias significativas entre ellos. Los mayores valores de absorción y solubilidad obtenidos para el sistema M, están asociados a que la matriz orgánica en este caso es Bis-GMA/MPS, este diluyente presenta marcado carácter hidrofílico, por otro lado, existe la posibilidad de silanización en un solo paso, lo que da lugar a la producción de metanol y este propicia la formación de poros.<sup>4</sup> Estos resultados concuerdan con la menor profundidad de curado obtenida para este sistema, lo que se traduce en menor conversión quedando mayor cantidad de monómero libre que puede migrar al medio acuoso.

Para las formulaciones con los sistemas SD y F se obtienen mejores valores de profundidad de curado, propiedades mecánicas, absorción y solubilidad en agua que para el sistema M.

## CONCLUSIONES

Se prepararon resinas compuestas fotopolimerizables micro, utilizando FK 310 (hidrofílico), SIPERNAT D10 (hidrofobo) como rellenos, Bis-GMA/DMTEEG y Bis-GMA/MPS



**Fig. 1.** Absorción (W) y solubilidad (S) de las formulaciones Bis-GMA/DMTEEG/SIPERNAT D10 (SD); Bis-GMA/DMTEEG/FK310 (F) y Bis-GMA/MPS/FK310(M).

como matrices orgánicas. La naturaleza del relleno no influye en las condiciones estudiadas sobre las propiedades que se analizan. Las formulaciones con los sistemas que utilizan DMTEEG como diluyente del Bis-GMA (SD y F) presentan valores de profundidad de curado, absorción y solubilidad en agua y propiedades mecánicas adecuadas. La incorporación del  $\gamma$ -MPS como diluyente no resulta efectiva sobre las propiedades estudiadas, ya que las formulaciones con el sistema M exhiben

propiedades inferiores a las obtenidas para los sistemas con DMTEEG.

#### BIBLIOGRAFIA

1. Linden L.A.. Radiation Curing in Polymer Science and Technology, Cap. 4, Practical Aspects and Applications, Ediciones Madrid, 415-630, 1990.
2. Leylanaz S., Santerre P. **Biomaterials**, **20**, 1897, 1999.
3. Davidenko N., García R., Sastre R. **Revista de Plásticos Modernos**, **81**, 535, 2001.
4. Venhoven B.A.M., de Gee A.J., Werner A., Davidson C.L. **Biomaterials**, **17**, 7, 1996.
5. Venhoven B.A., De Gee A.J. *et al.* **Biomaterials**, **15**, 14, 1994.
6. Degussa S.A. Catálogo de Aerosil; PT6-23-205-784 H, Alemania, 2000.
7. ISO 4049:2000 E. Dentistry-Polymer-based filling, restorative and luting materials, 3rd edition, 2000.
8. ISO 604:1996 Plásticos. Determinación de las propiedades de compresión, Editada por AENOR, 1997.
9. Yoshida K., Greener E. **Dent. Res.**, **22**, 296, 1998.
10. Díaz J., Ábalos C., Llanas R., Jiménez A. **Dentrum**, **1**, 19, 1999.
11. Brosh T., Ganor Y., Belov I., Pilo R. **Dental Materials**, **15**, 174, 1999.