

See discussions, stats, and author profiles for this publication at: <https://www.researchgate.net/publication/294581328>

POLYMERIZATION SHRINKAGE EVALUATION OF DENTAL RESTORATIVE EXPERIMENTAL COMPOSITES BASED ON...

Conference Paper · August 2014

CITATIONS

0

READS

10

3 authors:



[Luiza Mello de Paiva Campos](#)

University of São Paulo

14 PUBLICATIONS 7 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



[Duclerc Parra](#)

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

143 PUBLICATIONS 949 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



[Ademair Lugao](#)

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

204 PUBLICATIONS 1,312 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)

Some of the authors of this publication are also working on these related projects:



Polyolefin films (polypropylene and polyethylene) irradiated with gamma and adding nanosilver and nanozinc antimicrobial obtained by processing via extrusion. [View project](#)



Advanced protein-based nanocarriers for chemo and radiotherapeutics [View project](#)

AVALIAÇÃO DA CONTRAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DENTÁRIOS EXPERIMENTAIS A BASE DE BISGMA/TEGDMA, ADICIONADOS COM NANOPARTÍCULAS DE MONTMORILONITA

Campos LMP¹, Santos LKG¹, Parra DF¹, Lugão AB¹.

¹ Institute of Nuclear and Energy Research, University of São Paulo, São Paulo, BRAZIL.

Resumo: *Esse trabalho investigou a contração de polimerização de compósitos experimentais (a base de BisGMA/TEGDMA) adicionados com nanopartículas de argila MMT Cloisite® 10A. Utilizou-se compósitos experimentais adicionados com sílica silanizada Aerosil® OX-50 como controle. Seis grupos de compósitos experimentais contendo 50, 60 e 70% de carga em massa foram investigados, sendo três grupos adicionados com MMT e três grupos adicionados com sílica silanizada. A caracterização dos compósitos experimentais foi realizada pelas seguintes análises: Análise Térmica-Mecânica (TMA); Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC); Micro Dureza Knoop (MDK); Difração de Raio-X (DRX). A contração de polimerização variou de acordo com a concentração e o tipo de carga. Os compósitos experimentais adicionados com MMT apresentaram valores de contração entre 2,77 e 0,17% e os grupos adicionados com sílica silanizada apresentaram valores de contração entre 2,73 e 0,59%. Os valores de microdureza variaram entre 18 e 20 nos grupos de compósitos experimentais adicionados com MMT e entre 11 e 15 nos grupos controle adicionados com sílica silanizada. Por meio da Difração de Raio-X observou-se o fenômeno de intercalação da nanopartícula MMT na matriz polimérica e isso poderia justificar o melhor desempenho apresentado (menor contração de polimerização e maior valor de microdureza) em comparação aos grupos controle.*

Palavras-chave: *contração de polimerização, compósitos dentários resinosos, MMT, sílica silanizada, materiais dentários.*

1. INTRODUÇÃO

A resina composta possui como umas de suas principais vantagens a possibilidade de realizar preparos cavitários mínimos e possuir uma estética superior (Sun-Hong *et al.*, 2010). Entretanto, esse material sofre uma alteração volumétrica devido à aproximação das moléculas monoméricas, no processo de polimerização. Esta reação acontece quando há a quebra das duplas ligações em ligações simples dos metacrilatos, componentes base. Alguns dos prejuízos provenientes das tensões que implicam o processo de polimerização são: surgimento de fendas entre o dente e a restauração, dor pós-operatória, desprendimento da resina depositada, deflexão de cúspides, entre outros. Com o passar do tempo, houve um grande avanço no que diz respeito à área desses compósitos. Mudanças estruturais advindas da junção de maiores valores de carga inorgânica, além da adição de monômeros metacrilatos multifuncionais, contribuíram para a produção de materiais mais resistentes ao desgaste e com maior elasticidade. Com a incorporação das partículas de carga, a contração de polimerização apresentada por esses compósitos reduziu para 1,5 a 3,0% (Gonçalves *et al.*, 2010).

Os polímeros reforçados com pequenas quantidades de argilominerais, como a Montmorilonita (MMT) foram intensamente estudados, mas inicialmente seu uso chamou a atenção da indústria de plásticos, por causa do aprimoramento nas propriedades ópticas, térmicas e mecânicas (Fournaris *et al.*, 2001). A possibilidade de incorporação dessas argilas e compósitos, para utilização odontológica, tem intuito de reduzir a contração de polimerização e de tensão residual (Liu *et al.*, 1990; Salahuddin e Sherata, 2001; Discacciati *et al.*, 2004, Discacciati e Oréfica, 2007; Campos *et al.*, 2014).

Algumas argilas têm a capacidade de absorção das moléculas orgânicas, dentre estas, a MMT. Este processo de absorção interfere no aumento do volume do material, uma vez que suas lamelas se distanciam ou se dispersam ao longo da matriz. Autores afirmam que houve a redução na contração de polimerização (de um sistema de base de BisGMA) quando foram incorporados os silicatos lamelados. O volume adicional livre dentro das argilas pode ter contribuído para o resultado (Discacciati e Oréface, 2007; Campos et al., 2014).

O objetivo desse trabalho foi avaliar a contração de polimerização de compósitos experimentais adicionados com nanopartículas de argila MMT Cloisite[®] 10A (nas concentrações de 50, 60 e 70% de carga) e comparar a compósitos experimentais adicionados com carga convencional a base de sílica silanizada (grupos controle), nas mesmas concentrações em massa.

2. MATERIAIS

No presente trabalho foram utilizados compósitos experimentais confeccionados pela técnica de mistura e incorporação manual da carga inorgânica na matriz polimérica (Campos et al., 2014).

Para confecção da matriz polimérica foram utilizados os seguintes materiais: BisGMA: (Bisphenol A Bis(2-hydroxy-3-methacryloxypropyl)Ether). Lote: 688-51, Esstech, Essington, Pennsylvania, USA. TEGDMA: (Triethyleneglycol Dimethacrylate). Lote: PA02700018, Esstech, Essington, Pennsylvania, USA. Canforoquinona: (camphorquinone, 97%). Lote: S12442-127, Sigma-Aldrich Chemie, GmbH, Steinheim, Germany. DMAEMA: (2-(Dimethylamino)ethyl methacrylate), 98%. Lote: 21608009, Sigma-Aldrich Chemie, GmbH, Steinheim, Germany.

Como carga inorgânica foram utilizados os seguintes materiais: Cloisite 10A: MMT natural Cloisite[®] 10A. Lote: 09K22AGX004, Southern Clay Products, Inc. 1212 Church Street Gonzalez, Texas 78629, USA. Sílica Aerosil[®] OX-50 Silanizado. Lote: 091111. FGM, 89219-501, Joinville, SC, Brasil.

2.1 MMT Cloisite[®] 10A

A nanopartícula argilomineral utilizada nesse estudo, MMT Cloisite 10A[®] foi previamente organofilizada pelo fabricante e de acordo com suas informações possui a superfície modificada pelo Dimetil Di“tallow” hidrogenado de amônio quaternário (2MBHT), na concentração de 125 meq 100g⁻¹ de argila, ânion de cloreto e onde “Tallow” hidrogenado, representa um grupo alquila com aproximadamente 65% de C18; 30% de C16 e 5% de C14. Ainda segundo o fabricante, a MMT Cloisite 10A[®] possui $d_{001} = 19.2\text{Å}$, correspondente ao pico inicial da Difração de Raio- X, valor que também indica o espaçamento interlamelar inicial. O fabricante também afirma que a área superficial da nanopartícula é de 750m² g⁻¹.

3. MÉTODOS

3.1 Confecção dos Compósitos Experimentais

Os compósitos experimentais foram elaborados apresentando uma variação de acordo com o tipo e a concentração em porcentagem de carga inorgânica, compondo 13 diferentes grupos. Os materiais foram pesados individualmente em uma balança eletrônica digital de precisão, marca Shimadzu/ modelo AY220 . O objetivo era que cada grupo de compósito experimental tivesse 1 grama na sua massa final. Após a pesagem dos materiais iniciou-se a mistura pela matriz polimérica, com o auxílio de

uma espátula de resina em um pote “dappen”. O BisGMA foi incorporado ao TEGDMA em proporções iguais (1:1) em todos os grupos. Após essa mistura inicial, adicionou-se a canforoquinona e a amina terciária DMAEMA e em seguida da manipulação adicionou-se a carga inorgânica em pequenas proporções até a inteira incorporação da carga na matriz polimérica. Na Tabela 1, observa-se as formulações e a identificação de todos os Grupos de compósitos experimentais utilizados nesse estudo:

Tabela1: Formulações e identificação dos grupos de compósitos experimentais

	Quantidade em massa (mg)					
	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4	Grupo 5	Grupo 6
BisGMA	248	198	148	248	198	148
TEGDMA	248	198	148	248	198	148
Canforoquinona	2	2	2	2	2	2
DMAEMA	2	2	2	2	2	2
MMT Cloisite [®] 10A	500	600	700	-	-	-
Silica Aerosil [®]	-	-	-	500	600	700
Massa Total	1000	1000	1000	1000	1000	1000

3.1 Análise Térmica-Mecânica (TMA)

Por meio dessa análise foi realizada a mensuração da contração de polimerização dos compósitos experimentais durante a cura. Essa metodologia foi realizada com um sistema de fotopolimerização acoplado. Foi utilizado o aparelho fotopolimerizador LED Curing Light, marca Kondodteck, modelo Aigh-7A, número de série AI8100281, o qual emite luz com comprimento de onda de 468 nm, próprio para a cura de compósitos odontológicos. O tempo de análise de cada corpo de prova foi determinado em 5 minutos de duração, com temperatura média de 25 °C. Nos segundos iniciais, identificados até 0,5 min, o fotopolimerizador não foi ativado, dessa maneira nenhuma alteração volumétrica foi observada nas análises realizadas. De 0,5 a 2,5 min, o fotopolimerizador foi ativado, assim toda a alteração volumétrica resultante da fotopolimerização pode ser registrada. A partir de 2,5 min o fotopolimerizador foi desligado e apenas observou-se a reação de pós-cura da amostra. Os resultados foram baseados em toda a alteração volumétrica em porcentagem apresentada pela amostra nesse período. As análises foram realizadas no equipamento Mettler Toledo TMA/STDA 840, no Laboratório de Polímeros do Centro de Química e Meio Ambiente (Lab Pol/CQMA) do IPEN.

3.2 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Por meio dessa metodologia pode-se monitorar os perfis de cura e pós-cura dos compósitos experimentais. Foi pela metodologia DSC que se observou também a eficácia de polimerização e conversão das amostras submetidas a metodologia TMA, comparando-se amostras polimerizadas e não polimerizadas do mesmo grupo. Foram realizadas dez análises para cada grupo de compósito experimental. Para a realização das análises, as amostras foram pesadas e acondicionadas sobre cadinhos de alumínio. A duração foi de 28 minutos e a temperatura variou entre 25°C e 300°C. O aparelho utilizado foi DCS822e Mettler Toledo, no Lab Pol/CQMA do IPEN.

3.3 Micro Dureza Knoop (MDK)

Para a realização das análises de micro dureza Knoop, a carga aplicada foi definida em 25 gramas durante 10 segundos. A área analisada limitou-se ao comprimento da maior diagonal da marca deixada pelo penetrador Knoop nos corpos de prova testados. Foram selecionadas para a análise 3 corpos de prova de cada grupo de compósito experimental. Em cada corpo de prova foram realizadas 5 idetações. Dessa maneira, foi obtida a média de cada corpo de prova e posteriormente, esses valores foram somados e divididos pelo número de corpos de prova testados de cada grupo. As análises foram realizadas no microdurômetro Shimadzu, modelo HMV 2000, no Departamento de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo (FOUSP).

3.4 Difração de Raio-X (DRX)

Esta análise teve como objetivo determinar a distância interlamelar e o espaçamento basal “d” da montmorilonita dispersa na fase orgânica do composto experimental. Pela Difração de Raio-X obtiveram-se os difratogramas que avaliaram o tipo de interação da argila em relação à matriz polimérica.

O espaçamento interplanar basal “d” dos compósitos experimentais com carga inorgânica argilomineral, foram determinados pela Lei de Bragg expressa na seguinte equação: $n \lambda = 2d \sin \Theta$, onde: n = um número inteiro; λ = comprimento de onda da radiação incidente; “d”= a distância ou espaçamento interplanar para o conjunto de planos “hkl” (índice de Miller) da estrutura cristalina; Θ = ângulo de incidência de raios-X (medido entre o feixe incidente e o plano cristalino).

As análises foram realizadas no Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT) do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo, da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Análise Térmica-Mecânica (TMA)

Os resultados da contração de polimerização, obtidos pela metodologia TMA, dos compósitos experimentais adicionados com MMT e sílica silanizada, estão descritos na Tabela 2:

Tabela 2: Resultados da contração de polimerização pela metodologia TMA

Grupo	Contração (%)	Variância	Desvio Padrão
1 (50%MMT)	1,90	0,132	0,363
2 (60%MMT)	0,52	0,031	0,176
3 (70%MMT)	0,17	0,006	0,080
4 (50% sílica)	2,73	0,262	0,690
5 (60% sílica)	1,01	0,120	0,346
6 (70% sílica)	0,49	0,024	0,155

Em relação ao desempenho dos compósitos experimentais adicionados com a sílica silanizada, pode-se observar um comportamento típico de polímeros reforçados com partículas inertes e de preenchimento e uma forte correlação entre o aumento da concentração da carga inorgânica e a redução da contração de polimerização, visto que a contração reduziu linearmente ($R^2 = 0,9972$). Os compósitos experimentais adicionados com a nanopartícula MMT apresentaram valores semelhantes na concentração de 50% de carga inorgânica, em relação aos compósitos adicionados com a sílica silanizada. Entretanto quando as concentrações de carga inorgânica aumentaram, observou-se que os valores de contração permaneceram menores em todas as concentrações testadas. Observou-se também uma grande redução da contração de polimerização entre 60 e 70% de concentração de carga inorgânica, revelando um tipo de interação matriz/carga inorgânica diferenciada ($R^2 = 0,9319$).

Os menores valores de contração de polimerização apresentado pelos grupos adicionados com MMT em relação aos adicionados com a sílica silanizada, podem ser atribuídos à interação entre a matriz polimérica e as nanopartículas argilominerais. Este fato pode ser relacionado com a interface entre a matriz polimérica e argila, que adquiriu propriedades particulares em função do aumento da superfície e com isso novas características foram obtidas. Segundo alguns autores, a habilidade de determinadas argilas em absorverem moléculas orgânicas faz com que suas lamelas se distanciem uma das outras ou se dispersem ao longo da matriz polimérica, desenvolvendo um volume adicional dentro do material. A hipótese dos autores é de que essa natureza expansiva poderia reduzir a magnitude da contração de polimerização e da tensão residual dos compósitos. (Kelly *et al.*, 1994; Salahuddin e Sherata, 2001).

A redução da contração de polimerização em compósitos experimentais adicionados com MMT Cloisite[®] 30B foi observada em outro estudo (Campos, et al., 2014). Segundo os autores, a afinidade química entre a matriz polimérica a base de BisGMA/TEGDMA e a nanopartícula argilomineral Cloisite[®] 30B de natureza polar (devido a superfície modificada pelo Metil “tallow” bis-2-hidroxitil amônio quaternário (MT2EtOH) durante o processo de organofilização) pode ter sido determinante, não só no melhor desempenho mecânico, mas também na redução da contração de polimerização.

4.2 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Por meio dessa metodologia conseguiu-se monitorar se as amostras, previamente polimerizadas pelo TMA, foram curadas e convertidas adequadamente. Isso foi possível comparando o comportamento de duas amostras do mesmo grupo, uma previamente polimerizada pelo TMA e a outra não polimerizada. Observou-se que o comportamento destas amostras foi muito distinto, pois as amostras não polimerizadas apresentaram uma reação exotérmica (100-130°C), ou seja, ocorreu uma polimerização pelo estímulo térmico. Em relação às amostras polimerizadas, observou-se um comportamento típico de degradação e fusão polimérica (240-260°C), decorrente das altas temperaturas que foram submetidas. Na figura 1 observa-se um exemplo de comparação entre uma amostra não polimerizada (A) e uma amostra previamente polimerizada pela metodologia TMA (B) referentes ao grupo 1 (50% MMT). Todas as amostras foram submetidas a essa metodologia.

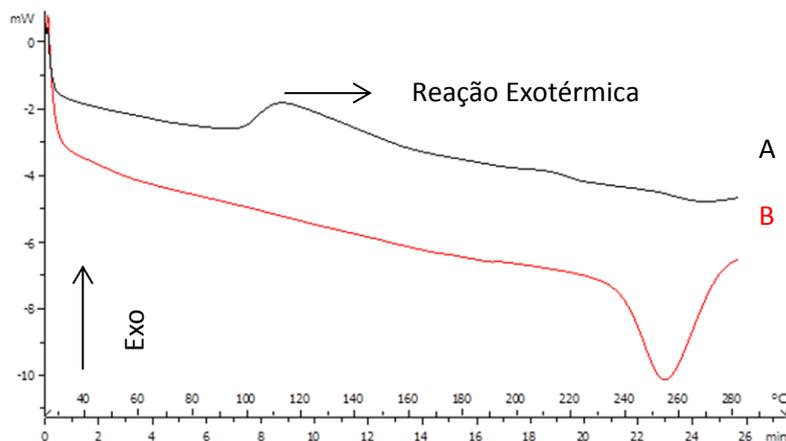


Figura 1: Resultado obtido pela metodologia DSC. Comparação entre uma amostra não polimerizada (A) e uma amostra previamente polimerizada pela metodologia TMA (B), referentes ao grupo 1 (50% MMT).

De acordo com os resultados obtidos, a metodologia DSC comprovou a eficácia da metodologia TMA na cura e conversão dos compósitos experimentais.

4.3 Micro Dureza Knoop

Os valores referentes à micro dureza dos compósitos experimentais estão descritos na Tabela 3.

Tabela 3: Resultado das análises de micro dureza dos compósitos experimentais.

Grupo	Valor médio – Dureza Knoop
1 (50% MMT)	12
2 (60% MMT)	13
3 (70% MMT)	18
4 (50% sílica)	11
5 (60% sílica)	13
6 (70% sílica)	16

Os compósitos experimentais adicionados com MMT apresentaram os valores de micro-dureza semelhantes (em todas as concentrações analisadas) aos compósitos adicionados com sílica silanizada. A dureza é uma das propriedades das resinas compostas mais investigadas desde que Ferracane (1985) observou uma correlação entre a Dureza Knoop e o grau de conversão dos compósitos. A dureza também apresentou uma forte correlação com o grau de conversão em outro estudo (Vanderwalle *et al.*, 2004). Observou-se então, por meio dos resultados desse estudo, que a dureza da nanopartícula MMT foi semelhante aos compósitos adicionados com sílica silanizada e assim como a metodologia DSC, as análises de micro dureza mostraram a efetividade no grau de conversão dos compósitos previamente polimerizados pela metodologia TMA, em ambas as cargas analisadas.

4.4 Difração de Raio-X (DRX)

Esta metodologia teve como objetivo analisar a distância interlamelar (espaçamento basal) da montmorilonita inserida na matriz polimérica a base de BisGMA /TEGDMA, dos compósitos experimentais adicionados com as nanopartículas argilominerais MMT Cloisite[®] 10A.

Inicialmente, foi obtido o difratograma da nanopartícula pura e posteriormente os difratogramas dos grupos de compósitos experimentais. Dessa maneira foi possível comparar a distância interlamelar inicial “ d_{001} ” da nanopartícula pura com a distância interlamelar “ d ” apresentada pelos compósitos experimentais. Por essa metodologia também foi possível avaliar o tipo de interação MMT/polímero. Na Figura 2, observa-se o difratograma da nanopartícula argilomineral MMT Cloisite 10[®]A pura e a distância interlamelar inicial “ d_{001} ”.

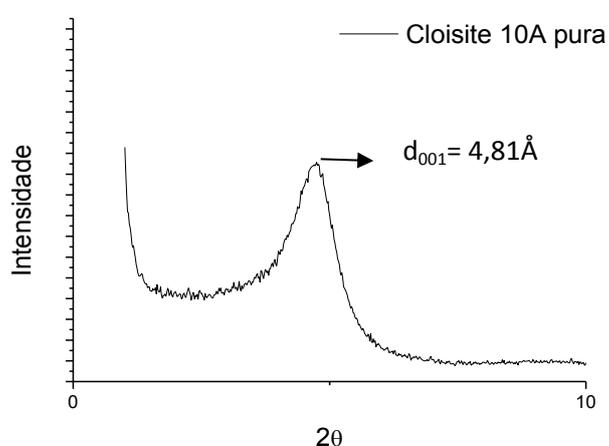


Figura 2: Difratograma da nanopartícula argilomineral Cloisite 10A[®] pura para obtenção do “ d ” inicial.

De acordo com o resultado da difração obtido, foi determinada a distância interlamelar da nanopartícula Cloisite 10A[®] em “ d_{001} ” = 4,81Å. Em seguida foram obtidos os valores de “ d ” dos grupos de compósitos experimentais adicionados com a referida nanopartícula. Os difratogramas dos grupos 1, 2 e 3 estão demonstrados na Figura 3.

Por meio do difratograma dos grupos de compósitos experimentais adicionados com a nanopartícula MMT, observou-se o deslocamento do pico “ d ” (comparado ao pico “ d_{001} ”) para ângulos menores em todas as concentrações analisadas, caracterizando assim o fenômeno de intercalação, ou seja, um aumento no espaço interlamelar devido a entrada do polímero entre as camadas da argila. Esse tipo de interação é fundamental, pois se a argila permanecer dispersa em uma matriz polimérica, irá atuar como carga convencional, mesmo se as partículas tiverem dimensões nanométricas. Entretanto, se a argila estiver intercalada e/ou esfoliada durante o processamento, poderá atuar como um nanocompósito, promovendo características de reforço que não são obtidas com a argila simplesmente dispersa (Wang, 2002).

O fenômeno de intercalação da nanopartícula MMT em uma matriz polimérica a base de BisGMA/TEGDMA, observado nos grupos de compósitos experimentais, pode justificar os melhores resultados observados nas análises de contração de polimerização. Segundo Campos (*et.al.*, 2014), a intercalação da nanopartícula de argila MMT Cloisite 30B[®] em uma matriz polimérica a base de dimetacrilato, resultou em um melhor

desempenho no que se refere à contração de polimerização, comparado a compósitos adicionados com sílica silanizada, que apresentaram um comportamento típico de partículas inertes. De acordo com alguns autores (Kelly *et al.*, 1994; Salahuddin e Sherata, 2001), essa expansão poderia minimizar a contração de polimerização e a tensão residual desses compósitos.

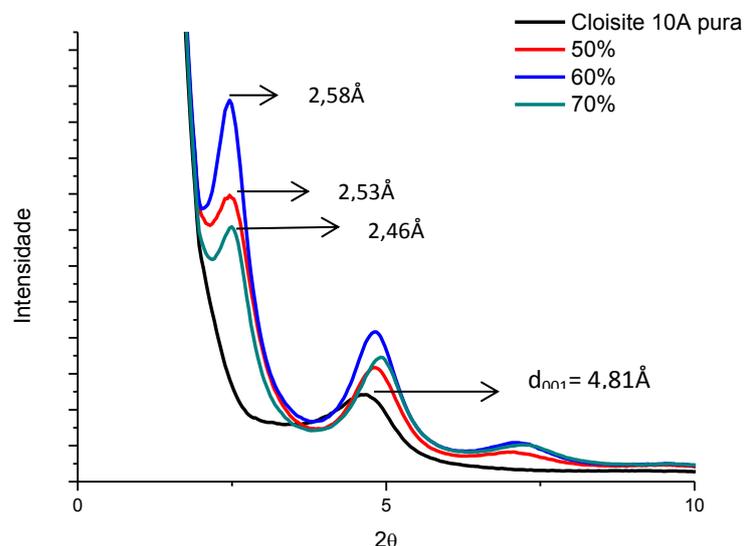


Figura 3: Difratograma dos Grupos de compósitos experimentais adicionados com a nanopartícula argilomineral MMT Cloisite 10A[®].

5. CONCLUSÃO

Por meio da metodologia TMA concluiu-se que os grupos de compósitos experimentais adicionados com a nanopartícula argilomineral MMT Cloisite[®] 10A apresentaram os menores valores de contração de polimerização em todas as concentrações testadas, em comparação aos compósitos adicionados com a Sílica Aerosil OX-50. As metodologias DSC e Micro Dureza Knoop demonstraram que a fotopolimerização e a conversão (cura) polimérica foram satisfatórias para ambas cargas analisadas. Os menores valores de contração de polimerização apresentados pelos compósitos adicionados com MMT pode ser relacionado ao tipo de interação diferenciada (fenômeno de intercalação) entre a matriz polimérica e a nanopartícula MMT Cloisite[®] 10A, observada pela Difração de Raio-X.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à ESSETECH, SOUTHERN CLAY PRODUCTS e FGM pela generosa doação dos materiais; À FAPESP (processo n. 2013/07229-3) pelo financiamento desse projecto.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Campos, L.M.P., Lugão A.B., Vasconcelos M.R., Parra D.F. (2014), "Polymerization Shrinkage Evaluation on Nanoscale-Layered Silicates: BisGMA/TEGMA Nanocomposites, in Photo-Activated Polymeric Matrices", *J Appl Polym Sci.*, 131, 413-418.

- Discacciati, J.A.C., Neves, A.D., Oréface, R.L., Pimenta, F.J.G.S., Sander, H.H. (2004), “Effect of light intensity and irradiation time on the polymerization process of a dental composite resin”, *Mater Res.*, 2, 313-318.
- Discacciati, J.A.C., Oréface, R.L. (2007), “Structural analysis on photopolymerized dental resins containing nanocomponents”, *J Mater Sci.*, 42, 3883-3893.
- Fournaris, K.G., Boukos, N., Petridis, D. (2001), “Aqueous polymerization of protonated 4-vinylpyridine in montmorillonite”, *Appl Clay Sci.*, 19, 77-88.
- Gonçalves, F., Azevedo, C.L.N., Ferracane J.L., Braga, R.R. (2010), “BisGMA/TEGDMA ratio and filler content effects on shrinkage stress”, *Dent Mater.*, 27, 520-526.
- Kelly, P., Akelah, A., Qutubuddin, S., Moet, A. (1994), “Reduction of residual stress in montmorillonite/epoxy compounds”, *J Mater Sci.*, 29, 2274-2280.
- Liu, L.Z.Q., Xiaoguang, Z. (1990), “Studies on nylon-6-nanoclay nanocomposites by melt intercalation process”, *J Appl Polym Sci.*, 71, 1133-1138.
- Salahudin, N., Shehata, M. (2001), “Polymethylmethacrylate-montmorillonite composites: preparation, characterization and properties”, *Polymer*, 42, 8379-8385.
- Vandewalle, K.S., Ferracane, J.L., Hilton, T.J., Erickson, R.L., Sakaguchi, R.L. (2004), “Effect of density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations”, *Dent Mater*, 20, 96-106.
- Sun-Hong, M., Ferracane, J.L., In-Bog, L. (2010), “Effect of shrinkage strain, modulus, and instrument compliance on polymerization shrinkage stress of light-cured composites during the initial curing stage”, *Dent Mater*; 26, 1024–1033.
- Wang, S. (2002), “Biopolymer chitosan/montmorillonite nanocomposites: Preparation and characterization”, *Polym Degrad Stab.*, 77, 423.

POLYMERIZATION SHRINKAGE EVALUATION OF DENTAL RESTORATIVE EXPERIMENTAL COMPOSITES BASED: BISGMA/TEGMA, FILLED WITH MMT NANOPARTICLES

Campos LMP¹, Santos LKG¹, Parra DF¹, Lugão AB¹.

¹ Institute of Nuclear and Energy Research, University of São Paulo, São Paulo, BRAZIL.

E-mail: luizamello@usp.br

Abstract: *This work concerns to the investigation of the polymerization shrinkage in dental restoratives experimental composites filled with clay nanoparticulated Montmorillonite (MMT) Cloisite® 10A, in glycidyl methacrylate resin, using experimental composites filled with silanized Silica Aerosil OX-50 as a control group. Six formulations with polymeric matrix based on BisGMA/TEGDMA (three added with MMT and three added with silanized silica as filler) in the concentration of 50, 60 and 70wt% were investigated. Characterization of the experimental composites was established with the following analyses: Thermo-Mechanical Analysis – (TMA) at isotherm temperature program; Differential Scanning Calorimetry Analysis – (DSC) under nitrogen atmosphere; Micro Hardness (Knoop) analysis - (MHK) and X-Ray diffraction – (XRD). Polymerization shrinkage varied according to the filler, concentration and type, in the experimental composites, as verified in TMA/DSC analysis. XRD analysis showed evidences of the intercalation phenomenon in the MMT nanoparticles in relation to BisGMA/TEGDMA polymeric matrix. Due to the intercalation of the clay nanoparticles in the polymer matrix, the experimental*

composite filled with MMT showed better performance (lower polymerization shrinkage and higher micro hardness values), compared to experimental composites filled with silanized silica.

Keywords: *shrinkage polymerization, dental experimental composites, MMT, silica, dental materials.*