

## **APLICAÇÃO DE PIGMENTOS DE $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:Cr}$ E $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:Mn}$ EM RESINAS POLIMÉRICAS A BASE DE POLIMETILMETACRILATO UTILIZADAS EM MATERIAIS ODONTOLÓGICOS**

**FERNANDO AUGUSTO DE MORAES<sup>1</sup>; MARIO THADEO RODRIGUES CRUZEIRO<sup>2</sup>; LUCAS SIQUEIRA PINHEIRO<sup>2</sup>; RAFAEL RATTO DE MORAES<sup>2</sup>; PEDRO SICA CRUZEIRO<sup>3</sup>; SERGIO DA SILVA CAVA<sup>1</sup>.**

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas, Curso de Engenharia de Materiais – [ferengmat2013@yahoo.com.br](mailto:ferengmat2013@yahoo.com.br); [sergiocava@gmail.com](mailto:sergiocava@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas, Faculdade de Odontologia – [mtrcruzeiro@gmail.com](mailto:mtrcruzeiro@gmail.com); [lucasspinheiro@terra.com.br](mailto:lucasspinheiro@terra.com.br); [moraesrr@gmail.com](mailto:moraesrr@gmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas, Curso de Biotecnologia – [cruzeiropedro@hotmail.com](mailto:cruzeiropedro@hotmail.com)

### **1. INTRODUÇÃO**

Resinas à base de acrílico, especialmente polimetil metacrilato (PMMA), são frequentemente utilizadas na prática dentária diária, uma vez que são capazes de proporcionar as propriedades essenciais e características necessárias para serem utilizados em diversas funções. Os usos mais comuns desses materiais incluem elaboração de aparelhos ortodônticos, em bases para próteses totais ou parciais removíveis, e em restaurações provisórias (BETTENCOURT et al. 2010; LEE; LAI; HSU, 2002).

Resinas comerciais tem poucas variações do tom rosa (VIPI, 2015), o que pode não se adequar a uma grande parcela da população brasileira com misturas de raça. Além disso, a pigmentação deste produto é devida a compostos orgânicos e inorgânicos que podem afetar a biocompatibilidade da resina. Entretanto, pigmentos a base de óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , alumina) não apresentam este problema, uma vez que este é um material biocompatível (MORAIS et al., 2007; SÁ; MORAIS, 2004).

O objetivo deste trabalho é a obtenção de pigmentos cerâmicos por meio do método dos precursores poliméricos, na forma de nanopartículas de alumina dopada com manganês ou cromo, sendo estes pigmentos incorporados em resinas acrílicas de uso odontológico, verificando os aspectos quanto à natureza da incorporação e variações de propriedades óticas e mecânicas. Espera-se que a utilização do pigmento nanométrico sintetizado na incorporação de resina odontológica seja de maior estabilidade e intensidade de cor e não afete a resistência mecânica.

### **2. METODOLOGIA**

O método utilizado para a preparação dos pigmentos foi o método dos precursores poliméricos, também denominado método Pechini. Este método síntese química se baseia em uma solução de etileno glicol (EG), ácido cítrico (AC) e íons metálicos (M), que é polimerizada formando uma resina tipo poliéster (CAVA, 2003).

Os materiais utilizados para as sínteses de alumina dopada com Cromo ou Manganês foram: Nitrato de Alumínio [ $\text{Al}(\text{OH})_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ], Nitrato de Cromo [ $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ], Nitrato de Manganês [ $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ], Ácido Cítrico [ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ], e Etileno Glicol [ $\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2$ ]. As amostras foram preparadas a partir de uma solução de ácido cítrico/íons metálicos na proporção molar 3:1, e colocado em um béquer

com adição de água destilada, sob agitação constante, com auxílio de placa aquecedora com agitação magnética, em uma temperatura compreendida entre 70 e 85°C durante 60 minutos, e o pH foi mantido baixo (~ 2) para evitar a precipitação dos cátions. Após as soluções ficarem homogêneas, foi adicionado etilenoglicol em uma razão de 40% (em massa) com relação a massa de ácido cítrico, permanecendo sob agitação e aquecimento constantes até completa formação das resinas poliméricas. As resinas resultantes foram pré-calcinadas em forno tipo mufla a uma temperatura de 400°C durante 3 horas, com uma taxa de aquecimento de 0,5°C/min, para eliminação da matéria orgânica. Os materiais resultantes foram desagregados com auxílio de almofariz, formando pós de partida com baixa granulometria. Os pós de partida foram calcinados em forno tipo mufla em temperaturas entre 800 e 1200°C durante 2 horas, com uma taxa de aquecimento de 0,5°C/min, peneirados em malha #325 e caracterizados por Difração de Raios-X (DRX).

A funcionalização das partículas calcinadas a 1200°C foi realizada empregando-se tetraetil ortosilicato (TEOS) e tetracriloxipropil trimetoxi silano (TPMS), previamente secos em estufa a 50°C pelo tempo necessário para evaporar o líquido excedente. Primeiramente, os pigmentos cerâmicos são misturados com o TEOS, que atua como agente de ligação, ligando-se ao metacrilato formando um copolímero com o monômero resinoso dando origem a um compósito. Este monômero possui grupos funcionais que sofrem absorção de água que será disponibilizada para a reação do silano. A funcionalização das partículas de pigmentos sintetizados é então encerrada com a incorporação de silano sob a forma de TPMS, previamente dissolvido em álcool etílico a 95% em quantidade de 5% em relação ao peso do pigmento e incorporado às partículas em quantidade suficiente para cobri-las.

Os pigmentos sintetizados e funcionalizados foram incorporados em uma resina incolor a base de (poli) metil metacrilato (PMMA). Foram confeccionados corpos de provas de resina incolor, de acordo com as recomendações do fabricante, com pigmentos comerciais e com pigmento sintetizados. As resinas utilizadas são denominadas: resina incolor (R1); resina colorida comercial, denominada “resina rosa média vejada” (R2); resina incolor + 5% de pigmento  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:Cr}3\%$  (R3); resina incolor + 5% de pigmento  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:Mn}1\%$  (R4); resina incolor + 5% de pigmento  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:Mn}2\%$  (R5). Foram confeccionados 14 corpos de provas de cada uma das cinco composições totalizando 70 corpos de provas, na forma de prisma, nas medidas 65 mm x 10 mm x 2,5 mm. As resinas polimerizadas foram submetidas a teste de resistência à flexão biaxial, modo “ball-on-ring”, em máquina de ensaios mecânicos, marca Emic DL2000, com taxa de tensão de 1MPa/min.

Será realizada análise em Microscópio Eletrônico de Varredura, em um corpo de prova de cada composição após ensaio mecânico, a fim de serem avaliadas as superfícies de fratura.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foram sintetizados nanopigmentos cerâmicos de alumina dopada com 3% de cromo [ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:Cr}$ ] e alumina dopada com 1 e 2% de manganês [ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:Mn}$ ]. Os difratogramas de raios-X das amostras de alumina dopada com manganês 2% em diferentes temperaturas podem ser visualizados na Figura 1.

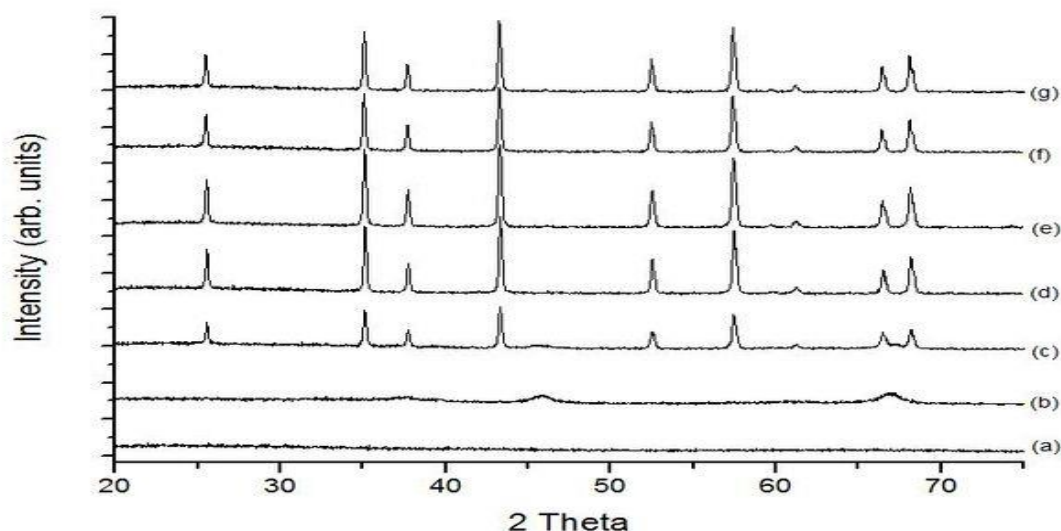


Figura 1. Difratoograma de Raio-X das amostras de alumina dopada com Manganês. a) 700°C, b) 800°C, c) 1000°C, d) 1025°C, e) 1050°C, f) 1100, g) 1200°C.

A partir dos difratogramas apresentados na Figura 1, é possível confirmar a obtenção de nanopartículas de alumina, bem como a transição de fases deste composto, que sofre mudança de gama para alfa em decorrência das temperaturas acima e abaixo de 1000°C a que foram submetidas as amostras. Neste trabalho utilizou-se as amostras calcinadas em 1200°C para a alumina dopada com cromo e manganês, pois as cores obtidas nessa temperatura era bem próximas das cores da resina PMMA Rosa comercial. Os demais difratogramas, não apresentados neste resumo, também confirmam a obtenção de alumina e suas transições de fase. A possível mudança de cor das amostras, promovidas pela inserção do manganês ou do cromo, podem ter sofrido influência da alteração de fases e da mudança de cristalinidade.

O resultado do ensaio de flexão de 3 pontos pode ser visualizado na Figura 2, onde é possível observar que não houve diferença significativa entre os valores médios de tensão máxima suportadas pelas resinas comerciais PMMA incolor e Rosa em relação as resinas com adição dos pigmentos Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Mn 1 e 2%. A tensão máxima suportada pela resina com adição de pigmento Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Cr 3% foi estatisticamente semelhante apenas à resina comercial PMMA incolor.

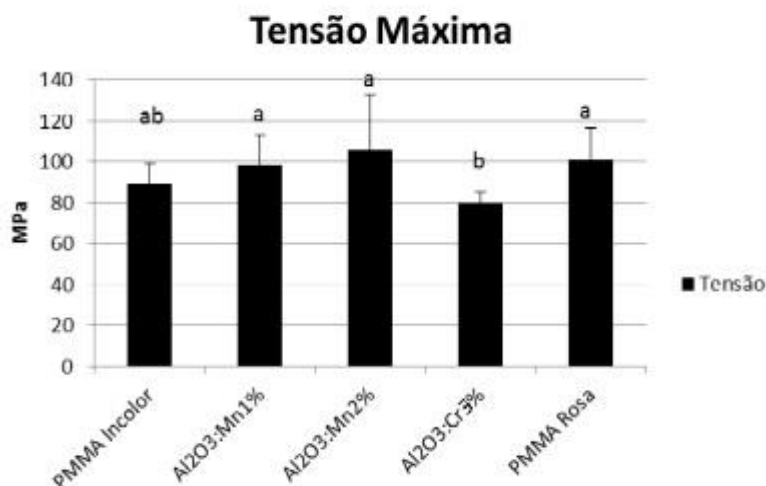


Figura 2 – Tensão máxima das composições resinosa.

#### 4. CONCLUSÕES

A aplicação de pigmentos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dopados tanto com 3% de Cr, como com 1% e 2% de Mn em PMMA é possível através da metodologia utilizada. A resistência à flexão do PMMA não é afetada significativamente, conservando as boas propriedades mecânicas da resina. As tonalidades obtidas com a incorporação dos pigmentos à resina apresentaram uma cor próxima da resina comercial “rosa média vejada” utilizada no mercado. Entretanto, caracterizações adicionais de colorimetria devem ser realizadas.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BETTENCOURT, A. F.; NEVES, C. B.; ALMEIDA, M. S.; PINHEIRO, L. M.; OLIVEIRA, S. A.; LOPES, L. P.; CASTRO, M. F. Biodegradation of acrylic based resins: A review. **Dental Materials**, v. 26, n. 5, p. 171-180, 2010.

CAVA, S. **Síntese de pigmentos nanométricos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dopado com cobalto e cromo**. Tese (Doutorado) — Universidade Federal de São Carlos, 2003.

LEE, S.; LAI, Y.; HSU, T. Influence of polymerization conditions on monomer elution and microhardness of autopolymerized polymethyl methacrylate resin. **European Journal of Oral Sciences**, v. 110, n. 2, p. 179–183, 2002.

MORAIS, F. A. I.; MELLO, B. A.; SOUZA, I. A.; PONZI, E. A. C.; REVOREDO, G. A. Polímeros a Base de Metil Metacrilato: Importância em Odontologia. **International Journal of Dentistry, Recife**, v. 6, n. 2, p. 63-66, 2007.

SÁ, M. C.; MORAES, B. **Microestrutura e propriedades mecânicas de compósitos alumina-zircônia para próteses dentárias**. Tese (Doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, 2004.

VIPI, **Catálogo de Produtos Odontológicos**. Disponível em:  
<[http://www.vipi.com.br/portal/wp-content/uploads/2013/03/catalogo\\_geral.pdf](http://www.vipi.com.br/portal/wp-content/uploads/2013/03/catalogo_geral.pdf)>.  
Acessado em: 14 março 2015.