



**COPPE/UFRJ**

INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE DOIS COMPÓSITOS  
ODONTOLÓGICOS CONTENDO NANOPARTÍCULAS

Michelle Krishna Davi da Silva

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: Sergio Álvaro de Souza Camargo  
Junior

Rio de Janeiro  
Março de 2009

INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE DOIS COMPÓSITOS  
ODONTOLÓGICOS CONTENDO NANOPARTÍCULAS

Michelle Krishna Davi da Silva

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO  
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA  
(COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE  
DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE  
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

---

Prof. Sergio Álvaro de Souza Camargo Junior, D.Sc.

---

Prof. Fernando Luiz Bastian, Ph.D.

---

Prof<sup>a</sup> Lucianne Cople Maia de Faria, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

MARÇO DE 2009

Silva, Michelle Krishna Davi da

Investigação das propriedades mecânicas de dois compósitos odontológicos contendo nanopartículas/ Michelle Krishna Davi da Silva. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2009.

XIII, 83 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Sergio de Souza Camargo Junior

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2009.

Referências Bibliográficas: p. 67-78.

1. Compósitos com partículas nanométricas. 2. Propriedades mecânicas. 3. Caracterização microestrutural. I. Junior, Sergio de Souza Camargo II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

## **DEDICATÓRIA**

Aos meus pais, Manoel e Maristela, grandes incentivadores dessa jornada, por sempre me impulsionarem e acreditarem na minha vitória e por me ensinarem que concretizar nossos sonhos só depende da nossa vontade. Sem vocês nada disso seria possível.

As minhas irmãs, Marcela Verônica, Manoela Janaína e Marina Mariana, amigas para toda a eternidade, sempre presentes em minha vida, pelo apoio, estímulo e carinho que me dedicaram em todos os momentos da minha vida.

Vocês enchem meu caminho de luz me dando a certeza que qualquer batalha se transforma em vitória. Por isso, tenho a certeza que vocês são os pilares que sustentam mais essa conquista. Obrigada por vocês existirem em minha vida.

## **AGRADECIMENTOS**

Ao meu orientador, Professor Sergio de Souza Camargo Junior, por acreditar nesse trabalho. Sua confiança e orientação foram capazes de me fazer trilhar por um crescimento profissional que julgava impossível em tão pouco tempo.

Aos Professores do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais pela dedicação e compreensão durante o curso.

As amigas Maíra do Prado, Fernanda Paes e Juliana Antonino pela amizade, incentivo, ajuda diante das dificuldades que passamos durante todo o curso. Vocês me mostraram o valor de verdadeiras amigas.

Aos amigos René, Ricardo, Tatiana, Ana, Elizandra, Emanuel, Marco Pólo, Nery, Taíla, Rodrigo e Renato pela amizade, carinho e compreensão durante todo o mestrado.

As amigas de longa data Aline, Viviane e Carol por estarem sempre torcendo por mim e a grande amiga Paula por entender minhas ausências e pelas incansáveis horas de incentivo até mesmo nos momentos difíceis agindo muitas vezes como uma amiga-irmã.

Ao Laboratório de Compósitos pela possibilidade de realização dos ensaios de sorção e solubilidade e ciclagem térmica, principalmente a Camila Dolavale pela grande ajuda nos ensaios e nas análises estatísticas feitas nesse estudo.

Aos funcionários do programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Nelson S. Aguiar, Júlio Ferreira, Francisco Assis, Jackson Belmiro, Robson A. dos Santos, por estarem sempre dispostos a ajudar.

Ao Programa de Engenharia Química, em especial, a Deborah Vargas pela possibilidade de realização dos ensaios de grau de conversão.

Ao centro de Pesquisas da Eletrobrás (CEPEL) pela realização dos ensaios de dureza.

Ao CNPq pelo apoio financeiro durante o desenvolvimento dessa pesquisa.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M. Sc.)

## INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE DOIS COMPÓSITOS ODONTÓLOGICOS CONTENDO NANOPARTÍCULAS

Michelle Krishna Davi da Silva

Março/2009

Orientador: Sergio Álvaro de Souza Camargo Junior

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O objetivo do presente estudo foi investigar e comparar o comportamento mecânico de dois compósitos odontológicos nanoparticulados (TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup>) monitorando o grau de polimerização antes e após o tratamento térmico (envelhecimento em saliva artificial por sete dias a 37°C e ciclagem térmica em um total, de 2500 ciclos). A microestrutura foi caracterizada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a análise química por EDS. O teste de microdureza Vickers foi realizado com três amostras (5x2mm) para cada tipo de material. No ensaio de resistência por compressão diametral foram confeccionadas seis amostras (6x3mm) para cada material. O grau de conversão foi avaliado através da espectroscopia por Raman. Todos os ensaios foram realizados antes e após o tratamento térmico. Os dados foram analisados estatisticamente utilizando o método de variância ANOVA. Conclui-se que o compósito Z350<sup>®</sup> possui partículas esféricas e/ou presença de aglomerados enquanto que o TPH3<sup>®</sup> apresenta predominantemente partículas irregulares e /ou presença de aglomerados. O Z350<sup>®</sup> apresentou valores superiores ao TPH3<sup>®</sup> para os ensaios de dureza, compressão diametral e análise do grau de conversão. O tratamento térmico influenciou significativamente todas as propriedades testadas.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

INVESTIGATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF TWO DENTAL  
COMPOSITES WITH NANOFILLER PARTICLES

Michelle Krishna Davi da Silva

March/2009

Advisor: Sergio Álvaro de Souza Camargo Junior

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The aim of this study is to investigate the mechanical properties of two dental composites with nanofiller particles (TPH3<sup>®</sup> and Z350<sup>®</sup>) and evaluate the influence of artificial saliva storage and thermocycling on those properties and in the degree of conversion. The microstructure was characterized by scanning electron and composition for EDS analyzes. Microhardness was measured with a Vickers hardness tester with ten indentations on three samples (5x2mm) of each material. Diametral tensile strength tests were made using six samples of each material (6x3mm). The degree of conversion was evaluated by Raman spectroscopy. All the analyzes had been carried through before and after the thermal treatment. The data were analyzed statistically using ANOVA. It was concluded that Z350<sup>®</sup> presents particles spherical shape and TPH3<sup>®</sup> presents particles predominantly irregular shape. The composite Z350<sup>®</sup> presented higher values of microhardness, diametral tensile strength and degree of conversion. The storage in artificial saliva and thermocycling it influenced all the tested properties.

## SUMÁRIO

<b>1 – Introdução</b>	<b>1</b>
<b>2 – Revisão Bibliográfica</b>	<b>4</b>
2.1 – Materiais Compósitos	4
2.2 – Materiais Compósitos Odontológicos	5
2.2.1 – Histórico	5
2.2.2 – Análises do constituintes	6
2.2.3 – Grau de polimerização	11
2.2.4 – Classificação dos compósitos	13
2.2.5 – Nanocompósitos	17
2.3 – Saliva	19
2.3.1 – Saliva artificial	20
2.4 – Interação da água com compósitos odontológicos	21
<b>3 – Propriedades dos materiais</b>	<b>23</b>
<b>4 – Materiais e Métodos</b>	<b>29</b>
4.1 – Materiais	29
4.1.1 – Compósito TPH3	29
4.1.2 – Compósito Z350	30
4.2 – Metodologia para confecção das amostras	31
4.2.1 – Confecção das amostras de Microdureza e Grau de conversão	31
4.2.2 – Confecção das amostras de Resistência à compressão Diametral	32
4.2.3 – Confecção das amostras de Sorção e solubilidade	33

4.3 – Metodologia para os ensaios	34
4.3.1 – Tratamento térmico	34
4.3.2 – Ensaio de Microdureza Vickers	35
4.3.3 – Ensaio de Resistência por Compressão Diametral	37
4.3.4 – Ensaio para análise do Grau de conversão	38
4.3.5 – Ensaio de Sorção e solubilidade	40
4.3.6 – Análises estatísticas	42
<b>5- Resultados e Discussão</b>	<b>43</b>
5.1 – Caracterização Microestrutural Qualitativa	43
5.1.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura	43
5.1.2 – Espectrometria de Energia Dispersiva por Raio-X	46
5.2 – Propriedades dos Materiais	48
5.2.1 – Sorção e solubilidade	48
5.2.2 – Grau de conversão	50
5.2.3 – Microdureza Vickers	55
5.2.4 – Resistência à Compressão Diametral	59
<b>6 – Conclusões</b>	<b>65</b>
<b>7 – Referências Bibliográficas</b>	<b>67</b>
Apêndice I	79
Apêndice II	80
Apêndice III	81
Apêndice IV	82

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estrutura dos principais monômeros utilizados

Figura 2 – Estrutura química de um organo silano

Figura 3 - Apresentação comercial dos compósitos TPH3 e Z350<sup>®</sup> ambos nas cores A2.

Figura 4 - Molde de acrílico para confecção de amostras de microdureza e grau de conversão.

Figura 5 - Molde de acrílico para confecção das amostras de compressão diametral

Figura 6 - Máquina utilizada para fazer a termociclagem.

Figura 7 - Microdurímetro utilizado para o ensaio de microdureza Vickers.

Figura 8 - Espectrômetro RAMAN utilizado para analisar o grau de conversão das amostras.

Figura 9 - Corpos de prova no dessecador contendo sílica gel seca.

Figura 10 - Balança analítica de precisão.

Figura 11 - Imagens em MEV dos compósitos TPH3<sup>®</sup> (a) e (b), e Z350<sup>®</sup> (c) e (d) com aumento de 1500X e 5000X.

Figura 12 - – Imagens em MEV do compósito TPH3<sup>®</sup> com aumento de 3000X. antes do tratamento térmico (a) e após o tratamento térmico (b).

Figura 13 - Imagens em MEV do compósito Z350<sup>®</sup> com aumento de 3000X antes do tratamento térmico (a) e após o tratamento térmico (b).

Figura 14 - Gráfico com os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito TPH3<sup>®</sup>.

Figura 15 - Gráfico com os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito Z350 <sup>®</sup> .	47
Figura 16 - Espectros do compósito TPH3 <sup>®</sup> polimerizado (a) e não polimerizado (b).	51
Figura 17 - Espectros do compósito Z350 <sup>®</sup> polimerizado (a) e não polimerizado (b).	52
Figura 18 - Relação entre o grau de conversão da TPH3 <sup>®</sup> e Z350 <sup>®</sup> .	54
Figura 19 - O gráfico mostra o tratamento térmico dos materiais nos seus respectivos valores de dureza.	56
Figura 20 - Gráficos do ensaio de compressão diametral onde estão relacionados os valores de carga/deslocamento das amostras antes do tratamento térmico. Em (a) TPH3 <sup>®</sup> e (b) Z350 <sup>®</sup> .	60
Figura 21 - Gráficos do ensaio de compressão diametral onde estão relacionados os valores de carga/deslocamento das amostras após o tratamento térmico. Em (a) TPH3 <sup>®</sup> e (b) Z350 <sup>®</sup> .	61
Figura 22 - Ensaio mecânico de compressão diametral	62
Figura 23 - O gráfico mostra a influência do tratamento térmico nos valores de resistência por compressão diametral.	63

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Correlação entre peso molecular e viscosidade dos monômeros	
Tabela 2 - Classificação dos compósitos odontológicos	
Tabela 3 - Propriedades dos compósitos dentários (ANUSAVICE, 2005).	
Tabela 4 - Resultados de ensaio de dureza de MAYWORM (2008)	
Tabela 5 – Resultados dos ensaios de KIM <i>et al.</i>	
Tabela 6 - Grau de conversão segundo CALHEIROS (2003).	
Tabela 7 - Valores de sorção e solubilidade dos compósitos TPH3 <sup>®</sup> e Z350 <sup>®</sup> . Os valores do desvio padrão estão representados entre parênteses.	48
Tabela 8 - Resultados de grau de conversão obtidos pelo compósito TPH3 <sup>®</sup> e Z350 <sup>®</sup> antes do tratamento térmico (Grupo A) e após o tratamento térmico (Grupo B).	53
Tabela 9 - Resultados das medidas de dureza Vickers para cada tipo de material, em cada situação (Grupo A - não tratado e Grupo B – tratado termicamente) e para os três diferentes pesos utilizados no ensaio.	55
Tabela 10 - Resultados das medidas de compressão diametral para cada tipo de material, em cada situação (Grupo A - não tratado e Grupo B – tratado termicamente).	59

## **LISTA DE EQUAÇÕES**

Equação 1 – Dureza Vickers	36
Equação 2 – Resistência à compressão diametral	37
Equação 3 – Grau de Conversão	39
Equação 4 – Sorção de água	41
Equação 5 – Solubilidade	41

## 1) INTRODUÇÃO

A odontologia restauradora tem se voltado principalmente para o desenvolvimento de materiais que recuperem a anatomia e função do tecido dental remanescente, além de restabelecer a estética. As exigências apresentadas pela sociedade se referem principalmente à cor da restauração, busca por menor desconforto, irritação ou dor.

O desenvolvimento dos materiais nas mais diversas áreas é extremamente importante para obtenção de produtos com melhores propriedades e conseqüentemente maior durabilidade e confiabilidade. Durante as últimas décadas o grande número de pesquisas realizadas com resinas compósitas em diversos países, resultou no aparecimento de novos materiais em substituição aos materiais tradicionais devido às qualidades superiores ou menor custo.

Dentre os materiais restauradores estéticos mais utilizados estão os compósitos odontológicos fotopolimerizáveis. Atualmente existem vários tipos e marcas comerciais de resinas compostas, que são constantemente introduzidas no mercado odontológico e amplamente pesquisadas. Este processo fez com que melhores propriedades fossem alcançadas, aumentando assim, a durabilidade das restaurações. Isso se deve ao fato de modificações na composição, tipo, formato e quantidade das partículas inorgânicas e também na porção orgânica para minimizar problemas clínicos como sensibilidade pós-operatória, fratura do material, contração de polimerização e desenvolvimento de cáries secundárias.

Com a chegada da nanotecnologia, um novo tipo de compósito, denominado nanocompósito, foi recentemente introduzido no mercado odontológico. Apresentando um novo tipo de tecnologia, com partículas de carga variando em uma escala de 0,1 a 100nm, esses materiais são compostos por dois tipos de partículas: nanométricas e nanoaglomerados. Suas características conferem aos materiais propriedades superiores às dos compósitos híbridos, como melhor polimento, mais fácil manuseio e capacidade de manter a anatomia por longos períodos, assim como sua alta quantidade de carga faz com que esses materiais tenham resistência adequada para ser indicada em dentes posteriores, bem como propriedades ópticas e lisura semelhantes aos compósitos fotoativados microparticulados (MITRA, 2003; DEBASTIANI, 2005).

Devido à reduzida dimensão das partículas e da forma de obtenção da carga dos compósitos nanoparticulados, um aumento no conteúdo de carga pode ser conseguido

com a conseqüente redução da contração de polimerização e melhora nas propriedades mecânicas, como resistência à tração, resistência à compressão e resistência à fratura, que parecem ser equivalentes ou até mesmo maiores que os compósitos universais e significativamente maiores que os microparticuladas (BEUN *et al.*, 2006). Por outro lado, o pequeno tamanho das partículas de carga melhora as propriedades ópticas dos compósitos porque, sendo seu diâmetro, uma fração do comprimento de onda da luz visível (0,4 – 0,8 mm), torna-se inábil ao olho humano sua detecção (MITRA, 2003).

As propriedades mecânicas de um material restaurador indicam como o material irá se comportar quando utilizado em áreas de alto estresse funcional no ambiente oral (AGUIAR *et al.*, 2005). Na odontologia, restaurações de Classe I ou II requerem compósitos que possuam altos valores de propriedades mecânicas (BEUN *et al.*, 2007).

Os fenômenos de sorção e solubilidade podem ser precursores de uma variedade de processos químicos e físicos que acarretam em efeitos deletérios na estrutura do material polimérico, podendo comprometer seu desempenho clínico. A presença de água produz efeitos deletérios tanto na estabilidade de cor quanto nas propriedades dos materiais levando inicialmente a um aumento de massa e posteriormente a lixiviação de seus componentes, como partículas e monômeros residuais, acarretando uma redução de massa (U.ÖRTENGREN *et al.*, 2001). A sorção de água e solubilidade dos compósitos odontológicos podem ser afetadas por diversos fatores, tais como: variações na composição da matriz resinosa, no tamanho e na distribuição das partículas de carga, assim como o tipo de polimerização empregada (VON FRAUNHOFER, 1989).

Outro fator que tem influência direta sobre as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos odontológicos é o grau de conversão. Um alto grau de conversão é desejável clinicamente, pois esta propriedade está diretamente relacionada às propriedades mecânicas do material. Porém, um maior grau de conversão significa um maior número de ligações intermoleculares na rede polimérica e, como conseqüência, o módulo de elasticidade e a contração de polimerização do compósito se tornam maiores (SAKAGUCHI; BERGE, 1998; SILIKAS; ELIADES; WATTS, 2000).

Diante disso, este trabalho teve como objetivo realizar a caracterização microestrutural; investigar os compósitos avaliando as propriedades mecânicas do material através de ensaios de microdureza, fratura por compressão diametral e verificando se há uma correlação entre eles e; analisar a influência do envelhecimento em saliva artificial e da ciclagem térmica nas propriedades acima citadas monitorando o grau de polimerização dos dois compósitos comerciais e avaliando a sorção e solubilidade para observar se há estabilidade dimensional destes (TPH 3<sup>®</sup>/Dentsply e Filtek Z350<sup>®</sup>/3M ESPE).

Nos próximos capítulos será discutida a revisão bibliográfica dos compósitos odontológicos, propriedades mecânicas destes compósitos (TPH 3<sup>®</sup> e Filtek Z350<sup>®</sup>), materiais e metodologias empregadas, resultados e discussão e as conclusões obtidas através destes estudos.

## **2) REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1-Materiais Compósitos**

Os materiais compósitos são materiais multifásicos, ou seja, na composição entram dois ou mais materiais diferentes que exibem uma significativa proporção de propriedades das fases constituintes de tal maneira que uma melhor combinação de propriedades é realizada. (GIBSON, 1994 e CALLISTER, 2002).

Sendo um material multifásico, um compósito exhibe além das propriedades inerentes de cada constituinte, propriedades intermediárias decorrentes da formação de uma região interfacial. As fases do compósito são chamadas de matriz (que pode ser de três tipos: cerâmica, polimérica e metálica) e a fase dispersa (geralmente fibras ou partículas que servem como carga). A matriz geralmente é um material contínuo que envolve a fase dispersa. As propriedades dos compósitos são uma função das propriedades das fases constituintes, das suas propriedades relativas e da geometria da fase dispersa; que se subentende a forma das partículas, seu tamanho, sua distribuição e sua orientação.

Segundo CALLISTER (2002) os materiais compósitos são classificados em três categorias principais: reforçados com partículas, reforçados com fibras e os compósitos estruturais.

Os compósitos reforçados com partículas possuem duas subclassificações: compósitos com partículas grandes e reforçadas por dispersão. A diferença entre eles está no mecanismo de reforço. Em compósitos com partículas grandes a interação matriz-partícula não acontece no nível atômico ou molecular.

Em um compósito, a finalidade das partículas é restringir o movimento da matriz que a circunda. A matriz confere estrutura ao material compósito, preenchendo os espaços vazios que ficam entre os reforços, mantendo-os em suas posições relativas e transfere parte da tensão aplicada às partículas, as quais suportam uma fração de carga. Uma ligação forte entre partículas e matriz proporciona em um aumento efetivo da resistência do material.

## **2.2-Materiais Compósitos Odontológicos**

### **2.2.1-Histórico**

Os compósitos surgiram como tentativa de se obter um material restaurador estético que fosse superior aos materiais até então existentes. A utilização destes na Odontologia Restauradora se tornou atualmente uma realidade mundial e sua utilização aumenta a cada dia. Suas propriedades físico-mecânicas foram melhoradas desde então e vêm sendo utilizados para restaurações de dentes anteriores e posteriores, permitindo a reprodução satisfatória das características ópticas e funcionais da estrutura dentária.

Em 1934 foram introduzidas as primeiras resinas autopolimerizáveis, mas elas necessitavam de estabilidade de cor e apresentavam uma elevada contração de polimerização. PAFFERNBARGER (1940) adicionou à essas resinas silicato de alumínio porém o silicato funcionava como cunha fraturando o material com facilidade (BARATIERI, 1992).

As resinas compostas odontológicas foram desenvolvidas em 1962 por Bowen em resposta a necessidade de um material restaurador estético. Este desenvolveu um monômero denominado de Bisfenol A glicidil metacrilato (Bis-GMA). A adição de partículas de quartzo silanizadas a este novo material diminuiu radicalmente a contração de polimerização, expansão térmica e sorção de água, ao mesmo tempo em que aumentou o módulo de elasticidade e a dureza superficial (BOWEN, 1962).

A partir da descoberta deste compósito, nenhum outro material recebeu tanta atenção em odontologia. A evolução deste produto resultou no desenvolvimento de materiais com maior resistência ao desgaste e às fraturas, com combinações aceitáveis e manutenção de cores, além do alto polimento e brilho. Este novo sistema, associado ao condicionamento ácido e à combinação com adesivos, proposto por Buonocore, modificou os conceitos vigentes da época, pela eliminação das retenções tradicionais, possibilitando preparos dentários menos invasivos. (BOWEN, 1962 E BUONOCORE, 1965).

Nenhum compósito atingiu ainda a excelência de um material restaurador ideal. Portanto, a necessidade de melhorias nas formulações das resinas visando minimizar a contração de polimerização, responsável pela maior parte dos insucessos nos procedimentos odontológicos, e o aumento da resistência ao desgaste ocasionado pelas forças da mastigação, vem sendo estudado ao longo dos anos. (WATTS, DC. 2002)

### **2.2.2-Análise dos Constituintes**

Os compósitos restauradores odontológicos atuais ainda são baseados na formulação de Bowen, com algumas modificações. São formadas basicamente por quatro componentes: Matriz resinosa (monômeros), iniciadores de polimerização, cargas inorgânicas, e agentes de cobertura das partículas de carga (agentes de união) (BARATIERI, 1992).

#### **Matriz Resinosa**

A matriz resinosa é a parte quimicamente ativa e possui monômeros que vão estabelecer ligações cruzadas no momento da polimerização conferindo resistência ao material. É comumente constituída pelo Bis-GMA (Bisfenol-A glicidil metacrilato) e o UDMA (uretano dimetacrilato). As formulações, obtidas com estes monômeros apresentam como característica a alta viscosidade (GORACCI, 1998).

Existem ainda diluentes como o TEG-DMA (Trietileno glicidil dimetacrilato) ou EDMA (Etileno glicol dimetacrilato) que reduzem a viscosidade, possibilitando a incorporação de alto conteúdo de carga além de propiciar um material final com melhores características de manipulação, porém aumenta a contração de polimerização, um fator que limita a quantidade de dimetacrilato de baixo peso molecular que pode ser usado em um compósito. O monômero de dimetacrilato permite que uma grande extensão de ligação cruzada ocorra na reação entre as cadeias. Isto resulta em uma matriz mais resistente à degradação por solventes. Ainda há um inibidor de polimerização para garantir vida útil mais longa, e o mais utilizado é a hidroquinona (ANUSAVICE, 2005).

Atualmente já existem compósitos com outros tipos de matrizes, devido à constante busca por parte dos fabricantes por materiais cada vez melhores. Novos monômeros como Bis-EMA (Bisfenol A polietileno glicol dieter dimetacrilato) vêm sendo incorporados e substituem em grande parte o TEGDMA que, por possuírem maior peso molecular tem menos ligações duplas por unidade de peso e apresenta conseqüentemente, uma redução da contração de polimerização. Além disso, essas substituições diminuem o envelhecimento do compósito e conferem ao mesmo tempo uma matriz mais macia e diminui sua sensibilidade às alterações de umidade na

atmosfera (CHAIN, 2001). A figura 1 mostra os principais monômeros utilizados na matriz resinosa de um compósito:

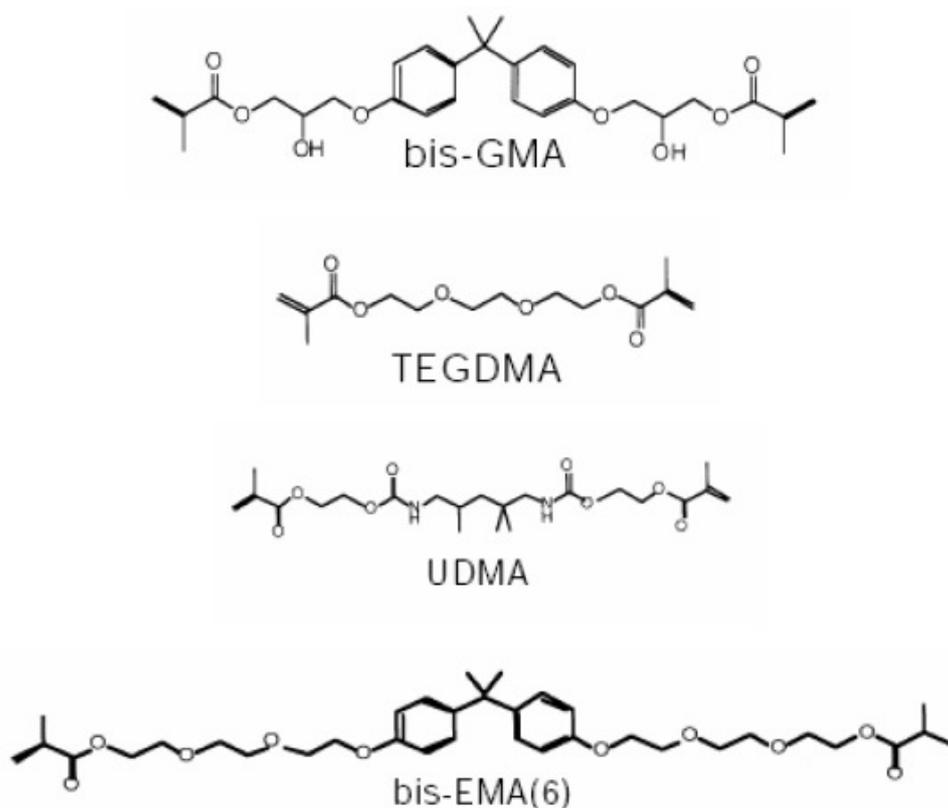


Figura 1 - Estrutura dos principais monômeros utilizados ([www.3m.com](http://www.3m.com)).

Tabela 1 – Correlação entre peso molecular e viscosidade dos monômeros

(MOSZNER & ULRICH, 2001).

Monômeros	Peso Molecular (g/mol)	Viscosidade (mPa. s)
Bis-GMA	512	500000 - 800000
UDMA	470	5000 – 10000
TEGDMA	286	100

O tipo de matriz orgânica pode ainda influenciar as tensões internas geradas durante a polimerização. Estas tensões tendem a se concentrar entre o tecido/compósito enfraquecendo a união e levando a fendas nas margens da restauração. Resinas de diversas formulações formam uma expansão higroscópica durante a polimerização. Apresentaram menores relaxamentos pela expansão higroscópica para os materiais à base de triciclotmetano dimetacrilato (autopolimerizáveis), devido à sua natureza mais hidrofóbica e saturada. Para os materiais a base de Bis-GMA/TEGDMA e UDMA fotopolimerizáveis, a tensão de contração de polimerização foi significativamente diminuída. (FEILZER, 1990)

Infelizmente, problemas como a contração de polimerização, resistência ao desgaste e propriedades de manipulação limitam o desempenho das resinas compostas. A necessidade de se obter um melhor equilíbrio das propriedades entre estes conflitantes requisitos tornou difícil o desenvolvimento de uma resina composta “universal” e resultaram na proliferação de vários produtos restauradores resinosos, cada um designado para uma aplicação específica (ANUSAVICE, 2005).

### **Partículas de carga (fase dispersa)**

A adição de partículas de carga tem como objetivo aumentar a estabilidade dimensional da matriz resinosa e melhorar imensamente as propriedades do material. O primeiro efeito quando misturados a matriz é a redução da contração de polimerização (só por diminuir a quantidade de matriz resinosa em certo volume). Outros benefícios são: redução da expansão e contração térmica, aumento da rigidez ou módulo de elasticidade, diminuição do desgaste e redução de sorção de água. (ANUSAVICE, 2005)

As partículas de quartzo e vidro são as mais utilizadas, sendo fornecidas em diferentes tamanhos por um processo de moagem. O quartzo é duas vezes mais duro e menos susceptível à erosão do que o vidro, além de propiciar melhor adesão aos agentes de cobertura. Além destas, outras partículas de carga também são utilizadas, como as pequenas partículas de sílica, com 0,05µm em tamanho, obtidas por meio de processos pirolíticos (queima) e de precipitação (sílica coloidal) (BARATIERI, 1992).

A quantidade de carga que pode ser incorporada em um compósito e o tamanho das partículas vem recebendo uma atenção maior na caracterização dos tipos de compósitos odontológicos e podem ser altamente influenciado pela área de superfície

total das partículas, que é uma função do tamanho das partículas. Quanto menor forem as partículas, maior será a área de superfície para um mesmo volume de partículas analisado (JONES, 1998).

Uma distribuição de vários tamanhos de partículas é necessária para se incorporar uma quantidade máxima de carga na matriz do compósito e se conseguir uma grande proporção volumétrica. Os espaços existentes entre a matriz e as partículas maiores podem ser preenchidos por partículas menores. No total, as partículas de carga inorgânica correspondem a 30% a 70% em volume, ou 50% a 85% em peso de um compósito (ANUSAVICE, 2005).

Nas últimas décadas o tamanho das partículas de preenchimento em compósitos odontológicos diminuiu consideravelmente, de 8-30  $\mu\text{m}$  em compósitos tradicionais para 0,7-3,6  $\mu\text{m}$  em compósitos modernos, de partículas pequenas. Uma importante razão para a diminuição do tamanho das partículas é a dificuldade encontrada no polimento de partículas grosseiras. Rugosidades ou superfícies opacas são resultados de resistências mecânicas diferentes entre a matriz resinosa e as partículas cerâmicas e, quando o material é desgastado, partículas grandes desprendem-se, um grande vale se forma na superfície do material (na matriz). Como consequência destes problemas, compósitos restauradores tradicionais, com partículas grandes, dão origem do aumento da retenção de placa bacteriana e irritação gengival, sendo sensíveis ao manchamento (VENHOVEN *et al.*, 1996).

A quantidade, o tamanho e a distribuição das partículas influenciam amplamente as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos resinosos. Foi demonstrado que a fração volumétrica das partículas se correlaciona diretamente com a resistência mecânica, módulo de elasticidade, assim como a tenacidade à fratura do material (MANHART *et al.*, 2000).

### **Agentes de União**

A união entre as partículas de carga e a matriz no compósito é obtida pelo uso de um agente de união que pode ser um silício orgânico ou silano. A incorporação de carga ao polímero melhora consideravelmente as propriedades desta matriz, se as cargas forem bem unidas a ela, pois uma união adequada é extremamente importante para a performance clínica dos compósitos restauradores. Em geral o agente de união proporciona o aumento da estabilidade hidrolítica já que previne a penetração de água

na interface resina/carga. (BARATIERI, 1992 e PHILLIPS, 1985 e ANUSAVICE, 2005).

Estudos de diversos pesquisadores têm demonstrado claramente a importante função que as partículas que contêm agentes de união (silanos), exercem em determinados parâmetros como a resistência à fratura e resistência à abrasão. Agentes de união melhoram a adesão entre a fase polimérica e inorgânica, conduzindo a uma melhor transferência de esforços (LIM *et al.*, 2002).

O silano é o agente de união responsável pela adesão na interface resina-partícula. O silano mais usado em compósitos dentários é o  $\gamma$ -metacrilóil-oxipropiltrimetoxi-silano. A adesão da superfície da partícula inorgânica ocorre via reações de condensação entre os grupos silanol e as moléculas de silano hidrolizadas (LIM *et al.*, 2002; SÖDERHOLM & SHANG, 1993).

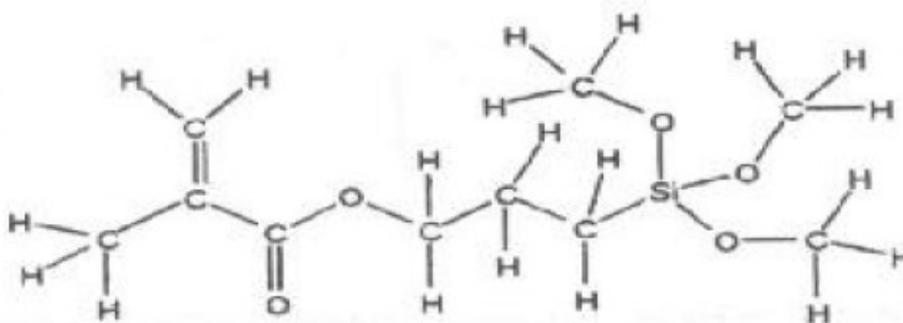


Figura 2 - Estrutura química de um organo-silano ( $\gamma$ -metacrilóil-oxipropiltrimetoxi).

### **Agentes Iniciadores ou Ativadores**

Os iniciadores são agentes químicos que quando excitados dão início ao processo de polimerização. Em sistemas quimicamente ativados à base de BIS-GMA o peróxido de benzoíla é o principal agente iniciador, e é geralmente ativado por uma amina aromática terciária a qual segmenta o peróxido de benzoíla em radicais livres (LUTZ E PHILLIPS, 1993).

Nos compósitos odontológicos fotopolimerizáveis, os iniciadores são as canforoquinonas ou outras diquinonas, que quando excitadas por uma luz visível de

comprimento de onda que varia entre 420 e 550 nm, iniciam o processo de cura (ANUSAVICE, 2005).

### 2.2.3 - Grau de polimerização

A quantidade de monômero convertida em polímero, denominada grau de conversão ou grau de polimerização, consiste na porcentagem de duplas ligações de carbono que foram convertidas em ligações simples de carbono para formar o polímero. Esta composição depende de uma série de fatores, como a composição do compósito (cor, tipo e tamanho das partículas), a transmissão de luz através do material, e a concentração de fotoiniciador, inibidor e iniciador (TARLE *et al.*, 2002). Aparelhos que apresentem maior densidade de potência certamente ativarão melhor o compósito aumentando o grau de conversão que está diretamente relacionado à estabilidade de cor.

A profundidade de polimerização das resinas também foi estudada, contudo a dependência a diversos fatores não permitiu um consenso sobre valores e métodos de avaliá-la. Sugere-se ainda, que todos os materiais sejam fotopolimerizados em camadas com cerca de 2 mm de espessura, e por determinado tempo que pode variar entre 20 a 60 segundos. Estas condições dependem da unidade ativadora, devido às diferenças existentes, principalmente, quanto à intensidade de luz dos diversos modelos oferecidos no mercado de compósitos odontológicos fotopolimerizáveis que possuem a vantagem de conferir boa estética para restaurações posteriores e são capazes de aderir às estruturas dentárias. (MANHART *et al.*, 2000 e LUDWITZ, A, 1977).

Tanto a porcentagem de carga quanto o tamanho das partículas também interferem no grau de polimerização em dadas profundidades da superfície, após a polimerização pela luz. Por esse motivo, os compósitos de micropartículas com partículas menores e mais numerosas espalham mais a luz que os compósitos híbridos com partículas de vidro maiores menos numerosas (CRAIG e POWERS, 2004).

O grau de polimerização de uma resina composta pode ser estudado usando métodos indiretos por meio de propriedades mecânicas como: dureza e resistência flexural (MATSUTANI, 1990; VARGAS *et al.*, 1998; KERBY *et al.*, 1999) ou métodos diretos que possuem maior sensibilidade como: análise do grau de conversão monomérica através de Espectroscopia (FT-IR e Raman) (IMAZATO, *et al.*, 2001; PEUTZFELDT & ASMUSSEN, 2000) e análise térmica como: calorimetria

exploratória diferencial (DSC) e análise térmica diferencial (DTA), (APPELT, 1983; APPELT & ABADIE, 1983; ABADIE & APPELT, 1989).

O uso das técnicas diretas de avaliação do grau de polimerização está sendo cada vez mais utilizado, devido a sua maior sensibilidade. Dentre esses métodos destacam-se a espectroscopia (FT-IR e Raman), que são métodos que se baseiam nas vibrações moleculares.

Um dos maiores efeitos adversos que ocorre durante a polimerização de materiais resinosos é a contração de polimerização. Os compósitos à base de Bis-GMA apresentam contração volumétrica em decorrência da reação de polimerização. Esta contração ocorre devido à aproximação dos monômeros quando há o estabelecimento de ligações covalentes entre os grupos metacrilato (MONDELLI, 1984).

Clinicamente quando o compósito contrai aderido às paredes cavitárias, ocorre o desenvolvimento de tensões na interface dente/compósito. Se as tensões geradas forem maiores do que a resistência de união, ocorrerá o rompimento da interface, o que pode acarretar o surgimento de micro-infiltração, dor pós-operatória, manchamento da restauração e cáries recorrentes (McCABE, 1997).

Vários estudos avaliaram os valores da contração de polimerização. PUCKETT e SMITH (1992) observaram que um compósito pode sofrer uma redução volumétrica entre 1 e 5%, dependendo de sua estrutura interna.

Já PRICE *et al.* (2000) observaram valores de contração de polimerização volumétrica em resinas compostas entre 3 e 4%, chegando a 7% em resinas compostas mais fluidas e 12% em resinas sem carga.

A contração de polimerização está relacionada ao grau de conversão monomérica, isto é, ao número de monômeros que são convertidos em polímero e à densidade de ligações cruzadas, ou seja, ao número de ligações cruzadas existentes por unidade de volume. (THOMPSON *et al.*, 1979).

Outro fator que influencia a contração de polimerização é o volume de monômeros na matriz resinosa. Segundo CADENARO M *et al.* (2007), compósitos microhíbridos e nanohíbridos contendo os mesmos monômeros na matriz polimérica apresentaram similares valores de contração enquanto que um compósito híbrido de baixa contração apresentou menores valores por possuir uma menor quantidade de diluentes na sua formulação e por conseqüência uma menor contração volumétrica.

#### 2.2.4-Classificação dos compósitos

Existem inúmeras classificações de acordo com vários critérios e autores. De acordo com CHAIN *et al.* (2001) é possível classificar as resinas quanto a sua capacidade de escoamento:

a) Resinas de alto escoamento (flow): são compósitos que apresentam baixa viscosidade.

b) Médio escoamento (microhíbrida e microparticulada): são compósitos que devido a sua viscosidade podem ser inseridos na cavidade com auxílio de uma espátula.

c) Baixo escoamento (condensável): são compósitos que apresentam como principal característica uma alta viscosidade, mesmo quando se utiliza um condensador. Este tipo de material possibilita a obtenção de um ponto de contato interproximal sem a necessidade de uso de outros dispositivos ou técnicas.

CONCEIÇÃO (2002) ainda classifica os compósitos dentários quanto à sua forma de utilização:

a) Compósitos de uso direto

São aqueles que possuem a vantagem de não necessitarem de etapas laboratoriais para conclusão do trabalho, entretanto, o sucesso clínico depende de, em grande parte, do material e da técnica restauradora.

Embora os compósitos de uso direto tenham evoluído bastante, eles ainda apresentam limitações que podem resultar em falhas quando utilizados em trabalhos clínicos de maiores proporções, como por exemplo, a dificuldade de obtenção de contornos satisfatórios e do restabelecimento do ponto de contato com o dente antagonista e a contração de polimerização (CHAIN *et al.*, 2001).

b) Compósitos de uso indireto

São aqueles confeccionados em um modelo de gesso no laboratório protético. Esse tipo de restauração permite um melhor restabelecimento das convexidades naturais do dente levando a um melhor contato proximal, melhor estabilidade de cor, maior resistência à fratura e ao desgaste. Entretanto, essas restaurações indiretas requerem maior tempo de trabalho e, por conseguinte, maior custo.

Os compósitos odontológicos também podem ser classificados quanto ao método de polimerização (CONCEIÇÃO, 2002):

a) Quimicamente ativados: são aqueles que apresentam uma pasta base e outra catalisadora onde os materiais somente polimerizam após a mistura de ambas.

b) Fotopolimerizáveis: apresentam foto-iniciadores e somente polimerizam-se em presença de luz.

c) Duais: apresentam dois sistemas de ativação, químico e físico (luz).

Segundo ANUSAVICE (2005) um sistema de classificação muito empregado para os compósitos odontológicos baseia-se no tamanho médio das partículas de carga e na sua distribuição por tamanho, como mostrado na Tabela 2:

Tabela 2 – Classificação dos compósitos odontológicos

Classe da resina composta	Tamanho de partículas ( $\mu\text{m}$ )
Tradicionais (partícula grande)	Vidro de 1-50
Híbrida (partícula grande)	(1) vidro de 1-20 (2) vidro 0,04
Híbrida (partícula média)	(1) vidro de 0,1-10 (2) sílica de 0,04
Híbrida (minipartículas)	(1) vidro de 0,1-2 (2) sílica de 0,04
Híbrida Compactável	Partículas médias/minipartículas, mas com baixa fração volumétrica de cargas.
Micropartículas heterogêneas	(1) sílica de 0,04 (2) partículas de sílica pré-polymerizadas contendo sílica de 0,04.

a) Resinas Compostas Tradicionais: São também chamadas de convencionais ou macroparticuladas. Os tipos de carga mais comumente utilizados nesses materiais são a sílicas amorfas moída e o quartzo. O tamanho médio das partículas varia de 8 a 12  $\mu\text{m}$  podendo chegar até 50  $\mu\text{m}$ . Possuem 70 % a 80% em peso ou 60% a 70% em volume de carga inorgânica. Estes compósitos não são indicados em dentes posteriores e são poucos utilizados atualmente.

b) Resinas Compostas de partículas pequenas: possuem um tamanho menor de carga (0,5 a 3  $\mu\text{m}$ ), sendo estas compostas por vidro de óxidos de metais pesados e sílica coloidal. Possuem de 65 a 77% de carga inorgânica em volume e de 80 a 90% de carga inorgânica em peso. Devido o aumento da fração volumétrica de cargas, as resinas compósitas de partículas pequenas são indicadas para áreas onde há maiores tensões mastigatórias e maior tendência ao desgaste, uma vez que possuem maior resistência a compressão e maior módulo de elasticidade em comparação aos compósitos tradicionais e os microparticulados.

c) Resinas Compostas de Micropartículas: Possuem um valor menor em relação às resinas já citadas devido à utilização de partículas de sílica coloidal como carga inorgânica que varia de 0,04 a 0,4  $\mu\text{m}$ . O conceito de resinas de micropartículas vincula o reforço da resina por meio de partículas de carga. As pequenas partículas de sílica coloidal tendem a se aglomerar. A sílica não é misturada diretamente a matriz, elas são incorporadas sob uma variedade de formas: partículas pré-polimerizadas, aglomeradas e aglomeradas por sinterização. Esses materiais possuem propriedades físicas e mecânicas inferiores aos compósitos tradicionais, mas fornece uma superfície menos rugosa dentre as restaurações estéticas de resina compósita.

d) Resinas Compostas Híbridas: Possuem diferentes tamanhos de partículas. Contém dois tipos de partículas de carga: carga de sílica coloidal e partículas de vidro contendo metais pesados. As propriedades físicas e mecânicas desse sistema são superiores as das resinas compósitas microparticuladas variando entre aquelas das resinas compósitas tradicionais e de partículas pequenas. Algumas das propriedades destas resinas podem ser vistas na Tabela 3:

Tabela 3 - Propriedades dos compósitos dentários (ANUSAVICE, 2005).

Características / Propriedades	Tradicional	Híbrida (PTP)	Híbrida (multiuso)	Microparticulada	Esmalte
Tamanho ( $\mu\text{m}$ )	8-12	0,5-3	0,4-1	0,04-0,4	-
Carga inorgânica (% em vol.)	60-70	65-77	60-65	20-59	-
Carga inorgânica (% em peso)	70-80	80-90	75-80	35-67	-
Resistência à compressão (MPa)	250-300	350-400	300-350	250-350	384
Módulo de elasticidade (GPa)	8-15	15-20	11-15	3-6	84
Coefficiente de Exp. Térmica (ppm/°C)	25-35	19-26	30-40	50-60	-
Sorção de água (mg/cm <sup>2</sup> )	0,5-0,7	0,5-0,6	0,5-0,7	1,4-1,7	-
Dureza Knoop (KHN)	55	50-60	50-60	25-35	350-430
Contração de polimerização (% em volume)	-	2-3	2-3	2-3	-

Os compósitos resinosos híbridos vêm passando por uma evolução onde o tamanho médio das partículas é reduzido originando compósitos denominados híbridos de mini-partículas, submicrométricos ou microhíbridos. Estes apresentam uma combinação entre micropartículas (0,04  $\mu\text{m}$ ) e partículas maiores de no máximo 2  $\mu\text{m}$  onde o tamanho médio das partículas varia entre 0,6-0,8  $\mu\text{m}$ . Sua matriz orgânica possui ainda uma alta incorporação de micropartículas que são adicionadas diretamente ou através de partículas pré-polimerizadas, sendo este último método o preferencial, uma vez que permite maior incorporação de carga (até 80% em peso) aumentando significativamente o reforço particular e a força coesiva da matriz polimérica (BARATIERI & CHAIN, 1998). Compósitos microhíbridos apresentam boas características de superfície, que se traduzem em qualidade de polimento e resistência ao desgaste, como também excelentes propriedades físico-químicas.

### **2.2.5 - Nanocompósitos**

A nanotecnologia é considerada por muitos uma nova revolução na utilização de produtos e equipamentos nas mais diversas áreas e representa a produção de materiais funcionais e estruturas na escala de 0,1 a 100 nm. A promessa dos especialistas no assunto é que com ela os materiais serão mais eficientes, mais duráveis e nossas vidas mais práticas. Suas aplicações atingem diversos setores industriais, tecnológicos e inclusive biomédicos (MITRA 2003; FIDELUS *et al.*, 2005; GOJNY *et al* 2005).

Um dos mais importantes avanços nos últimos anos no campo da nanotecnologia foi o desenvolvimento de novos materiais dentários em especial as novas gerações de resinas compósitas (BEUN *et al.*). Os compósitos odontológicos têm apresentado mudanças na formulação evidenciadas na chegada de microhíbridos e agora com os nanocompósitos. O intenso interesse no uso de nanomateriais advém da idéia de que eles possam ser usados para manipular a estrutura de materiais e promover melhoras significativas nas propriedades elétricas, químicas, mecânicas e óticas (ALLEN *et al.*.,2003).

A principal vantagem destas formulações reforçadas por nanopartículas seria aliar propriedades de ótimo polimento e retenção de polimento dos compósitos de micropartículas e propriedades mecânicas desejáveis para situação de alto estresse, comparáveis às dos compósitos microhíbridos (MITRA, WU; HOLMES, 2003).

Estes compósitos nanoparticulados têm atraído o interesse de muitos pesquisadores, clínicos e pacientes. Esses materiais oferecem propriedades mecânicas, elétricas, óticas únicas. Aumenta a dureza, módulo de elasticidade, resistência ao desgaste e compressão e redução da expansão térmica de polimerização. Tais características são induzidas pela presença física de nanopartículas e pela interação da matriz polimérica com essas partículas e seu estado de dispersão (BEUN *et al.* e SCHMIDT, 2003).

Cargas nanométricas são obtidas de forma inversa das cargas tradicionais (macropartículas, híbridas e microhíbridas), que são formadas da diminuição de partículas densas e amplas para partículas de tamanhos menores. Entretanto, esse processo de moagem não permite obter partículas de tamanho menor que 100 nm. As nanopartículas são obtidas usando-se processos químicos para produção de blocos sobre uma escala molecular. Os materiais são transformados progressivamente em estruturas menores, transformadas em partículas de tamanho nanométrico desejáveis para um compósito (MITRA, WU; HOLMES, 2003).

A capacidade das partículas em escala nanométricas de aperfeiçoar as propriedades do material pode ser explicada através do grande aumento da área de superfície específica. Geralmente, quanto maior for a quantidade de partículas e menor for seu tamanho, melhores serão as propriedades físicas e estéticas, menor o desgaste e a rugosidade superficial dos compósitos odontológicos. Contudo, a área de superfície das partículas é uma característica fundamental no processo. Quanto menor for o tamanho da partícula, maior será sua área de superfície específica. Como consequência disso, aumenta-se bastante a área de interface matriz/partículas e com isso, a transferência de carga recebida pela matriz para fase de reforço é mais efetiva, melhorando suas propriedades e oferecendo uma nova classe de material. Para que isso ocorra, as partículas devem ser intimamente unidas à matriz e bem dispersas (WETZEL *et al.*, 2003).

Alguns autores classificaram os compósitos reforçados de nanopartículas em nanohíbridos (possuem partículas nanométricas, mas também em escala micrométrica) e nanoparticulados ou nanométricos (propõem-se a apresentar 100% de nanopartículas) (BASEREN e YALCIN, 2004; KORKMAZ e BASEREN, 2006; MAYWORM, 2008).

A grande questão ainda é: de que forma estas nanopartículas devem ser inseridas para que possam ser usadas em áreas de grande estresse funcional, e como elas

alteram as propriedades destes compósitos (WETZEL *et al.*, 2003; BAUER *et al.*, 2003; ZHANG *et al.*, 2002).

Segundo WATANABE *et al.* (2007) tem-se observado um aumento à tenacidade à fratura em compósitos de matriz polimérica reforçados por nanopartículas. Esse aumento está diretamente relacionado ao tamanho da escala nanométrica das partículas de reforço, isto é, quanto menor for o tamanho das partículas e mais bem distribuídas elas estejam, mais resistente o material será à fratura. Porém, esse fato não ocorre quando se trata de reforços convencionais para polímeros, através de partículas micrométricas de vidro, os quais aumentam moderadamente ou nem mesmo influenciam na tenacidade à fratura.

Para BEUN *et al.* (2007) as resinas compostas de nanopartículas podem ser usadas tanto para restaurações posteriores quanto para restaurações anteriores devido à concentração de partículas nanométricas levando a um aumento da fração inorgânica que melhoram as propriedades dos materiais tais como: resistência flexural, resistência à fratura, modulo de elasticidade, microdureza e diminuição da contração de polimerização.

### **2.3 – Saliva**

A saliva é uma mistura complexa de fluidos oriundos de secreções das glândulas salivares (saliva pura), do sulco gengival além de bactérias, leucócitos e células epiteliais descamadas (JENKINS, 1978; ERICSON & MAKINEN, 1986; EDGAR, 1992; DOWD, 1999). Ela é composta por 99% de água e apenas 1% de componentes inorgânicos e orgânicos.

Os componentes orgânicos presentes na saliva apresentam diferentes funções: antimicrobiana, inibição de precipitação de cálcio e fosfato, efeitos bactericidas ou bacteriostáticos, assim como a agregação de bactérias o que facilita a remoção das mesmas.

A composição salivar varia de acordo com o fluxo, natureza da estimulação, duração, composição do plasma e período do dia no qual é feita a coleta (NEWBRUN, 1989). De acordo com ERICSON & MAKINEM (1986), o principal fator que afeta a composição salivar é o fluxo, assim como a duração do estímulo. As concentrações de cada componente são muito variadas, tanto no mesmo indivíduo como entre indivíduos.

A saliva natural é um sistema extremamente complexo com numerosos constituintes que variam quanto a sua concentração de acordo com o horário do dia, por isso é impossível sua reprodução exata (GAL *et al.*, 2001).

O pH da saliva depende primariamente da concentração de CO<sub>2</sub> livre e combinado, variando diretamente com o pH do sangue. O bicarbonato, e em menor grau o fosfato, tamponam a saliva (THELDA *et al.*, 1998). O pH normal da saliva se encontra entre 6 e 7, ou seja, levemente ácido, podendo variar entre 5,3 (fluxo mínimo) ou 7,8 (durante o fluxo máximo).

Tendo em vista a composição variada da saliva humana, várias funções são atribuídas a mesma: contribuição no processo digestivo, através da amilase salivar; proteção dos tecidos duros e moles; lavagem da cavidade oral; neutralização e tamponamento dos ácidos provenientes dos alimentos assim como do metabolismo bacteriano e participação no processo des-remineralização e formação da película adquirida. Outra função igualmente importante é a manutenção do pH relativamente neutro na cavidade oral principalmente através do bicarbonato (EDGAR, 1994; ANDERSON *et al.*, 2001).

### **2.3.1 – Saliva artificial**

A saliva artificial utilizada para reagir com um material odontológico deve ter uma composição similar à saliva natural. Com isso, sabe-se que não é possível obter-se uma duplicação exata das propriedades da saliva humana, devido à sua natureza inconsistente e instável. Diferentes fórmulas examinadas detalhadamente em um estudo realizado por GAL *et al.* (2000) revelaram que todas são uma reunião arbitrária de substâncias, a qual possui maior ou menor similaridade à composição da saliva humana (GAL *et al.*, 2000, LEUNG *et al.*, 1997).

SOUDER *et al.*, em 1931, produziu a primeira saliva artificial através de um estudo sobre envenenamento por mercúrio devido a restaurações de amálgama. Para GAL *et al.* (2000), existe um grande número de formulações que tem sido utilizadas na tentativa de simular as condições químicas presentes na boca. O mais importante é que essa saliva artificial possa substituir a saliva natural em casos de comprometimento sistêmico ou xerostomia (pacientes que usam medicamentos que levam a diminuição do fluxo salivar como os bloqueadores de cálcio e pacientes imunodeprimidos que foram submetidos, por exemplo, a quimioterapia).

## 2.4 - Interações da água com os compósitos odontológicos

A presença de água é um fator importante para a deteriorização de compósitos odontológicos. Quando o compósito é imerso em água, dois diferentes mecanismos ocorrem: o primeiro é a sorção de água produzindo um aumento de massa, e o segundo é a lixiviação de seus componentes, como partículas e monômeros residuais, levando a uma redução de massa. Assim, a sorção de água é um processo de difusão controlada que ocorre principalmente na matriz resinosa e pode levar a uma degradação na interação matriz com a partícula e alterar as propriedades dos materiais (U.ÖRTENGREN *et al.*, 2001).

Segundo THYLMAN e PEYTON (1946), a propriedade de sorção de água representa pela a captação de água para o interior do material, assim como aquela retida na superfície, após a amostra ter sido seca.

A absorção de água pelos compósitos deve ser baixa porque quando em excesso, produz efeitos deletérios tanto na estabilidade da cor quanto nas propriedades dos materiais. Se o compósito pode absorver água também será capaz de absorver outros fluidos da cavidade oral, o que resultará na sua descoloração e na degradação hidrolítica da interface carga/compósito. A absorção de água ocorre principalmente às custas da absorção direta do compósito. A carga de vidro não absorve água para dentro do material, mas pode absorver água na superfície. Então, a quantidade de água absorvida depende do conteúdo de carga do compósito e da qualidade de adesão do compósito e a carga. O método mais simples de avaliar a sorção de água e a fração solúvel de um polímero é monitorar a mudança de peso quando imersa em água. Para essa finalidade, as amostras devem ser armazenadas em um dessecador até que o peso obtido seja constante (NOORT, 2004).

Os fenômenos de sorção e solubilidade podem ser precursores de uma variedade de processos químicos e físicos que acarretam em efeitos deletérios na estrutura do material polimérico, podendo comprometer seu desempenho clínico.

A incompleta polimerização e baixa conversão de monômeros podem resultar em maior solubilidade dos compósitos odontológicos (PEARSON E LONGMAN, 1989). Estudos têm demonstrado que monômeros residuais são os principais componentes liberados dos compósitos dentais, ocorrendo principalmente nos primeiros dias. O monômero trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA) tem sido identificado como a principal substância liberada pelos compósitos odontológicos, porém, pequenas

quantidades de outros monômeros, tais como, bisfenol A glicidil metacrilato (Bis-GMA) e uretano dimetacrilato (UDMA) podem também ser liberados na água. A lixiviação desses componentes pode influenciar a alteração dimensional inicial, o desempenho clínico, o aspecto estético das restaurações e a biocompatibilidade do material (FERRACANE, 1986; ÖRTENGREN *et al.*, 2001; LYGRE *et al.*, 1999).

A sorção de água e solubilidade dos compósitos odontológicos podem ser afetadas por diversos fatores, tais como: variações na composição da matriz resinosa, no tamanho e na distribuição das partículas de carga, assim como o tipo de polimerização empregada (VON FRAUNHOFER, 1989).

Quando o material testado é submetido ao ensaio de sorção e solubilidade conforme a especificação nº. 4049:2000 da ISO, algumas condições são requeridas. Para o teste de sorção: se quatro ou cinco dos valores obtidos forem menores ou iguais a  $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  o material está dentro da especificação, se dois ou menos valores obtidos forem menores ou iguais a  $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ , o material é passível de ter falhas e se três dos valores obtidos forem menores ou iguais a  $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  repete-se os testes. Já para a análise de solubilidade está determinado que: se quatro ou cinco dos valores obtidos forem menores ou iguais a  $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  o material está dentro da norma, se dois ou mais valores obtidos forem menores ou iguais a  $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ , o material é passível de ter falhas e se três dos valores obtidos forem menores ou iguais a  $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  repete-se os testes.

A solubilidade dos materiais na boca e a sorção de fluidos bucais pelo material são critérios importantes a serem considerados pelo clínico, para sua seleção. Para a maioria dos polímeros, a quantidade de sorção é de aproximadamente 30 a  $50 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ . Para os compósitos dentários, o valor será mais baixo devido à presença de cargas de vidro. NOORT, em 2004 menciona alguns valores referentes à absorção de água de algumas marcas comerciais de compósito para restaurações diretas. Os valores de absorção de água foram P-10<sup>®</sup> (3M) =  $16 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ , P30<sup>®</sup> (3M) =  $36,9 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ , Heliomolar<sup>®</sup> (Vivadent) =  $20,6 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  e Estilux<sup>®</sup> (Kulzer) =  $23,1 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ . Valores maiores para sorção de água de alguns compósitos podem estar associados à presença de porosidades, espaço livre formado devido à remoção da fração solúvel, degradação hidrolítica da interface carga/compósito ou dissolução de partículas de vidro.

### 3) PROPRIEDADES DOS MATERIAIS

As propriedades mecânicas dos compósitos odontológicos estão diretamente relacionadas com a performance clínica dos materiais dentários. Segundo ANUSAVICE (2005), uma importante característica para o material odontológico é a resistência, propriedade mecânica que assegura que a restauração devolverá as funções para quais foi executada, de maneira adequada, segura e duradoura. Afirma que, para a indicação dos compósitos, é importante a análise de todas as suas propriedades, tais como resistência à abrasão, a resistência flexural, o módulo de elasticidade, a resistência a fratura e dureza, entre outras.

A dureza é uma das propriedades mais importantes para os compósitos odontológicos e pode ser definida como uma resistência à endentação ou penetração permanente na superfície. Com isso, é um indicativo da facilidade de acabamento da estrutura e seu uso, no que se refere aos riscos. O acabamento e o polimento de uma estrutura são importantes por motivos estéticos e os riscos podem comprometer a resistência à fadiga e levar a falha prematura (CALLISTER, 2002, DIETER, 1981 E CRAIG E POWERS, 2004).

De acordo com SKINNER, os testes de dureza Vickers e Knoop são considerados de microdureza e amplamente utilizados para mensuração de dureza de pequenas áreas e de materiais relativamente duros como os compósitos odontológicos. O teste de microdureza Vickers é recomendado pela ADA (*American Dental Association*) para avaliar a dureza dos materiais compósitos.

Segundo POSKUS *et al.* (2004) e ZACHARIASEN (1982), a dureza dos materiais compósitos depende de alguns fatores: o grau de conversão do monômero, a espessura dos incrementos, a cor utilizada para restauração e a quantidade e o tamanho das partículas, (quanto maior a quantidade e menor o tamanho das partículas, maior será a dureza dos compósitos).

WILLEMS *et al.* (1992) realizaram testes comparativos de microdureza entre vários compósitos, o esmalte e a dentina usando microdureza Vickers. O valor médio encontrado para o esmalte dentário foi de 408 e para a dentina de 60. Esses resultados foram comparados com os valores obtidos para os compósitos, que foram: compósitos de partículas microfinas (25 a 63) compósitos de partículas híbridas (65 a 97) e compósitos de micropartículas (100 a 186).

MAYWORM (2008) avaliou a microdureza Vickers de dois compósitos nanoparticulados. Foi realizado um tratamento térmico onde as amostras foram envelhecidas em saliva artificial por 62 dias a uma temperatura de 37° C. Os resultados do ensaio de dureza encontram-se na Tabela 4. Como pode ser observado nessa tabela, o envelhecimento em saliva artificial causou diminuição nos valores de dureza estatisticamente significativa.

O que pode ser observado com base na análise desse estudo é que o envelhecimento do material em saliva artificial pode ter modificado a microestrutura do compósito. Segundo MAYWORM (2005), uma explicação para isso seria a degradação do agente de união silano que ocasionaria na perda de partículas e conseqüente amolecimento do material pela maior absorção de fluído.

Tabela 4 – Resultados de ensaio de dureza de MAYWORM (2008)

Material	Variável	Média (HV)	Valor-p
Esthet X <sup>®</sup>	Tratamento: Grupo A* _____	64,3	0*
	Grupo B** _____	52,2	
Filtek Supreme <sup>®</sup>	Tratamento: Grupo A* _____	60,8	0*
	Grupo B** _____	53,1	

Grupo A\*= sem envelhecimento em saliva artificial

Grupo B\*\*= com envelhecimento em saliva artificial

KIM *et al.* (2002) mostraram a relação que existe entre a morfologia das partículas e a microdureza Vickers, afirmando que compósitos constituídos por partículas esféricas apresentam os melhores resultados, e que os constituídos por partículas irregulares e/ou pré-polimerizadas apresentam resultados inferiores como visto na Tabela 5.

Tabela 5 – Resultados do ensaio de dureza de KIM *et al.* (2002)

Material	Morfologia	Dureza (HV)
TPH <sup>®</sup>	Partículas	60
Charisma <sup>®</sup>	irregulares	79
Z100 <sup>®</sup>	Partículas	117
Palfique Toughwell <sup>®</sup>	esféricas	101

Isso se deve ao fato que a dureza dos materiais compósitos depende dentre outros fatores da quantidade e do tamanho das partículas. Quanto menor o tamanho das partículas e maior a quantidade das mesmas, maiores serão os valores de dureza (POSKUS *et al.* (2004) e GREGORY *et al.* (1992)).

Segundo JOHNSON (1993) e BRAEM (1989) alguns estudos *in vitro* confirmam que a quantidade, o tipo e a distribuição das partículas na matriz polimérica também influenciam outras propriedades mecânicas, como por exemplo, resistência flexural, tenacidade à fratura e compressão diametral.

Os testes para avaliar a resistência à compressão e a compressão diametral para tração dos materiais dentários são importantes porque analisam a capacidade do material de suportar as várias forças multidirecionais durante a mastigação (CRAIG E POWERS, 2004).

A resistência à compressão diametral serve como indicador da capacidade de o material frível de resistir às forças laterais geradas durante a função mastigatória contribuindo para a correta indicação clínica do respectivo material ( COBB, 1996).

Segundo a especificação nº27 da ADA ( *American Dental Association*) para compósitos restauradores diretos os valores exigidos para resistência a compressão diametral são de 24 MPa para compósitos Tipo I e 34 MPa para compósitos do Tipo II, onde os materiais do Tipo II são recomendados para uso em áreas de maior estresse funcional, ou seja, áreas que exijam um maior esforço mastigatório.

CHO *et al.* (1999) compararam a resistência à compressão diametral e à compressão de nove materiais para confecção de núcleo. Foram testados diferentes tipos de materiais restauradores, incluindo-se duas resinas compostas microhíbridas, Herculite XRV<sup>®</sup> e Prodigy<sup>®</sup>.Dentre os materiais testados, os compósitos fotoativados, exibiram os valores mais altos de resistência para ambas as propriedades testadas, sendo que para o teste de resistência à compressão os compósitos exibiram valores médios que

variaram de 225 MPa para a resina Herculite XR<sup>V</sup>® e 250 MPa para a resina Prodigy®; e, para o teste de resistência à compressão diametral os valores médios variaram de 51 MPa para a resina Herculite XR<sup>V</sup>® e 55 MPa para a resina Prodigy®, em concordância à resultados de estudos prévios (IGLESIAS, 1984; NETTI, 1988; MIYAMOTO, 1989; MITRA, 1991; ELDIWANY, 1993; CHUNG, 1993; LEVARTOVSKY, 1994; DHUMMARUNGRONG, 1994). Os autores ainda destacam a importância da resistência de um material para núcleo, já que materiais mais resistentes apresentam melhor resistência à deformação e à fratura, promove melhor equilíbrio na distribuição de estresses, reduz a possibilidade de falha compressiva ou por tração, promove maior estabilidade e melhor probabilidade de sucesso clínico.

COBB *et al.* (2000) avaliaram três compósitos compactáveis (Alert®, SureFil® e Solitaire®), um compósito híbrido convencional (TPH Spectrum®) e um compósito microparticulado (Heliomolar Radiopaque®), indicados para a restauração de dentes posteriores quanto a resistência a compressão diametral. Os resultados, em MPa, para o teste de resistência à tração diametral foram: TPH 68,4 (7,2), Alert 60,1 (6,0), SureFil 58,7 (5,4), Heliomolar 45,4 (4,2) e Solitaire 34,4 (5,5). O compósito híbrido TPH Spectrum® apresentou resistência à tração diametral significativamente maior que os compósitos compactáveis e o microparticulado confirmando assim sua indicação para dentes posteriores em áreas com maior esforço mastigatório.

MITRA *et al.* (2003) comparou diversas propriedades mecânicas incluindo resistência à compressão diametral de dois compósitos com partículas nanométricas (Filtek Supreme Standard® e Filtek Supreme Translucent®) com os compósitos A110®, Z-250®, TPH Spectrum®, Esthet-X® e Point 4®. Para o teste de resistência à tração diametral, os compósitos testados apresentaram os seguintes valores, em MPa (DP): Z-250® 96,6 (5,6), TPH® 80,7 (5,3), Point 4® 76,6 (6,8), Esthet-X® 66,7 (4,1), A 110® 52,3 (2,9), Supreme Standard® 80,7 (3,2) e Supreme Translucent® 87,6 (9,0), sendo que a análise estatística mostrou que os valores para os compósitos nanoparticulados Supreme Standard® e Supreme Translucent® foram equivalentes ou maiores que os demais compósitos testados. Os autores concluíram que os compósitos nanoparticulados podem ser considerados materiais restauradores universais, haja vista os resultados apresentados em todos os testes realizados, alertando que estudos clínicos são necessários para confirmar os achados laboratoriais.

Segundo AGUIAR *et al.* (2005) a imersão em diferentes tipos de meios também pode influenciar as propriedades dos materiais entre elas, a dureza e a resistência a

tração diametral. Foi utilizado um compósito microhíbrido (Z250<sup>®</sup>) e este armazenado em dois diferentes meios (água destilada ou etanol absoluto). As médias relatadas pelos autores, para o teste de resistência à tração diametral dos grupos armazenados em água destilada, variavam entre 67,5 MPa e 72,2 MPa, sendo que para o grupo armazenado em etanol, a média foi de 52,2 MPa. Este fato pode ser explicado pela provável degradação da superfície do polímero diminuindo a resistência à tração diametral e aumentando o desgaste do material.

Outro fator que está diretamente relacionado com as propriedades do material é o grau de polimerização ou grau de conversão. O estudo do grau de polimerização se fundamenta na demonstração de dados que podem se correlacionar com as propriedades físicas e mecânicas. Os materiais compósitos restauradores, no ambiente adverso à cavidade bucal necessita de excelentes propriedades, que estão relacionadas com sua composição e grau de polimerização, visando um comportamento clínico satisfatório.

O grau de conversão também interfere na contração volumétrica e no módulo de elasticidade dos compósitos. Um alto grau de conversão é desejável clinicamente, pois esta propriedade está diretamente relacionada às propriedades mecânicas do material. Porém, um maior grau de conversão significa um maior número de ligações intermoleculares na rede polimérica e, como consequência, o módulo de elasticidade e a contração de polimerização do compósito se tornam maiores (SAKAGUCHI; BERGE, 1998; SILIKAS; ELIADES; WATTS, 2000). Portanto, graus de conversão muito elevados estariam associados ao aumento da tensão de contração.

BRAGA e FERRACANE (2002) estudaram a relação entre o grau de conversão e a tensão de contração de um compósito microparticulado experimental com proporção de 1:1 de Bis-GMA/TEGDMA e 40% em peso de carga. Utilizaram para este estudo diferentes tempos de ativação, produzindo diferentes níveis de densidade de energia: 2,8; 5,5; 11,0 e 22,1 J/cm<sup>2</sup>. Os autores verificaram que nos níveis mais altos de energia o compósito obteve maior grau de conversão, maior contração volumétrica e também maiores valores de tensão de contração. Observaram ainda existir um limite no grau de conversão a partir do qual aumentos não significantes do mesmo produziram grandes aumentos na tensão desenvolvida pelo material. A hipótese mais provável para explicar este achado seria que para graus de conversão elevados, o escoamento do compósito passa a ser muito pequeno e a possibilidade das tensões serem aliviadas através do escoamento diminui. Portanto, qualquer aumento do módulo de elasticidade e da contração que venha a ocorrer se traduziria no desenvolvimento de tensões.

Segundo alguns autores, existem uma correlação direta entre o grau de conversão e as propriedades mecânicas do material como: módulo de elasticidade e resistência flexural (FERRACANE & GREENER, 1986), resistência à fratura (FERRACANE & CONDOR, 1992; COOK & JOHANNSON, 1987) e dureza (FERRACANE & GREENER, 1986; ASMUSSEN, 1992; TSAI *et al.*, 2004; CORRER *et al.*, 2006). Por isso os métodos indiretos têm sido utilizados na avaliação do grau de polimerização, porém, em materiais resinosos diferentes, onde exista diferença na composição da resina (tipo, concentração de carga, estrutura da matriz), as propriedades mecânicas não se correlacionaram com o grau de conversão, pois, pode ocorrer uma interferência dessas diferenças da composição do material nos resultados destes testes.

BEUN *et al.* (2007) comparou o grau de conversão de quatro compósitos, sendo dois microparticulados e dois híbridos observados na Tabela 6.

Tabela 6 – Grau de conversão segundo BEUN *et al.* (2003).

Compósito	Grau de Conversão (GC)
A110 (Microparticulada)	36%
Durafill VS (Microparticulada)	38%
Z100 (Híbrida)	48%
Tetric Ceram (Híbrida)	50%

Os compósitos microparticulados apresentaram grau de conversão menor que os híbridos. Isso era de se esperar já que as partículas de sílica coloidal produzem uma maior dispersão da luz, diminuindo a profundidade de polimerização desse material. Os compósitos microparticulados apresentaram grau de conversão menor que os híbridos (DEWALD E FERRACANE, 1987).

## **4) MATERIAIS E MÉTODOS**

### **4.1 – Materiais**

Para esse estudo serão utilizados dois compósitos odontológicos com a presença de partículas nanométricas e ambos na cor A2.

#### **4.1.1 – Compósito TPH3<sup>®</sup>**

De acordo com o fabricante, o Dentsply TPH3<sup>®</sup> é um compósito fotopolimerizável desenvolvido para uso em restaurações em dentes posteriores e anteriores. Na sua composição possui Bis-GMA, Bis-EMA e TEGDMA. As partículas inorgânicas são uma combinação de vidro de bário alumínio borossilicato silanizado e vidro de bário fluoralumínio borossilicato silanizado com tamanho médio das partículas abaixo de 1µm e sílica nanométrica com tamanho entre 10 e 20 nm resultando em um compósito nanohíbrido que apresenta alta resistência ao desgaste, requerida para restaurações posteriores e grandes restaurações anteriores, combinada com a facilidade de se alcançar uma superfície lisa e de alto brilho. A quantidade de partículas inorgânicas é de cerca de 75,3% em peso. Sua composição provê ao compósito características únicas de esculpibilidade para a obtenção dos mais finos detalhes anatômicos e uma superfície com brilho natural.

Indicações:

1. Restaurações anteriores e posteriores diretas;
2. Confecção direta de facetas estéticas e para recontornos cosméticos (fechamento de diastemas, reconstruções de bordas incisais);
3. Fabricação indireta de inlays, onlays.

#### **4.1.2 – Compósito Z350<sup>®</sup>**

Segundo 3M ESPE Filtek<sup>™</sup> Z350<sup>®</sup> é um material restaurador fotopolimerizável, desenvolvido para uso em restaurações de dentes anteriores e posteriores. As partículas inorgânicas são umas combinações de cargas de nanopartículas de sílica não-aglomerada/não-agregada de 20nm e nanoaglomerados de zircônia/sílica com cargas de tamanho entre 5-20nm. O tamanho da partícula aglomerada varia entre 0,6 a 1,4 microns. A quantidade de partículas é de cerca de 78,5% em peso, o que corresponde à 59,5% em volume. Como matriz, esse compósito contém resinas Bis- GMA, UDMA, TEGDMA e Bis-EMA.

O 3M ESPE Filtek<sup>™</sup> Z 350<sup>®</sup> é indicado para utilização em:

1. Restaurações anteriores e posteriores diretas (incluindo superfícies oclusais);
2. Confecção de núcleo de preenchimento;
3. Ancoragem de dentes (“Splinting”);
4. Restaurações indiretas incluindo a confecção de onlays, inlays e veneers.

A Tabela 7 apresenta resumidamente a composição de ambos os compósitos TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup>.

Tabela 7 – Composição dos compósitos TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup>

TPH3	Z350
Matriz composta por Bis-GMA, Bis-EMA e TEGDMA,	Matriz composta por Bis-GMA, UDMA, TEGDMA e Bis-EMA.
Nanopartículas de sílica entre 10 e 20 nm	Nanopartículas de sílica de 20nm e nanoaglomerados de zircônia/sílica entre 5-20nm.
Vidro de bário alumínio borosilicato silanizado Vidro de bário fluoralumínio borosilicato silanizado (1µm)	Partícula aglomerada varia entre 0,6 a 1,4 microns.
Canforoquinona	Canforoquinona
Pigmentos	Pigmentos
75,3% em peso	78,5% em peso



Figura 3 – Apresentação comercial dos compósitos TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup> ambos nas cores A2.

## 4.2-Metodologia para confecção de amostras

### 4.2.1-Confecção das amostras de Microdureza e Grau de conversão

Para realização dos ensaios de Microdureza e Grau de conversão com dimensões de 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura para cada formulação. As amostras cilíndricas de cada compósito foram confeccionadas a partir de moldes de acrílico transparentes, respeitando suas dimensões.

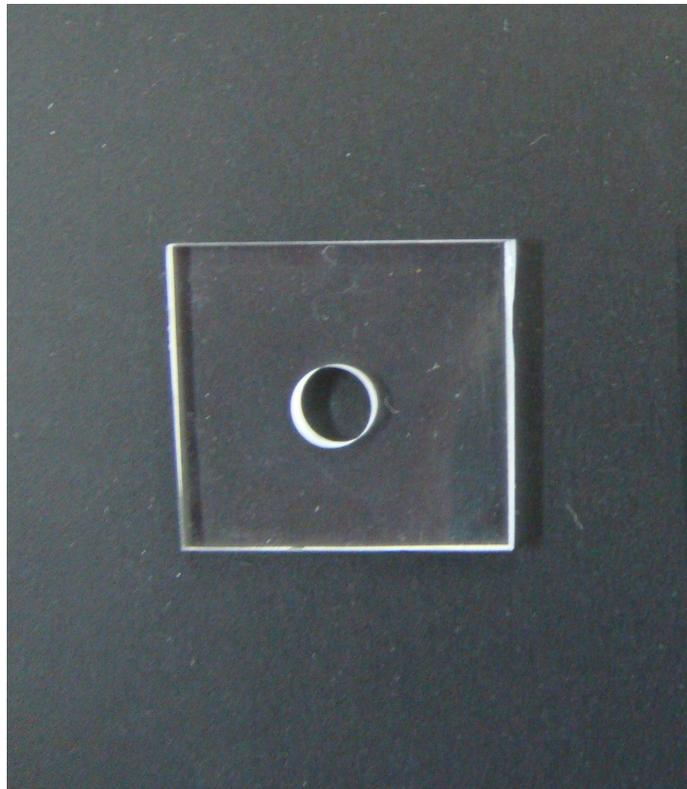


Figura 4 – Molde de acrílico para confecção de amostras de microdureza e grau de conversão.

As amostras foram fotopolimerizadas durante 20 segundos conforme instruções do fabricante, a fim de se obter uma polimerização homogênea ao longo de toda amostra. O molde foi apoiado em uma placa de vidro e durante a polimerização foram utilizadas tiras de poliéster sobre a amostra para evitar que forme uma camada

superficial cuja polimerização é inibida pela presença de oxigênio. A ponta ativa do aparelho fotopolimerizador foi mantida em contato com a tira de poliéster, numa angulação de 90°C.

#### 4.2.2 Confeção das amostras de Resistência à Compressão Diametral

Para o ensaio de resistência à compressão foram utilizadas amostras cilíndricas com dimensões de 3 mm de diâmetro e 6 mm de altura segundo a norma ANSI/ADA especificação nº27/1993. As amostras cilíndricas também foram confeccionadas a partir de moldes de acrílico, respeitando as dimensões exigidas pela norma. Esses moldes apresentam borboletas laterais que ao serem afrouxadas, permitem abrir o dispositivo a fim de que a retirada da amostra seja facilitada e não altere a forma da mesma (Figura 5).

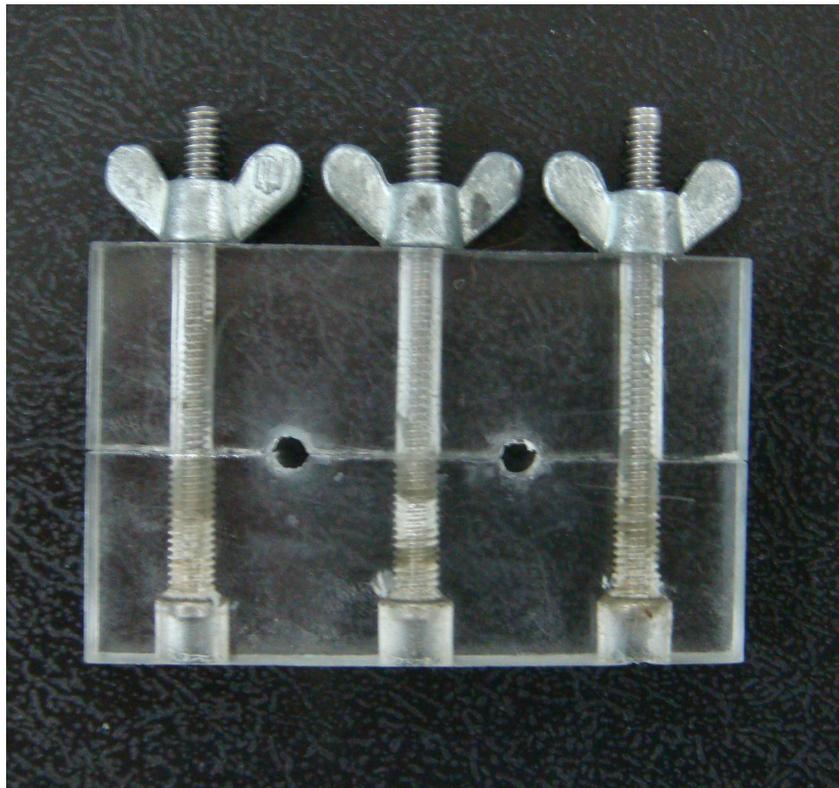


Figura 5 – Molde de acrílico para confecção das amostras de compressão diametral

O molde foi preenchido pela técnica incremental mantendo 2 mm de espessura para cada fotoativação. O molde também foi apoiado em uma placa de vidro no momento da polimerização e polimerizado por ambos os lados (superior e inferior).

Os corpos de prova de cada compósito foram estocados durante 24 horas a 37°C. segundo recomendação da especificação nº27/1993 da ANSI/ADA.

#### **4.2.3 – Confecção das amostras para sorção de água e solubilidade**

Para a análise da sorção e solubilidade também foram utilizados moldes de acrílico de 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura (figura 4). Essas amostras foram retiradas dos moldes de acrílico para serem submetidos tratamento térmico e posterior pesagem das amostras para que esses moldes não interferissem nos valores de sorção e solubilidade.

### 4.3 – Metodologias para os ensaios

#### 4.3.1 – Tratamento térmico

Com o objetivo de analisar *in vitro* a influência do meio oral e as oscilações de temperatura que ocorrem nos compósitos estudados, os ensaios de microdureza, compressão diametral e análise do grau de conversão foram realizados antes e após tratamento térmico.

Esse tratamento consiste em um armazenamento (envelhecimento) em saliva artificial por 7 dias a 37 ° C e posteriormente submetido à ciclagem térmica variando a temperatura entre 5°C - 55°C - 5°C com um total de 2500 ciclos aproximadamente. A máquina utilizada foi a Nova Ética modelo/ 521-6D alocada no Laboratório de Compósitos (figura 6).



Figura 6 – Máquina utilizada para fazer a termociclagem.

A saliva artificial utilizada foi obtida na farmácia do CCS (Centro de Ciências da Saúde) e apresenta a seguinte composição:

- Cloreto de potássio - 0,96g
- Cloreto de sódio - 0,674g
- Cloreto de magnésio - 0,0408g
- Cloreto de cálcio - 0,1168g
- Bifosfato de potássio - 0,274g
- Carboximetilcelulose sódica "grade" 70 D - 8g
- Sorbitol solução a 70% - 24g
- Nipagim - 1g
- Água destilada q.s.p - 1000ml
- PH neutro (entre 7 e 8)

Vinte e uma amostras foram utilizadas para esse tratamento térmico sendo que 9 amostras para o ensaio de dureza, 6 para compressão diametral e 6 para grau de conversão de cada material utilizado.

#### **4.3.2 - Ensaio de Microdureza Vickers**

Para a realização dos ensaios de microdureza foram utilizados 3 corpos de prova para cada tipo de material (TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup>), antes e após o tratamento térmico. Para a preparação das amostras, as mesmas foram submetidas a lixamento e polimento com a finalidade de deixar as superfícies (superior e inferior) planas. Foram utilizadas as lixas d'água de granulação 600 e 1200 da empresa 3M, nessa ordem. Após isso, as superfícies superior e inferior de cada amostra sofreram polimento com o auxílio de um pano de polimento utilizando suspensão de alumina 1 e 2  $\mu\text{m}$  (Blue Alumina<sup>®</sup>, concentração de 120 g/l) a fim de se obter uma superfície plana e isenta de riscos.

O ensaio foi realizado em um microdurímetro do modelo Micromet 2003, marca Buehler, localizado no CEPTEL – Centro de Pesquisa da Eletrobrás. Utilizou-se para indentação pesos de 10, 50 e 100g durante 30 segundos. Cada impressão foi observada em microscópio e o valor da dureza dos materiais foi calculado por meio das medidas do comprimento das suas diagonais (figura 7).



Figura 7 – Microdurímetro utilizado para o ensaio de microdureza Vickers.

O valor de Microdureza Vickers (DPH) registrado foi pela seguinte equação:

$$DPH = \frac{2P \operatorname{sen}(\theta/2)}{L^2} \quad \text{Equação 1}$$

Onde: P = carga aplicada (N)

L = comprimento médio das diagonais (mm)

$\theta$  = ângulo entre as faces opostas do diamante = 136° (DIETER, 1981).

O valor médio de microdureza foi obtido a partir de um número mínimo de 10 indentações nas superfícies polidas dos corpos de prova.

### 4.3.3-Ensaio de resistência por compressão diametral

Para o ensaio de resistência à compressão foram utilizadas 6 amostras cilíndricas (dimensões: 3mm de diâmetro e 6mm de altura – norma segundo a ANSI/ADA especificação nº27/1993) de cada material a ser estudado (TPH3® e Z350®). As superfícies superiores e inferiores das amostras passaram por um processo de lixamento manual com lixa d'água de granulação 1200 da marca 3M com o objetivo de deixá-las planas. Todas as amostras, após a confecção, foram armazenadas por 24 h à 37°C em uma estufa aguardando a conversão de monômeros residuais (RUYTER e SVENDSEN, 1978).

O ensaio de resistência à tração diametral foi realizado em uma máquina de ensaio Universal EMIC DL 2000. O equipamento foi ajustado utilizando uma carga máxima de 500 Kgf com velocidade de carregamento de 1 mm/min, até que ocorresse a fratura da amostra. A tensão máxima de fratura foi obtida segundo a fórmula abaixo:

$$T = \frac{2F}{\pi D e}$$

Equação 2

Onde:

T= resistência a tração diametral (MPa)

F=carga aplicada (N)

D=diâmetro do disco (6 mm)

e=espessura (3 mm)

#### 4.3.4 – Ensaio para análise do Grau de polimerização (grau de conversão)

O grau de conversão nos compósitos foi obtido por meio do espectrômetro RAMAN DIVISION (modelo LabRaman da marca Horiba ), com resolução de  $4\text{ cm}^{-1}$  e com potência do laser de 100mW e comprimento de onda de 1064nm (Figura 8).

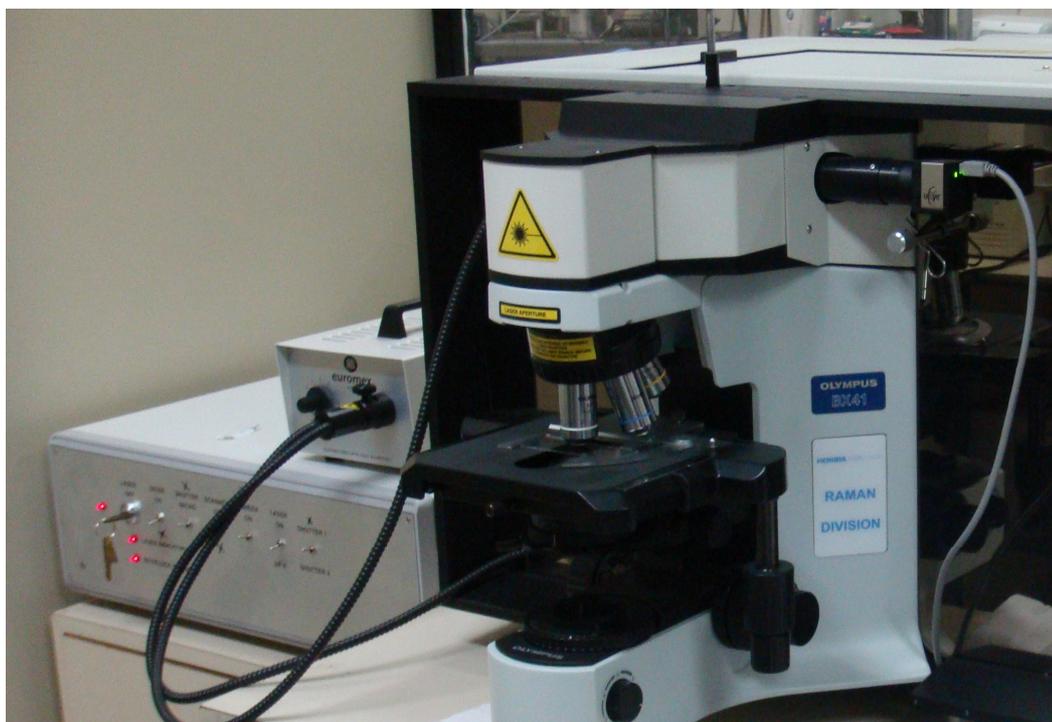


Figura 8 – Espectrômetro RAMAN utilizado para analisar o grau de conversão das amostras.

O corpo de prova é colocado sobre o compartimento da amostra do espectrômetro, ajustando-o através do microscópio óptico embutido no espectrômetro, a fim de centralizar o feixe do laser sobre a amostra. Após focalizar a amostra iniciava-se a coleta do espectro.

Para calcular o grau de conversão, é necessário realizar uma análise da amostra não polimerizada, que servia como controle, e uma da polimerizada para cada tipo de material. Desta maneira, também foi realizada a análise do compósito não polimerizado, que serviu como padrão no cálculo do percentual do grau de conversão. Neste caso, uma quantidade de aproximadamente 2 mg de compósito não polimerizado (a quantidade usada referente a uma concavidade de um cilindro, com 5mm de diâmetro e 2mm de

altura) foi adicionada a um porta amostra e o conjunto foi inserido no aparelho para coleta de espectros.

Os dados da espectroscopia Raman foram coletados, armazenados e transformados em espectro com a ajuda do software LabRaman. No caso do compósito não polimerizado, em seu espectro, calcula-se a razão entre a intensidade da banda de estiramento da ligação alifática de carbono, que correspondem as bandas de  $1610\text{ cm}^{-1}$ , característica das ligações vinílicas do anel aromático do bisfenol-A e  $1640\text{ cm}^{-1}$ , característica da banda de estiramento da ligação dupla vinílica.

Através da comparação entre as razões obtidas no compósito polimerizado e não polimerizado pode-se calcular o grau de conversão, onde a ligação C=C alifática se transforma em ligação simples C-C. Foram realizados experimentos para 6 corpos de prova polimerizados de cada material antes e após tratamento térmico, totalizando 24 amostras, todas realizados pelo mesmo operador.

O grau de conversão (GC) de cada compósito foi calculado pela razão da intensidade relativa (altura) da banda em  $1640\text{ cm}^{-1}$  e da banda de  $1610\text{ cm}^{-1}$ .

O grau de conversão foi obtido pela fórmula:

$$\text{GC (\%)} = 100 [1 - (\text{R polimerizado} / \text{R não polimerizado})] \quad \text{Equação 3}$$

R = razão entre a intensidade da banda em  $1640\text{ cm}^{-1}$  e da intensidade da banda em  $1610\text{ cm}^{-1}$  (FERRACANE; GRENEER, 1986; FREIBERG; FERRACANE, 1997).

#### 4.3.5 – Ensaio de Sorção de água e solubilidade

Para o ensaio de sorção e solubilidade foram utilizados 6 corpos de prova para cada compósito estudado. As amostras foram armazenadas a 37<sup>0</sup>C, em um dessecador contendo sílica gel previamente seca (figura 9). Após 24 horas as amostras foram pesadas em uma balança analítica com resolução de 0,0001g (figura 10). Este ciclo foi repetido até a obtenção de uma massa constante, denominada  $m_1$ .

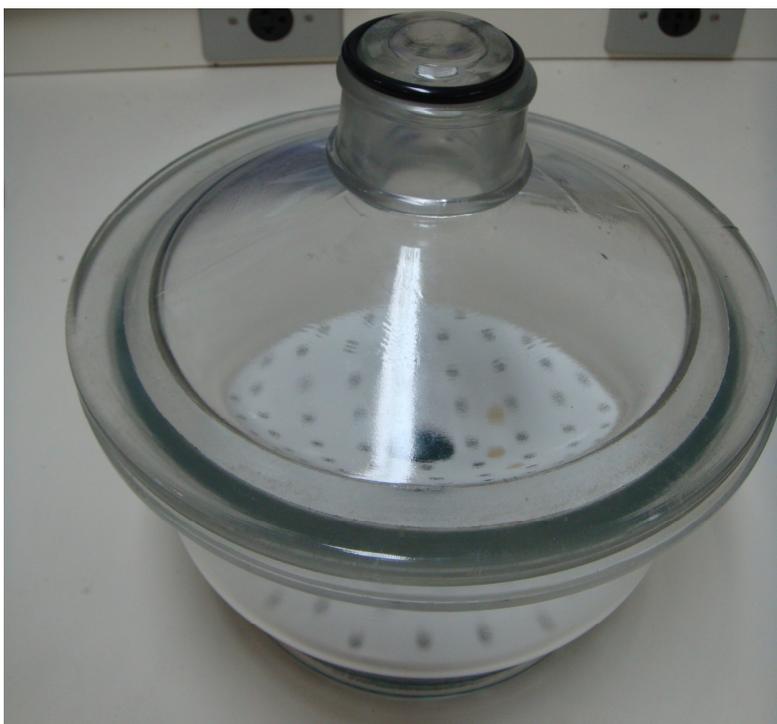


Figura 9 – Corpos de prova no dessecador contendo sílica gel seca.



Figura 10 - Balança analítica de precisão.

Antes do tratamento térmico, o volume ( $V$ ) das amostras foi determinado medindo-se o diâmetro e a altura em quatro pontos equidistantes do espécime.

Após o tratamento térmico, as amostras foram removidas, lavadas em água destilada e secadas em temperatura ambiente por 15 minutos. Uma nova pesagem foi realizada para obtenção de  $m_2$ . Depois disso, os corpos-de-prova foram recondicionados usando o mesmo protocolo que  $m_1$ , até a obtenção de uma massa constante denominada  $m_3$ .

As propriedades de sorção de água ( $W_{sp}$ ) e solubilidade em água ( $W_{sl}$ ) foram calculadas de acordo com as fórmulas propostas pela ISO 4049.

Cálculo dos valores de sorção de água em  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ :

$$W_{sp} = m_2 - m_3/V \quad \text{Equação 4}$$

Cálculo dos valores de solubilidade em  $\pm \mu\text{g}/\text{mm}^3$ :

$$W_{sl} = m_1 - m_3/V \quad \text{Equação 5}$$

#### **4.3.6 – Análises Estatísticas**

Uma análise estatística foi desenvolvida com o objetivo de calcular a média, o desvio padrão e o valor-p para os resultados de todos os testes realizados. O programa utilizado para a análise foi Statistica 6.0. Foi realizada a análise de variância ANOVA e o valor-p utilizado como parâmetro para comparação entre as médias, foi com nível de confiança de 95%.

Cada ensaio foi analisado em separado; detalhes da análise estatística podem ser compreendidos nos Apêndices I, II, III e IV.

## **5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **5.1 – Caracterização Microestrutural Qualitativa**

As amostras foram analisadas qualitativamente pelas técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e por Espectroscopia de Energia Dispersiva por raios-X (EDS).

#### **5.1.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada para melhor caracterização do tamanho e da dispersão das partículas em meio à matriz, porém as nanopartículas não foram observadas com os recursos desse equipamento.

As análises em MEV foram feitas antes e após o tratamento térmico. As amostras produziram imagens adequadas para visualização. A figura 12 mostra um exemplo das imagens obtidas.

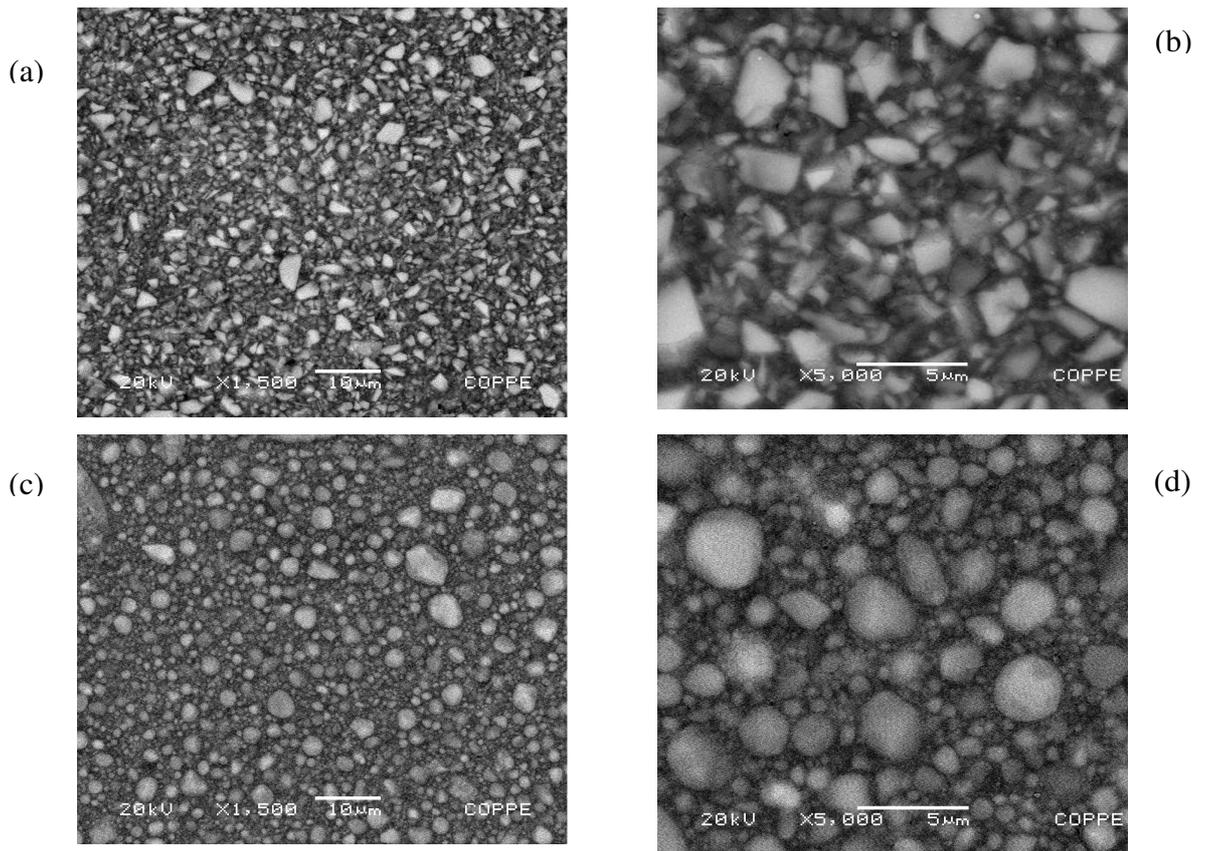
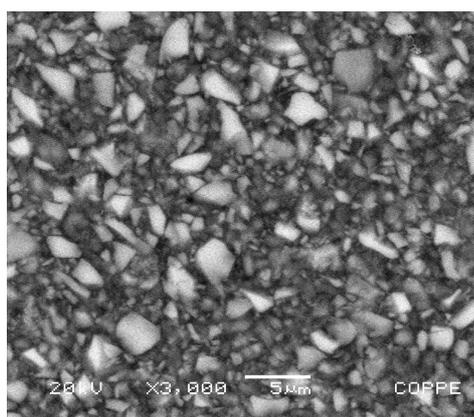


Figura 11 – Imagens em MEV dos compósitos TPH3<sup>®</sup> (a) e (b), e Z350<sup>®</sup> (c) e (d) com aumento de 1500X e 5000X.

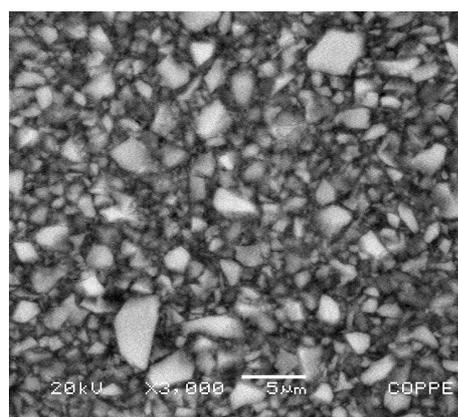
Através da análise das amostras produzidas é possível distinguir a distribuição das partículas em meio à matriz. Consegue-se observar também o formato e o tamanho das partículas.

Na figura 11 percebe-se que as partículas do compósito Z350<sup>®</sup> são mais arredondadas e/ou com a presença de aglomerados e as do compósito TPH3<sup>®</sup> são predominantemente irregulares.

Consegue-se perceber, principalmente nas imagens de maior aumento, que tanto as partículas do material Z350<sup>®</sup> quanto as do compósito TPH3 formaram aglomerados, com certeza devido ao seu pequeníssimo tamanho o qual confere alta energia de superfície as mesmas. O compósito TPH3<sup>®</sup> apresentou partículas dispersas de forma mais homogênea. Em ambos os compósitos encontraram-se partículas e/ou aglomerados com até 4µm de tamanho e partículas menores do que 1µm. Partículas ainda menores podem ser observadas.

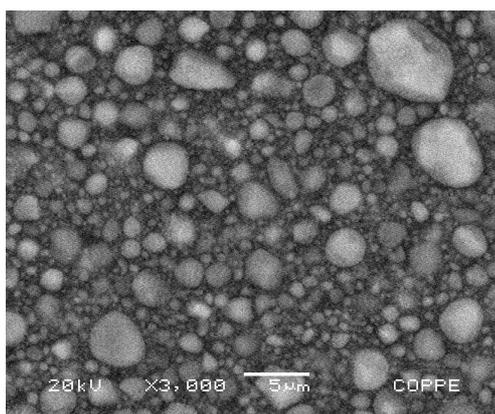


(a)

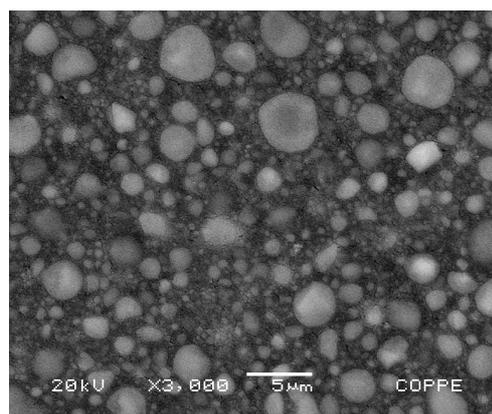


(b)

Figura 12 – Imagens em MEV do compósito TPH3<sup>®</sup> com aumento de 3000X, antes do tratamento térmico (a) e após o tratamento térmico (b).



(a)



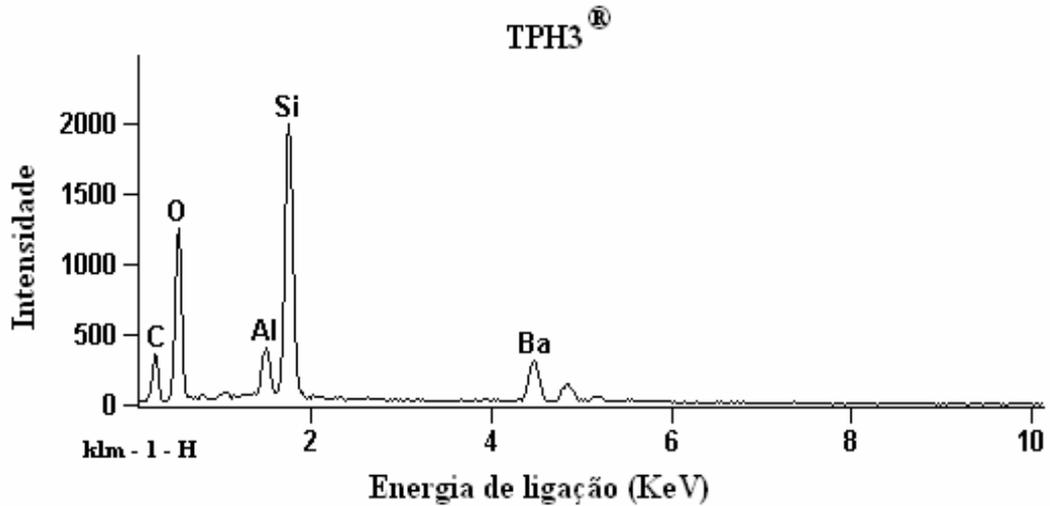
(b)

Figura 13 – Imagens em MEV do compósito Z350<sup>®</sup> com aumento de 3000X antes do tratamento térmico (a) e após o tratamento térmico (b).

As fotomicrografias das figuras 12 e 13 foram feitas a partir de amostras antes e após o tratamento térmico. Através destas imagens pode-se observar que não houve diferenças morfológicas e microestruturais nos compósitos TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup> após o tratamento térmico.

### 5.1.2 – Espectrometria de Energia Dispersiva por Raio –X (EDS)

A análise fornece os elementos químicos presentes na superfície da amostra, porém em uma profundidade de até 2  $\mu\text{m}$ . As análises em EDS foram feitas antes e após o tratamento térmico.



(a)

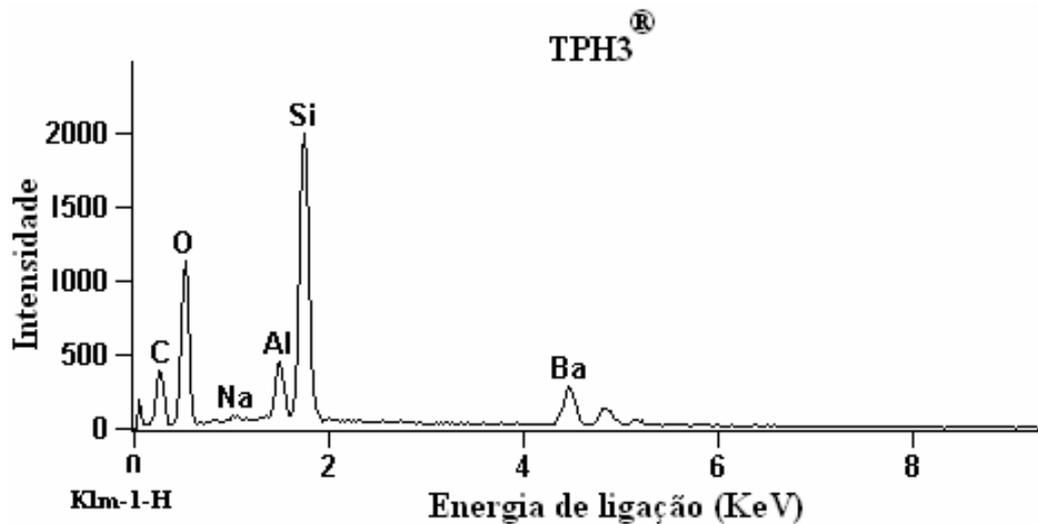
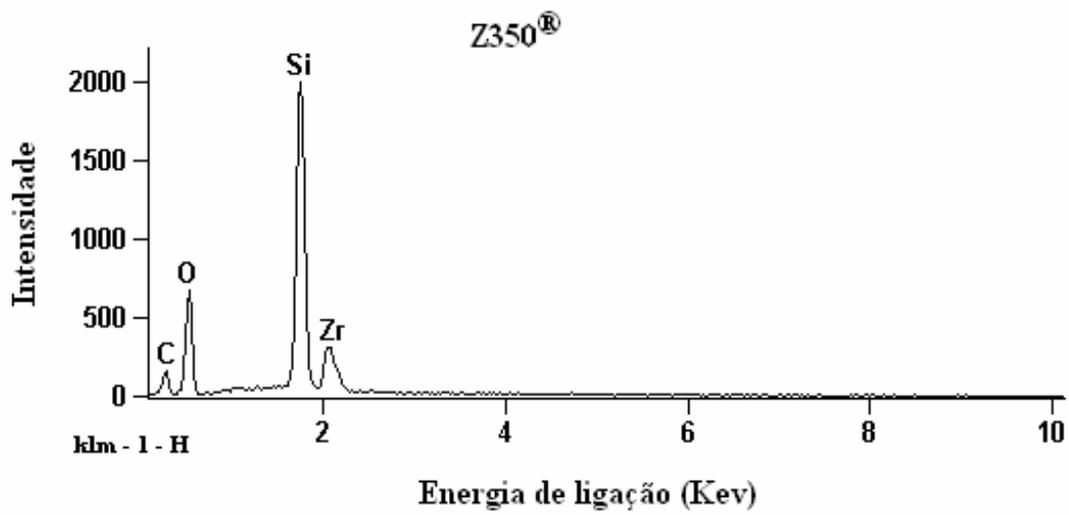


Figura 14 – Gráfico com os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito TPH3<sup>®</sup> antes (a) e após (b) o tratamento.

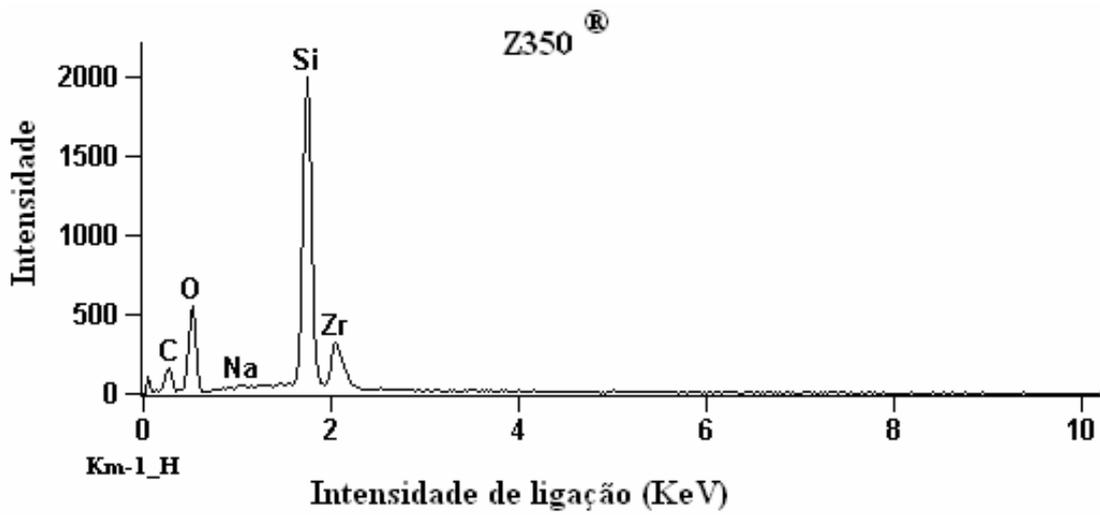
De acordo com o fabricante do material TPH3<sup>®</sup>, suas partículas possuem a seguinte composição: combinação de vidro de borosilicato de flúor alumínio e bário, sílica coloidal e sílica nanométrica. Da composição química informada pelo fabricante, podemos observar na figura 14 que o elemento boro não apareceu na análise em EDS, já que a técnica não é capaz de detectar elementos químicos com número atômico menor ou igual a cinco.

Após o tratamento térmico podemos observar na figura 14(b) a presença do elemento sódio na superfície do compósito. Isso demonstra que houve uma absorção do elemento existente na composição da saliva artificial usada neste estudo na superfície deste material.

Essa absorção pode levar a uma alteração na microestrutura do compósito causando degradação do agente de união que ocasionaria perda de partículas e conseqüente amolecimento do material pela maior absorção de fluido. Com isso, a absorção de água quando em excesso, pode afetar as propriedades dos materiais tais como: dureza, resistência a fratura, módulo de elasticidade e compressão diametral (U.ÖRTENGREN *et al.*, 2001; MAYWORM, 2005).



(a)



(b)

Figura 15 - Gráfico com os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito Z350<sup>®</sup> antes (a) e após (b) o tratamento térmico.

Segundo o fabricante do material Z350<sup>®</sup> a composição das partículas de seu compósito é uma combinação de agregados de zircônia/sílica. Todos os elementos da composição química indicada pelo fabricante estão presentes.

Após o tratamento térmico também podemos observar na figura 15(b) a presença do elemento sódio na superfície do compósito. Isso demonstra que houve uma absorção do elemento existente na composição da saliva artificial usada neste estudo na superfície deste material podendo levar a uma modificação na microestrutura do compósito e degradação na interação matriz/partícula e alterar as propriedades dos materiais (NOORT, 2004).

SILVA *et al.* (2007) acreditam que compósitos com partículas esféricas e/ou presença de aglomerados de sílica/zircônia apresentam uma maior absorção de água devido ao acúmulo em sítios existentes entre as partículas de carga e a matriz polimérica e a presença de microporos nestes aglomerados que levariam água para dentro da matriz polimérica.

## 5.2 – Propriedades dos materiais

### 5.2.1 – Sorção e Solubilidade

Quando um compósito é imerso em água dois diferentes mecanismos podem ocorrer: o primeiro é a sorção de água produzindo um aumento de massa e o segundo é a lixiviação de componentes, como partículas ou monômeros residuais, levando a uma redução de massa. Os fenômenos de sorção e solubilidade podem ser precursores de uma variedade de processos químicos e físicos que acarretam em efeitos deletérios na estrutura do material polimérico, podendo comprometer seu desempenho clínico (PEARSON, 1989; YAP, 2002; SÖDERHOLM, 1984).

Os valores obtidos de sorção e solubilidade estão apresentados na Tabela abaixo:

Tabela 8 – Valores de sorção e solubilidade dos compósitos TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup>. Os valores do desvio padrão estão representados entre parênteses.

Material	Sorção ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )	Solubilidade ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )
TPH3 <sup>®</sup>	8,28 (0,5)	0,36 (0,04)
Z350 <sup>®</sup>	9,89 (0,2)	0,46 (0,02)

Quando comparados os valores de sorção dos compósitos estudados observou-se diferença estatisticamente significativa entre eles sendo que o compósito Z350<sup>®</sup> apresentou maiores valores de sorção de saliva (ver Apêndice I).

Segundo SIDEROU *et al.* (2003) os diferentes resultados encontrados para as propriedades de sorção e solubilidade de água nos compósitos odontológicos depende principalmente da composição e da estabilidade hidrolítica existente nas matrizes poliméricas. A química dos monômeros presentes na matriz é a chave para a hidrofiliabilidade natural dos polímeros. Esses autores estudaram os monômeros existentes nas matrizes poliméricas e mostraram que o TEGDMA absorve a maior quantidade de água e libera maior quantidade de monômeros não reagidos. UDMA e Bis-GMA absorvem menos água que o TEGDMA. O Bis-EMA tem sido empregado muito

empregado nos compósitos atuais por ser menos hidrófilo, apresentando uma estrutura molecular semelhante ao Bis-GMA, porém com dois grupamentos hidroxila a menos. O compósito Z350<sup>®</sup> possui uma matriz polimérica formada por Bis-EMA, Bis-GMA, UDMA e TEGDMA o que pode contribuir para seus maiores valores de sorção de saliva. Sugere-se que não só a composição da matriz seja considerada, mas também a quantidade de cada monômero utilizado.

SILVA *et al.* (2007) acreditam que um outro fator que pode levar ao aumento na sorção de saliva seria o acúmulo de água em sítios localizados entre as partículas de carga e a matriz polimérica. Eles compararam a sorção e solubilidade de um compósito nanohíbrido (Filtek Supreme<sup>®</sup>) com um compósito híbrido (Filtek P60<sup>®</sup>) e observaram maior sorção de saliva nos compósitos com partículas esféricas e presença de nanoaglomerados de zircônia/sílica. Esses resultados foram compatíveis com esse estudo já que o Z350<sup>®</sup> apresentou maiores valores de sorção. Outra provável explicação seria a presença de microporos que levariam água para dentro desses aglomerados aumentando a sorção de água pela matriz polimérica.

TOLEDANO *et al.* (2003) verificou que, adicionalmente, os componentes inorgânicos dos compósitos odontológicos também podem contribuir para diferentes graus de sorção. Apesar de não existir uma absorção considerável de água nas partículas de carga, pode haver acomodação de água na interface entre as partículas e a matriz, o que provocaria um efeito deletério desta união com o decorrer do tempo.

MOHSEN *et al.* (1995) mostram que diferenças na absorção de água podem ser atribuídas à natureza das partículas e a efetividade de sua silanização. Eles estudaram três compósitos odontológicos e observaram que os compósitos que basicamente possuem partículas vítreas na sua composição (Herculite XRV<sup>®</sup> e Tetric Ceram<sup>®</sup>) apresentaram menores valores de sorção enquanto que o compósito que possui partículas de sílica/zircônia (Z250<sup>®</sup>) apresentou maior valor de sorção, o qual pode ser responsável por uma silanização menos efetiva.

Para os valores de solubilidade dos compósitos estudados não houve diferença estatisticamente significativa entre eles (ver Apêndice I) apesar do Z350<sup>®</sup> apresentar um valor maior que o TPH3<sup>®</sup>.

Segundo SILVA *et al.* (2007) isso pode ser explicado pela similar percentagem de carga apresentado pelos compósitos TPH3<sup>®</sup> (75,3% em peso) e Z350<sup>®</sup> (78,5% em peso). Porém, diferenças são encontradas entre os tipos de partículas e monômeros das matrizes orgânicas.

Para FERRACANE (2005) um dos fatores que levam a maiores valores de solubilidade seria uma grande quantidade de íons liberados das superfícies das partículas de carga. A lixiviação desses componentes pode influenciar a alteração dimensional inicial, o desempenho clínico, o aspecto estético das restaurações e a biocompatibilidade do material.

De acordo com as exigências da especificação da ISO nº 4049 todos os valores de sorção e solubilidade se apresentaram dentro do padrão. Para sorção ambos os valores foram menores que  $40 \mu\text{m}/\text{mm}^3$  e para solubilidade ambos os valores foram menores que  $7,5 \mu\text{m}/\text{mm}^3$ .

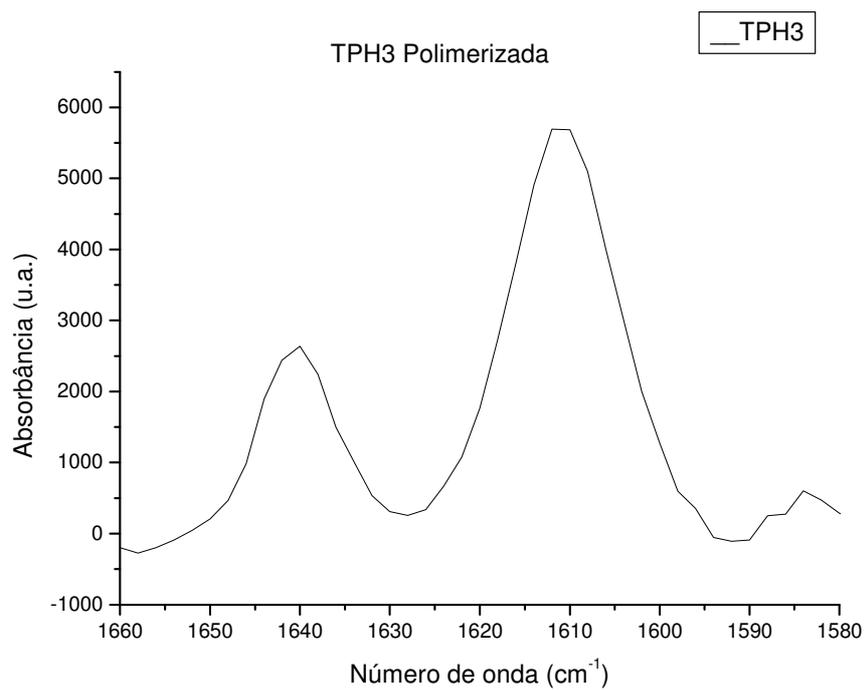
### 5.2.2 – Grau de conversão

O grau de conversão tem direta influência sobre as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos (BIRD *et al.*, 1998; FERRACANE, 1995; GREGORY *et al.*, 1992). Ele é obtido através da comparação entre as razões obtidas no compósito não polimerizado e polimerizado, concluindo-se quantas ligações C=C alifáticas se transformaram em ligações simples C-C, o que caracteriza a polimerização (PHILLIPS, 2003).

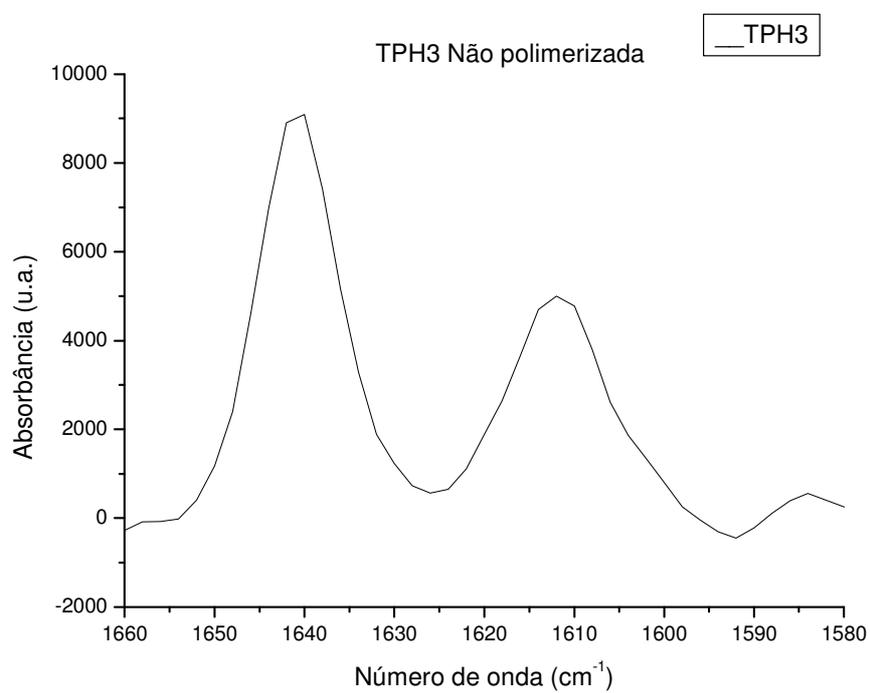
Esse ensaio teve como objetivo medir e comparar o grau de conversão dos dois compósitos odontológicos e avaliar se o tratamento térmico influenciou nessa propriedade.

O método escolhido para avaliar o grau de conversão dos compósitos foi o Raman que se baseia através de vibrações moleculares. Os dados de espectroscopia de Raman foram coletados, armazenados e transformados em espectros com o auxílio do software LabRaman e posteriormente do Origin para obtenção dos gráficos.

Nas figuras 16 e 17 observam-se os espectros dos compósitos polimerizados e não polimerizados dos respectivos materiais. No espectro do compósito não polimerizado, calcula-se a razão entre a intensidade da banda de estiramento da ligação alifática de carbono, que correspondem as bandas de  $1610 \text{ cm}^{-1}$ , características das ligações vinílicas do anel aromático do bisfenol-A e  $1640 \text{ cm}^{-1}$ , características da banda de estiramento da ligação dupla vinílica, que no compósito polimerizado é convertido em ligação simples.

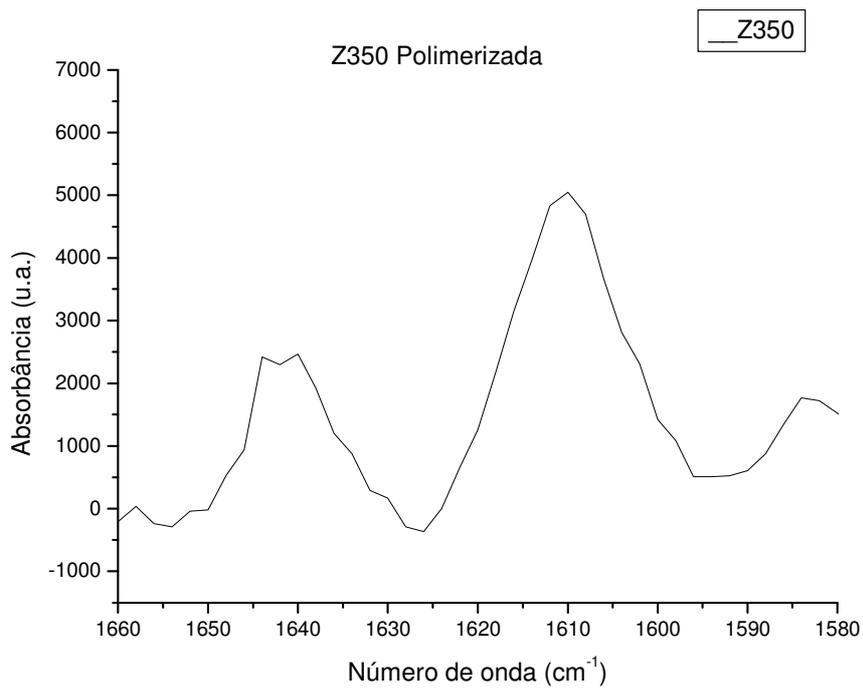


(a)

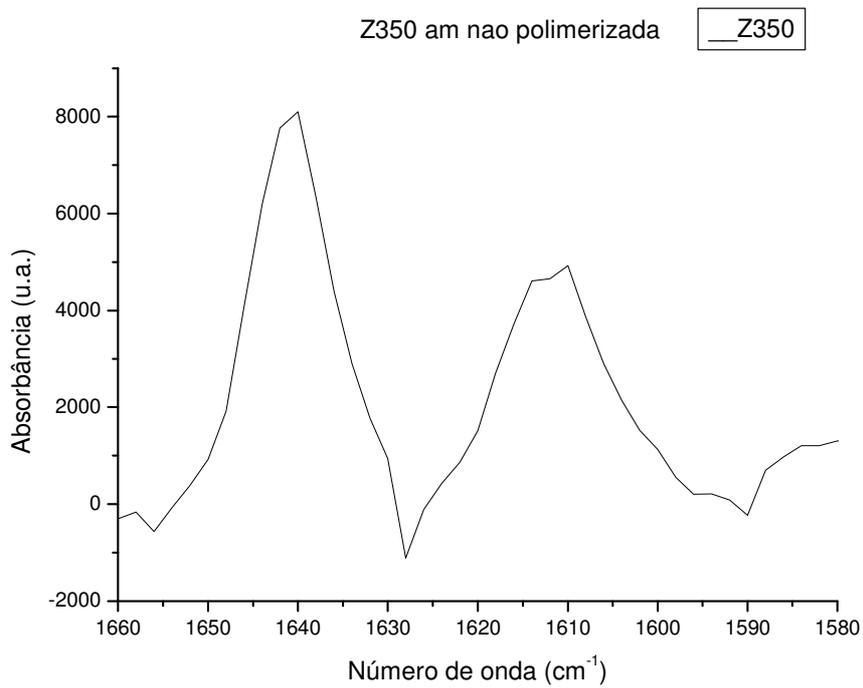


(b)

Figura 16 – Espectros do compósito TPH3<sup>®</sup> polimerizado (a) e não polimerizado (b).



(a)



(b)

Figura 17 - Espectros do compósito Z350<sup>®</sup> polimerizado (a) e não polimerizado (b).

Os resultados obtidos por esse método estão relacionados na tabela abaixo:

Tabela 9 – Resultados de grau de conversão dos compósitos TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup> antes do tratamento térmico (Grupo A) e após o tratamento térmico (Grupo B).

Material	Variável		Média	Desvio Padrão
TPH3 <sup>®</sup>	Tratamento	Grupo A	61%	0,04
		Grupo B	70%	0,02
Z350 <sup>®</sup>	Tratamento	Grupo A	67%	0,01
		Grupo B	72%	0,03

Quando se compara os materiais, em separado, quanto ao grau de conversão antes (Grupo A) e depois do tratamento térmico (Grupo B) observa-se que houve diferença estatisticamente significativa entre eles, sendo que o Z350<sup>®</sup> apresentou um grau de conversão um pouco maior do que o TPH3<sup>®</sup> nos dois casos (ver Apêndice II). Segundo JUNIOR *et al.* (2008) compósitos que apresentam na sua composição a associação de partículas pequenas e a presença de aglomerados vão apresentar uma maior área de superfície e melhor distribuição das partículas na matriz levando a um maior grau de conversão.

Analisando os compósitos após o tratamento térmico pode-se afirmar que houve um aumento no grau de conversão, sendo que os valores se tornaram bem próximos não havendo diferença estatisticamente significativa entre eles como visto na figura 18. Observa-se que o compósito TPH3<sup>®</sup> foi mais sensível ao tratamento térmico do que o Z350<sup>®</sup> provavelmente por apresentar uma maior quantidade de monômeros convertidos em polímero após esse tratamento.

REINHARDT (1991) estudou o efeito do tratamento térmico no grau de conversão de um compósito dentário. Os resultados indicaram que houve diferença significativa para os valores de grau de conversão antes e depois do tratamento térmico (54% e 72%, respectivamente). Isso indica que o tratamento térmico afetou o grau de conversão do compósito.

Segundo MAYWORM (2008) esse aumento foi ocasionado pelo efeito do tempo e da temperatura na matriz do compósito levando a pós-cura do material.

LI *et al.* (1996) avaliaram a influência da temperatura após termociclagem no grau de conversão de três compósitos odontológicos nas temperaturas de 20°C, 37°C e 60°C e

foi observado maiores valores de grau de conversão nas temperaturas mais altas. Isso sugere que temperaturas mais altas possam otimizar a reação de polimerização, atingindo-se assim um maior grau de conversão e, conseqüentemente, melhores propriedades mecânicas dos compósitos.

BAGIS e RUEGGEBERG (1997) tentaram verificar a relação entre temperatura e o tempo de tratamento térmico no grau de conversão no compósito Herculite®. Os autores afirmaram que a temperatura de tratamento térmico é cerca de 12 vezes mais influente do que o tempo de tratamento. Eles complementam indicando que, a temperatura deve influenciar a polimerização adicional, já que quando se aplica calor, ocorre dilatação do material permitindo que os radicais livres presentes na cadeia logo após a fotoativação se movimentem e se liguem a sítios ativos.

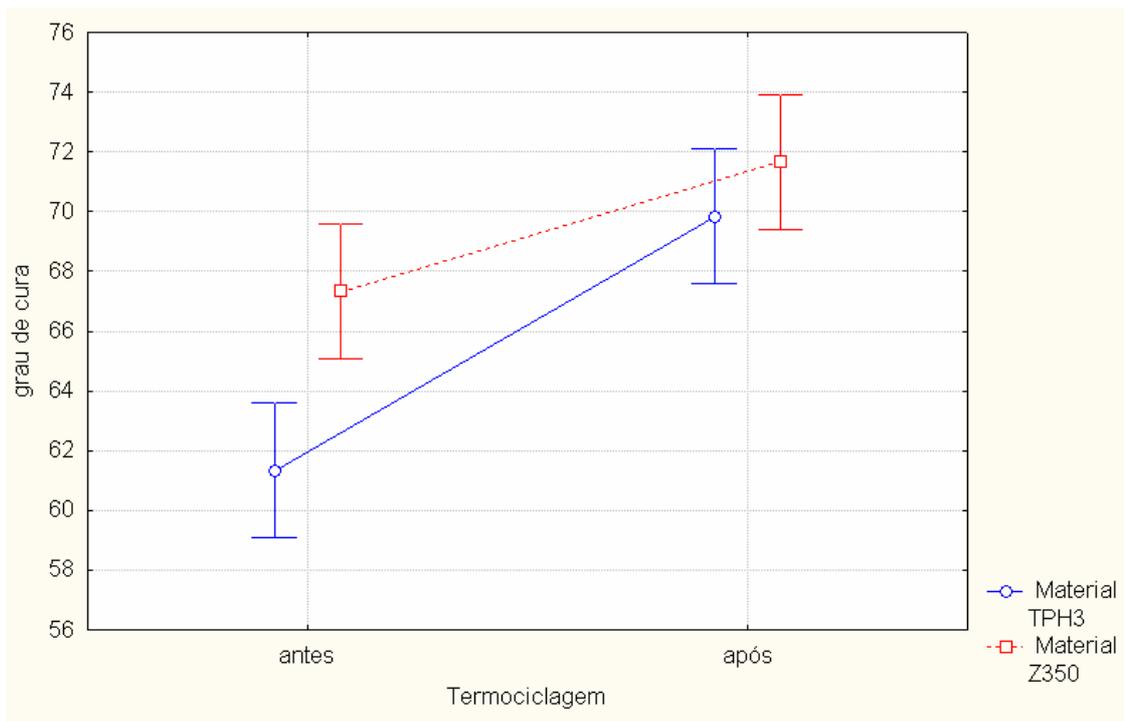


Figura 18 - Relação entre o grau de conversão da TPH3® e Z350®.

### 5.2.3 – Microdureza Vickers

Esse ensaio teve como objetivos medir e comparar a dureza dos dois compósitos pesquisados, avaliar se o tratamento térmico tem influência significativa nessa propriedade dos materiais através da utilização de três tipos de cargas diferentes (10, 50 e 100g).

A microdureza é uma das propriedades mais importantes para os compósitos odontológicos, pois determina a resistência dos materiais às forças oclusais. Segundo POSKUS *et al.* (2004) e ZACHARIASEN (1982), a dureza dos materiais compósitos depende de alguns fatores: o grau de conversão do monômero, a espessura dos incrementos, a cor utilizada para restauração e a quantidade e o tamanho das partículas, (quanto maior a quantidade e menor o tamanho das partículas, maior será a dureza dos compósitos).

A dureza Vickers média de cada material (Grupo A – sem tratamento térmico / Grupo B – com tratamento térmico) está representada na Tabela 10. O valor-p para cada material está detalhado no Apêndice III.

Tabela 10 - Resultados das medidas de dureza Vickers para cada tipo de material, em cada situação (Grupo A- não tratado e Grupo B – tratado termicamente) e para as três diferentes cargas utilizadas no ensaio.

Tratamento	Materiais	DUREZA HV (média)			
		10g	50g	100g	Média
Grupo A	TPH3 <sup>®</sup>	85,2 (1,0)	85,6(2,6)	86,5(1,9)	85,8
	Z350 <sup>®</sup>	109,8(1,1)	110,6(1,9)	111,8(1,4)	110,7
Grupo B	TPH3 <sup>®</sup>	76,2(0,7)	76,6(0,9)	77,4(1,0)	76,7
	Z350 <sup>®</sup>	95,4 (1,5)	96,4(1,4)	96,9(1,3)	96,2

Quando se compara os dois materiais estudados quanto à sua dureza, pode-se afirmar que tanto no grupo A (com tratamento térmico) quanto no grupo B (sem tratamento térmico) existe diferença estaticamente significativa entre os mesmos, tendo o Z350<sup>®</sup> uma dureza maior que o compósito TPH3<sup>®</sup>. Segundo os autores KIM, ONG e OKUNO (2002) isso pode ser explicado devido os compósitos com a morfologia das

partículas de carga arredondada permitem um maior conteúdo de carga inorgânica e, conseqüentemente, maiores médias de microdureza.

NEVES *et al.* (2002) concluíram que o conteúdo de partículas inorgânicas em peso afetou diretamente os valores de microdureza de compósitos odontológicos. XU (1999) concluiu, de forma semelhante que a dureza aumenta uniformemente com o nível de partículas de carga.

Através dos dados da tabela 9 pode-se concluir também que o tratamento térmico causou uma diminuição nos valores de dureza estaticamente significativa, ao se analisar cada compósito em separado. Os dois compósitos se mostraram sensíveis ao meio ao qual foi submetido tendo a dureza estatisticamente menor após o tratamento térmico. A figura 19 mostra esta relação entre estes dois compósitos. Nela pode-se reparar como a diferença entre os valores de dureza se torna menor na situação após o tratamento térmico.

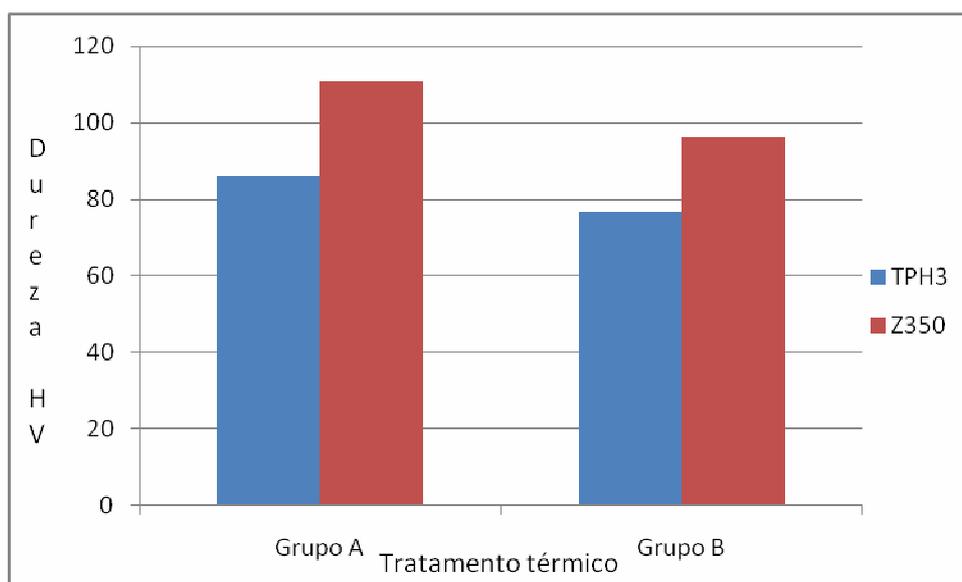


Figura 19 - O gráfico mostra os valores de dureza dos respectivos materiais.

Com isso, observamos, que o tratamento térmico (envelhecimento em saliva artificial e ciclagem térmica) influencia os dois materiais de maneiras diferentes pois o compósito Z350<sup>®</sup> apresentou uma redução um pouco mais pronunciada, estatisticamente significativa que o compósito TPH3<sup>®</sup>. Pode-se afirmar, então, que o material Z350<sup>®</sup> é um pouco mais sensível ao tratamento térmico (em se tratando da propriedade de dureza) ao qual foi submetido e teve uma queda maior em seu valor de dureza do que o TPH3<sup>®</sup>.

Segundo MAYWORM (2007) uma provável explicação para esse fato seria a modificação na microestrutura do compósito. Acredita-se que haja uma degradação no agente de união silano que ocasionaria perda de partículas e conseqüente amolecimento do material pela maior absorção de fluido. Com isso, o que pode ter acontecido foi que a matriz do compósito Z350<sup>®</sup> absorveu uma quantidade maior de líquido e teria perdido mais partículas, justificando o maior ganho de peso (como visto anteriormente no ensaio de sorção) e o maior efeito (diminuição) na dureza do material. No entanto, não foi possível observar isso no MEV.

Quando se analisa os resultados com o aumento da carga, pode-se constatar que dentro do mesmo grupo (com ou sem tratamento térmico) os valores de dureza apesar de estarem bem próximos, apresentaram diferenças estatisticamente significativas. Para MAYWORM (2005) tal fato pode ser atribuído pela presença de partículas maiores (encontradas tanto na TPH3<sup>®</sup> quanto na Z350<sup>®</sup>) que proporcionaria um material mais denso, facilitando assim, a ação do indentador. Sendo maior o peso aplicado, acredita-se que a resposta do material se torne mais pronunciada.

Nas amostras que sofreram tratamento térmico, os dois materiais também apresentaram diferenças estatisticamente significativas com o aumento da carga. O fato pode ser explicado pela provável degradação da microestrutura do compósito levando a uma diminuição nos valores de dureza na superfície e com o aumento da carga as identações atingiriam uma porção mais profunda onde não houve a modificação microestrutural.

AGUIAR *et al* (2005) avaliou a dureza na porção superficial e mais profunda nas amostras de um compósito microhíbrido armazenado em água destilada e em etanol, e observou um maior decréscimo nos valores de dureza após submetidos nesses meios na parte superficial. Segundo os autores a possível explicação para isso seria a degradação superficial da matriz devido a absorção de água e outros fluidos e a desagregação entre as partículas e a matriz através da decomposição do agente de união silano também ocorrida na superfície da matriz do respectivo compósito. Na parte mais profunda, a dureza seria maior, pois teria ocorrido o processo de pós-cura.

YAP *et al* (2004) avaliou a influência da termociclagem na dureza de seis tipos de compósitos odontológicos. Esses autores encontraram uma pequena diminuição na dureza de um compósito nanohíbrido ( Esthet-X<sup>®</sup> ) que passou de 65,65 para 64,42 HV. Enquanto que alguns investigadores não encontraram efeito na performance do material após ciclagem térmica (MAIR e VOWLES, 1989, YAP *et al*, 2001), outros relatam

diminuição nas propriedades mecânicas ( JANDA *et al.*, 2006; T.N.GOHRING *et al.*, 2005). A discrepância nesses resultados pode ser explicada pela diferença de métodos utilizados na ciclagem térmica, materiais e outras propriedades mecânicas investigadas.

BEUN *et al.* (2007) estudaram vários compósitos odontológicos, inclusive o nanohíbrido Grandio<sup>®</sup> ( com 84,1 % de peso de partículas) e o Durafil VS<sup>®</sup> (com 51,3% em peso). Encontraram dureza de 18,9 HV para Durafil VS<sup>®</sup> e aproximadamente 98 HV para a Grandio<sup>®</sup>. Isso demonstra que a quantidade de partículas afetou significativamente os valores de dureza.

SILIKAS *et al.* (2005) relataram em seus estudos que um maior valor médio de grau de conversão implicaria diretamente na microdureza dos compósitos odontológicos. Esta afirmação está de acordo com o presente estudo já que o compósito Z350 apresentou maiores valores de grau de conversão e conseqüentemente, maiores valores de dureza.

MOTA *et al.* (2005) correlacionaram a microdureza Vickers (VHN) e o conteúdo de carga de seis compósitos e observaram que os compósitos com maior conteúdo de carga (wt%) obtiveram maiores valores estatisticamente significativos de dureza (compósito microhíbrido Z250<sup>®</sup> VHN=87,88 e wt%=78,72 ; compósito microhíbrido Tetric Ceram<sup>®</sup> VHN=80,61 wt%=79,56).

#### 5.2.4 – Resistência à compressão diametral

A resistência à compressão diametral serve como indicador da capacidade de um material de resistir às forças laterais geradas durante a função mastigatória contribuindo para a correta indicação clínica do respectivo material (COBB, 1996).

Esse ensaio teve como objetivo medir e comparar a compressão diametral dos dois compósitos odontológicos e avaliar se o tratamento térmico influenciou nessa propriedade.

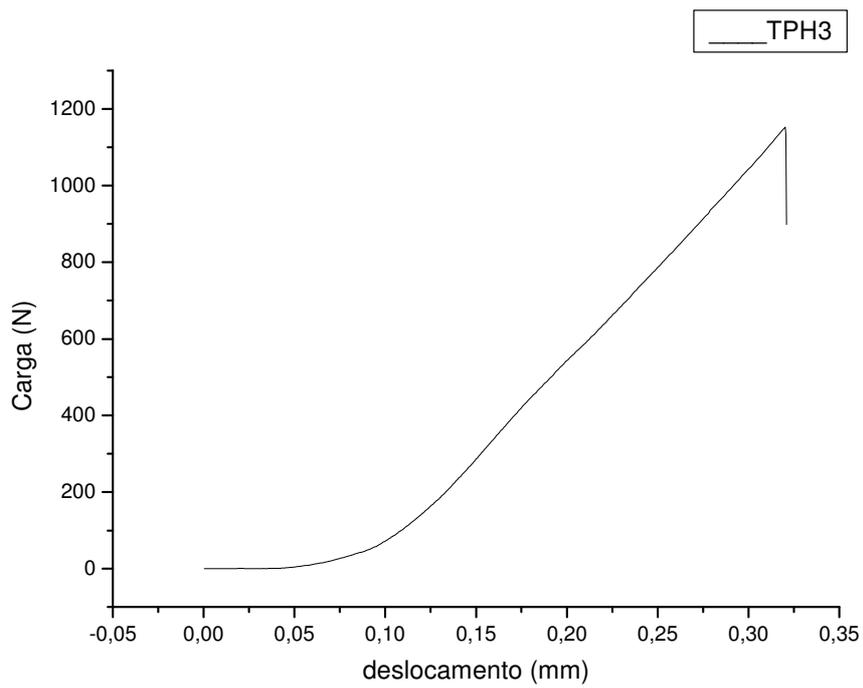
Analisando os gráficos do comportamento de fratura dos materiais (figuras 23 e 24) observa-se que a curva carga/deformação exibe uma aparência linear até a fratura, confirmando o comportamento frágil desses materiais. Essa característica está presente tanto nas amostras submetidas a tratamento térmico quanto para aquelas que não sofreram tratamento. Pode-se perceber inclusive que a deformação é bem pequena.

De acordo com os dados levantados consta que a Z350<sup>®</sup> suportou maior carga que a TPH3<sup>®</sup>, nas duas situações (amostras tratadas ou não). Quando se considera cada compósito em separado, percebe-se que a carga suportada pelas amostras antes do tratamento térmico é um pouco maior que a suportada depois do tratamento.

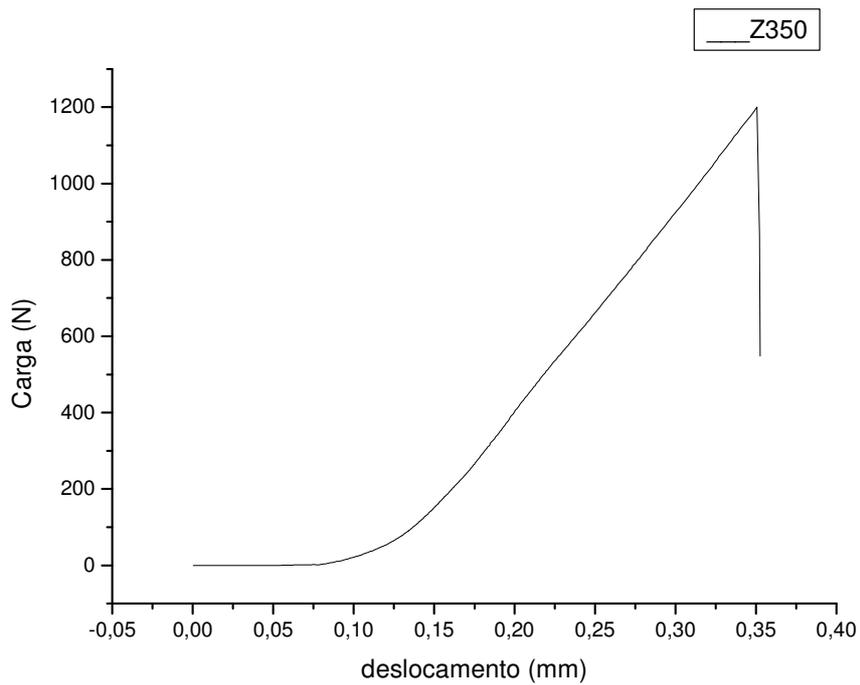
Os valores de resistência à compressão diametral média de cada material (Grupo A – sem tratamento térmico / Grupo B – com tratamento térmico) estão representados na Tabela 11.

Tabela 11 - Resultados das medidas de compressão diametral para cada tipo de material, em cada situação (Grupo A- não tratado e Grupo B – tratado termicamente).

Material	Variável		Média (MPa)	Desvio Padrão
TPH3 <sup>®</sup>	Tratamento	Grupo A	38,8	1,6
		Grupo B	34,2	2,0
Z350 <sup>®</sup>	Tratamento	Grupo A	42,8	2,5
		Grupo B	36,6	1,7

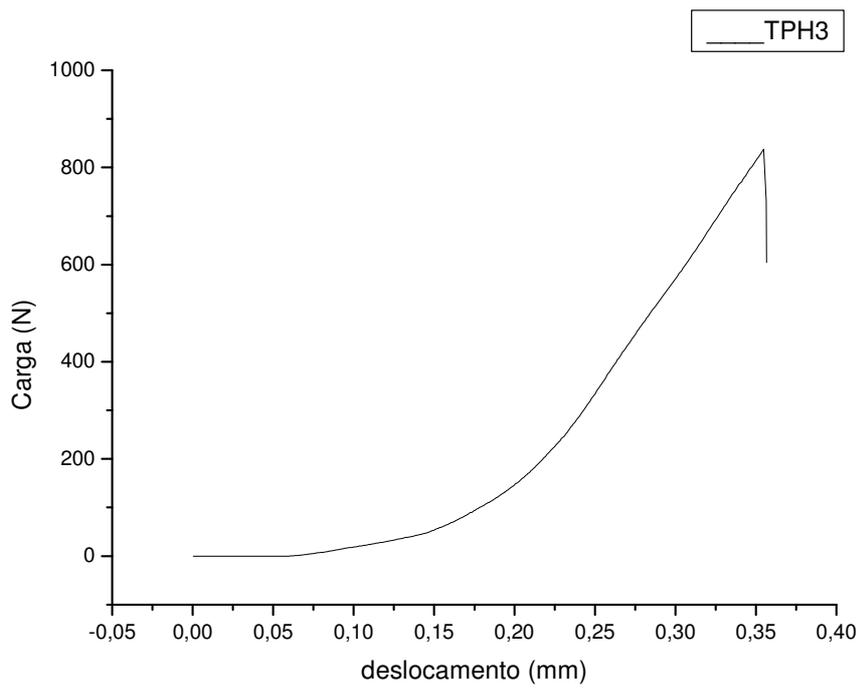


(a)

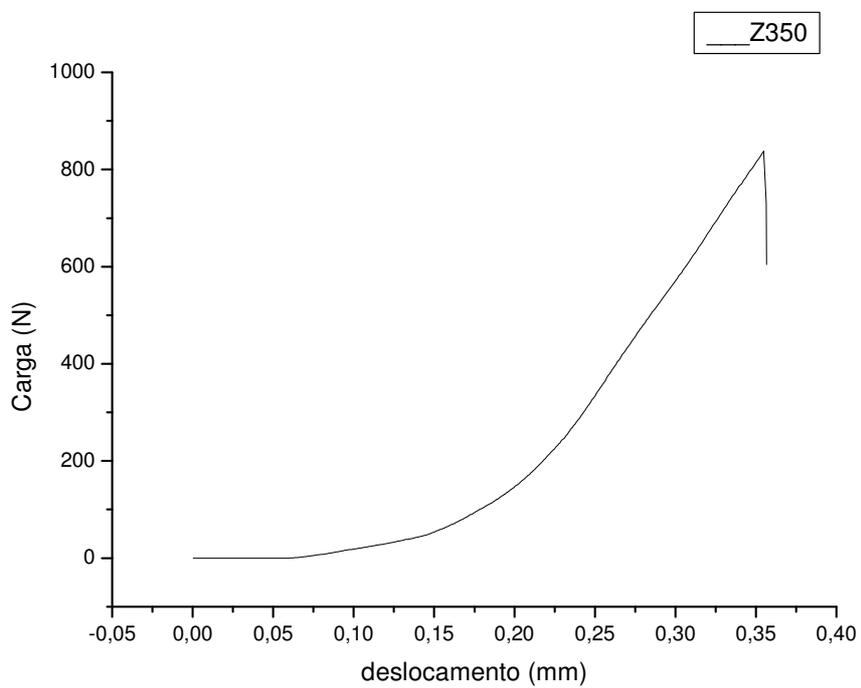


(b)

Figura 20 – Gráficos do ensaio de compressão diametral onde estão relacionados os valores de carga/deslocamento das amostras antes do tratamento térmico. Em (a) TPH3<sup>®</sup> e (b) Z350<sup>®</sup>.



(a)



(b)

Figura 21 – Gráficos do ensaio de compressão diametral onde estão relacionados os valores de carga/deslocamento das amostras após o tratamento térmico. Em (a) TPH3<sup>®</sup> e (b) Z350<sup>®</sup>.

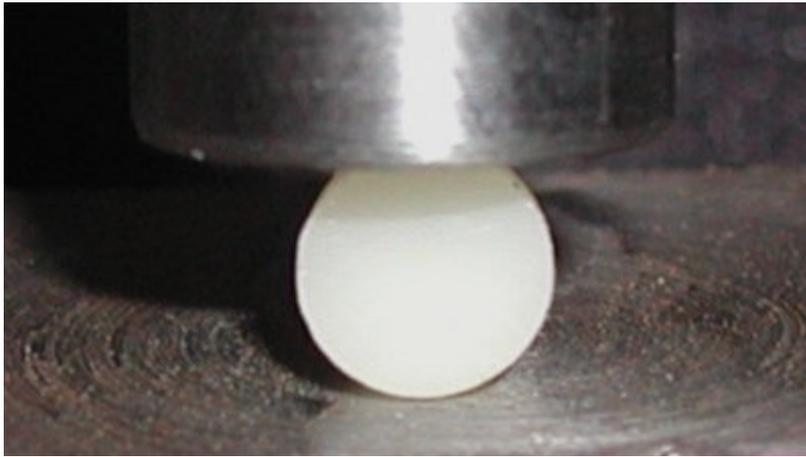


Figura 22 – Ensaio mecânico de compressão diametral.

Quando se compara os dois materiais estudados quanto à resistência a compressão diametral, observa-se que tanto no grupo A quanto no grupo B existe diferença estatisticamente significativa (Apêndice IV), sendo que o Z350<sup>®</sup> apresentou valores de compressão diametral maiores que o TPH3<sup>®</sup>. Segundo MITRA, WU e HOLMES (2003) isso pode ser explicado devido a compósitos com partículas esféricas e/ ou presença de aglomerados (partículas maiores) permitem obter um maior conteúdo de carga e apresentam melhores características de manipulação e melhores propriedades mecânicas como resistência a compressão diametral. Outra provável explicação seria que compósitos com cargas irregulares são concentradores de tensão, facilitando ao aparecimento de trincas e levando o material a fraturar com mais facilidade.

Segundo MOTA *et al.* (2006), LOPES *et al.* (2004) e LU *et al.* (2006) estudaram dois compósitos nanohíbridos (Esthet X<sup>®</sup> e Filtek Supreme<sup>®</sup>) e encontraram valores maiores de compressão diametral para o compósito de partículas esféricas (Filtek Supreme<sup>®</sup>) estando de acordo com os resultados encontrados no presente estudo.

Ao se analisar os compósitos tratados termicamente pode-se observar que houve uma diminuição nos valores de compressão diametral, porém não há diferença significativa entre eles. Pode-se afirmar com isso, que o compósito Z350<sup>®</sup> é mais sensível ao meio ao qual foi submetido que o TPH3<sup>®</sup>, pois a sua resistência à compressão diametral era maior que a da TPH3<sup>®</sup> antes do tratamento e tornou-se praticamente a mesma, estatisticamente, após o tratamento térmico. A figura 23 mostra

que a diferença entre os valores dos compósitos se torna menor após o tratamento térmico.

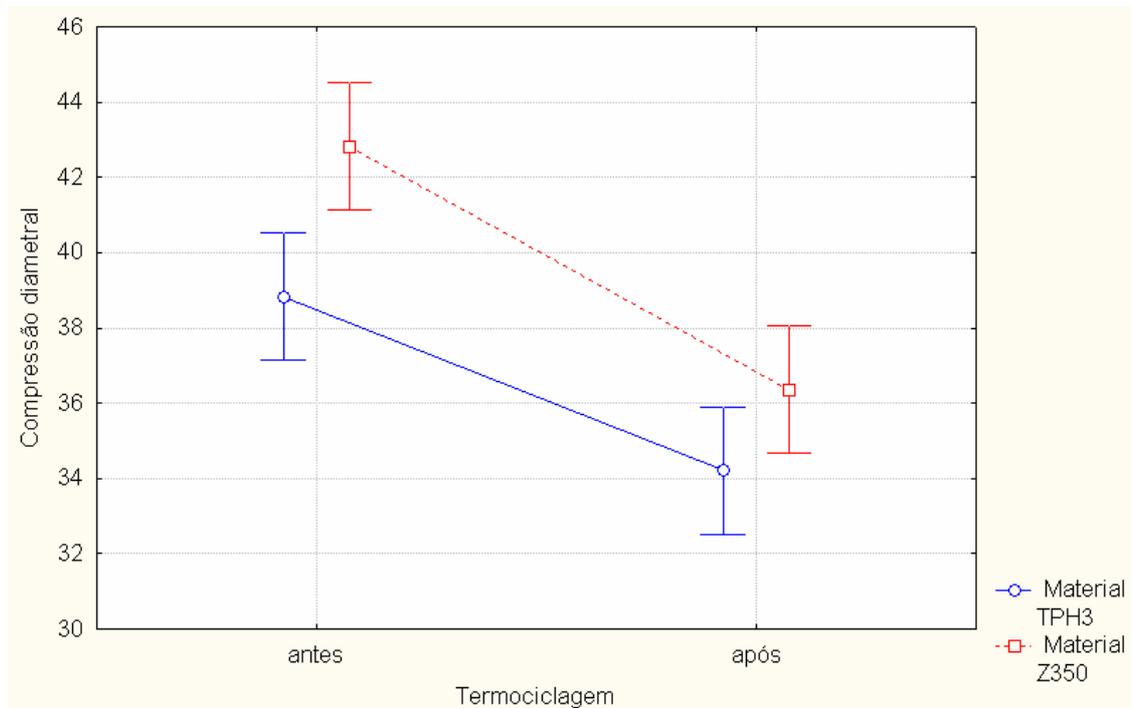


Figura 23 – O gráfico mostra a influência do tratamento térmico nos valores de resistência por compressão diametral.

Como a alteração da microestrutura do compósito ocorre apenas superficialmente, uma provável explicação para essa diminuição de valores seria que a variação brusca da temperatura levaria a diferentes coeficientes de expansão térmica existentes na matriz e na partícula, o que proporcionaria um tensionamento na interface matriz/partícula e levaria a uma maior propagação de trincas e uma maior degradação do agente de união e amolecimento da matriz.

AGUIAR *et al.* (2005) submeteu um compósito microhíbrido (Z250<sup>®</sup>) a imersão em água destilada e etanol e demonstrou uma diminuição nos valores de compressão diametral sendo mais acentuada na presença de etanol. Ele explica que isso pode ser ocasionado pela intensidade de polimerização e pela modificação ocorrida na estrutura do polímero.

MOTA *et al.*, em 2006, relataram valores médios para resistência à compressão diametral para Z250<sup>®</sup> e Tetric Ceram<sup>®</sup> que variavam entre 36,08 MPa e 49,24 MPa, respectivamente, de acordo com o presente estudo.

Alguns autores encontraram valores de resistência a compressão diametral de compósitos nanohíbridos maiores dos que encontrados nesse estudo (MITRA, WU e HOMES, 2003; PEUTZFELDT *et al.*, 2000). A discrepância nos resultados pode ser explicada pelas diferentes metodologias encontradas no tipo de polimerização, tamanho das amostras e velocidade de carregamento.

Os resultados de SANTOS *et al.* (2004) para resistência à tração diametral foram superiores aos resultados obtidos no presente estudo, a despeito dos autores terem utilizados um tempo de fotoativação maior, obtendo valor médio para o compósito Tetric Ceram<sup>®</sup> de 49,64 MPa; assim como os resultados encontrados por ST-GEORGES *et al.* (2003), com média de 46,4 MPa; CHO *et al.* (1999) relataram valores médios para a resina Herculite XRV<sup>®</sup> e Prodigy<sup>®</sup>, de 51 MPa e 55 MPa, respectivamente; KELSEY *et al.* (2000) relataram médias entre 40,1 MPa e 45,3 MPa e CHUNG *et al.* (1990), que apresentaram valores médios entre 39,8 MPa e 60,6 MPa.

Todos os compósitos testados apresentaram valores médios para compressão diametral maiores do que os exigidos pela especificação n.27 da ADA para compósitos restauradores diretos, que são de 24 MPa para compósitos do Tipo I e 34 MPa para compósitos do Tipo II são recomendados para uso em área de maior estresse funcional, ou seja, de maior esforço mastigatório.

## 6) CONCLUSÕES

- Por meio da análise microestrutural concluímos ambos os compósitos apresentaram aglomerados sendo que compósito Z350<sup>®</sup> apresenta partículas com formato mais arredondado enquanto que a TPH3<sup>®</sup> é predominantemente de partículas irregulares.
- O compósito Z350<sup>®</sup> apresentou maiores valores de sorção e solubilidade do que o compósito TPH3<sup>®</sup>, ou seja, apresentou maior absorção de água e maior aumento de peso.
- Quando realizado o tratamento térmico, os compósitos TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup> tiveram um aumento no grau de conversão, demonstrando que o tempo e a temperatura a que foram expostos influenciaram na microestrutura desses compósitos sugerindo ter ocorrido pós-cura.
- Esse tratamento provocou uma diminuição nos valores de dureza dos dois compósitos. Porém, esse efeito foi mais acentuado na Z350<sup>®</sup> do que na TPH3<sup>®</sup> apesar da primeira se apresentar significativamente maior mesmo após o tratamento. Com isso, conclui-se que a absorção de saliva artificial na superfície da amostra afetou os valores de microdureza após o tratamento.
- Os compósitos TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup>, após o tratamento térmico, apresentaram uma diminuição na resistência à compressão diametral. Porém, o compósito Z350<sup>®</sup> se apresentou mais sensível, tornando a resistência à compressão diametral equivalente a TPH3<sup>®</sup>, a qual era significativamente superior antes do tratamento.
- O material Z350<sup>®</sup> apresentou maiores valores em todas as propriedades testadas antes e após o tratamento térmico (microdureza e compressão diametral). Apesar disso, foi mais sensível ao meio ao qual foi exposto do que o TPH3<sup>®</sup>, se mostrando equivalente ou um pouco superior ao TPH3<sup>®</sup> após o tratamento.

- O compósito TPH3<sup>®</sup> apesar de apresentar menores valores nas propriedades testadas se mostrou mais estável ao meio a qual foi exposto do que o Z350<sup>®</sup>.
- Quando comparados com os compósitos híbridos e microhíbridos existentes no mercado, os compósitos estudados não apresentaram propriedades mecânicas superiores. Esse fato pode ser explicado, principalmente, pela presença de aglomerados nas partículas e a presença de partículas maiores existentes nos dois materiais.

## **7) SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- Avaliar separadamente a armazenagem em saliva artificial e posteriormente a ciclagem térmica para verificar se alteram de formas diferentes as propriedades dos compósitos.
- Realizar testes com maior tempo de envelhecimento para observar se a absorção de água em função do tempo.
- Avaliar resistência ao desgaste destes compósitos (TPH3<sup>®</sup> e Z350<sup>®</sup>).

## 8) REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUIAR, F.H.B. *et al.* “Hardness and diametral tensile strength of a hybrid composite resin polymerized with different modes and immersed in ethanol or distilled water media”. *Dent Mater*, v.21, n.1-2, pp.1-63, 2005.

ALLEN,E.P. ET AL. “Annual review of selected dental literature: Report of the committee on Scientific Investigation of the American Academy of Restorative Dentistry.” *Journal of Phosthetic Dentistry*, v.90, n.1, pp.50-8-, 2003.

ANDERSON *et al.* “Critical pH in resting and stimulated whole saliva in groups of children and adults. *Int. J.Paediatr. Dent.*, v.11, n.4, pp.266-73, 2001.

ANUSAVICE, K.J., Phillips: Materiais Dentários. 10ª Ed., Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 1998.

APPELT, B. K.; ABADIE, M. J. M. “Analyzing the photochemistry of a photoresist by diferencial scanning calorimetry”. *Soc. Plast Eng* v. 29, p. 484-486, 1983.

APPELT, B. K. “Characterizing photoresists by thermal analysis”. *Polymer Eng Sci*, v. 23, p. 125-128, 1983

ASMUSSEN E, PEUTZFELDT A. “Influence of composition on rate of polymerization contraction of light-curing resin composites”. *Acta Odontol Scand* 2002;60:146-150.

BAGIS Y.H.; RUEGGEBERG F.A. “Effect of post-cure temperature and heat duration on monomer conversion of photo-actived dental resin composite. *Dent Materials*, v.13, pp.228-32,1997.

BARATIERI, L.N., Procedimentos Preventivos e Restauradores, 2ª Ed., Quintessence, 1992.

BAUM, L.; PHILLIPS, R.W.; LUND, M.R. "Textbook of Operative Dentistry". Philadelphia, *Wb Saunders*, 2ª Ed, 1985.

BEUN et al, "Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites." *Dental Materials*, v.23, pp.51-59, 2007.

BIRD S.E.; THOMPSON J.; BAYNE S.C.; RAPP M.M.; STAMADIADIS P.J.; BERG J.H. "Mechanical properties of posterior composite materials. *J. Dent. Res.*, v.77, pp.278, 1998.

BOWEN, R.L., "Dental filling material comprising vinyl silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidyl methacrylate." US Patent 3000, 112, 1962.

BRAGA RR, FERRACANE JL. "Contraction stress related to degree of conversion and reaction kinetics". *J Dent Res* 2002;81(2):114-8.

BRAEM M, Finger W, Van Doren VE, Lambrechts P, Vanherle G. "Mechanical properties and filler fraction of dental composites". *Dental Materials*, v.5, p.346-9, 1989.

BUONOCORE, M.G., "A single method of increasing the adhesion of acrylic filling material to enamel surfaces. *J. Dent. Res.*, v.3, n.4, pp.84-9, 1965.

CADENAROM, et al. "Assessment of polymerization contraction stress of three composite resins". *Dental Materials*. In press, 2007.

CALHEIROS, F.C. Relação entre tensão de contração e grau de conversão em compósitos restauradores. Tese de mestrado, USP, 2003.

CALLISTER, J.R., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução*. 5ª Ed., Rio de Janeiro, LTC, 2002.

CHAIN, M.; BARATIERI, L. Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores. São Paulo, Editora Artes Médicas, 1998.

CHAIN, M.C.; RODRIGUES, C.C.; MAIA, H.P., Materiais Restauradores Estéticos e Poliméricos e Cerâmicos do Novo Século. Odontologia Integrada: Atualização Multidisciplinar para o Clínico e Especialista. 1ª Ed., cap. 16, Rio de Janeiro, Editora Pedro I, 2001.

CHO, G.C. *et al.* “Diametral and compressive strength of dental core materials”. *J Prosthet Dent*, v. 82, n. 3, p. 272-276, 1999.

CHOU, T.W., “Structure and Proprieties of Composite”. *Material Science and Technology*. 1ª Ed, v.13, New York, UCH Publishers Inc., 1993.

COBB DS, Vargas MA, Rundle T. “Physical properties of composite cured with convetional light or argon laser”. *Am J Dent*, v.9, p 199-202, 1996.

COOK, W. D.; JOHANNSON, M. “The influence of post-curing on the fracture properties of photo-cured dimethacrylate based dental composite resin”. *J Biomed Mater Res*, v. 21, p. 979-989, 1987.

CONCEIÇÃO, E.N. et al, Dentística: Saúde e Estética, 2ª Ed., Porto Alegre, Editora Artmed, 2002.

CORRÊA, I.C. Análise do grau de conversão de uma resina experimental fotopolimerizável: Um estudo espectrométrico em função de diferentes fotoiniciadores e fontes de luz. Faculdade de Odontologia da USP.Universidade de São Paulo: São Carlos, 2003.

CORRER A.B.; SINHORETI, M.A.C; CORRER-SOBRINHO, L.; TANGO, R.N.; CONSANI, S.; SCHINEIDER, L.F.J. “Effect of exposure time vs irradiance on Knoop hardness of dental composites”. *Mat Dent.*, v.9, n.3, pp.275-280, 2006.

CRAIG, R.G; POWERS, J.M., *Materiais Dentários Restauradores*. 11ª Ed., São Paulo, Livraria Editora Santos, 2004.

DEBASTIANI, F.S.; LOPES, G.C. Restaurações diretas de resina composta em dentes posteriores. *International Journal of Brazilian Dentistry*, v. 1, n. 1, p. 31-39, 2005.

DE SOUZA, J.C. Análise in vitro do desgaste de um compósito odontológico microhíbrido utilizando duas metodologias diferentes. Tese de MSc.COPPE-UFRJ, Rio de Janeiro, 2006.

DEWALD JP, FERRACANE JL. “A comparasion of four modes of evaluating depth of cure of light-actived composite.” *J.Dent Res* , p.727-30, 1987.

DIETER, G.H. *Metalurgia Mecânica*. 2ª Ed., Rio de Janeiro, Editora Guanabara, 1981.

DOLAVALE, L.C. Caracterização Mecânica e Tribológica de um Compósito de uso indireto. Tese de MSc. COPPE-UFRJ, Rio de Janeiro, 2007.

DOWD, F.J. “Saliva and dental caries”. *Dent. Clin.North Am*, Philadelphia, v.43, n.4, pp.579-97, 1999.

EDGAR, W. M. “Saliva: its secretion, composition and functions. *Br. Dent. J*, London, v.172, n.8, pp.305-12, 1992.

ERICSON T, MAKINEM, K.K. “Saliva: formation, composition and possible role”. *Textbook of Cariology*, Copenhagen, cap.3, pp.28-45, 1986.

FEILZER, A.J.; DE GEE, A.J.; DAVIDSON, C.L. “Quantitative determination of stress reduction by flow in composite restorations.” *Dental Materials*, v.6, pp.167-71, 1990.

FERRACANE JL, GREENER EH. “The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins”. *J Biomed Mater Res* 1986;20:121-31.

FERRACANE JL, MITCHEM JC, CONDON JR, TODD R. “Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure”. *J Dent Res* 1997;76(8):1508-16.

FERRACANE J.L. “Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks”. *Dent. Mat*, August, 2005.

FIDELUS, J.D. et al. “Thermo-mechanical properties of randomly oriented carbon/epoxy nanocomposites.” *Composites: Part A*, v.5, pp.1555-61, 2005.

GAL, J., FOVET, Y., ADIB-YADZI, M., “About a Synthetic Saliva for *in vitro* Studies”. *Talanta*, v.53, p. 1103-1115, Oct. 2000.

GIBSON, R.F. “Principles of Composites Materials Mechanics”. Mc Graw-Hill International Editions, 1<sup>st</sup> Ed., 1994.

GOJNY, F.H.; WICH MANN, M.H.G.; FIELDER, B. et al. “Influence of nano-modification on the mechanical and electrical properties of conventional fiber-reinforced composites.” *Composites: Part A*, v.5, pp.1525-35, 2005.

GOHRING T.; GALLO L.; LUTHY H. “Effect of water storage, thermocycling, the incorporation and site of placement of glass-fibers on the flexural strength of veneering composite”. *Dent Materials*, 2005.

GORACCI, G. “The latest discoveries in adhesion: recent studies.” *Edizioni Medico Scintifiche*, v.2, pp.36-40, 1998.

GREGORY et al. “Physical properties and repair bond strength of direct and indirect composites resins.” *JPD*, v.68, n.3, pp.406-11, 1992.

IMAZATO, S.; McCABE, J.F.; TARUMI, H.; EHARA, A.; EBISU, S. "Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR". *Dent Mater*, v. 17, p.178-183, 2001.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Specification 4049. Dentistry – Polymer-based filling, restorative and luting materials. 3<sup>rd</sup>ed. Genova, pp.34,2000.

JENKINS, G.N. "The physiology and biochemistry of the mouth". 4<sup>a</sup>ed. Oxford: Blackwell Scientific Publications, cap.9, pp.284-359, 1978.

JONES, D.W., "Dental Composites Biomaterials". *J. Canadian Dental Association*. V.64, pp.732-4, 1998.

JOHNSON WW, Dhuru VB, Brantley WWA. "Composite microfiller content and its effect on fracture toughness and diametral tensile strength". *Dental materials*, v.9, p.95-8,1993.

JUNIOR S.A.R.; SCHERRER S.S.; FERRACANE; BONNA A.D. "Microstructural characterization and fracture behavior of a microhybrid and nanofill composite". *Dental Materials*,v.24, 2008.

KERBY, R.; LEE, J.; KNOBLOCH, L.; SEGHI, R. "Hardness and degree of conversion of posterior condensable composite resins". *J Dent Res.*, v. 78, special issue, p. 157, mar., 1999.

KIM, K.H., ONG, J.L., OKUNO, O. "The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites." *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.87, pp.642-49, 2002.

LI J.; NICANDER I.; VON BEETZEN M.; SUNDSTROM F. "Influence of paste temperature at curing on conversion rate and bending strength of light-cured dental composites". *J. Oral Rehabil*, v.23, pp.298-301, 1996.

LIM, B.S., FERRACANE, J.L., CONDON, J.R., et al. "Effect of filler fraction and filler surface treatment on wear of microfilled composites". *Dental Materials*, v.18, pp.1-11, 2002.

LOPES, G. C. et al. "Diametral tensile strength of micro-hybrid composite resins". *Journal of Dental Research*, Chicago, v. 83, p. 585-585, 2004. Pôster apresentado na 82ª General Session & Exhibition of the IADR, em Honolulu, Hawaii, em 2004.

LU, H. et al. "Properties of a dental resin composite with a spherical inorganic filler". *Operative Dentistry*, Seattle, v. 31, n. 6, p. 734-740, 2006.

LUDWITH, A. "Photoinitiation of polymerization." *Pure Appl. Chemistry*, v.49, n.4, pp.431-41, 1977.

LUTZ, F.; PHILLIPS, R. "A classification and Evolution of composite resins systems". *Prost. Dent.*, v.50, pp.480-88, 1993.

LYGRE H, HOL PJ, SOLHEIM E, MOE G. "Organic leachables from polymer-based dental filling materials". *Eur J Oral Sci*, v.107, pp.378-83, 1999.

MAIR, L. H. e VOWLES, R. W. " Surface permeability and degradation of dental composites resulting from oral temperature changes". *Dent Materials*, v. 5, pp. 247-255, 1989.

MANHART, J. et al. "Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins." *Dental Materials*, v.16, pp.33-40, 2000.

MATSUTANI, S. et al. "Influence of argon laser curing technique on resin hardness and shrinkage". *J Dent Res*, v. 69, p. 309, 1990.

MAYWORM, C.D. Comparação in vitro das propriedades mecânicas de dois compósitos odontológicos com partículas nanométricas. Tese de MSc.COPPE-UFRJ, Rio de Janeiro, 2005.

MAYWORM, C.D. “Influence of artificial saliva on abrasive wear and microhardness of dental composites filled with nanoparticles.” *Dentsply*, 2008.

MC CABBE, J. “Developments in composite resins”. *Br. Dent. J.*, v.157, pp.440-44, 1997.

MITRA, S.B.; W.U.D; HOLMES, B.N. “An application of nanotechnology in advanced dental materials.” *J. Am. Dent. Association*, Chicago, v.134, n.10, pp.1382-90, 2003.

MOTA, E. G. et al. “Evaluation of diametral tensile strength and Knoop microhardness of five nanofilled composites in dentin and enamel shades”. *Stomatologija*, Kaunas, Lithuania, v. 8, n. 3, p. 67-69, 2006.

MONDELLI, J. et al. *Restaurações estéticas*. São Paulo, Editora Savier, pp.39-54, 1984.

MOSZNER, N., ULRICH, S., 2001, “New developments of polymeric dental composites”. *Progress in Polymer Science*, v.26, pp 535-576.

NEVES A.D.; DISCACCIATI J.; ORÉFICE R.L.; JANSEN W.C. “Correlação entre grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico do compósito”. *Pesqui Odont Bras*, v.16, pp.349-54, 2002.

NEW AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Specification n° 27 for Direct Filling Resins. *The Journal of the American Dental Association*, Washington, 1993.

NEWBRUN,E. “Cariology”.3<sup>a</sup>ed, Chicago: Quintessence, pp.389, 1989.

NOORT, R.V. *Introdução aos materiais dentários*. 2<sup>a</sup>ed. Porto Alegre: Artmed, pp.344, 2004.

ÖRTENGREN U, WELLENDORF, KARLSSON S, RUYTER IE. “Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment”. *J.Oral Rehabil*, v.28, pp.1106-1115, 2001.

PAFFENBARGER,G. C., NELSEN, R.J., SWEENEY, W.T. “Direct and indirect filling resins: a review of some physical and chemical properties”. *Journal of AmericanDental Association*, v.47, n.5, pp.516-524.

PEARSON GJ, LONGMAN CM. “Water sorption and solubility of resin-based materials following inadequate polymerization by a visible-light curing system”. *J Oral Rehabil*, v.16,pp. 57-61, 1989.

PEUTZFELT, A.; ASMUSSEN, E. “Investigations on polymer structure of dental resinous materials”. *Trans Acad Dent Mater*, v.18, p.81-104, 2004.

PEUTZFELDT, A., ASMUSSEN, E. “The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites”. *Journal of Dentistry*, v. 28, p. 447-452, 2000.

POSKUS, L.T., PLACIDO, E.; CARDOSO, P.E.C. “Influence of placement techniques on Vickers and Knoop hardness of class II composite resin restorations.” *Dental Materials*, v.20, pp.726-732, 2004.

PRICE, R.B.T. ; FELIX, C.A. ; ANDREOU, P. “Knoop hardness of ten resin composites irradiated with high-power LED and quartz-tungsten-halogen lights.” *Biomaterials*, v.26, n.15, pp.2631-41, 2005.

PUCKETT, A.D.; SMITH, R. “Method to measure the polymerization shrinkage of light-cured composites.” *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.68, n.1, pp.56-8, 1992.

REINHARDT K.J. “Unconverted double bonds and interface phenomena in composite materials. *Dtsch Zahnarztl Z.*, v.46, pp.204-8, 1991.

SAKAGUCHI RL, BERGE HX. “Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites”. *J Dent* , v.26(8), pp.695-700, 1998.

SCHMIDT, G.; MALWITZ, M.M. “Properties of polymer-nanoparticle composites.” *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, v.8, pp.103-8, 2003.

SHI, G., ZHANG, M. Q., RONG, M. Z., et al. “Sliding wear behavior of epoxy containing nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles with different pretreatments”. *Wear*, v.256. n.11-12, pp.1072-1081,2004.

SIDEROU I.; TERSKI V.; PAPANASTASIOU G. “Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimetacrylate-based dental resins. *Biomaterials*, v.24, pp.655-65, 2003.

SILIKAS N, ELIADES G, WATTS DC. “Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain”. *Dent Mater*, v.16, pp.292-6, 2000.

SILVA *et al.* “Solubility, salivary and degree of conversion of dimetacrylate-based polymeric matrixes. *Jornal Brazilian*, 2007.

SKINNER, E.W. *Skinner materiais dentários*. 9 ed, Guanabara Koogan 1993. Cap. 3, p. 16-34.

SÖDERHOLM, K-JM; SHANG, S.W. “Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica.” *Journal Dental Restorative*, v.72, p.1050-4, 1993.

TARLE, Z.;MENIGA, A.; KNEZEVIC,A.;SUTALO, J.;RISTIC, M.”Composite conversation and temperature rise using a convencional plasma arc, and experimental blue LED curing unit.”*J. Oral Rehabil*, 29: 662-667, 2002.

THELDA *et al.* “Anatomy and physiology of the salivary glands”, in *Otolaryngology – Head and Neck Surgery*, v.1, cap.35, 1998.

THYLMAN S.D., PEYTON, F.A. "Acrylics and other synthetic resins use in Dentistry". Philadelphia, p. 480, 1946.

THOMPSON, V.P. ; WILLIAMS, E.F., BAILEY, W.J. "Dental resins with reduced shrinkage during hardening." *Journal of Dental Research*, v.58, pp.1522-32, 1979.

TSAI, P.C.L.; MEYERS, I.A.; WALSH, L.J. "Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing units. *Dent.Materials*, v.20, pp.364-69, 2004.

VARGAS, M. A.; COBB, D. S.; SCHMIT, J. L."Polymerization of composite resins: argon laser vs conventional light". *Oper Dent.*, v. 23, p.87-93, 1998.

VENHOVEN, B.A.M.; GEE, A.J. ; WERNER, A. et al. "Influence of filler parameters on the mechanical coherence of dental restorative resin composites." *Biomaterials*, v.17, pp.735-40, 1996.

VON FRAUNHOFER JA, CURTIS Jr. P. "Physical and mechanical properties of anterior and posterior composite restorative materials". *Dental Materials*, v.5, pp.365-368, 1989.

ZACHARIASEN, W.H. "The atomic arrangement in glass". *Journal American Chemistry Society*, v.54, pp.3841-51, 2004.

ZHANG, M. Q. ; RHONG, M.Z. ; YU, S. L.; WETZEL,B.; FRIEDRICH, K. "Effect of particle surface treatment on the tribological performance of epoxy based nanocomposites." *Wear*, 253, 1086-93, 2002.

WANG Y-L et al. "Characterization, fluoride release and recharge properties of polymer-kaolinite nanocomposite resins." *Composites Science and Technology*. In press, 2007.

WATANABE H, et al. "fracture toughness comparison of six resin composites." *Dental Materials*. In press, 2007.

WATTS, D.C.; CASH, M. ; BARATIERI, L. Restaurações Estéticas com resina composta em dentes posteriores. São Paulo, Editora Artes Medicas, 1998.

WETZEL, B.; HAUPERT, F.; ZHANG, M.Q. "Epoxy nanocomposite with high mechanical and tribological performance." *Composites Science and Technology*, v.63, pp.2055-67, 2003.

WILLEMS, G.; LAMBRECHTS, P.; BRAEM, M. et al. "A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics." *Dental Materials*, v.8, pp.310-9, 1992.

YAP, A.U.J.; WEE KEC. "Effects of cyclic temperature changes on water sorption and solubility of composites restoratives". *Oper Dent.*, v.27, pp.147-53, 2002.

YAP, A.U., WANG, X., WU, X., CHUNG, S.M., "Comparative hardness and modulus of tooth-colored restoratives: A depth-sensing microindentation study". *Biomaterials*, v.25, pp 2179-2185, 2004.

YAP AU, et al. "Influence of thermal cycling on OCA wear of composite restoratives". *Oper Dent.*, v. 26, pp 349-356, 2001.

## Apêndice I

Tabela LSD Fischer – nessa tabela podem ser encontrados todos os valores-p possíveis para cada combinação das variáveis material/tratamento para sorção e solubilidade dos materiais estudados.

### Sorção

Sorção	Valor-p
Interação dos materiais	0,00*

\*diferença significativa ( $\alpha=0,05$ )

### Solubilidade

Solubilidade	Valor-p
Interação dos materiais	0,20 *

\*diferença significativa ( $\alpha=0,05$ )

## Apêndice II

Tabela LSD Fisher – nessa tabela podem ser encontrados os valores-p possíveis para cada combinação material/tratamento grau de conversão dos materiais estudados.

### Grau de conversão

Grupos	Material	Tratamento	{1}	{2}	{3}	{4}
1	TPH3	Antes		0,00	0,00	0,00
2	TPH3	Após	0,00		0,12	0,25
3	Z350	Antes	0,00	0,12		0,01
4	Z350	Após	0,00	0,25	0,01	

### Apêndice III

Tabela LSD Fischer - nessa tabela podem ser encontrados todos os valores-p possíveis para cada combinação das variáveis material/tratamento/carga para dureza dos materiais estudados

Grupos	Material	Tratamento	Carga	{1}	{2}	{3}	{4}	{5}	{6}	{7}	{8}	{9}	{10}	{11}	{12}
1	TPH3	antes	10g		0,30	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2	TPH3	antes	50g	0,30		0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
3	TPH3	antes	100g	0,00	0,02		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
4	TPH3	após	10g	0,00	0,00	0,00		0,39	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5	TPH3	após	50g	0,00	0,00	0,00	0,39		0,03	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
6	TPH3	após	100g	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
7	Z350	antes	10g	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		0,02	0,00	0,00	0,00	0,00
8	Z350	antes	50g	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02		0,00	0,00	0,00	0,00
9	Z350	antes	100g	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		0,00	0,00	0,00
10	Z350	após	10g	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
11	Z350	após	50g	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,19	
12	Z350	após	100g	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,19	

## Apêndice IV

Tabela LSD Fischer – nessa tabela podem ser encontrados todos os valores-p possíveis para cada combinação das variáveis material/tratamento para resistência à compressão diametral dos materiais estudados.

### Compressão Diametral

Grupos	Material	Tratamento	{1}	{2}	{3}	{4}
1	TPH3	Antes		0,00	0,00	0,04
2	TPH3	Após	0,00		0,00	0,07
3	Z350	Antes	0,00	0,00		0,00
4	Z350	Após	0,04	0,07	0,00	