



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e Comércio Exterior
Instituto Nacional de Propriedade Industrial

(21) BR 10 2012 021477-6 A2

(22) Data de Depósito: 27/08/2012
(43) Data da Publicação: 01/07/2014
(RPI 2269)



(51) Int.Cl.:
C08L 25/04
C08L 25/10
C08K 3/08

(54) Título: MATERIAL COMPÓSITO PARA DESENVOLVER CONES DE TRATAMENTO ENDODÔNTICO

(73) Titular(es): UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO - UERJ, UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO - UFRJ

(72) Inventor(es): Bárbara Moreira da Conceição, Cristina Russi Guimarães Furtado, Leila Lean Yuan Visconte

(57) Resumo: MATERIAL COMPÓSITO PARA DESENVOLVER CONES DE TRATAMENTO ENDODÔNTICO. Esta invenção se refere a um material compósito para desenvolver cones de tratamento endodôntico a base de copolímero em bloco de estireno-butadieno-estireno (SBS) ou copolímero em bloco de estireno-isopreno-estireno (SIS). O material compósito da invenção pode ser usados. Além disso, os cones a base de SBS ou SIS, por apresentarem uma resistência à abrasão inferior aos cones convencionais, são mais facilmente removidos da cavidade dental e, dessa forma, preservam as paredes da mesma.

MATERIAL COMPÓSITO PARA DESENVOLVER CONES DE TRATAMENTO
ENDODÔNTICO

Campo da invenção:

A presente invenção se insere no campo da endodontia e
5 descreve um material compósito para desenvolver cones de
tratamento endodôntico, a base de copolímero em bloco de
estireno-butadieno-estireno (SBS) ou copolímero em bloco de
estireno-isopreno-estireno (SIS).

O material compósito da invenção pode ser utilizado
10 nas técnicas de obturação a frio e a quente e, em casos de
retratamento, solventes convencionais podem ser usados.

Além disso, os cones a base de SBS ou SIS, por
apresentarem uma resistência à abrasão inferior aos cones
convencionais, são mais facilmente removidos da cavidade
15 dental e, dessa forma, preservam as paredes da mesma.

Fundamentos da invenção:

A Endodontia é o ramo da Odontologia que estuda a
morfologia, fisiologia e patologia da polpa dentária e dos
tecidos periradiculares, cuidando da prevenção e tratamento
20 de alterações patológicas que atingem os mesmos.

Quando o dente é submetido a estímulos ou agressões
constantes, que comprometem a saúde do tecido pulpar como
consequência de alguma reação inflamatória ou um processo
de necrose (tal como uma cárie dentária), faz-se necessário
25 um tratamento de canal radicular ou tratamento endodôntico.

O tratamento de canal radicular consiste no acesso aos
canais radiculares para remoção do tecido pulpar inflamado
ou necrosado, limpeza e modelagem dos canais, e, por fim,
preenchimento destes com material inerte, biocompatível,
30 dimensionalmente estável e que permita a regeneração da

saúde da região periapical.

A guta percha vem sendo utilizada como material obturador de canais radiculares em tratamentos endodônticos desde 1847, mas somente no início do século passado foi iniciada a fabricação de cones para facilitar esse tipo de tratamento.

A guta percha é um polímero natural, obtida pela coagulação do látex de algumas poucas espécies de árvores da família das Sapotáceas, do gênero *Palaquium*, das espécies *Mimusops balata* e *Mimusops huberi*, existentes principalmente na Sumatra, Filipinas e Malásia, embora possam também ser encontradas na floresta amazônica.

O principal componente presente no látex é o polímero poli-1,4-trans-isopreno, entretanto, o isômero cis pode estar presente em menor proporção. A guta percha, em seu estado natural, possui massa molar variando entre 10^4 a 10^6 g/mol.

Sem a adição de modificadores, a guta percha é um material 60% cristalino, de tonalidade branca, rígida e sólida à temperatura ambiente, possuindo propriedades viscoelásticas.

Quando submetida à variação de temperatura, a guta percha se torna maleável acima de 30°C , evoluindo para uma massa amolecida em torno de 60°C e apresentando ponto de fusão aproximadamente em 100°C . Além disso, quando exposta à luz e ao ar, o polímero oxida-se, degradando-se e tornando-se quebradiço.

Esta degradação pode ser potencializada com a utilização de aquecimento durante a obturação ou mesmo por efeito de agentes bacterianos existentes na própria boca,

que podem provocar perdas de massa de até 18% em 10 semanas de incubação a 30°C, prejudicando as propriedades selantes e ocasionando o insucesso no tratamento endodôntico.

O processo de envelhecimento inclui oxidação até mesmo
5 em dentes aparentemente bem tratados, nos quais não há infiltração coronal ou cáries, ocorrências essas que possibilitariam o contato entre a guta percha e o oxigênio da boca. A origem do oxigênio pode estar nos fluidos teciduais que contém este elemento e que permeiam por todos
10 os tecidos do corpo.

Nos cones de guta percha, a composição química não é especificada pelos fabricantes e a falta de padronização leva a modificações em suas propriedades finais. A guta percha é apenas um dos componentes destes cones, sendo os
15 demais componentes o óxido de zinco (ZnO), sulfato de bário (BaSO₄) e graxas.

Estudos mostram que esses cones apresentam, na sua composição, 15 a 20 % de guta percha, 60 a 75 % de óxido de zinco, 1,5 a 17 % de sulfato de bário e outras substâncias,
20 como resinas, ceras e corantes em quantidades que variam de 1 a 4%.

A presença do óxido de zinco, como carga, confere rigidez e atividade antimicrobiana aos cones de guta percha, enquanto que o sulfato de bário atua como
25 radiopacificador.

As propriedades de dureza, fragilidade, resistência à tensão, comportamento térmico, radiopacidade, escoamento e plasticidade revelam que existe uma dependência entre essas propriedades e as proporções dos componentes orgânicos
30 (polímero e ceras/resinas) e inorgânicos (óxidos de zinco e

sulfatos metálicos).

Por se tratar de um polímero natural, a guta percha apresenta proteínas que são facilitadores da proliferação de bactérias e, conseqüentemente, promovem a degradação do
5 polímero.

A presença de proteínas também pode causar reações alérgicas em pacientes mais sensíveis a este componente. Já os polímeros sintéticos podem ser obtidos por meio de rotas reacionais bem estabelecidas, de modo a fornecer materiais
10 com rígido controle de suas características.

Assim sendo, a presente invenção propõem um material compósito para ser utilizado em cones endodônticos. Este material compósito é feito a base de copolímero em bloco de estireno-butadieno-estireno (SBS) ou copolímero em bloco de
15 estireno-isopreno-estireno (SIS) e pode ser utilizado em substituição à guta percha.

Estado da técnica:

Documentos do estado da técnica fazem referência a materiais para uso no tratamento endodôntico.

20 O documento de anterioridade PI 0418972-8 descreve um material de carga o qual contém um polímero termoplástico biodegradável (policaprolactona). A composição pode também incluir resinas poliméricas, obturadores, plastificantes e outros aditivos usados em materiais odontológicos.

25 O documento US 6.568.937 faz referência a um material de obturação de canal radicular que é composto de misturas de resinas termoplásticas, copolímero em bloco, cera de parafina e cargas inorgânicas.

O documento americano US 4.525.147 revela composições
30 para implante de canal radicular dental compreendendo

resina termoplástica e fibras de carbono eletricamente condutoras.

O documento US 8.043.093 descreve uma composição de preenchimento do canal radicular dental compreendendo de 1 a 60% de um copolímero em bloco de estireno, podendo ser um copolímero em bloco de poliestireno e polibutadieno.

Nenhum dos documentos do estado da técnica descreve um material compósito para desenvolver cones de tratamento endodôntico, a base de copolímero em bloco de estireno-butadieno-estireno (SBS) ou copolímero em bloco de estireno-isopreno-estireno (SIS).

Sumário da invenção:

A presente invenção descreve um material compósito para desenvolver cones de tratamento endodôntico, a base de copolímero em bloco de estireno-butadieno-estireno (SBS) ou copolímero em bloco de estireno-isopreno-estireno (SIS).

Breve descrição das figuras:

A figura 1 é uma representação gráfica do resultado da perda por abrasão das composições de guta percha e SBS.

A figura 2 é a curva termogravimétrica da composição de SBS.

A figura 3 é a curva termogravimétrica da composição de guta percha.

A figura 4 é uma representação gráfica do resultado da dureza Shore A da composição de guta percha, antes e após o envelhecimento acelerado.

A figura 5 é uma representação gráfica do resultado da dureza Shore A da composição de SBS, antes e após o envelhecimento acelerado.

A figura 6 é uma curva de tensão versus deformação da

composição de guta percha antes (linha A) e após (linha B) o envelhecimento.

A figura 7 é uma curva de tensão *versus* deformação da composição de SBS antes (linha A) e após (linha B) o
5 envelhecimento.

A Figura 8 é um gráfico comparativo de perda de massa da composição de guta percha antes e após o envelhecimento.

A Figura 9 é um gráfico comparativo de perda de massa da composição de SBS antes e após o envelhecimento.

10 A figura 10 é a curva termogravimétrica da composição de guta percha após o envelhecimento.

A figura 11 é a curva termogravimétrica da composição de SBS após o envelhecimento.

15 A figura 12 é o espectro de infravermelho do compósito de guta percha antes e após o envelhecimento.

A figura 13 é o espectro de infravermelho do compósito de SBS antes e após o envelhecimento

A figura 14 é a curva de SEC da composição de guta percha antes e após o envelhecimento.

20 A figura 15 é a curva de SEC da composição de SBS antes e após o envelhecimento.

Descrição detalhada da invenção:

Os cones de tratamento endodôntico desenvolvidos nesta invenção compreendem, em sua composição, copolímero em
25 bloco de estireno-butadieno-estireno (SBS) ou copolímero em bloco de estireno-isopreno-estireno (SIS), óxido de zinco, sulfato de bário, além de agentes antioxidantes, pigmentos e endurecedores.

As composições dos cones a base de copolímero em bloco
30 de estireno-butadieno-estireno (SBS) ou copolímero em bloco

de estireno-isopreno-estireno (SIS) foram preparadas em um misturador de rolos, em concentrações que variam nas faixas conforme descritas na Tabela 1 abaixo.

Tabela 1 - Composições dos cones a base de copolímero em bloco de estireno-butadieno-estireno (SBS) ou copolímero em bloco de estireno-isopreno-estireno (SIS).

Componentes	Composição A (%)	Composição B (%)
SBS	1,00 - 50,00	-
SIS	-	1,00 - 50,00
Endurecedor	1,00 - 50,00	1,00 - 50,00
Óxido de Zinco	25,00 - 85,00	25,00 - 85,00
Sulfato de Bário	1,5 - 17	1,5 - 17
Corante Amarelo	0,79	0,79
Corante Vermelho	0,37	0,37
Agente antioxidante	0,40	0,40

Em uma modalidade específica da invenção, o agente antioxidante selecionado é o butil hidroxil tolueno (BHT).

O agente endurecedor é um copolímero aleatório de estireno-butadieno.

O óxido de zinco é usado como carga e seu aumento ou diminuição na composição é proporcional à quantidade de copolímero utilizado.

- Testes comparativos:

Para realização dos testes comparativos, cones de guta percha, tradicionalmente utilizados, foram adquiridos em lojas especializadas. Corpos de prova foram confeccionados de acordo com a composição descrita na Tabela 2 abaixo:

Tabela 2: Composição dos corpos de prova confeccionados para a realização de testes comparativos.

Composição-teste	Concentração (%)
------------------	------------------

SBS	13,90
Endurecedor	5,00
Óxido de Zinco	69,54
Sulfato de Bário	10,00
Corante Amarelo	0,79
Corante Vermelho	0,37
Agente antioxidante	0,40

Os cones de guta percha e SBS foram avaliados quanto a sua dureza, resistência à abrasão, temperatura de degradação e ponto de amolecimento Vicat.

Ainda, ambos os cones passaram por um processo de envelhecimento e foram avaliados quanto à sua dureza, resistência à tração, resistência à abrasão, análise termogravimétrica, espectroscopia na região do infravermelho e cromatografia de exclusão por tamanho.

Os cones endodônticos de guta percha e SBS foram testados em dentes extraídos, de acordo com o procedimento tradicional utilizado pelos dentistas, e, em seguida, as técnicas de obturação a frio e a quente foram realizadas.

Na técnica de obturação a frio, os cones de guta percha são envolvidos em um cimento endodôntico e introduzidos na cavidade do dente. O excesso de material, que fica exposto, é então retirado sob aquecimento.

Na técnica de obturação a quente, os cones de guta percha também são recobertos com um cimento endodôntico e introduzidos na cavidade do dente. O cone é aquecido até 220°C, temperatura na qual amolece e escoia na cavidade do dente, preenchendo os espaços vazios.

- Ensaio de dureza:

O ensaio de dureza foi realizado segundo a norma ASTM

D 2240, em um durômetro Shore Tipo A. Foram feitas cinco medidas em diferentes pontos do corpo de prova e considerou-se a média aritmética como resultado para esta propriedade.

5 - Ensaio de resistência à abrasão:

O ensaio de resistência à abrasão foi realizado em um abrasímetro, segundo a norma DIN 53516. Foram feitas três análises em cada material e considerou-se a média aritmética das mesmas como resultado para esta propriedade.

10 - Temperatura de degradação:

A temperatura de degradação foi determinada em um analisador termogravimétrico sob atmosfera de nitrogênio com uma vazão de 100 mL/min em uma faixa de temperatura variando de 20 a 800°C à taxa de aquecimento de 20°C.

15 - Ponto de amolecimento Vicat:

O ponto de amolecimento Vicat foi medido de acordo com a norma ASTM D 1525-07, em um equipamento Tinius Olsen.

- Avaliação dos efeitos do envelhecimento acelerado:

20 As composições, após o envelhecimento, foram avaliadas quanto à dureza, resistência à tração, resistência à abrasão, análise termogravimétrica, espectroscopia na região do infravermelho e cromatografia de exclusão por tamanho.

- Resultados obtidos:

25 Os resultados de análises de dureza, resistência à abrasão, temperatura de degradação e ponto de amolecimento Vicat estão descritas na Tabela 3 abaixo.

Tabela 3: Resultados obtidos nos testes de dureza, resistência à abrasão, temperatura de degradação e ponto de amolecimento Vicat.

30

Testes realizados	Guta percha	Composição teste
Dureza	93,4 ± 1,82	89,8 ± 1,92
Perda por abrasão (g)	0,2749 ± 0,008	0,5674 ± 0,021
Temperatura de degradação (°C)	388,0	470,5
Ponto de amolecimento Vicat (°C)	45,7 ± 0,500	63,9 ± 0,245

- Ensaio de dureza:

Uma característica importante para a confecção e a aplicação dos cones é a dureza dos mesmos.

5 Durante o processo de fabricação, os cones de guta percha devem apresentar estabilidade dimensional, ou seja, não podem se deformar ou diminuir de tamanho.

10 Durante sua aplicação, os cones precisam ser rígidos o suficiente para que, ao serem colocados na cavidade do dente, os mesmos não entortem e possam selar adequadamente a cavidade.

Os valores de dureza obtidos nos testes mostraram que o material ora proposto apresentou dureza similar ao da guta percha, indicando que a adição de 5% de endurecedor foi suficiente para que a composição à base de SBS apresentasse estabilidade dimensional comparável aos cones de guta percha tradicionalmente utilizados.

- Ensaio de resistência à abrasão:

Os tratamentos endodônticos são feitos para durarem uma vida inteira. Porém, fatores diversos podem desencadear insucessos e a necessidade de um retratamento.

A etapa de retratamento diz respeito ao esvaziamento

completo dos condutos radiculares com o emprego de técnicas variadas, incluindo a utilização de instrumentos rotatórios e/ou manuais e solventes (tais como clorofórmio, xilol, eucaliptol e óleo de laranja) para solubilizar a guta percha.

Conforme se pode observar na Figura 1, o compósito de SBS apresentou uma baixa resistência à abrasão quando comparado ao compósito de guta percha.

Isto se deve ao fato da guta percha ser um polímero com 60% de cristalinidade, tornando o material mais rígido e conseqüentemente mais resistente à abrasão.

O SBS, mesmo com a adição de endurecedor, continua sendo um polímero amorfo e mais flexível, e, portanto, mais facilmente removível.

A baixa resistência à abrasão do compósito de SBS é uma vantagem em relação ao compósito de guta percha, por permitir que as paredes do dente sejam preservadas durante a remoção do material.

- Temperatura de degradação:

A temperatura de degradação dos compósitos de SBS e guta percha foram avaliadas por termogravimetria (TG) e os resultados dessa análise mostraram que os compósitos de SBS e guta percha apresentaram apenas um estágio de degradação.

Os resultados mostraram que o compósito de SBS (Figura 2) apresentou uma temperatura de degradação maior do que a guta percha (Figura 3). Embora tenha sido adicionada uma quantidade pequena de endurecedor (5%), esta foi suficiente para agir positivamente na temperatura de degradação da composição.

Além disso, esses resultados mostram que o material

desenvolvido neste trabalho é mais resistente à degradação durante o aquecimento para a realização da obturação a quente.

- Ponto de amolecimento Vicat:

5 Já era esperado que o ponto de amolecimento Vicat fosse maior para o compósito de SBS em relação ao compósito de guta percha, uma vez que a guta percha é termoplástico e os termoplásticos são amolecidos com mais facilidade do que elastômeros.

10 - Avaliação dos efeitos do envelhecimento acelerado:

As propriedades físicas e mecânicas dos polímeros são alteradas pelo envelhecimento, que causa mudanças na estrutura ou na morfologia destes materiais.

15 O envelhecimento de sistemas poliméricos é um processo químico complexo que ocorre sob a influência do calor, oxigênio, luz, ozônio, tensão mecânica, dentre outros, e resulta em modificações das propriedades químicas e físicas do material.

20 Dessa forma, os cones foram envelhecidos e avaliados quanto à sua dureza, resistência à tração, resistência à abrasão, análise termogravimétrica, espectroscopia na região do infravermelho e cromatografia de exclusão por tamanho.

- Ensaio de dureza:

25 As Figuras 4 e 5 mostram os gráficos comparativos de dureza das composições de guta percha e SBS antes e após o envelhecimento.

30 Os resultados mostram que houve um pequeno aumento da dureza em ambas as composições, indicando que ocorreu uma alteração na estrutura dos polímeros.

Durante o processo de envelhecimento, ocorrem cisões na cadeia polimérica que levam a formação de cadeias de baixa massa molar, como também a formação de ligações cruzadas que irão aumentar a rigidez, ou seja, a dureza do compósito.

Possivelmente, no compósito de guta percha ocorreu a formação de ligações cruzadas, uma vez que esse polímero possui muito mais ligações duplas para serem rompidas.

Embora o resultado de dureza tenha aumentado para o compósito de SBS, não se pode afirmar que ocorreu formação de ligações cruzadas porque o resultado está dentro do erro analítico esperado.

- Ensaio de resistência à tração:

Os resultados do ensaio de tração das composições de guta percha e SBS, antes e após o envelhecimento, estão apresentados nas curvas de tensão x deformação apresentadas nas figuras 6 e 7.

A Tabela 4 mostra os resultados da resistência à tração (MPa) e alongamento na ruptura (%).

Tabela 4 - Propriedades mecânicas das composições de guta percha e SBS antes e após o envelhecimento

		Guta Percha	SBS
Antes do Envelhecimento	Tração na ruptura (MPa)	5,13	11,75
	Alongamento na ruptura (%)	5,98	19,98
Após o	Tração na ruptura (MPa)	3,08	13,23

Envelhecimento	Alongamento na ruptura (%)	2,00	14,23
-----------------------	-------------------------------	------	-------

O decréscimo considerável da tensão na ruptura para a composição de guta percha sugere que ocorreu a degradação do material.

A composição de guta percha, quando degradada, sofre cisões que podem gerar a formação de ligações cruzadas ou substâncias de baixa massa molar. Estas ligações cruzadas diminuem o alongamento, como mostrado na Figura 6.

Outro fator que precisa ser levado em consideração é o perfil da curva. A literatura odontológica classifica a guta percha como um elastômero, porém este material não apresenta baixo módulo, que é um comportamento típico para grande parte dos materiais elastoméricos. A guta percha, ao deformar, não retorna à sua posição inicial.

A composição de SBS também apresentou um aumento na curva de tensão na ruptura e uma diminuição da deformação, que não foi tão acentuado porque a estrutura química do SBS apresenta poucas duplas ligações disponíveis para formação das ligações cruzadas, porém mostra que também ocorreu modificação na estrutura do polímero.

- Ensaio de resistência à abrasão:

Quando um polímero sofre envelhecimento, sua dureza aumenta e conseqüentemente, ele torna-se quebradiço. Assim, ao ser submetido a um teste de abrasão, este material tem sua resistência à abrasão diminuída, ou seja, ocorre uma maior perda de massa, conforme mostrado nas Figuras 8 e 9.

Os resultados acima apresentados, novamente mostraram que o processo de envelhecimento é mais acentuado para a composição de guta percha do que para a composição de SBS.

- Temperatura de degradação:

A Tabela 3 abaixo apresenta os resultados obtidos nos testes de avaliação da temperatura de degradação para as composições de guta percha e SBS antes e após o envelhecimento.

Tabela 3 - Resultados obtidos no teste de avaliação da temperatura de degradação das composições de guta percha e SBS antes e após o envelhecimento:

		Guta Percha	SBS
Antes do Envelhecimento	Temperatura de Início da Degradação (°C)	363,22	424,33
	Temperatura de Degradação* (°C)	388,37	470,54
	Teor de Resíduo (%)	77,84	82,05
Após o Envelhecimento	Temperatura de Início da Degradação (°C)	230,12	403,16
	Temperatura de Degradação* (°C)	388,52	468,35
	Teor de Resíduo (%)	68,15	82,67

Pode-se verificar que os resultados da temperatura de degradação das composições foram mais acentuados para a composição de guta percha do que para a composição de SBS.

Provavelmente, a diminuição da temperatura inicial de degradação para a composição de guta percha se deve ao fato de ocorrer a decomposição de outros componentes presentes nesta composição, como por exemplo, agentes plastificantes.

As curvas termogravimétricas das amostras após o

envelhecimento são apresentadas nas Figuras 10 e 11.

Na figura 8, observa-se o aparecimento de dois novos picos na curva termogravimétrica da composição de SBS após o envelhecimento, que podem estar relacionados às 5 temperaturas de degradação do endurecedor.

- Testes de espectroscopia na região do infravermelho (FTIR):

Os espectros de infravermelho da composição de guta percha antes e após o envelhecimento estão apresentados na 10 Figura 12 e as atribuições das bandas mais importantes estão sintetizadas na Tabela 4 abaixo.

Tabela 4 - Atribuições das bandas mais importantes apresentadas nos espectros de IR do polímero guta percha

Atribuições	Número de ondas (cm^{-1})
ν C-H	3040
ν CH (-CH ₂ e CH ₃)	2980 - 2860
ν C=C	1670 - 1650
δ C-H (-CH ₂)	1443
δ C-H (-CH ₃)	1380
δ C=C, trans	802

A Figura 12 mostra a sobreposição dos espectros de 15 infravermelho da composição de guta percha antes e após o envelhecimento. Pode ser observado que ocorreram mudanças significativas no perfil dos espectros, o desaparecimento da banda na região de 1446 cm^{-1} , o aumento da intensidade da banda na região de $2955 - 2848 \text{ cm}^{-1}$ e a diminuição da 20 intensidade da banda na região de $1179 - 1071 \text{ cm}^{-1}$.

O poli-trans-isopreno é caracterizado por duas bandas, uma em torno de 860 cm^{-1} e outra em torno de 802 cm^{-1} . De acordo com a literatura, o desaparecimento da banda em 802 cm^{-1} e a diminuição da intensidade da banda em torno de 860 cm^{-1} indica a degradação da cadeia polimérica.

Estas alterações não puderam ser detectadas no espectro da composição de guta percha após o envelhecimento. Embora os resultados indiquem a ocorrência de mudanças na estrutura do polímero, faz-se necessário a utilização de técnicas complementares, como a ressonância magnética nuclear, para confirmar a degradação do polímero.

As demais alterações ocorridas podem ser provenientes de outros componentes, uma vez que a composição da guta percha utilizada como padrão não foi informada pelo fabricante.

O espectro de infravermelho da composição de SBS antes e após o envelhecimento está apresentado na Figura 13 e as atribuições das bandas mais importantes estão sintetizadas na Tabela 5.

Tabela 5 - Atribuições das bandas mais importantes apresentadas nos espectros de IR do polímero SBS

Composto	Atribuições	Número de Ondas (cm^{-1})
PS	ν C-C de aromáticos	1604
	δ CH fora do plano	754 e 909
PB	ν =CH	3007
	ν C-H (CH_2)	2916 e 2850
	ν C=H ($\text{CH}=\text{CH}_2$)	1650
	δ CH no plano	1447
	ν C-H do alceno cis	995

	ν C-H do alceno trans	964
	δ de CH do alceno terminal	909

A Figura 13 mostra a sobreposição dos espectros de infravermelho da composição de SBS antes e após o envelhecimento. Pode ser observado que não ocorreu nenhuma mudança significativa no perfil das curvas, indicando que não houve degradação da estrutura polimérica. Embora os resultados sugiram que não ocorreram mudanças na estrutura do polímero, a utilização de outras técnicas complementares pode confirmar a degradação ou não do polímero.

- Ensaio de cromatografia de exclusão por tamanho (SEC):

O envelhecimento das composições de guta percha e SBS também foram avaliados por cromatografia de exclusão por tamanho (SEC). Os resultados de M_n , M_w , M_v e a polidispersão estão apresentados na Tabela 6 abaixo.

15 Tabela 6 - Massa molar para as composições de guta percha e SBS antes e após o envelhecimento

		Guta Percha	SBS
Antes do Envelhecimento	Mn	$6,3 \times 10^5$	$1,2 \times 10^6$
	Mw	$3,2 \times 10^6$	$2,6 \times 10^6$
	Mv	$2,8 \times 10^6$	$2,4 \times 10^6$
	Polidispersão	5,1	2,2
Após o Envelhecimento	Mn	$7,1 \times 10^4$	$6,2 \times 10^5$
	Mw	$1,4 \times 10^6$	$1,6 \times 10^6$
	Mv	$1,3 \times 10^6$	$1,3 \times 10^6$
	Polidispersão	19,7	2,6

As Figuras 14 e 15 mostram os cromatogramas das composições de guta percha e SBS antes e após o envelhecimento. Como pode ser verificado, todas as amostras analisadas apresentaram um comportamento unimodal. Pode-se
5 observar também que a composição de SBS apresenta um comportamento mais monodisperso quando comparado a composição de guta percha, indicando que as cadeias poliméricas apresentam tamanhos similares.

Comparando a curva da guta percha antes do
10 envelhecimento com a curva da guta percha após o envelhecimento (Figura 14), é possível observar que não ocorreu sobreposição das curvas. Houve também um deslocamento da curva para a região de menor massa molar. Os resultados da Tabela 17 mostram o aumento da
15 polidispersão. Estes resultados sugerem que ocorreram cisões na cadeia polimérica da guta percha, indicando a degradação do polímero.

O cromatograma da composição de SBS (Figura 15) mostra a sobreposição das curvas das amostras antes e após o
20 envelhecimento. Os resultados da Tabela 17 mostram que não houve aumento na polidispersão, o que indica que não ocorreram cisões na cadeia polimérica do SBS. Esse resultado confirma os resultados apresentados por outras técnicas, indicando que o compósito de SBS é mais estável
25 do que o compósito de guta percha.

REIVINDICAÇÕES

1. Material compósito para desenvolver cones de tratamento endodôntico caracterizado por compreender:

- de 1,00 a 50,00% de copolímero em bloco;
- 5 - de 25,00 a 85,00% de óxido de zinco;
- de 1,50 a 17,00% de sulfato de bário;
- 0,40% de agentes antioxidantes;
- 1,16% de pigmentos;
- de 1,00 a 50,00% de agentes endurecedores.

10 2. Material compósito, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o copolímero em bloco é copolímero em bloco de estireno-butadieno-estireno (SBS) ou copolímero em bloco de estireno-isopreno-estireno (SIS).

15 3. Material compósito, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente antioxidante é o butil hidroxi tolueno (BHT).

4. Material compósito, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o agente endurecedor é um copolímero aleatório de estireno-butadieno.

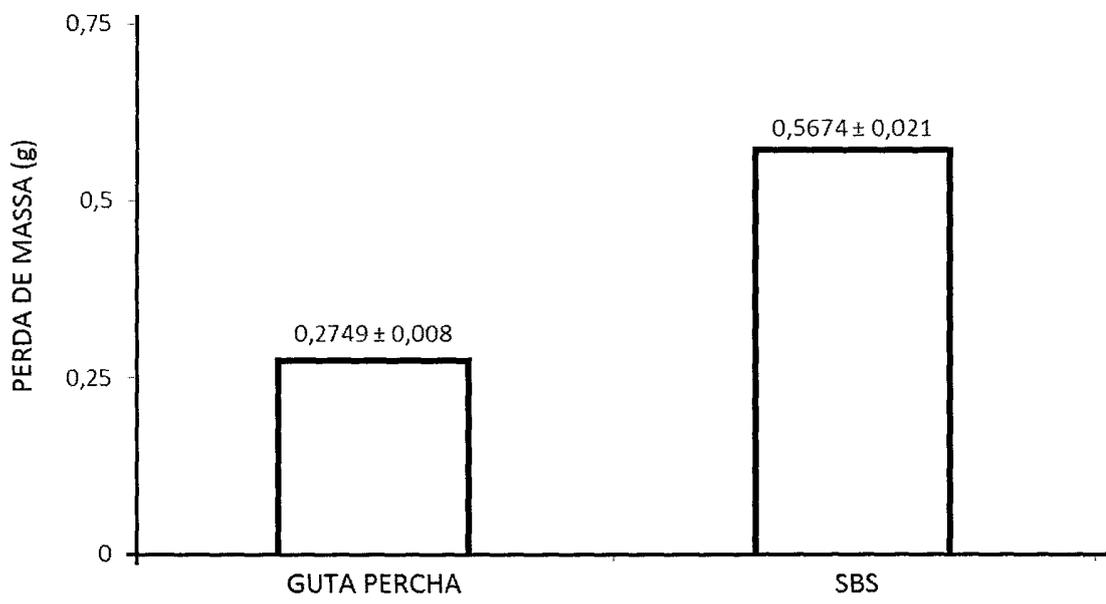


FIGURA 1

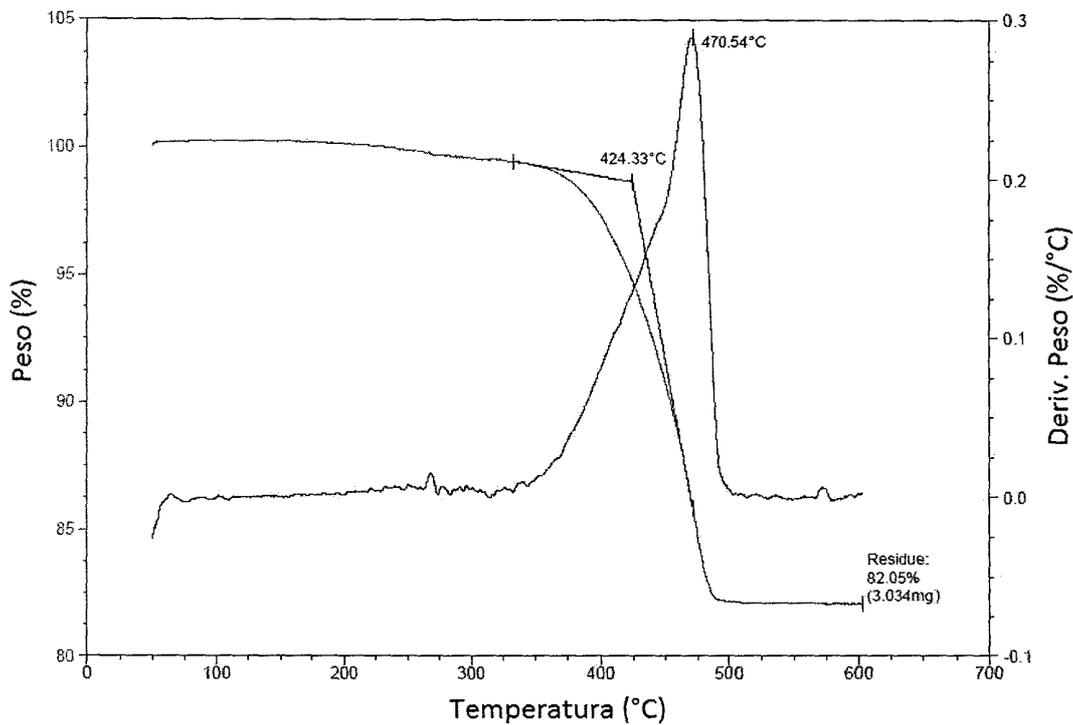


Figura 2

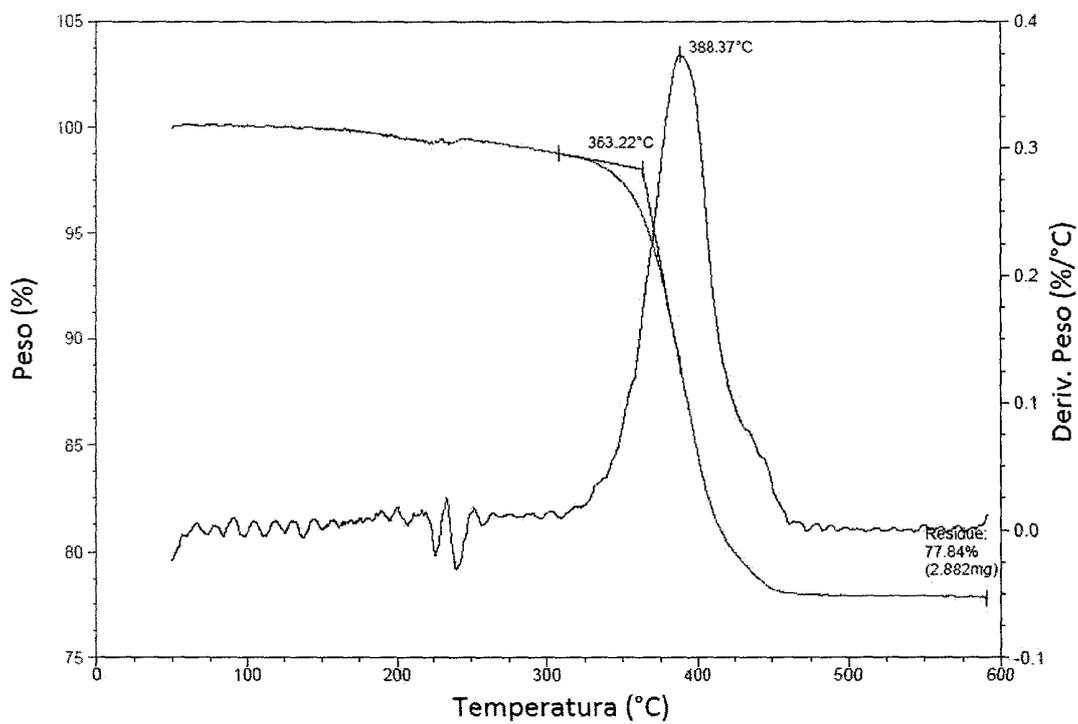


Figura 3

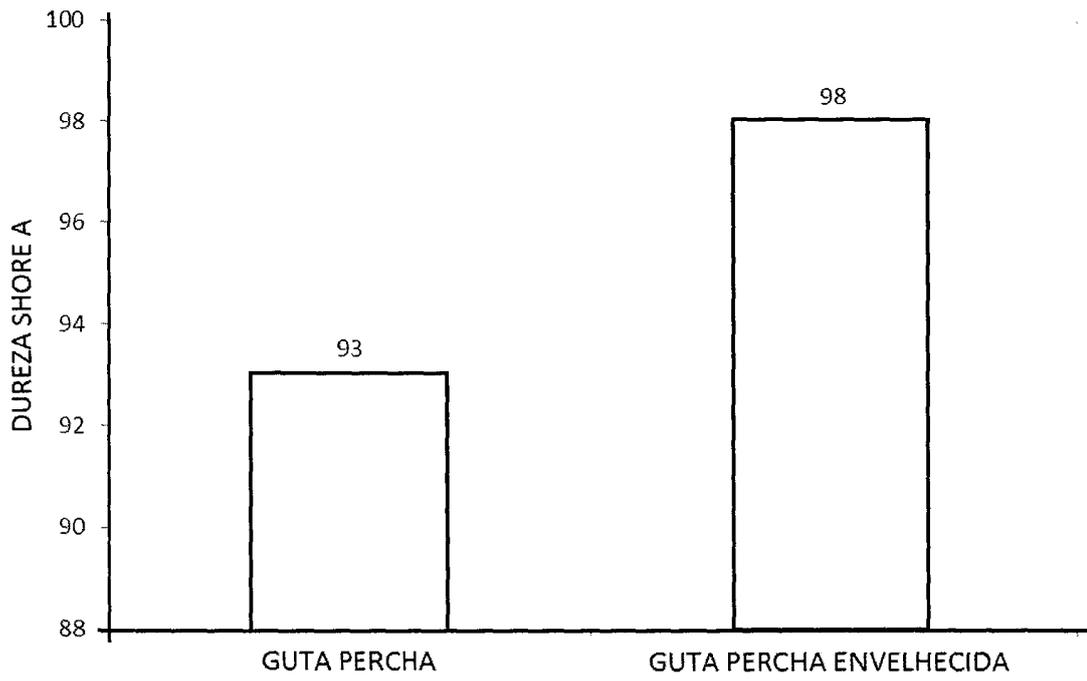


Figura 4

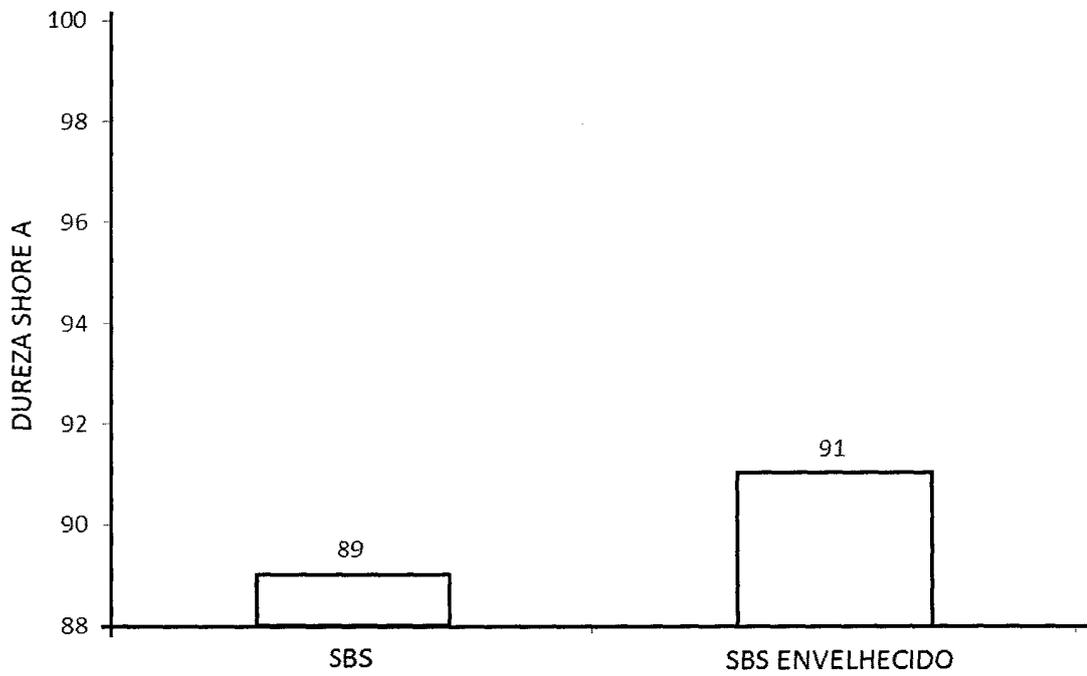


Figura 5

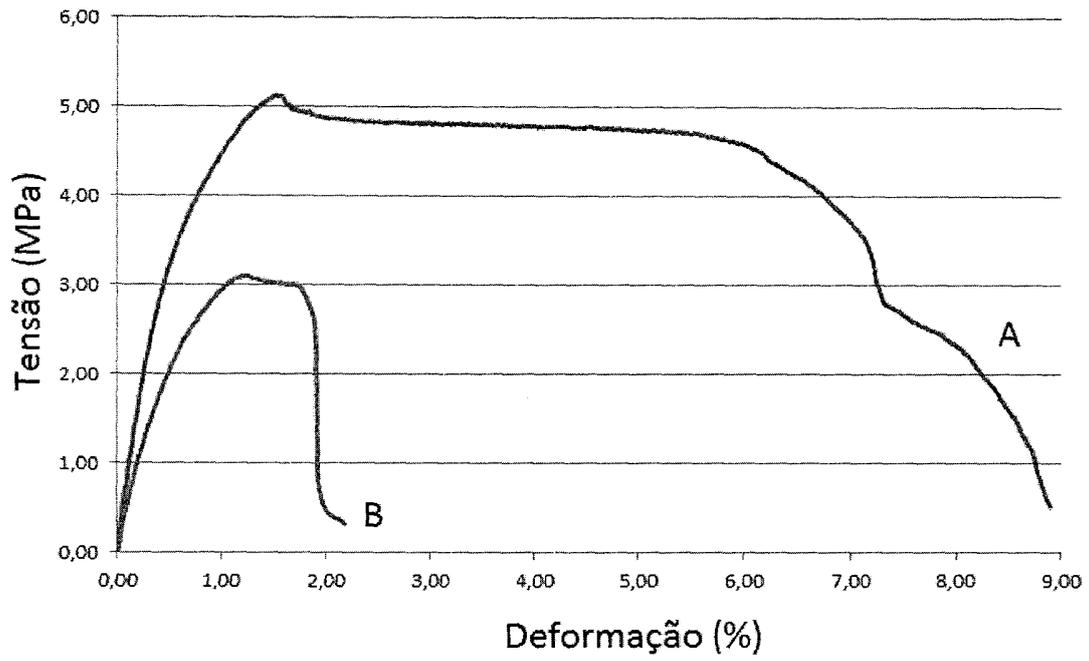


Figura 6

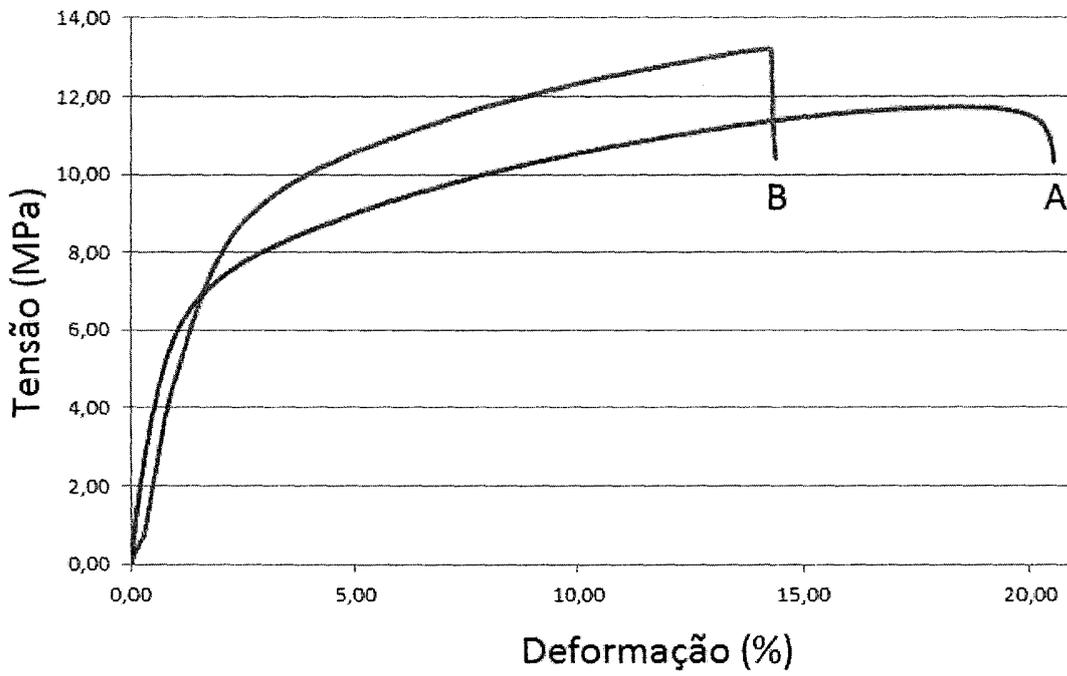


Figura 7



Figura 8

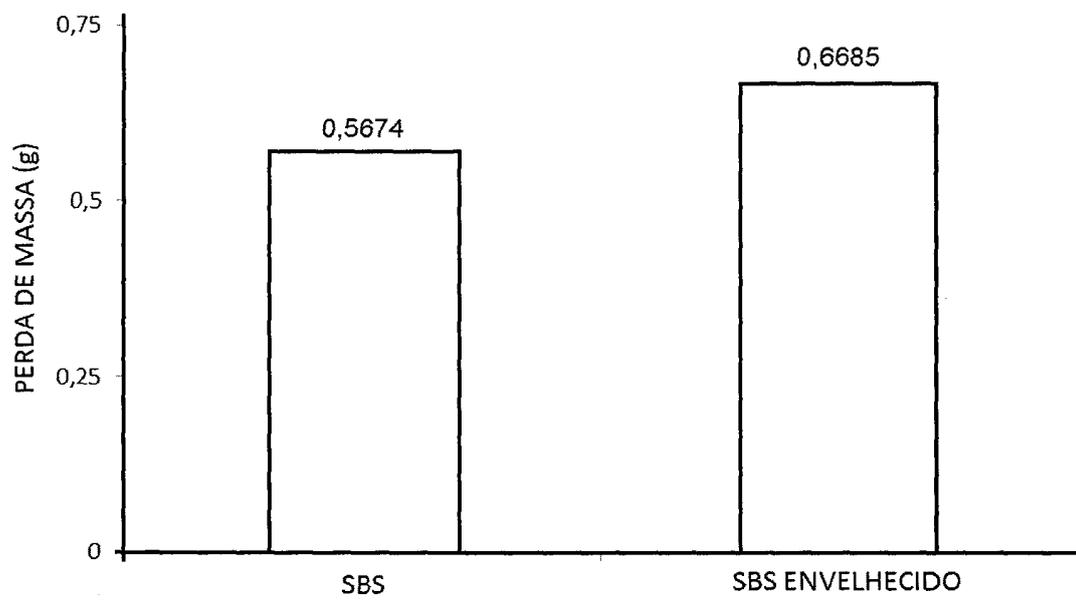


Figura 9

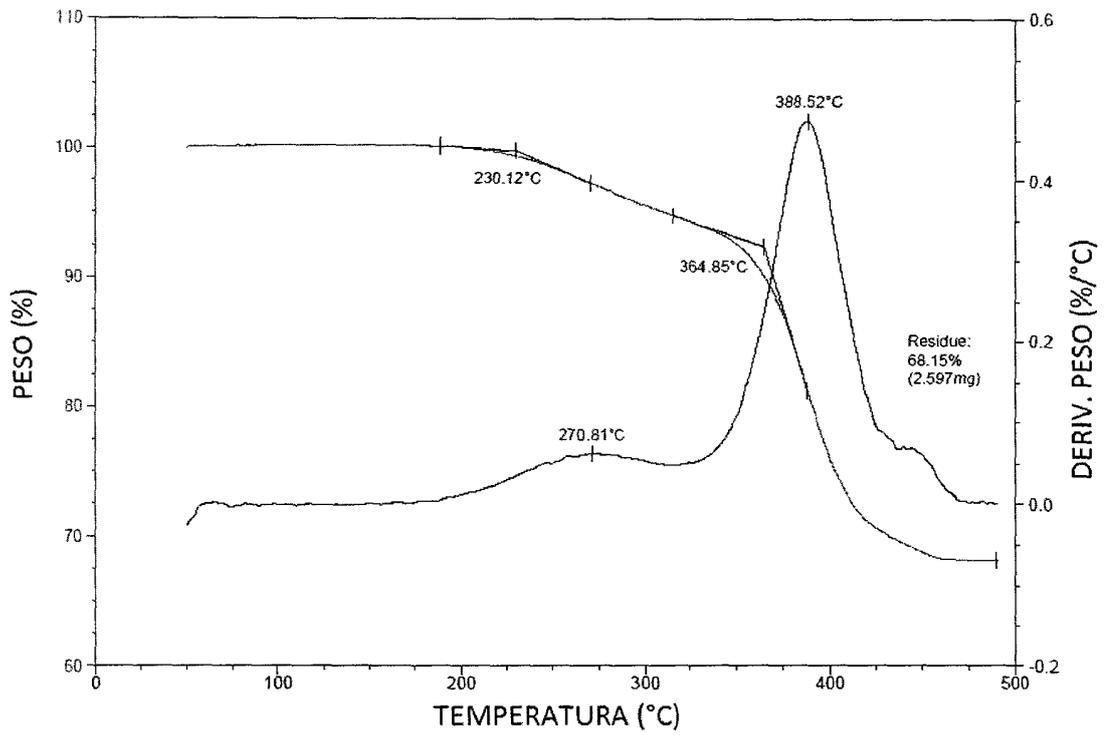


Figura 10

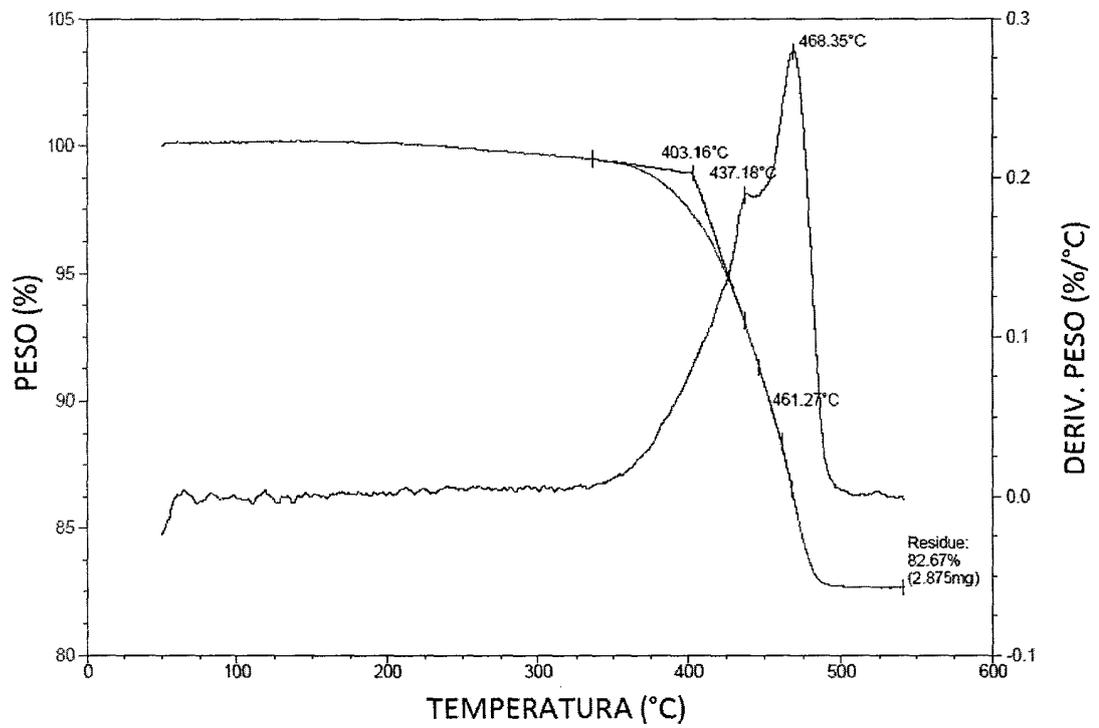


Figura 11

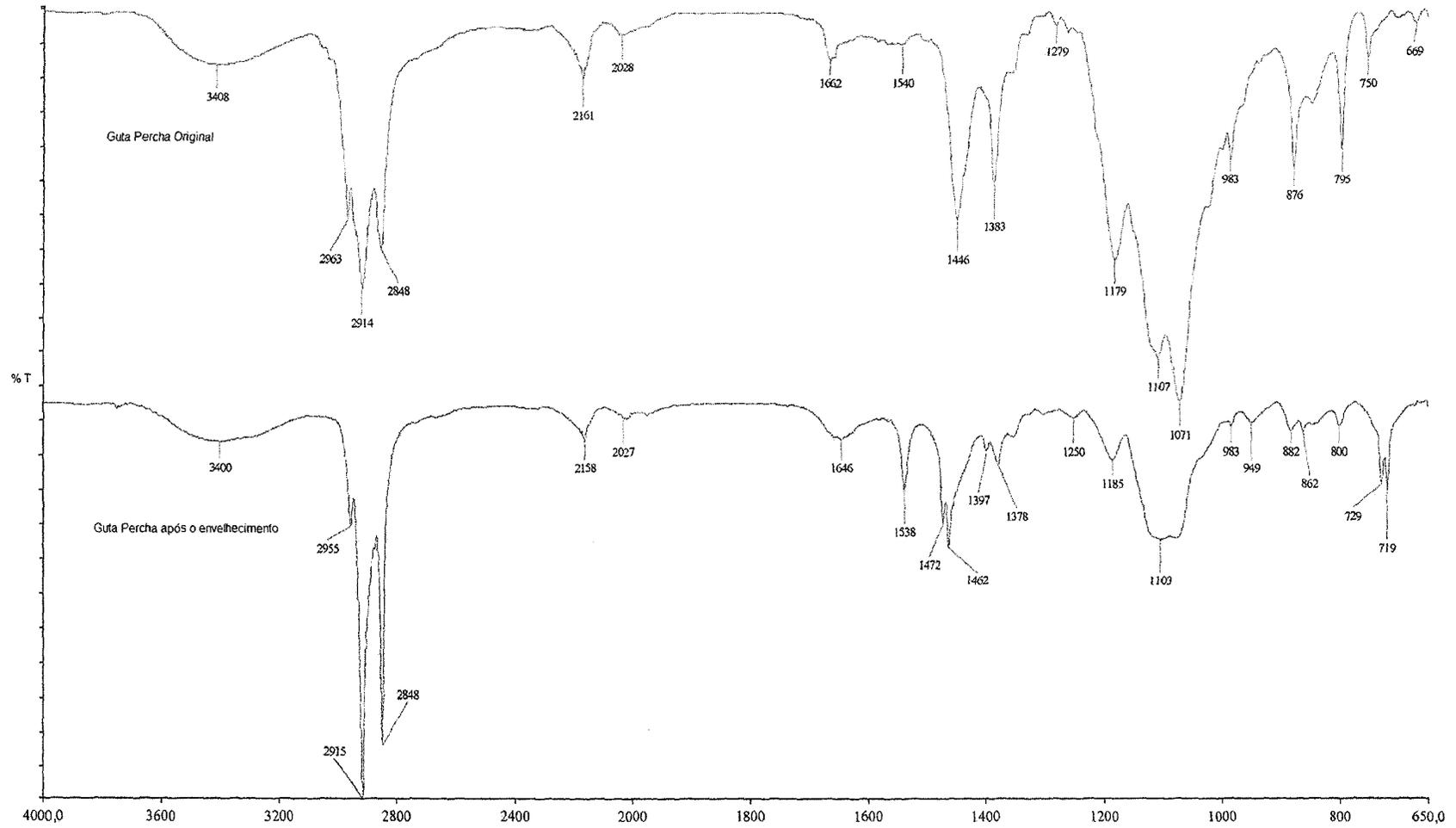


Figura 12

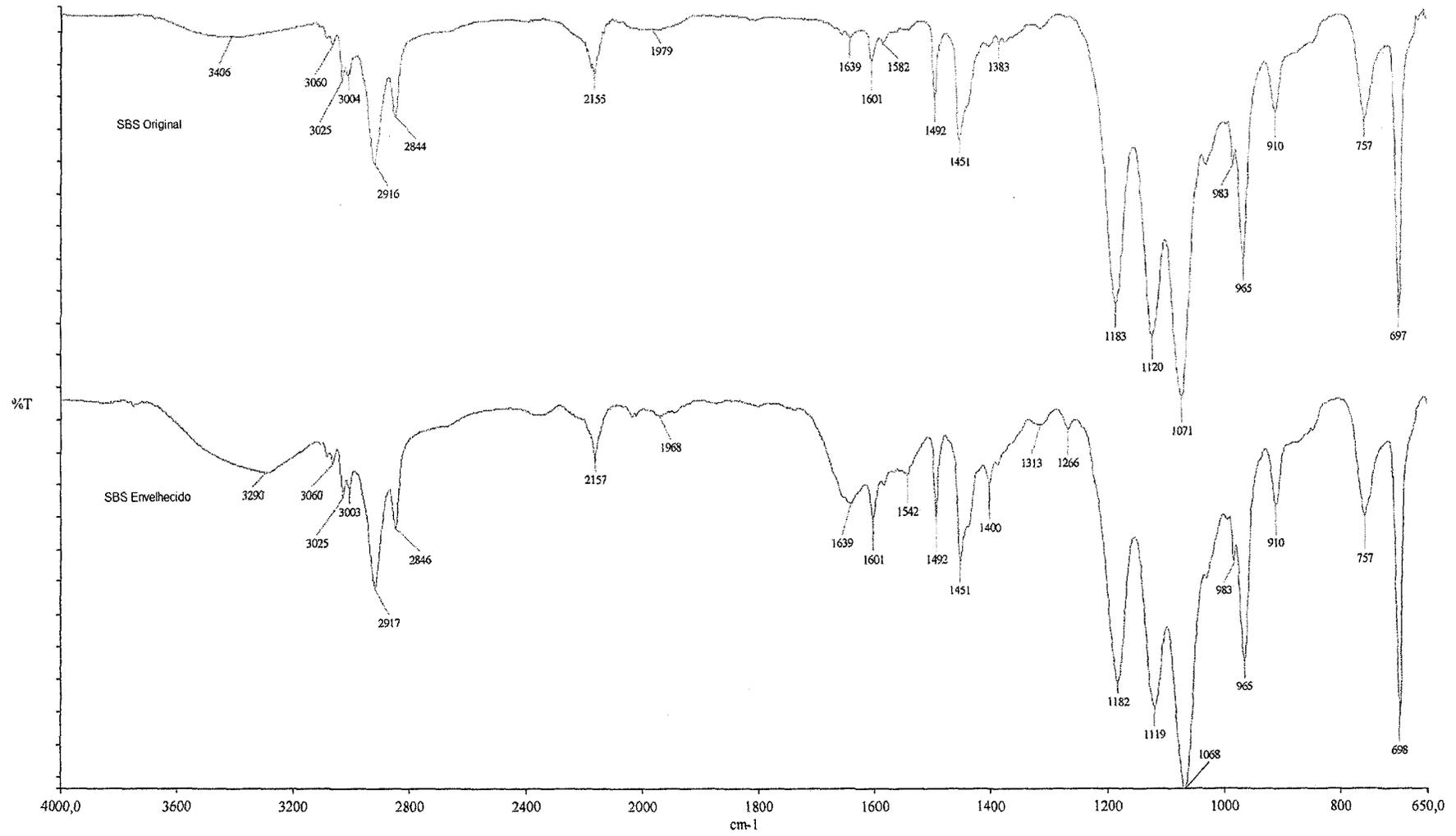


Figura 13

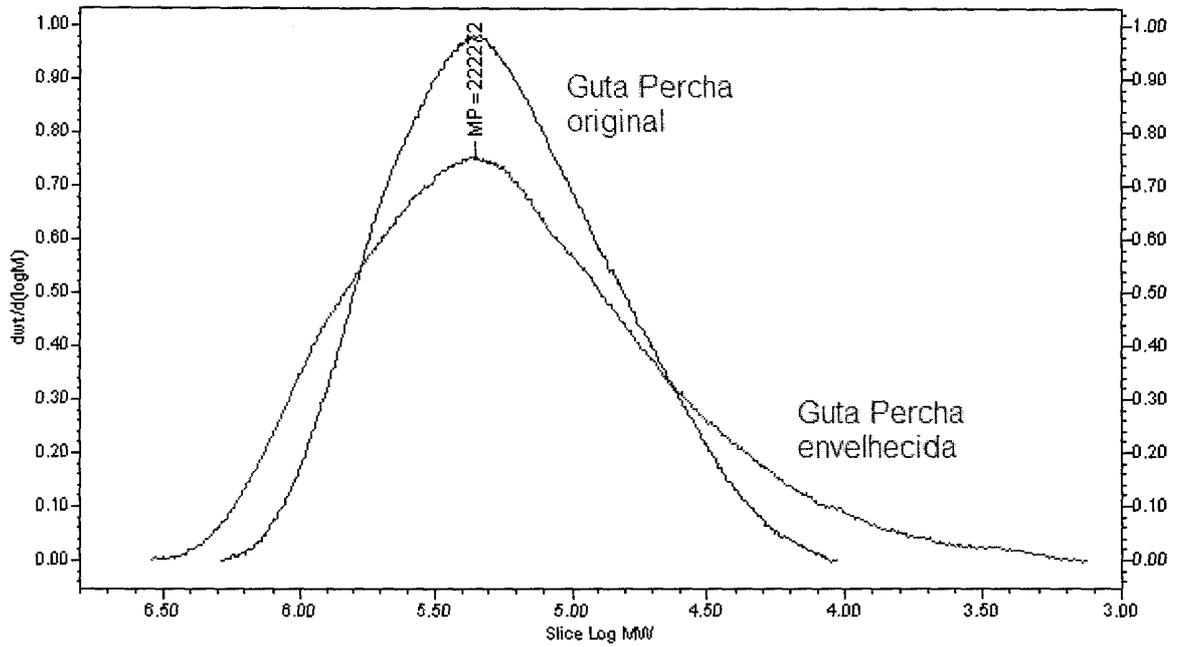


Figura 14

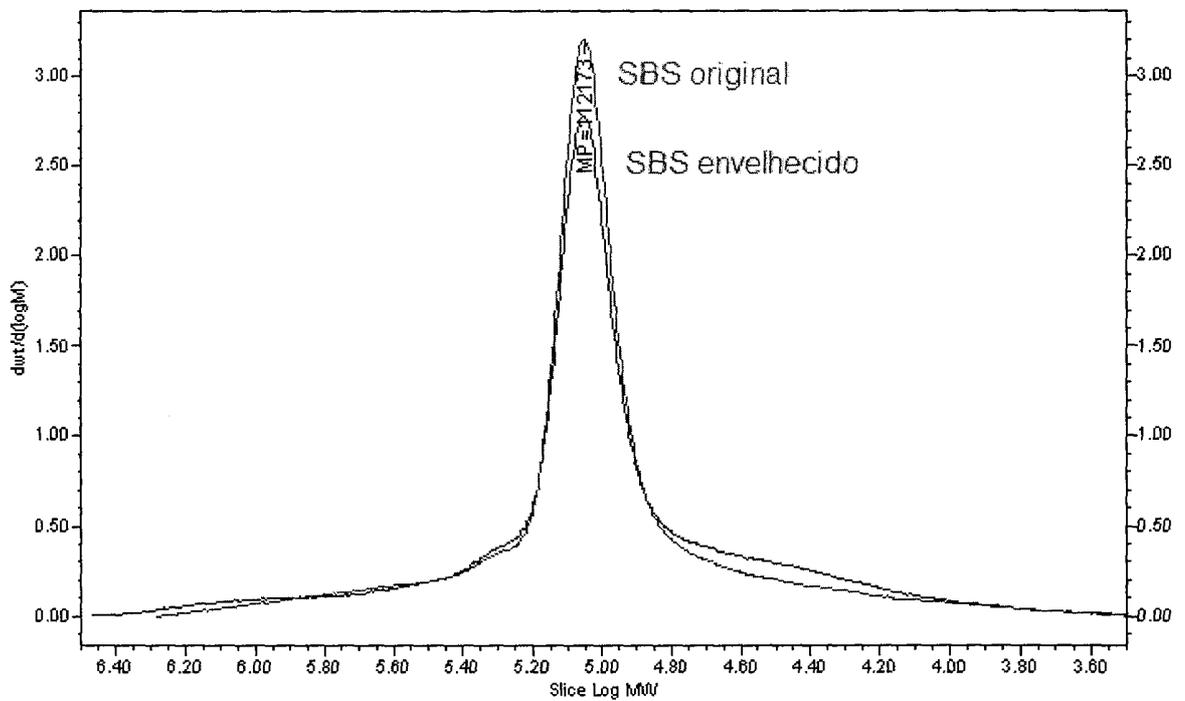


Figura 15

Resumo**MATERIAL COMPÓSITO PARA DESENVOLVER CONES DE TRATAMENTO
ENDODÔNTICO**

Esta invenção se refere a um material compósito para
5 desenvolver cones de tratamento endodôntico a base de
copolímero em bloco de estireno-butadieno-estireno (SBS) ou
copolímero em bloco de estireno-isopreno-estireno (SIS). O
material compósito da invenção pode ser utilizado nas
técnicas de obturação a frio e a quente e, em casos de
10 retratamento, solventes convencionais podem ser usados.
Além disso, os cones a base de SBS ou SIS, por apresentarem
uma resistência à abrasão inferior aos cones convencionais,
são mais facilmente removidos da cavidade dental e, dessa
forma, preservam as paredes da mesma.

15