AVALIAÇÃO MECÂNICA DE RESINAS COMPÓSITAS DENTÁRIAS UTILIZADAS EM RESTAURAÇÃO DIRETA

Thales Ribeiro de Magalhães Filho

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA 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^a Marysilvia Ferreira, D.Sc.

Prof. Célio Albano da Costa Neto, Ph.D.

Prof^a. Lavínia Maria Sanabio Alves Borges, D.Sc.

Prof. Luis Cláudio Mendes, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL MARÇO DE 2004

MAGALHÃES FILHO, THALES RIBEIRO DE

Avaliação mecânica de resinas compósitas dentárias utilizadas em restauração direta [Rio de Janeiro] 2004.

XII, 72, p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2004) Tese - Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE

1. Compósitos diretos para restauração dentária.

2. Ormocer

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

DEDICATÓRIA:

À minha esposa devido ao seu incondicional apoio, estímulo e certeza do sucesso no término desta árdua tarefa.

Ao meu filho que do alto de sua inocência sempre entendeu os momentos de ausência do pai.

Ao meu pai, pois não poupou esforços para que seu filho galgasse mais um degrau na difícil escada da vida.

Esses três parecem formar um triângulo de sustentação que me apoiou nos bons e nos mais difíceis momentos. Formando sempre uma seta que direcionada para cima me impulsiona com estímulo e dedicação.

AGRADECIMENTOS:

À minha orientadora, que se mostrou sempre atenta aos mínimos detalhes e disponível para dirimir dúvidas, cumprindo com sua função cognitiva de Mestre sem esquecer do laço de amizade que se formou durante esta longa convivência.

Às amigas Regina e Silvana que, com a anuência do Prof. Bastian, não se furtaram a emprestar os dispositivos do teste de flexão e a se mostrarem totalmente a disposição para qualquer tipo de ajuda, desde ajuda nos cálculos até conselhos vitais para o término desta tese.

Ao Prof. Célio que, a exemplo da orientadora, sempre se mostrou disponível para ajudar na solução de problemas previstos e imprevistos da tese.

Ao Prof. Luiz Marcelo por sua ajuda na estatística e no manuseio do programa Statistic.

Ao Prof. Reynaldo Motta pelo incentivo e por sempre querer o melhor aos seus amigos.

Ao meu irmão que, devido a nossa cumplicidade, tanto na vida profissional como na pessoal, me ajudou muito em cada etapa desta pesquisa.

À Secretária Claudia que, com sua inestimável ajuda, dedicação e organização, torna a nossa vida, dentro da COPPE, muito mais fácil.

A todos os funcionários, principalmente da microscopia eletrônica, microscopia ótica e preparação de amostra, cujo trabalho dedicado e detalhista é de extrema importância para o bom andamento de qualquer pesquisa.

A Dentsply, na pessoa do Dr. Saul Neto, pela disponibilidade no envio do Sureifil e TPH, bem como informações imprescindíveis para a pesquisa.

A Voco pelo pronto envio do Admira, bem como informações sobre o produto.

iv

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

AVALIAÇÃO MECÂNICA DE RESINAS COMPÓSITAS DENTÁRIAS UTILIZADAS EM RESTAURAÇÃO DIRETA

Thales Ribeiro de Magalhães Filho

Março/2004

Orientador: Marysilvia Ferreira

Célio Albano da Costa Neto

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O presente estudo teve por objetivo comparar as propriedades mecânicas de três tipos de compósitos resinosos utilizados em restauração direta de dentes posteriores: um Ormocer (ADMIRA – VOCO) que é uma cerâmica organicamente modificada, um compósito de matriz resinosa a base de Bis-GMA e cargas inorgânicas de silício e bário principalmente (SUREFIL – DENTSPLY) e um compósito resinoso híbrido utilizado para restauração de dentes anteriores e posteriores, com diferentes tamanhos de carga (TPH – DENTSPLY). A microestrutura dos materiais foi caracterizada através de microscopia eletrônica de varredura, microscopia ótica e calcinação da matriz resinosa. As propriedades mecânicas testadas foram resistência à compressão em três diferentes meios de armazenagem (seco, Coca-Cola e água destilada), resistência à flexão e microdureza Vickers. A significância estatística dos resultados foi avaliada através da tabela ANOVA, teste t-student e Weilbull foram aplicadas para avaliar a confiabilidade dos materiais.

Os resultados da avaliação da microestrutura indicaram que os três materiais são bastante semelhantes com relação à quantidade de carga, embora o compósito compactável SUREFIL apresente a maior fração em peso e em volume de cargas, porém indicou diferenças significativas no tamanho e distribuição das mesmas. O compósito compactável SUREFIL apresentou-se mais resistente que o ormocer ADMIRA em todas as propriedades mecânicas testadas. Já o compósito TPH mostrou-se semelhante ao SUREFIL no teste de compressão e ao ADMIRA no teste de flexão. No teste de microdureza Vickers o SUREFIL apresentou os maiores valores médios, seguido pelo TPH e finalmente o ADMIRA. Os meios de armazenagem não exerceram influência estatisticamente significante na resistência à compressão. Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degrees of Master of Science (M. Sc.).

MECHANICAL ANÁLYSIS OF COMPOSITES RESIN-BASED FILLING MATERIALS

Thales Ribeiro de Magalhães Filho March/2004

Advisor: Marysilvia Ferreira

Célio Albano da Costa Neto Department: Metallurgical and Materials Engineering

The mechanical properties of three different composite polymer for dental application were investigated, namely, ormocer (ADMIRA - VOCO) an organic modified ceramic, packable composite (SUREFIL - DENTSPLY) a Bis-GMA based and hibrid composite (TPH - DENTSPLY) a Bis-GMA based used for anterior and posterior teeth. Microstructure evaluation was carried out by scanning electron and optical microscopy. Additionally, mechanical characterization was performed by measuring compressive strength of the materials after storage in three different condition (no immersion, Coke and distilled water), flexural strength and Vickers microhardness. Statistic meaning of the results was evaluated using ANOVA and tstudent. Weibull statistic was employed to evaluate materials reliability. It was observed that the amount of the fillers are very similar for all materials although the packable composite SUREFIL showed a slightly higher fraction, in volume and weight, of fillers. Electron microscopy also reveled that the size and distribution of the fillers within the polymeric matrix is different for all the three composites. The SUREFIL was found to be more resistant than the ormocer ADMIRA for all the performed mechanical tests. The TPH composite meanwhile was statistically similar to SUREFIL with respect to the compressive behavior, but similar to ADMIRA in the flexural strength. The highest value of Vickers microhardness was observed for SUREFIL, followed by TPH and ADMIRA, corroborating the results for the other mechanical tests. The storage media was found to not affect the compressive strength.

SUMÁRIO:

1.	INT	IRODUÇÃO	. 1
2.	REV	VISÃO DE LITERATURA:	3
2	.1.	Comportamento Mecânico:	3
	2.1.	1. Avaliação mecânica:	7
	Con	npressão	7
	Flex	xão:	10
2	.2.	Propriedades Químicas:	13
	2.2.	1. Resina Compactável:	13
	2.2.	2. Ormocer :	14
2	.3.	Propriedades Mecânicas:	17
	2.3.	1. Resina Compactável:	17
	2.3.	2. Ormocer	19
3.	ME	TODOLOGIA:	21
3	.1.	Caracterização da Microestrutura:	21
3	.2.	Resistência à Compressão:	23
3	.3.	Resistência à Flexão:	27
3	.4.	Microdureza:	30
3	.5.	Análise Estatística:	31
4.	RES	SULTADOS:	32
4	.1.	Microestrutura:	32
4	.2.	Resistência à Compressão:	38
4	.3.	Resistência à Flexão:	44
4	.4.	Microdureza:	50

5.	DIS	CUSSÃO:	. 52
4	5.1.	Efeito da Carga	. 53
	5.2.	Efeito do Meio de Armazenagem	. 58
	5.3.	Efeito da confecção dos CPs	. 59
6.	COl	NCLUSÕES:	. 61
7.	BIB	LIOGRAFIA:	. 62

LISTA DE TABELAS:

Tabela 1- Resultados da resistência á flexão, módulo flexural e média da taxa de
desgaste. (MANHART-2000)
Tabela 2: Compósitos testados e respectivos fabricantes. 21
Tabela 3: Fração em peso e volumétrica da carga e da matriz dos compósitos testados e
densidade dos compósitos (DC = Peso/volume)
Tabela 4: Morfologia, fração volumétrica e em peso da carga dos compósitos testados.32
Tabela 5: Resistência à compressão (RC) em MPa e Razão Tensão/deslocamento da
barra (RTD)
Tabela 6 : Valores médios da Resistência máxima à flexão (RF) em MPa e Média da
Razão Tensão de flexão/deslocamento da barra (RTD)45
Tabela 7: Média dos valores de dureza Vickers

LISTA DE FIGURAS:

Figura 1. Gráfico representativo do comportamento do módulo de elasticidade
versustemperatura para um polímero linear amorfo, mostrando a T_g sob a linha
pontilhada. Pode-se notar uma marcada queda no módulo (WARD, 1995) 4
Figura 2. : Gráfico do módulo de cisalhamento versus temperatura para um polímero
amorfo com diferentes graus de reticulação (NIELSEN, 1994) 5
Figura 3: : Fotomicrografía de um compósito com partículas de cargas irregulares (A) e
com partículas de cargas esféricas (B). (KIM, 2002)7
Figura 4: Corte do modelo de um dente sob força distribuída, A, e sob força
concentrada, B. A maior tensão em B é indicada pelo número de linhas de tensão
(CRAIG et al., 1988)
Figura 5: Gráfico tensão/deformação para uma liga de ferro em tração e compressão
(TIMOSHENKO, 1984)
Figura 6: Gráfico tensão/deformação para um aço estrutural típico em tração
(TIMOSHENKO, 1984)
Figura 7: Diagrama tensão/deformação em compressão para o cobre (TIMOSHENKO,
1984)
Figura 8: Esquema mostrando as diversas tensões que ocorrem em um teste de flexão
de três pontos (PHILLIPS, 1993)10
Figura 9: Esquema da incidência da carga (A) e da impressão quadrada na superfície da
corpo de prova (B) (NBR-6672)12
Figura 10: Esquema da impressão perfeita (a), imperfeita em material mole (b),
imperfeita em material duro (c)12
Figura 11: Reações de hidrólise e condensação da síntese do ormocer (HAAS, 1999). 14
Figura 12: Esquema dos possíveis elementos estruturais do ORMOCER (HAAS, 1999 -
2)15
Figura 13: Exemplos dos precursores do tipo I ao tipo IV do ORMOCER (HAAS,
1999b)16
Figura 14 Esquema do preparo proximal em dente posterior (YAMAN, 2000)18
Figura 15: Corpo de prova incluído para análise da microestrutura22
Figura 16: Matriz metálica utilizada para confecção dos CPs para o teste de resistência
à compressão24

Figura 17: Representação do teste de resistência à compressão dos compósitos25
Figura 18: Máquina INSTRON (4204) utilizada para o teste de Compressão e Flexão.26
Figura 19: Fotografia da matriz de elastômero utilizada para o teste de resistência à
flexão
Figura 20: Esquema de polimerização do CP de Flexão. O retângulo maior representa a
matriz polimérica, as esferas representam o alo de luz do fotopolimerizador e a barra
estreita ao centro representa o CP
Figura 21 – Representação do teste de resistência à flexão dos compósitos29
Figura 22: CPs incluídos para o teste de dureza Vickers
Figura 23: Fotografia do durômetro utilizado para determinação da dureza Vickers31
Figura 24: Porcentagem de carga e matriz em peso dos compósitos
Figura 25: Porcentagem de carga e matriz e volume dos compósitos
Figura 26– EDS do Ormocer Admira
Figura 27: – EDS do Surefil
Figura 28: EDS do TPH35
Figura 29 - Fotomicrografias dos compósitos avaliados: (A) Surefil; (B) Admira; (C)
TPH
Figura 30- Fotomicrografia do Ormocer Admira, apresentando imagem de extensas e
abundantes microtrincas, indicadas pelas setas brancas
Figura 31 Fotomicrografia Surefil apresentando poucas imagens de microtrinca,
indicadas pelas setas brancas
Figura 32– Fotomicrografia do TPH sem imagem sugestiva de microtrincas37
Figura 33: (A)- Fotomicrografia original do Surefil; (B)- Fotomicrografia do Surefil
tratada pelo programa de análise de imagem FOTOSHOP 6.0, nota-se o
desaparecimento das cargas menores e a fusão de algumas cargas
Figura 34: Médias das resistências à compressão (RC) e razão tensão/deslocamento de
travessão (RTD) dos compósitos armazenados em meio seco40
Figura 35: Amostra do Admira em meio seco, mostrando as diversas quedas de tensão.41
Figura 36: Amostra do Surefil em meio seco, mostrando poucas quedas de tensão41
Figura 37: Amostra do TPH em meio seco, mostrando poucas quedas de tensão42
Figura 38: Dispersão dos valores de resistência à compressão dos compósitos43
Figura 39: Normalização da distribuição de dados de resistência à compressão dos
compósitos43

Figura 40: Probabilidade de falha (Pf) vs tensão de compressão dos compósitos,
segundo a estatística de Weibull44
Figura 41: Média da Resistência à Flexão (R_FLEX) e Razão Tensão de
Flexão/deslocamento da barra (R_TF_D) dos compósitos testados46
Figura 42: Curva de Tensão de flexão vs deslocamento dos compósitos: Surefil (A),
TPH (B) e Admira (C)47
Figura 43: Típica curva de Tensão de flexão vs deslocamento do Admira, mostrando as
diversas quedas de Tensão47
Figura 44: Dispersão dos valores de resistência à flexão dos compósitos48
Figura 45: Normalização da distribuição de dados de resistência à flexão dos
compósitos48
Figura 46: Probabilidade de falha (Pf) vs tensão de flexão dos compósitos, segundo a
estatística de Weibull
Figura 47: Fotografia da impressão piramidal regular da dureza Vickers do Surefil50
Figura 48: Média de dureza Vickers de cada material testado51
Figura 49: Dispersão dos valores de dureza Vickers dos compósitos51
Figura 50: Normalização da distribuição de dados de dureza Vickers dos compósitos. 52
Figura 52: Esquema de reação de polimerização do Ormocer Admira em comparação
com um compósito convencional. (Danebrock, M., 2000)54
Figura 53: Dureza vs fração volumétrica da carga nos compósitos

1. INTRODUÇÃO

Os recentes avanços na odontologia relacionados aos materiais restauradores, bem como um substancial aumento na demanda pela estética nos consultórios dentários, estimularam a maior utilização de materiais compósitos resinosos em substituição ao tradicional amálgama.

A evolução dos compósitos, de matriz polimérica, restauradores dentais baseouse em modificações na matriz orgânica e/ou nas partículas de carga. Desde então foram e estão sendo lançados no mercado diversos tipos de compósitos resinosos, que podem ser classificados de acordo com o tamanho médio de suas partículas de carga. Atualmente foram lançadas as resinas compactáveis e o Ormocer, tentando melhorar ainda mais as propriedades mecânicas e sanar o problema de dificuldade de execução. Esses dois tipos de resinas possuem a característica de compactação para facilitar a utilização em dentes posteriores, ou seja, podem ser conformado facilmente em uma cavidade através de pequenas forças de compressão, apesar do material não sofrer diminuição de seu volume. Problemas de microinfiltração foram diminuídos por meio de modernos sistemas de adesão dentinária que produzem retenções micromecânicas confiáveis entre a resina e a estrutura dentária (COBB, 2001). Como não poderia deixar de ser, possuem diversas cores para se assemelharem mais ainda ao dente a ser restaurado. Entretanto, este material, assim como seus precursores, ainda apresenta grande contração de polimerização, coeficiente de expansão térmicas três vezes maior que o do dente e alta taxa de desgaste, principalmente "in vivo" (PHILLIPS, 1993). Sendo assim, o desempenho clínico desse material, na época de sua introdução e atualmente, dificulta a sua utilização como substituto definitivo do amálgama.

O amálgama é um material restaurador direto, durável, barato e de fácil manuseio. Desde a sua introdução, em 1890, sofreu considerável avanço e melhoria de suas propriedades. É um material metálico formado da mistura de uma limalha de prata e mercúrio que nos primeiros cinco minutos, se mostra uma massa plástica capaz de sofrer condensação, facilitando a sua adaptação no preparo dentário. Após endurecimento, se torna resistente aos esforços mastigatórios visto ser proveniente de uma liga metálica à base de prata, estanho e cobre. Alem disso, é pouco sujeita a microinfiltração, pois sofre baixa corrosão no meio bucal, que é suficiente para obliterar o espaço capilar entre a restauração e o elemento dentário (MOTTA, 1991). Esta corrosão, apesar de baixa, agrava o problema da estética, pois freqüentemente escurece a restauração e o dente, dando a impressão de cárie, dentes ruins e "desleixo pessoal".

Dentro desta última aproximação, o estudo dos dois materiais resinosos lançados recentemente no mercado, conhecidos como **resinas compactáveis e Ormocer** (*organic modified ceramic*), se mostra extremamente importante no que tange à solução das solicitações estéticas dos pacientes, sem prejuízo da funcionalidade do elemento dentário. Além disso, a bibliografia escassa demanda estudos urgentes e aprofundados sobre estes materiais.

O fato da resina compactável e o Ormocer possuírem a consistência do amálgama garante boa adaptação, diminui falhas de escultura, contornos deficientes e bolhas de ar, mas não assegura necessariamente resistência suficiente aos esforços mastigatórios, fator este que pode ser limitante na sua utilização. Isto foi confirmado por MOSZNER *et al.* (2001), quando relatam que a durabilidade dos compósitos é de cerca de quatro anos, perdendo para o amálgama que é de cerca de vinte anos.

Dentro deste contexto, este trabalho teve como objetivo a comparação de um compósito híbrido, um compósito compactável e um Ormocer frente às suas propriedades mecânicas, através da análise de suas microestruturas e a realização de testes de compressão, flexão e microdureza para que possamos saber qual material é mais indicado para restaurações diretas em dentes posteriores e até relacionar vantagens e desvantagens.

2. REVISÃO DE LITERATURA:

2.1. Comportamento Mecânico:

O comportamento mecânico dos polímeros, de forma geral, é fortemente dependente da temperatura e da taxa de deformação.

Na formação das cadeias poliméricas, as ligações interatômicas são fortes, do tipo covalente. Entretanto, a interação entre cadeias adjacentes se dá por ligações secundárias, mais fracas do tipo van der Waals, dipolo ou ligações de hidrogênio. Quando aumentamos a temperatura, essas interações são enfraquecidas até o ponto onde o espaço entre as cadeias (volume livre) aumenta, permitindo maior movimentação das mesmas com a diminuição da viscosidade. Isto nos leva a concluir que existe uma determinada temperatura inerente ao material abaixo da qual ele se apresenta rígido e duro, ou seja, no estado vítreo, e acima da qual ele se apresenta mais amolecido, ou seja, no estado borrachoso. A esta temperatura nós chamamos transição vítrea, T_g. Esta T_g está representada sob a linha pontilhada no gráfico da Figura 1 (WARD, 1995). Antes, porém, observamos as transições secundárias que são pequenas quedas no módulo de elasticidade em relação à temperatura que não marcam a transição do estado vítrio para o borrachoso. Com o contínuo aumento da temperatura, observamos as cadeias através de seu movimento natural se desembaraçarem totalmente durante o patamar borrachoso, o módulo de elasticidade sofrendo nova queda e entrando em uma região ainda mais amolecida chamada de líquido viscoso.

No caso das resinas compactáveis e do Ormocer esta dependência é menos intensa, pois estas resinas são reticuladas, ou seja, possuem ligações covalentes entre cadeias. Essas ligações ocorrem devido ao aumento do comprimento e freqüência das ramificações da cadeia principal, até que atinjam duas cadeias também com ligações interatômicas do tipo covalente. O aumento dessas ligações cruzadas leva à formação de uma molécula tridimensional interligada fortemente.



Figura 1. Gráfico representativo do comportamento do módulo de elasticidade versustemperatura para um polímero linear amorfo, mostrando a T_g sob a linha pontilhada. Pode-se notar uma marcada queda no módulo (WARD, 1995).

Quanto maior a incidência de ligações cruzadas, maior o módulo de cisalhamento na região borrachosa , ou seja, acima da T_g , como pode ser facilmente observado no gráfico da Figura 2 (NIELSEN, 1994), que mostra o efeito da densidade de reticulação sobre a curva módulo versus temperatura, onde M_c é a massa molecular média entre as ligações cruzadas (quanto menor M_c, maior a densidade de reticulação). Observa-se no gráfico que, quando a densidade de ligações cruzadas atinge um valor suficientemente alto, a T_g é aumentada e a queda do módulo se dá em temperaturas mais altas. Além disso, a queda do módulo na T_g é menos acentuada e fica evidente um alargamento da região da transição vítrea, devido à heterogeneidade da distribuição das ligações cruzadas. Deve ser observado também que o número de ligações cruzadas, praticamente, não afeta o estado vítreo, ou seja, abaixo da T_g o comportamento é praticamente inalterado pelo valor de M_c.

Quanto ao comportamento mecânico dos polímeros, sabemos que podem apresentar todas as situações entre um sólido elástico e um líquido viscoso. O sólido elástico possui forma definida e, quando sofre tensão, se deforma. Porém, quando a tensão é retirada, ele volta instantaneamente à forma anterior. Já o líquido viscoso não possui forma definida e, quando sofre tensão, se deforma irreversivelmente. O polímero viscoelástico possui uma combinação de ambos os comportamentos, elástico e viscoso, ou seja, quando tensionado, se deforma e quando a tensão é retirada, não recupera totalmente a forma anterior, sendo que, quanto maior for o tempo de aplicação da tensão, maior será a deformação não recuperada ou permanente (ROSEN, 1982).

A temperatura possui relação direta com estes tipos de comportamentos. Para polímeros reticulados abaixo da T_g, como a movimentação das cadeias já está limitada pela própria temperatura, a densidade de reticulação não influi significativamente na deformação permanente. Já, quando se trata de temperaturas mais altas, acima da T_g, a densidade de reticulação aumenta o caráter elástico do material, diminuindo a importância da contribuição do comportamento viscoso. Segundo NIELSEN (1994), quando aumentamos ainda mais o grau de reticulação, o material se torna mais resistente ao escoamento sob tensão, atingindo valores constantes de fluência para testes longos.



Figura 2. : Gráfico do módulo de cisalhamento versus temperatura para um polímero amorfo com diferentes graus de reticulação (NIELSEN, 1994).

Adicionalmente, materiais altamente reticulados possuem baixa capacidade de se deformar plasticamente, pois as ligações cruzadas não podem sofrer relaxação mesmo em temperaturas mais altas, dificultando o movimento das cadeias. Embora essa característica garanta alto índice de resistência ao escoamento e aumente a dureza superficial, principalmente sob temperaturas mais altas e tensões dinâmicas, o que é desejável no meio bucal, confere ao material um comportamento frágil.

A quantidade de carga, a forma e a união desta à matriz resinosa, também afeta as propriedades mecânicas dos compósitos em questão, tais como resistência e módulo flexural, resistência à tração diametral, tenacidade à fratura, resistência à compressão e dureza (KIM, 2002). Isto acontece porque a propagação da trinca se dá em torno da carga. À medida que se insere mais carga, estando esta revestida de um silano que liga a carga à matriz, a propagação desta trinca é dificultada (PHILLIPS, 1998).

Tem havido significantes desenvolvimentos em monômeros resinosos, cargas, agentes de união carga-matriz. Modificações no tamanho, forma e componentes da carga têm aparecido em compósitos resinosos recentemente lançados no mercado. Esses compósitos apresentam, de forma geral, partículas menores e mais esféricas. Além disso, tem sido adicionado, por exemplo, sílica coloidal para melhorar as características de manipulação, itérbio para melhorar o efeito estético e vidro de bário para aumentar a radiopacidade (KIM, 2002).

Segundo MOHSEN (1995), quando a quantidade de carga é aumentada, diminui a absorção de água e aumenta-se a resistência ao desgaste pela escova dentária e pela hidroxiapatita. Quando a absorção de água é menor, o efeito plastificante da água na matriz resinosa e a degradação da interface carga-matriz desses compósitos se dá em menor grau. Segundo SABBAGH (2002), existe uma tendência de diminuição do módulo de elasticidade, quando o compósito de base resinosa restaurador dental é armazenado em água até 12 (doze) meses, mas somente nos primeiros 6 (seis) meses esta diminuição é estatisticamente significativa.

A quantidade de carga de um compósito resinoso é influenciada pela morfologia da carga utilizada. Compósitos que possuem cargas esféricas possuem também a maior quantidade de carga (KIM, 2002). As Figuras 3A e 3B mostram microscopias eletrônicas de varredura para dois compósitos dentários onde se pode distinguir facilmente partículas irregulares e esféricas, respectivamente.



Figura 3: : Fotomicrografia de um compósito com partículas de cargas irregulares (A) e com partículas de cargas esféricas (B). (KIM, 2002)

2.1.1. Avaliação mecânica:

Compressão

No ambiente bucal a tensão de compressão é visualmente a mais incidida durante a mastigação, porém, ao se considerar a natureza inclinada da anatomia dentária, vê-se que a tensão de compressão é rapidamente distribuída pelo dente, como pode ser observado na Figura 4 (CRAIG, 1988), que mostra um corte de um modelo plástico de um dente sob uma força distribuída em A, e a mesma força de maneira concentrada em B. O número de linhas é diretamente proporcional à tensão, e a tensão é inversamente proporcional à área. A força de compressão durante a mastigação fica mais concentrada nas pontas das cúspides com uma área média pequena de 0,039cm², o que aumenta consideravelmente a tensão de compressão. Sabe-se que esta tensão compressiva média fica em 193 MPa (ANUSAVICE, 1998).



Figura 4: Corte do modelo de um dente sob força distribuída, A, e sob força concentrada, B. A maior tensão em B é indicada pelo número de linhas de tensão (CRAIG *et al.*, 1988).

Em testes de compressão onde a tensão (σ) é igual à carga aplicada (P) dividida pela área da secção transversal do corpo de prova (A), $\sigma = -P/A$ (o sinal negativo significa que é uma tensão compressiva), a tensão se distribui uniformemente por toda a secção transversal. O material irá encurtar-se aumentando o seu diâmetro, a sua resistência e descrevendo um gráfico tensão/deformação bem parecido, porém com valores maiores do que aqueles observados no gráfico que descreve o comportamento sob tração. O aumento da resistência advém do fato de que as microtrincas inerentes a um material frágil tendem a fechar sob tensão compressiva e não a propagar. Esse comportamento é exemplificado no gráfico da Figura 5 que mostra uma liga de ferro, fraturando em carga máxima de compressão.

Já num material dúctil, o comportamento tensão-deformação em tração apresenta um perfil totalmente diferente do compressivo. Nos materiais dúcteis quando aplicamos uma tensão de tração, estes tendem a afinar a sua seção transversal e, posteriormente, a formar pescoço, onde ocorrerá a fratura, devido a tendência de abertura e propagação de trincas no material, diminuindo a resistência, como mostra a Figura 6. Já em compressão a sua seção transversal tende a engrossar e a não formar pescoço, devido a tendência de fechamento de trincas no material, porém ocorre uma deformação plástica com aumento da resistência ao deslocamento do travessão até o momento da fratura, como mostra a Figura 7.



Figura 5: Gráfico tensão/deformação para uma liga de ferro em tração e compressão (TIMOSHENKO, 1984).



Figura 6: Gráfico tensão/deformação para um aço estrutural típico em tração (TIMOSHENKO, 1984).



Figura 7: Diagrama tensão/deformação em compressão para o cobre (TIMOSHENKO, 1984).

Flexão:

Segundo TIMOSHENKO (1984), em testes de flexão, devemos considerar uma viga retangular e simétrica de um material frágil confeccionada uniformemente, com propriedades simétricas ao eixo axial mais medial. Com a aplicação da força, o material se curvará muito pouco, porém de uma forma linear, proporcional à superfície neutra, não deformada, mantendo a secção transversal plana, sem curvaturas. A superfície neutra se encontra no centro entre as duas superfícies mais externas da viga, visto que a superfície que sofre a ação direta da força irá encurtar-se, sofrendo uma tensão de compressão, e a superfície oposta irá alongar-se, sofrendo uma tensão trativa como é mostrado esquematicamente na Figura 8 (PHILLIPS, 1993). Portanto, no caso de uma prótese dentária fixa, em algum ponto entre as duas superfícies irregulares mais externas, surgirá uma superfície neutra de tensões e de variações de tamanho, sendo esta proporcional à variação das outras duas superfícies.



Figura 8: Esquema mostrando as diversas tensões que ocorrem em um teste de flexão de três pontos (PHILLIPS, 1993).

A tensão cisalhante na secção transversal em uma viga retangular varia quadraticamente com a distancia da superfície mais externa até o eixo axial neutro (y1), ou seja, varia de acordo com o afastamento da tensão em relação ao eixo neutro. Quanto mais longe do eixo neutro, menor a tensão. Em outras palavras, a tensão é zero na superfície (y1 = h/2) e máxima no eixo neutro (y1 = 0).

O mesmo não acontece com as tensões de compressão e tração, onde seus valores máximos estão mais próximos à superfície e zero no centro.

Microdureza:

Uma das propriedades mais importantes dos materiais restauradores dentários é a dureza. Esta propriedade tem relação tanto com a resistência à compressão como com a resistência à abrasão.

O material restaurador dentário entra freqüentemente em contato com a estrutura mais dura do corpo humano, o esmalte (WEBSTER'S INTERNACIONAL DICCIONARY, 1947). Este contato direto pode resultar em abrasão acelerada do material restaurador ou do próprio esmalte. O teste de dureza como meio de se predizer a resistência à abrasão é limitado. Entretanto, pode se tornar válido quando comparamos materiais com propriedades químicas e físicas semelhantes (ANUSAVICE, 1998).

O teste de microdureza Vickers mostra uma tendência positiva, do ponto de vista dos materiais restauradores dentários, de se correlacionar com a quantidade de carga em peso do material. O aumento da quantidade de carga em peso provoca um aumento da microdureza Vickers e vice-versa (MANHART – 2001). Todo teste de dureza também se relaciona com o grau de polimerização, ou seja, quanto mais polimerizado for o material, maior será a dureza (MASUDA, 1999, XU, 2000).

O princípio do método de microdureza Vickers baseia-se, segundo DIETER (1981), na incidência de uma carga pré-estabelecida sobre a superfície do corpo de prova, durante um certo tempo, através de um penetrador de diamante em forma de pirâmide de base quadrada com ângulo de 136° entre as faces opostas. A impressão terá uma forma quadrada com os comprimentos de suas diagonais idealmente iguais, de acordo com a figura 9.



Figura 9: Esquema da incidência da carga (A) e da impressão quadrada na superfície da corpo de prova (B) (NBR-6672).

A carga a ser utilizada deverá produzir uma impressão mais perfeita possível, onde as laterais da impressão apresentam-se retas. Caso isto não ocorra, ou seja, as laterais apresentarem-se distorcidas (fig. 10), é possível alterar o valor da carga para mais ou para menos (DIETER, 1981). Se o material for muito mole para a carga incidida, poderá ocorrer um afundamento do material em torno das faces do penetrador (fig. 10 b). Se o material for muito duro, para a carga incidida, poderá ocorrer uma aderência do material em torno das faces do penetrador (fig. 10 b).



Figura 10: Esquema da impressão perfeita (a), imperfeita em material mole (b), imperfeita em material duro (c)

2.2. Propriedades Químicas:

Como dito anteriormente, os materiais avaliados neste trabalho são compósitos restauradores dentais diretos de base resinosa, sendo dois com característica compactável (Admira e Surefil) e um convencional (TPH), ou seja, sem essa característica.

As diferenças na composição dos três materiais a serem avaliados neste trabalho estão, principalmente, na presença da cerâmica ligada à cadeia polimérica, no caso do Ormocer, ou simplesmente adicionada como agente de carga, no caso da resina compactável Surefil.

2.2.1. Resina Compactável:

As resinas compactáveis são geralmente compostas de uma matriz polimérica aglutinante, à base de BIS-GMA (Dimetacrilato de glicidila/Bisfenol A) ou UDMA (Dimetacrilato de glicol trietilênico) em cerca de 35% em volume ou 20% em peso, sendo carregadas com cargas a base de silício ou vidros modificados de bário, por exemplo. Outras possuem, além do BIS-GMA, fibras com tamanhos médios de 60-80µm. Também possuem um monômero de baixa viscosidade, como o TEGDMA (trietilenoglicoldimetacrilato), que é adicionado à mistura para facilitar a manipulação pelo odontólogo e aumentar o índice de conversão da resina (STANSBURY, 2001).

Algumas resinas compactáveis não usam o BIS-GMA, como matriz, mas sim um ácido de éster metacrílico multifuncional, também tendo cerca de 65% de carga em peso, conhecido como "Polyglass" (LEINFELDER, 1998).

As cadeias das resinas compactáveis, assim como no Ormocer, formam uma rede de ligações cruzadas tridimensionais que tornam o polímero termofixo e resistente ao escoamento sob tensão.

Algumas resinas compactáveis de baixa qualidade adicionam menor quantidade do diluente TEGDMA, durante o processo de síntese, fazendo com que ela se torne mais consistente sem a adição de mais carga. Com uma relação de carga/matriz resinosa mais baixa, esses compósitos se mostram menos resistentes e impróprios para utilização em dentes posteriores. A redução da viscosidade é significante quando o fabricante adiciona TEG-DMA ao BIS-GMA. Uma mistura de 75% em peso de BIS-GMA e 25% em peso de TEGDMA tem uma viscosidade de 4300 cP, enquanto a viscosidade de uma mistura de 50/50 é de 200 cP (ANUSAVICE, 1998).

2.2.2. Ormocer :

A palavra ORMOCER é uma combinação de três outras palavras inglesas, ORganically MOdified CEramic, que significa uma junção de material inorgânico (cerâmica) e orgânico (monômero).

Diferente dos polímeros convencionais, a estrutura do Ormocer consiste em uma cadeia principal baseada em SiO₂ unido a uma unidade orgânica polimerizável, como, por exemplo, um uretano-dimetacrilato. Esta estrutura pode formar um compósito polimérico tri-dimensional carregado em cerca de 60% em volume ou 77% em peso de agente de carga na sua rede como nos compósitos convencionais (MANHART, 2001).

Segundo palavras do próprio fabricante, VOCO, em seu *folder* de divulgação, o Ormocer Admira consiste em "uma estrutura que funciona como um "arame-farpado", onde o arame é um silicato orgânico modificado e as farpas uma unidade orgânica polimerizável. Sendo em espiral, o "arame farpado" também forma uma rede tridimensional reticulada".

HAAS *et al.* (1999) relataram que o Ormocer pertence aos materiais híbridos com união covalente forte entre as cadeias orgânicas e inorgânicas. Durante o processo Sol-Gel do Ormocer, representado nas equações da Figura 11, a rede inorgânica é a primeira a ser formada e a ligação cruzada orgânica a fase final de cura. Os elementos estruturais do Ormocer são mostrados na Figura 12.

Figura 11: Reações de hidrólise e condensação da síntese do ormocer (HAAS, 1999).

Os precursores utilizados neste compósito molecular podem ser classificados da seguinte maneira:

- ⇒ TIPO I : Formação de redes inorgânicas de sílica baseada na união Si-O-Si.
- ⇒ TIPO II: Formação de redes de outros óxidos inorgânicos além do Si-O-Si.
- ➡ TIPO III: Modificação da rede inorgânica por precursores orgânicos não reativos funcionais.
- ⇒ TIPO IV: Formação da rede orgânica de ligação cruzada.



Figura 12: Esquema dos possíveis elementos estruturais do ORMOCER (HAAS, 1999 - 2).

Os monômeros utilizados para a síntese do Ormocer são alcóxidos de silício, alcóxidos de silício organicamente modificados, alcóxidos de vários outros metais e em alguns casos monômeros orgânicos também. Os precursores tipo I são Si(OMe)₄ ou Si(OEt)₄, onde Me e Et representam metila e etila, respectivamente. Os tipo II são alcóxidos dos metais Al, Zr, Ti, Sn, etc, freqüentemente utilizados como alcóxidos com agentes quelantes para diminuir a alta taxa de hidrólise e reação de condensação de alcóxidos provenientes de elementos com maior eletronegatividade que o Si, servem também para formar as ligações cruzadas inorgânicas. Os tipos III são compostos por grupos alcóxidos para formação da rede inorgânica. Já os do tipo IV servem para as ligações cruzadas orgânicas. Os principais constituintes do Ormocer são mostrados na Figura 13.

Todavia, o processo sol-gel do Ormocer não é somente utilizado para a produção de materiais para recobrimento, mas também para materiais densos e compósitos. Nesse caso as ligações cruzadas orgânicas assumem uma importância crucial. Esses tipos de materiais densos, como os restauradores dentários, podem ser preparados usando o sistema alcóxido de Si acrílico multifuncional (HAAS, 1999b).



Figura 13: Exemplos dos precursores do tipo I ao tipo IV do ORMOCER (HAAS, 1999b).

2.3. Propriedades Mecânicas:

Segundo a literatura (ANUSAVICE, 1998, BUSATO *et al.*, 1996), essas resinas apresentam boa resistência à compressão, à flexão e à tração. Entretanto, deixam a desejar quanto à resistência à abrasão e a contração de polimerização. Esta última dificulta o selamento dente-restauração, facilitando a microinfiltração. Recentes avanços no campo da dureza e adesão à estrutura dentária melhoraram a durabilidade e, conseqüentemente, a confiança do profissional dentista.

2.3.1. Resina Compactável:

A durabilidade das resinas frente aos esforços mastigatórios tem sido o grande desafio da odontologia no que tange à substituição do amálgama.

Seguiram-se LEINFELDER *et al.* (1975), afirmando que a durabilidade das resinas compostas, quando bem indicadas e executadas, corresponde à metade da média de vida clínica das restaurações de amálgama. Dez anos depois, GARONE *et al.* (1989) afirmavam que a durabilidade das restaurações compostas em posteriores era de 10 (dez) anos e sua evolução deve continuar até atingir vida média de 15 anos, já comparável com a do amalgama, que é de cerca de 20 anos.

A durabilidade da restauração está intimamente ligada ao nível de desgaste que sofre por ano. "O problema de desgaste na utilização de resinas compostas para dentes posteriores tem sido consideravelmente reduzido com as novas formulações. No entanto, ainda existem dificuldades em áreas onde há uma alta concentração de tensão (PHILLIPS, 1993)". Considerando que esta afirmação já mostrava o potencial da resina composta há nove anos atrás, e os grandes avanços nos últimos anos, podemos afirmar que a resina composta atualmente possui um nível de confiabilidade ainda maior.

Na busca da maior confiabilidade do dentista na substituição do amálgama pela resina, YAMAN *et al.* (2000) testaram a fixação do amalgama em comparação com compósitos em restaurações classe II (proximal de dentes posteriores), de acordo com Figura 14. A partir da cavidade restaurada em dentes hígidos extraídos, aplicou uma carga para deslocar a restauração. Os compósitos obtiveram maior dificuldade no deslocamento ou fratura da restauração. Este tipo de restauração sofre bastante esforço compressivo, de flexão e desgaste, pois a cúspide do dente antagonista, freqüentemente, incide tensões diretamente sobre ou adjacente a este local.



Figura 14 Esquema do preparo proximal em dente posterior (YAMAN, 2000).

Quanto a resistência à flexão, as resinas compactáveis alcançam os maiores valores, quando comparadas com outros tipos de resinas de restauração direta. Resinas comercialmente conhecidas como SUREFIL e ALERT apresentaram resistência à flexão da ordem de 132MPa e 124,7MPa, respectivamente (MANHART, 2000). Entretanto a resina compactável conhecida como "Poliglass" de nome comercial SOLITAIRE alcança os valores mais baixos em testes de flexão, 113,5MPa (SINHORETI, 2000) ou 81,6MPa (MANHART, 2000), ficando abaixo das resinas compostas híbridas, que são utilizadas em dentes anteriores e posteriores.

Nem sempre podemos traçar uma relação direta entre dureza e desgaste. Como o teste de desgaste "in vitro" não reproduz o real desgaste que acontece na boca, a dureza ganhou grande importância no meio odontológico. Além disso, também está intimamente relacionada com a polimerização do material, mais especificamente com o grau de conversão dos compósitos de base resinosa. Isto pode explicar o porquê da resina compactável ALERT possuir menor dureza, apesar de ser considerada, de uma forma geral, bastante resistente em comparação com outras resinas compactáveis. A ALERT é composta de BIS-GMA e possui fibras de vidro com tamanhos médios de 60-80µm de comprimento e 6µm de diâmetro, que atrapalham a dispersão da luz e, conseqüentemente, diminuem o índice de conversão (LOGUERCIO, 2001).

Nas resinas, a dureza tende a aumentar, quando armazenadas em soro fisiológico até um mês. Depois deste tempo, tende a diminuir, com raras exceções. Entretanto esses valores não são estatisticamente significativos, mesmo para armazenagens até 3 anos. Apurou-se também que a dureza alcança valores maiores, estatisticamente significantes, na face mais próxima da fonte luminosa que polimeriza a resina (MENESES, 2000).

O equipamento emissor de luz (Fotopolimerizador) é um fator muito importante na obtenção da maior dureza da resina. Quanto maior a intensidade de luz e o tempo de exposição à mesma, maior será a dureza da resina. Embora, segundo MASUDA *et al.* (1999), a resina compósita conhecida comercialmente como Z-100 não foi significantemente influenciada pelo tempo de exposição por possuir maior quantidade de radicais livres em sua composição.

A saliva e a água destilada parecem também não influenciar a dureza superficial, principalmente, dos polímeros. Esta inabilidade pode estar relacionada à reação de polimerização das resinas, que se completam em 24h, não permitindo que componentes da saliva, como cálcio e íons fósforo, se depositem na superfície ou sub-superfície do material, como acontece com outros materiais restauradores não resinosos, como o Ionômero de Vidro (OKADA, 2000).

2.3.2. Ormocer

KRON *et al.* (2001), referindo-se ao Ormocer para recobrimento, relataram que a matriz inorgânica confere um aumento significante na resistência à abrasão deste material.

Quanto à resistência à flexão do Ormocer, esta apresenta-se intermediária, quando comparada com outros tipos de resina para restauração direta. Em um teste de flexão de três pontos, de acordo com a especificação n°27 da ADA (Associação Dentária Americana), o Ormocer (DEFINITE – DEGUSSA) apresenta resistência à flexão de 103MPa, assemelhando-se bastante à resina híbrida não compactável, que apresenta um valor de 107,6 MPa, porém abaixo da resina compactável, que apresenta um valor de 132MPa (Tabela 1). A mesma análise dos resultados é apreciada também para o teste de tenacidade à fratura. Estes resultados sugerem que a interação das cargas com a matriz e a quantidade de carga possuem maior influência na resistência à fratura do que a estrutura da matriz em si (MANHART *et al.*, 2000). Esta análise é parcialmente confirmada pelo fabricante, cujos testes apresentaram uma resistência à flexão de 143 MPa e resistência à compressão de 410 MPa ,alcançando valores significativamente maiores, quando comparado com resinas compostas híbridas, que apresentam valores da ordem de 100-125MPa, em um teste regido também pela especificação n°27 da ADA (Admira- VOCO). Entretanto o fabricante não compara estas duas propriedades do Ormocer com nenhuma resina compactável.

Uma análise também muito interessante feita por HAAS (1999a), mostra que, quando aumentamos a densidade de reticulação, o módulo de Young aumenta e o coeficiente de expansão térmica diminui, ou seja, quando diminuímos, de 13 átomos para 11 átomos, o comprimento do espaço entre as ligações cruzadas das cadeias orgânica-inorgânica do Ormocer, o módulo de Young passa de 1290 para 2030 MPa e o coeficiente de expansão térmica passa de 95 para 86 X 10⁻⁶ k⁻¹ para uma faixa de temperatura de 0 a 50°C.

Vale a pena ressaltar que o Ormocer é um material relativamente recente no mercado, principalmente o utilizado na odontologia. Com isso a literatura é escassa e a necessidade de estudos mais aprofundados se torna premente.

COMPÓSITOS	RESISTÊNCIA À FLEXÃO (MPA)	MÓDULO FLEXURAL (GPA)	MÉDIA DA TAXA DE DESGASTE(µm ³ ciclo ⁻¹⁾
Solitaire	81,6 MPa ± 10,0	4,4 GPa ±0,3	1591
Definite	103 MPa ± 9,9	6,3 GPa ±0,9	2763
Surefil	132 MPa ±14,3	9,3 GPa ±0,9	3028
ALERT	124 MPa ±22,1	12,5 GPa ±2,1	8275
Tetric Ceram	107,6 MPa ±11,4	6,8 GPa ±0,5	5417
Ariston pHc	118,1 MPa ±10,5	6,3 GPa ±0,8	7194

Tabela 1- Resultados da resistência á flexão, módulo flexural e média da taxa de desgaste. (MANHART-2000).

3. MATERIAIS E MÉTODOS:

Foram avaliados três compósitos resinosos: um compactável, de nome comercial SUREFIL, um à base de Ormocer, de nome comercial ADMIRA e um compósito resinoso híbrido, de nome comercial TPH, como sumarizado na Tabela 2. Foram selecionadas cores semelhantes para diminuir a influência do aditivo responsável pela coloração da resina no índice de conversão polimérica, já que esses materiais são fotopolimerizáveis.

	TIPO DE	FABRICANTE	LOTE
	COMPÓSITO		
TPH	Convencional Híbrido	DENTSPLY,	22076
		Petrópolis, RJ, Brasil	
SUREFIL	Compactável	DENTSPLY,	10712
		Petrópolis, RJ, Brasil	
ORMOCER	CERÂMICA	VOCO, Cuxhaven,	20030
	MODIFICADA	Alemanha	

Tabela 2: Compósitos testados e respectivos fabricantes.

3.1. Caracterização da Microestrutura:

Para a caracterização da microestrutura foram produzidos dois CPs de cada material, utilizando-se uma matriz plástica de 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. Após a fotopolimerização uma das amostras foi seccionada transversalmente. O material foi embutido, em resina epóxi fria, de modo que a superfície transversal e a longitudinal ficassem expostas, como mostrado na figura 15. Essas amostras sofreram polimento criterioso com lixas 200, 400, 600, 1000 em seqüência e pasta de diamante com granulação de 1µm.

Todas as amostras foram observadas e fotografadas, para posterior análise de cargas e eventuais trincas, em microscópio ótico da marca OLIMPUS, modelo BX60M, e microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca ZEISS, modelo DSM940A. Nesse último caso os CPs foram metalizados com ouro e colados a uma placa metálica com cola de prata, para estabelecer o contato elétrico e permitir a visualização das superfícies dos CPs. No MEV foi realizado análise por energia dispersiva de raios X (EDS) para análise qualitativa dos componentes dos compósitos testados.



Figura 15: Corpo de prova incluído para análise da microestrutura.

A quantificação da porcentagem de carga em cada material foi feita por calcinação. Uma amostra de cada material foi previamente pesada e colocada em forno a 600°C por três horas, para completa queima da matriz resinosa, e novamente pesada. Adicionalmente foram medidas as dimensões dos CPs antes e depois da queima, utilizando-se um micrômetro MITUTOYO com 0,001 mm de precisão. Para a obtenção da fração em peso da carga e matriz de cada material foi utilizada a relação da equação

1 e 2 (Kim-2002). Para a obtenção da fração volumétrica da carga e matriz foi utilizada a equação 3 e 4 (Kim-2002).

- Fração de Peso(FP):

a) Carga:
$$FPc = Peso final/Peso Inicial$$
 (1)

b) Matriz:
$$FPm = 1 - FPc$$
 (2)

- Fração Volumétrica (FV):

a) Matriz:
$$FVm = (\% Peso \ da \ Matriz \ x \ Dc)/Dm$$
 (3)

b) Carga:
$$FVc = 1 - FVm$$
 (4)

Onde:

$$Dc$$
 (Densidade do Compósito) = Peso Inicial/Volume
g/cm³ Dm = Densidade da Matriz = 1,23 (Kim-2002)

Assumiu-se o mesmo valor de densidade da matriz para todos os compósitos testados.

Foi utilizado também o programa Photoshop 6.0 para tratamento das imagens digitalizadas, ou seja, transformação das cores dessas imagens em escala de cinza para imagens binárias, preto e branco. Em seguida, foi utilizado o programa Global-Lab para quantificação da carga e matriz dos compósitos testados.

3.2. Resistência à Compressão:

Os CPs para avaliação da resistência à compressão foram confeccionados de acordo com a especificação nº 27 da ADA.

Inicialmente, confeccionou-se cinco matrizes metálicas cilíndricas de 4 mm de diâmetro e 6 mm de comprimento, mostradas na Figura 16. As superfícies internas das

matrizes foram polidas com lixa de granulação 600 para permitir a remoção dos CPs com maior facilidade e dar às superfícies laterais dos mesmos um melhor acabamento.



Figura 16: Matriz metálica utilizada para confecção dos CPs para o teste de resistência à compressão.

O material foi então vazado até o completo preenchimento das matrizes. Em cada uma das superfícies das matrizes foi colocada uma tira transparente de poliéster e, sobre estas, duas placas de vidro. Antes da emissão de luz (fotopolimerização) os CPs sofreram uma pequena pressão para remoção do excesso. O uso das tiras de poliéster e placas de vidro transparentes garantem uma superfície lisa e plana, além de permitir que a luz halógena, utilizada para a fotopolimerização, atinja os CPs. A fotopolimerização foi realizada em cada uma das duas pontas por 60 segundos. Após esse tempo, a matriz foi aquecida em estufa a aproximadamente 200°C por 30 segundos para provocar uma pequena dilatação e permitir a remoção do CP com facilidade e sem danos.

Antes da realização dos ensaios, o diâmetro e o comprimento de cada amostra foram medidos com um micrômetro PEACKOC de precisão 0,01 mm e as bases metálicas do dispositivo foram forradas com uma película de teflon para diminuir o atrito com a superfície do compósito durante a compressão. A Figura 17 mostra o CP posicionado ao centro das bases metálicas do dispositivo, pronto para o prosseguimento do teste de compressão.


Figura 17: Representação do teste de resistência à compressão dos compósitos.

Os materiais a serem testados foram divididos em três grupos de acordo com o tipo de material: - grupo 1 – resina compactável (SUREFIL), grupo II – Ormocer (ADMIRA) e grupo III – resina convencional híbrida (TPH). Cada grupo foi dividido em três sub-grupos. O sub-grupo I não sofreu nenhum tipo de tratamento ou armazenagem em meio especial. O sub-grupo II foi armazenado em água destilada por 40 dias. O sub-grupo III foi armazenado em Coca-Cola também por 40 dias. Os meios de armazenagem foram renovados a cada três dias. Foi utilizado um número médio de 10 amostras por sub-grupo, porém alguns dados tiveram que ser descartados, devido a se apresentarem totalmente discrepantes com a normalidade dos dados obtidos. Sendo assim, alguns grupos apresentam quantidades diferentes de CPs em relação a maioria. O Admira armazenado em água destilada (Admira–Água) possui 8 CPs, o Admira armazenado em meio seco (Admira-Seco) possui 11 CPs, o TPH armazenado em meio seco (TPH-Seco) possui 12 CPs, o TPH armazenado em água (TPH–Água) possui 9 CPs.

O teste de resistência à compressão foi realizado em uma máquina Instron 4204, mostrada na Figura 18, com célula de carga de 5KN e velocidade de 1,0 mm/min. Para o cálculo da RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO, σ_c , foi utilizada a seguinte equação:

$$\sigma c = \frac{F}{3.14d^2 / 4} \tag{5}$$

Onde F = Força máxima em Newton exercida



d = diâmetro da amostra em metros

Figura 18: Máquina INSTRON (4204) utilizada para o teste de Compressão e Flexão.

Para análise dos resultados, além da resistência à compressão, foi utilizada a razão entre a tensão de compressão (MPa) e o deslocamento do travessão (mm) de cada amostra na porção linear da curva, definida entre 0,5 e 1,5 mm de deslocamento. Este dado foi utilizado em substituição ao módulo de elasticidade que é diretamente dependente da deformação do CP. Como neste estudo não foi utilizado extensômetro, não foi possível medir a deformação do CP.

3.3. Resistência à Flexão:

Os CPs para ensaio de flexão foram confeccionados a partir de modelos padrões de resina acrílica com 30 mm de comprimento, 4 mm de largura e 4 mm de altura. Utilizou-se um silicone de duplicação Stern Tek (Sterngold – Alemanha) para moldagem dos modelos padrão. Para tanto, utilizou-se uma pequena caixa de resina com tampa como moldeira. No fundo desta caixa foi confeccionado um furo de aproximadamente 20 x 3 mm, para permitir o preenchimento com o silicone. Os modelos de resina acrílica foram colados na face interna da tampa e esta adaptada à caixa. O preenchimento foi feito sob pressão em câmara de compressão a ar (Norgren, USA), por um período de 20 minutos, à pressão de 60 psi. Ao remover a tampa junto com o modelo de resina acrílica, a matriz estava pronta como é mostrado na Figura 19.

O material foi vazado na matriz até completo preenchimento. Sobre ele foi colocada uma tira de poliéster transparente para permitir a fotopolimerização e formação de uma superfície o mais lisa possível, e sobre esta tira uma placa de vidro, para permitir que o material sofresse uma pressão uniforme para remoção do excesso e planificação da superfície.

A fotopolimerização foi realizada em três etapas visto que o comprimento do corpo de prova é de 30 mm e o diâmetro da ponta do fotopolimerizador 10 mm. não sendo portanto possível a exposição em toda extensão da superfície em uma única vez. Iniciou-se a fotopolimerização de uma das extremidades da amostra que foi exposta à luz por 60 segundos. Em seguida, moveu-se o aparelho para região imediatamente adjacente repetindo-se o procedimento, como mostrado no esquema da Figura 20. Tomou-se cuidado para minimizar a área com dupla exposição. O CPs foram removidos

facilmente da matriz flexível, para a polimerização da superfície oposta, também seguindo o mesmo procedimento.

Antes da realização dos ensaios as dimensões (altura, largura e comprimento) de cada amostra foram medidas com um micrômetro PEACKOC de precisão 0,01 mm.



Figura 19: Fotografia da matriz de elastômero utilizada para o teste de resistência à flexão.



Figura 20: Esquema de polimerização do CP de Flexão. O retângulo maior representa a matriz polimérica, as esferas representam o alo de luz do fotopolimerizador e a barra estreita ao centro representa o CP.

O teste de flexão de três pontos foi realizado em uma máquina Instron 4204 com célula de carga de 1KN, velocidade de 0,5 mm/seg e 56% de umidade. O dispositivo confeccionado possui dois suportes cilíndricos de 2 (dois) mm de diâmetro e permite uma distancia de 20 mm entre os pontos centrais dos suportes, de acordo com a Figura 21.

O calculo da RESISTÊNCIA FLEXURAL, σ_f , foi feito segundo a equação abaixo:

$$\sigma f = \frac{3Fl}{2bh^2} \tag{6}$$

onde:

F é a carga máxima, em Newton, exercida sobre a amostra;

l é a distancia em milímetros entre os suportes, com precisão de $\pm 0,01$ mm;

b é a largura da amostra, em milímetros, medida imediatamente antes do teste;

h é a altura da amostra, em milímetros, medida imediatamente antes do teste.



Figura 21 – Representação do teste de resistência à flexão dos compósitos.

Para análise dos resultados, além das resistências à flexão, foi utilizada a razão entre a tensão de flexão (MPa) e o deslocamento do travessão (mm) de cada amostra adquirido através do mesmo procedimento do teste de compressão.

3.4. Microdureza:

Para os ensaios de microdureza Vickers foram utilizados os CPs previamente ensaiados em flexão, sendo selecionadas as parte não envolvidas diretamente nas superfícies fraturadas. As amostras selecionadas foram embutidas em resina epóxi fria, de modo que a superfície que entrou em contato com a tira de poliéster, durante a confecção do CP, ficasse exposta também para o teste de dureza. Para tanto, foi utilizado um anel de PVC de aproximadamente 3 cm de diâmetro. Uma das extremidades foi fechada com uma fita adesiva e aderida a esta fita os CPs selecionados. A resina epóxi foi vertida preenchendo completamente o anel. Após o endurecimento da resina, a fita adesiva foi removida e as faces dos CPs ficaram expostas, prontas para o polimento. Foram incluídas quatro (4) amostras de cada tipo de material, totalizando 12 amostras, de acordo com a Figura 22. O polimento criterioso foi feito com lixas 200, 400, 600, 1000 em seqüência e pasta de diamante com granulação de 1µm.



Figura 22: CPs incluídos para o teste de dureza Vickers.

O durômetro utilizado foi da marca E. LEITZ WETZLAR, Alemanha (Figura 23). Foram realizadas quatro edentações em cada amostra aplicando-se uma carga de 50 g durante 30 seg., totalizando 16 edentações em cada material. As diagonais foram medidas e o valor de microdureza obtido da tabela de dureza Vickers.



Figura 23: Fotografia do durômetro utilizado para determinação da dureza Vickers.

3.5. Análise Estatística:

Foram realizadas análises estatísticas dos dados utilizando a tabela ANOVA de dois fatores para os testes de compressão, flexão e dureza e teste t-student. Um programa de computador, chamado STATISTICA, foi utilizado para auxílio e obtenção dos gráficos necessários.

Também foi utilizado a estatística de Weibull, que associa a probabilidade de falha de um material para uma dada tensão aplicada. Em nosso estudo foram utilizados os valores de tensão referentes ao primeiro evento de fratura, que é caracterizado pela queda da carga na curva tensão/deformação.

4. **RESULTADOS**:

4.1. Microestrutura

Para a análise da microestrutura foi feita a calcinação das amostras e cálculo das densidades, fração em peso e fração volumétrica de cada material, de acordo com o item 3.1 da metodologia. Os resultados estão mostrados nas Tabela 3 e 4. A Tabela 3 mostra a fração em peso e volumétrica da carga e da matriz, bem como a densidade dos compósitos testados (DC = massa/volume). A Tabela 4 mostra os dados fornecidos pelos fabricantes referentes à morfologia, a fração volumétrica e em peso da carga dos compósitos testados.

	Quantificação da Carga		Quantificação		
	Fração em peso	Fração volumétrica	Fração em peso Matriz	Fração volumétrica	Densidade g/ cm ³
	Carga	Carga		Matriz	
SUREFIL	0,79	0,65	0,20	0,34	2,08
TPH	0,73	0,58	0,26	0,41	1,93
ORMOCER	0,73	0,62	0,26	0,38	1,76

Tabela 3: Fração em peso e volumétrica da carga e da matriz dos compósitos testados e densidade dos compósitos (DC = Peso/volume).

*	Morfologia da Carga	Carga Fração volumétrica		
		Fração em peso		
		Fração em peso Carga	Fração volumétrica Carga	
ТРН	Irregular	0,77	0,57	
SUREFIL	Irregular	0,81	0,65	
ORMOCER	Irregular	0,78	0,61	

* Dados fornecidos diretamente pelos fabricantes.

Analisando a tabela 3, observamos que o Surefil é a resina compósita de maior densidade, seguida do TPH e por fim o Ormocer. Por conseguinte, notamos que o material que possui a maior densidade (Surefil) também apresenta a maior fração em peso e em volume de carga, facilmente visualizada nas Figuras 24 e 25, respectivamente. Entretanto o Admira, apesar de ser o material menos denso, apresenta fração em peso e em volume de carga menor que o Surefil e maior que o TPH. Comparando-se os valores obtidos experimentalmente com os dados fornecidos pelos fabricantes apresentados na Tabela 4, observa-se pequena variação de valores, mas a relação entre densidade e fração de carga permanece a mesma.



Figura 24: Porcentagem de carga e matriz em peso dos compósitos.



Figura 25: Porcentagem de carga e matriz e volume dos compósitos.

Para comparação da composição química da carga dos compósitos, bem como para investigação da rede inorgânica pré-polimerizada do Ormocer, foi feito EDS em cada material. Podemos observar nas Figura 26, 27 e 28, que os espectros dos EDS de cada material são muito semelhantes, não sendo possível detectar a estrutura inorgânica do Ormocer. Pode-se notar que o pico maior correspondente ao Silício, constituinte da sílica coloidal utilizada como carga, é extremamente semelhante entre os compósitos e o Ormocer Admira. Os outros picos menores correspondentes ao bário, constituinte dos vidros de bário, muito utilizados como carga (PHILLIPS, 1998), também se apresentam com grande semelhança entre os compósitos investigados.



Figura 26- EDS do Ormocer Admira



Figura 27: - EDS do Surefil

Figura 28: EDS do TPH

A Figura 29 mostra as microscopias eletrônicas de varredura para as resinas compósitas, o que permite a observação da morfologia e distribuição das cargas no Surefil identificado pela letra A, no Ormocer Admira identificado pela letra B e no TPH identificado pela letra C. Observa-se que as partículas de cargas dos três compósitos se apresentam com formas irregulares e grande variação de tamanhos. Já o Surefil apresentou algumas partículas bem maiores em relação a sua maioria, quando comparada com o TPH e Admira.



Figura 29 – Fotomicrografias dos compósitos avaliados: (A) Surefil; (B) Admira; (C) TPH.

Nagarajan *et al* (2004) quando da análise da microestrutura de três tipos de compósitos resinosos, também chegou a conclusão que o TPH possui uma distribuição de tamanho de cargas bastante homogênea, de cerca de 5µm. Entretanto, por causa de algumas cargas extremamente pequenas, com menos de 1µm, fica muito difícil conseguir uma boa definição do MEV.

Observando-se micrografias de outras regiões do compósito Admira, nota-se grande incidência de microtrincas, como pode ser visto na Figura 30. Estas falhas são provenientes de falhas de adesão carga/matriz, ocasionadas provavelmente pela contração de polimerização, já que a amostra observada não sofreu nenhum tipo de teste mecânico. Essas microtrincas se apresentaram em alta concentração e grande extensão, quando comparadas com o Surefil (Fig. 31) e TPH (Fig. 32).



Figura 30– Fotomicrografia do Ormocer Admira, apresentando imagem de extensas e abundantes microtrincas, indicadas pelas setas brancas



Figura 31– . Fotomicrografia Surefil apresentando poucas imagens de microtrinca, indicadas pelas setas brancas.



Figura 32- Fotomicrografia do TPH sem imagem sugestiva de microtrincas.

Quando foram utilizados os programas Photoshop 6.0 e GlobalLab no presente trabalho, observou que a grande variação nos tamanhos das cargas nos compósitos estudados dificultava demais a avaliação quantitativa da sua microestrutura. Tais programas se tornam instrumentos de pouquíssima precisão, já que na transformação da imagem em escala de cinza para uma imagem binária em preto e branco, as cargas menores se perdem e muitas outras cargas aparecem com suas imagens fundidas às outras cargas, como mostra a Figura 33, não sendo assim possível, a recuperação destas cargas menores ou a separação das cargas fundidas. Desta forma, a caracterização da microestrutura, através deste método, pode se tornar equivocada.



Figura 33: (A)- Fotomicrografia original do Surefil; (B)- Fotomicrografia do Surefil tratada pelo programa de análise de imagem FOTOSHOP 6.0, nota-se o desaparecimento das cargas menores e a fusão de algumas cargas.

4.2. Resistência à Compressão:

Os valores de tensão sob compressão com o deslocamento do travessão para os materiais compósitos nos diferentes meios de armazenagem foram obtidos em libra por polegada, sendo convertidos para Newton por milímetro. O valor da resistência à compressão foi e calculado de acordo com a equação 5. A montagem dos gráficos, para análise do comportamento mecânico e obtenção da razão tensão/deslocamento do travessão, foi feita utilizando-se o programa EXCEL. Os valores médios da resistência à compressão (RC) e da razão tensão/deslocamento (RTD) estão expostos na Tabela 5, com o respectivo desvio padrão mostrado entre parênteses. Nota-se o valor altíssimo do desvio padrão, indicando grande dispersão de dados.

	ÁGUA		COCA-COLA		MEIO SECO	
	RC	RTD	RC	RTD	RC	RTD
	(MPa)	(MPa/mm)	(MPa)	(MPa/mm)	(MPa)	(MPa/mm)
TPH	219 ± 103	502 ± 106	183 ±66	430 ± 75	206 ± 65	454 ± 40
SUREFIL	181 ± 35	621±81	204 ±44	629 ± 73	193 ±41	634 ± 58
ORMOCER	93 ±41	338 ±83	104 ±46	312 ±111	117 ±47	358 ±95

Tabela 5: Resistência à compressão (RC) em MPa e Razão Tensão/deslocamento da barra (RTD).

Os meios de armazenagem não se mostraram estatisticamente influentes nas propriedades mecânicas dos compósitos testados. Entretanto, os materiais entre si mostram diferenças estatisticamente significantes.

Observa-se em primeiro lugar que o TPH apresenta média maior em relação ao Surefil, apesar de, de forma geral, apresentar um alto desvio padrão. Por outro lado, quando se observa a razão tensão/deslocamento, o Surefil apresenta média maior que o TPH, mas também com alto desvio padrão. Já o Admira é menos resistente à compressão que os outros materiais, com valores menores tanto em resistência à compressão como em razão tensão/deslocamento. Isso pode ser facilmente observado no gráfico da Figura 34, que mostra as médias das resistências à compressão, indicadas pela linha contínua e as médias das razões tensão/deslocamento do travessão, indicada pela linha tracejada, dos materiais testados em meio seco.



Figura 34: Médias das resistências à compressão (RC) e razão tensão/deslocamento de travessão (RTD) dos compósitos armazenados em meio seco.

Além disso, quando analisamos o gráfico tensão de compressão/deslocamento do travessão do Admira (Figura 35), este mostra uma curva com o comportamento típico observado para o material, porém bastante inconstante em comparação com o do Surefil (Figura 36) e TPH (Figura 37), ou seja, com muitas quedas abruptas de tensão, sugerindo defeitos internos do CP. Durante a realização do teste do Admira, observouse intenso desprendimento de pequenas lascas da borda do material. O mesmo não foi observado com tanta intensidade nos testes do TPH e do Surefil.



Figura 35: Amostra do Admira em meio seco, mostrando as diversas quedas de tensão.



Figura 36: Amostra do Surefil em meio seco, mostrando poucas quedas de tensão.



Figura 37: Amostra do TPH em meio seco, mostrando poucas quedas de tensão.

Outro fator importante observado foi a alta dispersão dos dados. Mesmo padronizando todo o processo de confecção dos CPs, a variação dos valores de resistência à compressão dos três materiais testados foi muito grande, tanto para as amostras armazenadas em meio seco como nas armazenadas em meios úmidos, como indicado pelos elevados valores de desvio padrão.

Para facilitar a percepção da grande variação dos dados, estes foram organizados através de gráficos que demonstram os valores máximo, médio e mínimo, bem como a quantidade de valores compreendidos entre 25% e 75% maior que o valor mínimo, chamados de percentil.

A Figura 38 mostra bastante claramente a alta dispersão dos dados do Admira, TPH e Surefil, já que os valores máximos e mínimos estão bem distantes dos compreendidos entre 25% e 75%. Pode-se observar neste gráfico, também, a proximidade das médias do TPH com o Surefil e a menor resistência à compressão do Admira. Não obstante, o gráfico da Figura 39 demonstra a normalidade da distribuição dos dados. Quando, no gráfico, os dados de resistência à compressão são correlacionados com os escores normais e acompanham a linha reta traçada, denota que a variação dos valores, apesar de grande, está dentro da normalidade, aumentando a sua confiabilidade, de acordo com Hogg (1987). Este mesmo tipo de raciocínio também foi utilizado para os testes de flexão e dureza.



Figura 38: Dispersão dos valores de resistência à compressão dos compósitos



Figura 39: Normalização da distribuição de dados de resistência à compressão dos compósitos.

A Figura 40 mostra o valor da probabilidade de falha em função da tensão de compressão aplicada (WEIBULL, 1951). Os compósitos Surefil e TPH, para um determinado valor de tensão, apresentam uma probabilidade de falha menor do que o Admira. Contudo, a dispersão dos valores é praticamente a mesma para os três materiais. Cabe ressaltar que o tipo de comportamento observado é similar ao encontrado nos materiais cerâmicos de forma geral.



Figura 40: Probabilidade de falha (Pf) vs tensão de compressão dos compósitos, segundo a estatística de Weibull.

4.3. Resistência à Flexão:

Os valores de tensão sob flexão com o deslocamento do travessão para os materiais compósitos nos diferentes meios de armazenagem foram obtidos em libra por polegada, sendo convertidos para Newton por milímetro. O valor da resistência à flexão foi e calculado de acordo com a equação 6. A montagem dos gráficos, para análise do comportamento mecânico e obtenção da razão tensão de flexão/deslocamento do travessão, foi feita através dos programas EXCEL e ORIGIN. Os dados estão expostos

na Tabela 6, com respectiva média e desvio padrão. Nota-se, a exemplo da resistência à compressão, o altíssimo desvio padrão, indicando grande dispersão de dados.

TPH		SUREFIL		ADMIRA	
RF	RTD	RF	RTD	RF	RTD
(MPa)	(Mpa/mm)	(MPa)	(Mpa/mm)	(MPa)	(Mpa/mm)
112 ±11	191 ±33	186 ±33	219 ±25	116 ±24	184 ±22

Tabela 6 : Valores médios da <u>Resistência máxima à flexão (RF)</u> em MPa e Média da <u>Razão Tensão de flexão/deslocamento da barra (RTD)</u>.

O Surefil se mostra estatisticamente mais resistente à flexão que o Admira e TPH, sendo estes dois últimos aproximadamente iguais, apesar do Admira possuir maior média. Quanto à razão tensão de flexão/deslocamento, o mesmo foi observado, com o Surefil possuindo a maior razão e o TPH e o Admira aproximadamente iguais, porém, neste caso, o TPH possui a maior média. Comparando os gráficos das médias de resistência à flexão e razão tensão de flexão/deslocamento do travessão, expostos na Figura 41, podemos ter a perfeita noção da maior resistência do Surefil e da similaridade do TPH e Admira.



Figura 41: Média da Resistência à Flexão (R_FLEX) e Razão Tensão de Flexão/deslocamento da barra (R_TF_D) dos compósitos testados.

Analisando os gráficos tensão de flexão/deslocamento do travessão da Figura 42, que refletem o comportamento típico dos materiais, onde o gráfico A refere-se ao Surefil, o B ao TPH e o C ao Admira, percebe-se nitidamente que os três compósitos possuem comportamento linear elástico característico de um material frágil, porém os gráficos de algumas amostras do Admira desenvolvem diversas quedas de tensão, típicas de pequenos crescimentos de trincas e retenção (fenômeno chamada de POP-IN), pois as trincas já existiam, como mostrado na Figura 30. Este típico comportamento do Admira é representado pelo gráfico da Figura 43. Entretanto este tipo de comportamento não foi observado em nenhuma das amostras do TPH e do Surefil.



Figura 42: Curva de Tensão de flexão vs deslocamento dos compósitos: Surefil (A), TPH (B) e Admira (C).



Figura 43: Típica curva de Tensão de flexão vs deslocamento do Admira, mostrando as diversas quedas de Tensão.

Os dados do teste de flexão também apresentaram menor dispersão que o teste de compressão, porém ainda assim considerável, como mostra o gráfico da Figura 44. Nota-se também a menor dispersão do TPH

A exemplo do teste de compressão os dados apresentaram normalidade na sua distribuição, como mostra o gráfico da Figura 45, onde foi adotado procedimento semelhante no teste de compressão.



Figura 44: Dispersão dos valores de resistência à flexão dos compósitos.



Figura 45: Normalização da distribuição de dados de resistência à flexão dos compósitos.

A Figura 46 mostra o valor da probabilidade de falha em função da tensão de flexão aplicada.

O compósito Surefil, para um determinado valor de tensão, apresenta uma probabilidade de falha menor do que o Admira e TPH. Contudo, a dispersão dos valores é praticamente a mesma para os três materiais. Para a analise do gráfico da Figura 46, podemos utilizar o mesmo raciocínio do teste de compressão.



Figura 46: Probabilidade de falha (Pf) vs tensão de flexão dos compósitos, segundo a estatística de Weibull.

4.4. Microdureza:

Para a obtenção dos dados de microdureza Vickers, foi observado criteriosamente se as laterais das impressões estavam regulares e retas, como exemplificado na Figura 47.



Figura 47: Fotografia da impressão piramidal regular da dureza Vickers do Surefil.

A média dos resultados obtidos de cada material e respectivo desvio padrão estão expostos na Tabela 7.

Tabela 7: Média dos valores de dureza Vickers.

	SUREFIL	TPH	ADMIRA
DUREZA	78 ±7	62 ±9	57 ±5
VICKERS			

Após a análise dos dados, podemos dizer que o Surefil possui um valor de dureza maior que o TPH que por sua vez possui um valor maior que o Admira. Isto pode ser melhor visualizado através da Figura 48, que mostra a média de cada material testado.

Podemos observar também, através da Figura 49, a grande dispersão dos dados adquiridos, como ocorrido nos dois testes anteriores. Porém a normalidade da distribuição dos dados é atestada na Figura 50.



Figura 48: Média de dureza Vickers de cada material testado.



Figura 49: Dispersão dos valores de dureza Vickers dos compósitos.



Figura 50: Normalização da distribuição de dados de dureza Vickers dos compósitos.

5. DISCUSSÃO:

Como a popularidade das restaurações estéticas cresceu durante os últimos anos, os clínicos têm expressado grande preocupação com a fratura sob cargas oclusais. Entretanto, a bibliografia ainda é muito escassa, dado ao pouco tempo de utilização dos compósitos estéticos de matriz resinosa para dentes posteriores, bem como a grande diversidade de marcas disponíveis no mercado. Esta escassez de bibliografia se agrava quando o assunto é o Ormocer, o mais atual dos compósitos resinosos para dentes posteriores.

5.1. Efeito da Carga

O tamanho e distribuição das cargas nos compósitos dentários são determinantes das propriedades dos mesmos. Segundo LEINFELDER (1985), para diminuir a taxa de desgaste devemos diminuir o tamanho das partículas e aumentar a quantidade de carga inorgânica. A avaliação quantitativa da microestrutura por meio de análise de imagens, através de programas como Photoshop 6.0, pode levar a conclusões equivocadas ou pouco esclarecedoras. Este tipo de análise foi feita por Cuppelo (2003), chegando a mesma conclusão. De fato, de acordo com LAMBRECHTS *et al.* (1987) a quantidade de informação gerada sobre os vários produtos do mercado é, de forma geral, muito confusa e a classificação de diferentes compósitos de base resinosa de acordo com os seus resultados laboratoriais não necessariamente reflete sua performance clínica. Desta forma, dados laboratoriais mais confiáveis são fundamentais no auxílio do desenvolvimento de materiais dentários mais eficientes.

O método de calcinação, não forneçe informações completas sobre a morfologia, tamanho e distribuição das cargas, mas permite uma avaliação confiável da quantidade de carga e matriz no material. Os dados da quantidade de carga em peso e volume obtidas neste trabalho são similares aos valores obtidos, através da calcinação, por Kim e Okuno (2002), porém são um pouco inferiores aos divulgados pelos fabricantes, expostos na tabela 5. Já a diferença de quantidade de carga tanto em volume como em peso, de cerca de 6%, entre o Surefil (Dentsply) e o TPH (Dentsply) também é confirmada pelo fabricante.

O valor inferior da densidade pode ser um indicativo da presença da rede inorgânica do Ormocer Admira. Os grupos metacrilatos ligados a esta cadeia inorgânica atuam como espaçadores resultando em uma menor densidade após polimerizados. O esquema de polimerização mostrado na Figura 52 demonstra este raciocínio.



Figura 51: Esquema de reação de polimerização do Ormocer Admira em comparação com um compósito convencional. (Danebrock, M., 2000).

Quando relacionamos a quantidade de carga com a dureza Vickers percebemos a influência da carga nas propriedades mecânicas dos materiais. No gráfico da Figura 53 o Surefil que possui a maior dureza dos compósitos testados, também possui a maior fração volumétrica de carga. Entretanto, o Ormocer Admira que possui a menor dureza dos compósitos testados, possui fração volumétrica de carga maior e fração em peso igual ao do TPH que possui valores intermediários de dureza. Isto sugere que a polimerização da matriz do Ormocer Admira pode ser dificultada por causa da menor mobilidade das cadeias, devido à pré-polimerização, dada a relação direta da dureza com o grau de polimerização dos compósitos resinosos (MASUDA *et al*, 1999).



Figura 52: Dureza vs fração volumétrica da carga nos compósitos.

Esta correlação entre a dureza e quantidade de carga é muito importante para o entendimento da influência da microestrutura nas propriedades mecânicas do material. Dentro deste mesmo raciocínio, Willems *et al* (1992), diz que o teste de dureza Vickers ilumina as propriedades mecânicas do material investigado, devido, segundo O'Neil (1967) a relação que existe entre a dureza e outras propriedades mecânicas. Neste trabalho, tal raciocínio se fez realidade, já que o Surefil, além de possuir a maior dureza Vickers, como já foi dito anteriormente, também possui as melhores propriedades mecânicas dos materiais testados. Entretanto, uma ressalva é preciso ser feita quanto à resistência à compressão que fundamentalmente é a habilidade do material de resistir a tensões verticais (Willems *et al*, 1992), o que é extremamente desejável em áreas de altas tensões como nos dentes posteriores. Segundo Li *et al* (1985) a resistência à compressão sofre uma influência direta da quantidade de carga inorgânica do compósito, ou seja, alta quantidade de carga leva a uma alta resistência à compressão.

apesar de estatisticamente insignificante, que o Surefil, sendo que o TPH possui cerca de 6% menos de carga em peso e volume que o Surefil. Este último porém, possui média um pouco maior quando se trata da razão tensão de compressão/deslocamento da barra, apesar de ainda assim estatisticamente igual. Isto nos mostra que não só a quantidade de carga é importante para a melhoria das propriedades mecânicas, mas a distribuição mais homogênea da carga, assim como a sua forma, tamanho e adesão carga matriz, como foi mostrado no estudo da microestrutura e confirmado por Manhart *et al* (2000), também são de importância crucial. Nagarajan *et al* (2004) dizem que também o tipo de matriz resinosa, composição da carga e grau de polimerização possuem extrema importância nas propriedades mecânicas dos compósitos.

Quando se avalia o efeito da quantidade de carga no comportamento em flexão dos compósitos estudados, observa-se que o Surefil que possui a maior quantidade de carga em peso e volume, também mostrou a maior resistência à flexão. Já o TPH e Admira com quantidades semelhantes de carga, também apresentaram resistência à flexão estatisticamente iguais.

Quanto à razão tensão de flexão/deslocamento do travessão, que possui relação direta com o módulo de elasticidade, o Surefil manteve a melhor performance seguido de longe pelo TPH e Admira, cujos valores são estatisticamente iguais. Resultados similares também foram obtidos por SABBAGH *et al* (2002) quando comparou diversos tipos de compósitos resinosos compactáveis e convencionais quanto ao seu módulo de elasticidade. Sabbagh ainda demonstrou uma importante influência da microestrutura, através de gráficos relacionando a porcentagem de carga em peso e volume com o módulo de elasticidade, onde quanto maior a quantidade de carga em peso, necessariamente, maior o módulo de elasticidade.

Manhart *et al* (2000) testando a resistência à flexão de diversos materiais, inclusive de uma marca comercial de Ormocer, chamada DEFINITE, também obteve resultados melhores para o Surefil. Assim como outros autores e o presente trabalho, Manhart também relacionou esses melhores resultados à alta quantidade de carga tanto em peso como em volume do Surefil. Já Xu *et al* (2003) dizem que esta correlação é verdadeira somente para compósitos resinosos com o mesmo tipo e tamanho médio de carga, pois para diferentes tipos de compósitos esta correlação é complicada.

De acordo com Kim, *et al* (2002) a forma da partícula tem crucial importância nas propriedades mecânicas do compósito resinoso, já que em seu trabalho encontrou os menores valores de resistência à flexão, modulo flexural e dureza para os compósitos com cargas pré-polimerizadas, valores intermediários para compósitos com cargas irregulares e os maiores valores para compósitos com cargas esféricas. Os compósitos resinosos, Surefil, TPH e Admira testados para esta dissertação possuem cargas irregulares.

TURKUN, *et al* (2003) relataram que o Surefil alcança sua compactabilidade através do uso de extensa variação de partículas de carga com formatos irregulares e tamanhos diferentes, que os fabricantes dizem provocar um "engrenamento" entre as partículas menores e maiores. Isto pode ser alcançado devido a grande variação no tamanho das partículas (0,04-10 μ m), segundo Combe e Burke (2000), com as partículas maiores prevenindo o movimento das menores.

57

5.2. Efeito do Meio de Armazenagem

Quando levamos em consideração os meios de armazenagem em que os compósitos foram mantidos, não conseguimos obter nenhuma diferença significante na resistência à compressão entre os diferentes meios. Tal resultado também foi obtido por ABU-BAKR *et al* (2000) quando comparou a resistência à compressão de um compósito resinoso convencional com compósitos resinosos modificados por poliácidos. Os materiais foram armazenados em água destilada, suco de laranja, whisky e coca-cola. É interessante observar entretanto, que no mesmo estudo, o teste de dureza Vickers detectou diferença significante para os diferentes meios de armazenagem. Foi observado que os materiais armazenados em água destilada apresentaram maior dureza, seguidos pelos armazenados em whisky e com menor dureza os armazenados em suco de laranja e coca-cola. Isso sugere que o efeito do meio pode estar ligado a um efeito de superfície, o que seria detectado pelo ensaio de dureza e não pelos ensaios de compressão e flexão. Em nosso estudo, o teste de dureza não foi realizado para os diferentes meios de armazenagem, mas sugere-se este ensaio para trabalhos futuros.

Jandt *et al* (2000) acharam diferença estatisticamente significante entre as resistências à compressão de compósitos armazenados por 6 e 72 horas em água destilada a 37°C, sendo que tempos mais longos resultaram em maior resistência à compressão. Eles também detectaram uma diferença pequena, porém significante, entre compósitos de cores diferentes, tendo testado um compósito de cor amarelo claro, conhecido como A2, e um de cor amarelo escuro, conhecido como A4.

Segundo MENESES *et al* (2000) a bibliografía sobre a influência da armazenagem por alguns anos na dureza dos compósitos resinosos é pequena em razão das exigências dos prazos a serem cumpridos. Em seu trabalho, Meneses armazenou

diversos compósitos resinosos em soro fisiológico a 37°C por três anos, chegando a conclusão de que todos os compósitos testados toleraram bem o meio de armazenagem.

Observa-se assim, que o efeito do meio nas propriedades das resinas compósitas dentárias é ainda controverso e requer estudos e metodologias bem definidas para uma avaliação confiável.

5.3. Efeito da confecção dos CPs

Durante a confecção dos CPs para o teste de flexão, tivemos dificuldade de conseguir uma polimerização uniforme. Os CPs sofreram irradiação em três etapas, uma ao lado da outra, sem espaço entre elas. Porém segundo Manhart *et al* (2000) a intensidade de luz não é uniforme por todo o diâmetro da ponta do fotopolimerizador, ficando assim duas áreas possivelmente menos irradiadas que poderiam influenciar nos resultados. Como o próprio Manhart relatou esta dificuldade e a especificação nº 27 da ADA sugere que a fotopolimerização seja feita desta maneira, me parece lícito concluir que por enquanto esta dificuldade é um problema sem solução.

Segundo Opdan *et al* (2002) a confecção dos corpos de prova de compósitos resinosos em várias camadas, provoca uma redução na resistência à flexão. Esta redução é mais intensa quando se trata dos compósitos resinosos compactáveis, devido a maior incidência de vazios ou porosidades e menor adesão entre as camadas. O oxigênio existente nesses vazios e porosidades diminui o grau de polimerização afetando as propriedades mecânicas do material (FEILZER *et al*, 1993). Já Huysmans *et al* (1996) relataram que a resistência à compressão não é afetada pela técnica de confecção em camadas, conhecida como técnica incremental.

Os CPs da presente dissertação foram confeccionados em uma única camada. Entretanto, não há como evitar o processo de polimerização em várias etapas, já que para a maioria dos autores, como Anusavice (1998), este tipo de processo garante boa adesão entre as camadas, devido justamente a pouca polimerização da camada superficial por causa do oxigênio. Além disso, a polimerização em camadas, chamada de técnica incremental no meio odontológico, garante menor efeito da contração de polimerização e facilidade de execução da restauração (Chen *et al*, 2001).
6. CONCLUSÕES:

- Dos compósitos avaliados, o Surefil, de forma geral, mostra as melhores propriedades mecânicas. Entretanto, devido ao alto índice de dispersão nos resultados obtidos, observa-se poucas diferenças estatisticamente significativas entre os mesmos.
- A pequena superioridade observada para o Surefil pode estar associada à maior fração de carga, em peso e volume, presente no material.
- A resistência à flexão é mais influenciada pela quantidade de carga do que a resistência à compressão. Fato este que pode ser comprovado através dos resultados do TPH que apesar de possuir a menor quantidade de carga em peso e volume, alcança a maior resistência à compressão, igualando-se estatisticamente ao Surefil, que possui a maior quantidade de carga tanto em peso como em volume. Já na resistência à flexão o TPH alcança os menores resultados, apesar de estatisticamente iguais ao Ormocer Admira, que possui quantidade de carga intermediária tanto em peso como em volume.
- O meio de armazenagem não altera significativamente a resistência à compressão.
- A análise estatística de Weibull demonstrou que a curva de probabilidade de falha em função da tensão para os compósitos testados tem comportamento similar ao de cerâmicos, ou seja, a probabilidade de falha aumenta continuamente com a tensão, apresentando um valor finito mesmo a tensões muito baixas

7. **BIBLIOGRAFIA:**

- ABU-BAKR, N., HAN, L., OKAMOTO, A., et al. Changes in the properties and Surface Texture of Compomer Immersed in Various Media, *J. prost. Dent*, v.84, n.4, pp.444-451, Oct. 2000.

- ADA COUNCIL ON DENTAL BENEFIT PROGRAMS Statement on posterior resin-based composites , *JADA*, v.129, Nov. 1998.

- AMERICAN NATIONAL STANDARD/ AMERICAN DENTAL ASSOCIATION, ANSI/ADA specification n°27: Resin-based filling materials., Chicago, 1993.

- BRITISH STANDARD INSTITUTION. BS 5199: Resin-based dental filling materials. UK 1975.

- BRITISH STANDARD INSTITUTION. BS EN 24049: Resin-based dental filling materials (class B). UK 1975.

- ASTM, E384-99e1: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials., West Conshohocken, PA. 2001.

- ANUSAVICE, K. J., *MATERIAIS DENTÁRIOS-PHILLIPS*, 10ed. RJ, Ed. Guanabara Koogan 1998.

- BAGIS, Y. H., RUEGGEBERG, F. A., "The effect of post-cure heating on residual, unreacted monomer ina commercial resin composite", *Dental Materials*, v. 16, pp. 244-247, 2000.

 BARRO, G.A.B. – "Alternativas restauradoras estéticas em el sector posterior – La Operatória Dental e Fins del Milênio".In.: *I Reunion latinoamericana de operatória Dental y Biomateriales - Ass. Peruana de Odontologia Rest. y Biomateriales*, v.1,n.1 pp.40-43. 1997. - BROSH, T., GANOR, Y., BELOV, I., et al., "Analysis of strength properties of lightcured resin composites", *Dental Materials*, v.15, pp.174-179, 1999.

- BRYANT, R. W. – "Direct Posterior Composite Resin Restoration: A Resin, 1, Factors Influencing Cose Selection" - *Aust. Dent. J.*, v. 37, n. 2, pp. 81-7, Apr. 1992.

- BUSATO, A. L. S., BARBOSA, A. N., BUENO, M., et al. - *Dentística, Restauração em Dentes Posteriores.* 1.ed. SP, Ed. Artes Médicas, 1996.

- CARDOSO, F. A. et al. "Resina Composta em Dentes Posteriores" *Rev. Bras. Odont.*, v.42, n.4, pp. 91-3, maio/junho, 1986.

 CASTRO FILHO, A. A., GARCIA, M. I., NEISSER, M. P., "Resistência `a flexão de Materiais Restauradores Estéticos indiretos", *RPG Revista Pós Grad.*, v.7, n.2, pp.120-124, abr./jun. 2000.

- CHEN, H. Y., MANHART, J., HICKEL, R., et al., "Polymerization contraction stress in light-cured packable composite resins", *Dental Materials*, v. 17, pp. 253-259, 2001.

 CHRISTENSEN, J. G. "Amálgama versus resina composta", JADA, v.2, n.2, pp.34-39 abril 1998.

CHRISTENSEN, J. G "Durabilidade versus estética na dentística restauradora" *JADA*,
v.1, n.1, pp. 63-64, set./out. 1998.

- COBB, D. S., MACGREGOR, K. M., VARGAS, M. A., et al, "As Propriedades Físicas das Resinas Compostas Posteriores Compactáveis e Convencionais: Uma Comparação", *JADA-Brasil*, v.4, n.1, pp.13-18, jan./fev. 2001. - COMBE EC; BURKE FJ; "Contemporary resin-based composite materials for direct placement restorations: packables, flowables and others". *Dent Update*; v. 27, pp. 236-38, 2000.

- CORRÊA, I.C., Influência das Dimensões dos Espécimes e Tratamento Térmico Pósativação na Resistência à Flexão de uma Resina Composta, M.Sc. dissertação, FO-USP, São Paulo, SP, Brasil, 2000.

- CRAIG, R.G, O'BRIEN, W.J., POWERS, J.M., et al., *Materiais Dentários*, 8 ed., RJ., Editora Guanabara, 1988.

- CUPELLO, R.C.T., Análise comparativa das propriedades mecânicas de dois compósitos para uso indireto em restaurações dentárias, Dissertação de MSc, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2003.

- DANEBROCK, M; <u>http://www.dentalproducts.net/xml/display.asp?file=772</u>, Maio, 2000.

- DEPRE, L., INGRAM, M., POINSIGNON, C. et al., "Próton Conduction sulfon/sulfonamide functionalized materials based on inorganic-organic matrices", *Electrochimica Acta*, v. 45, pp. 1377-1383, 2000.

- DIETER, G. E., Metalúrgica Mecânica, 2ed. RJ, Ed. Guanabara Koogan, 1981.

- DIETSCH, D., SPREAFICO, R., *Restaurações Adesivas (Conceitos Atuais para o Tratamento Estético de Dentes Posteriores)* 1Ed, SP, Ed. Quintessence, 1997.

- ELLIOTT, J. E., LOVELL, L. G., BOWMAN, C. N., "Primary cyclization in polymerization of bis-GMA and TEGDMA: a modeling approach to understanding the cure of dental resins", *Dental Materials*, v. 17, pp. 221229, 2001.

- FEILZER, AJ; DE GEE, AJ; DAVIDSON, CL; "Setting stresses in composites for two different curing modes", *Dent Mater*, v. 9, pp. 2-5, 1993.

FRANCO, EB; SIQUEIRA, AF; LOPES, LG et al; "Resinas Compostas "Condensáveis" X Resinas Compostas Híbridas", *JBC*, v. 5, n. 30, pp. 487-90, nov/dez, 2001.

- FREIBERG, R. S., FERRACANE, J. L., "Evaluantion of Cure, Properties and Wear Resistance of Artglass Dental Composite", *American Journal of Dentistry*, v. 11, n. 5, Oct. 1998.

- GARONE FILHO, W. "Resina composta : futuro da Odontologia", *Rev. Bras. Odont.*, v.46, n.5, p.51-4, set/out, 1989.

- HAAS, K. H., SCHWAB, S. A., ROSE, K., et al. "Functionalized coating with vapor deposited inorganic thin films", *Surf.and Coat. Tec.*, v. 111, pp. 72-79, 1999.

- HAAS, K. H., WOLTER, H., "Synthesis, properties and application of inorganicorganic copolymers (ORMOCER®s)", *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, v. 4, pp. 571-580, 1999.

- HOGG, R. V.; LEDORTER, J.; "Engineering Statistics", 1ed. EUA, MACMILLAN, 1987.

- HUYSMANS, MCDNJM; VARS, PGT; VAN DE LAUTENSHLAGER, EP et al; "The influence of clinical handling on flexural and compressive strength of posterior composite restorative materials", *Dental Materials*, v. 12, pp. 116-20, 1996.

- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, *ISO-4049: Resin-based filling materials.*. Switzerland 1988. - IORIO, P. A. C., Dentística Clínica – Adesiva e Estética, 1ed. SP, Ed. Santos, 1999.

- IÓRIO, P.A.C., IÓRIO JR, P.A.C. "Uma nova opção para restaurações estéticas em dentes posteriores: as resinas compactáveis(de alta densidade)", *Revista da Faculdade de Odontologia de Valênça*, v. 2, n. 2, pp.2-7, Jan/Jul. 1998.

- JANDT, K. D., MILLS, R. W., BLACKWELL, G. B., et al. "Deph of Cure Compressive strength of Dental Composites Cured with Blue light Emitting Diodes(LEDs)", *Dental Materials*, v.16, pp.41-47, 2000.

- JORDAN, P. S., SUZUKI, A. P., "Posterior Composite Resin", J. Prost. Dent., v.37, n.3, pp.302-9, out. 1989.

- KALLIYANA K., V., YAMUNA V., "Efect of initiator concentration, exposure time and particle size of the filler upon the mechanical properties of a light-curing radiopaque dental composite", *Journal of Oral Reabilitation*, v.25, pp. 747-751, 1998.

- KELSEY, W. P., LATTA, M. A., SHADDY, R. S., et al. "Physical properties of three packable resin-composite restorative materials", *Operative Dentistry*, v.25, n.1, pp.331-335, 2000.

- KIM, KH; ONG, JL; OKUNO,O; "The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites", *J. prost. Dent*, v.87, n.6, pp. 642-49, 2002.

- KRON, J., SCHOTTNER, G., DEICHMANN, K.J., "Glass design via hybrid sol-gel materials", *The Solid Films*, v. 392, pp. 236-242, 2001.

- LAMBRECHTS, P; BRAEM, M; VANHERLE, G; "Evaluation of clinical performance for posterior composite resins and dentin adhesives", *Oper Dent*, v. 12, pp. 53-78, 1987.

- LEINFELDER, K. F. "A report on a New Condensable composite Resin", *Compendium*, v.19, n.3, pp. 230-238, March 1998.

- LEINFELDER, K. F. "New developments in resin restorative systems", *JADA*, v.128, n. 5, pp.573-81, May 1997.

- LEINFELDER, K. F. "Clinical evaluation of composite resin as anterior and posterior restorative material", *J. prost. Dent*, v.33, n.4, pp. 406-16, Apr. 1975.

- LI, Y; SWARTZ, ML; PHILIPS, RW et al, "Effects of filler content and size on properties of composites", *J. Dent Res*, v. 64, pp. 1396-401, 1985.

- LITZ, R., "Ormocer Filling of Posterior Teeth", Dentistry, v.19, pp. 56-57, Oct. 2000.

 LOGUERCIO, A. D., REIS, A., POSKUS, L. T. et al, "Avaliação de Propriedades Mecânicas de Diferentes Resinas Compostas", *RBO*, v.58, n.6, pp. 382-385, nov./dez.
 2001.

- MANHART, J., CHEN, H.Y., HICKEL, R., "Propriedades dos materiais resinosos compactáveis para restaurações posteriores", *JADA-Brasil*, v.4, n.4, jul/ago. 2001.

- MANHART, J., KUNZELMANN, K. H., CHEN, H. Y., et al. "Mechanical Properties and Wear Behavior of Light-Cured Packable Composite Resins", *Dental Materials*, v.16, pp. 33-40, 2000. - MASUDA, M. S, MALUF, W. I., MUENCH, A, "Dureza Knoop de Resina Compostas em Função do Tempo de Irradiação, das Espessuras das Camadas, da Idade e da Profundidade", *RPG*, v.6, n.1, pp. 25-30, jan./mar. 1999.

- MENESES, M. A., MUENCH, A., MASUDA, M. S., et al. "Dureza knoop de Resinas Compostas em Função de Três Anos de Armazenagem e da Profundidade", *Revista da Faculdade de Odontologia de Passo Fundo,* v.5,n.1, pp. 33-36, jan/jun. 2000.

- MINGUEZ, N et al; "Advances in the history of composite resin", *Journal of the history of dentistry*", v. 51, n. 3, pp. 103-05, nov, 2003.

- MOHSEN, NM; CRAIG RG. "Hydrolytic stability of silanated zirconia-silica-urethane dimethacrylate composites", *J Oral Rehabil*, v. 22, pp. 213-20, 1995.

 MONDELLI, J. "Restauração de Resina Composta em Dentes Posteriores: Sim ou Não" In: BOTINO, M. A. *Atualização na clínica odontológica*, 1 Ed., cap. 7, SP. Ed. Artes Médicas, 1992.

- MOSZNER, N., SALZ, U., "New developments of polymeric dental composites", *Prog. Polym. Sci.*, v. 26, pp. 535-576, 2001.

- MOTTA, R. G., Aplicações Clínicas dos Materiais Dentários, 1ed. RJ, Ed. EPUC, 1991.

- NAGARAJAN V. S.; JAHANMIR S.; THOMPSON VAN P.; "In vitro contact wear of dental composites", *Dental Materials*, v. 20, pp. 63-71, 2004.

- NARTALLO, P. E., MACCHI, R., "Estudio Comparativo in vitro/Clínico de Resinas Compuestas para Sector Posterior", *Rev. Asoc.Odontol. Argent.*, v.80, n.3, Julio/Sep. 1992.

- NASH, R. W., LOWE, R. A., LEINFELDER, K., "O Uso de Compósito Compactável em Restaurações Posteriores Diretas", *JADA-Brasil*, v.4, n.5, pp.263-268, Set./Out.
2001.

- NIELSEN, L. E., LANDAU, R. F., *Mechanical Properties of Polymers and Composites*, 2 ed, New York, Marcel Dekker Inc, 1994.

- OKADA, K., TOSAKI, S., HIROTA, K., et al., "Surface Hardness Change of Restorative Filling Materials Stored in Saliva", *Dental Materials*, v.17, pp.34 -39, 2001.

- O'NEILL, H. "Hardness relations with other physical properties". In: *Hardness measurement of metals and alloys*. 2nd edition. London, Chapman and Hall Ltd, pp. 191-207, 1967.

- OPDAM, NJM; ROETERS, JJM; JOOSTEN, M et al; "Porosities and voids in Class I restorations placed by six operators using a packable or syringable composite", *Dental Materials*, v. 18, pp. 58,63, 2002.

- 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, pp. 447-452, 2000.

- PHILLIPS, R W., Skinner - Materiais Dentários, 9ed., RJ, Ed. Guanabara Koogan, 1993.

- ROSEN, S. L., *Fundamental Principles of Polymers Materials*, 1ed, New York, John Wiley & Sons, 1982.

- SABBAGH, J; VREVEN, J; LELOUP, G; "Dynamic and static moduli of elasticity of resin-based materials", *Dental Materials*, v. 18, pp. 64-71, 2002.

- SILVA, S. A., Avaliação da microdureza superficial de resinas compostas condensáveis submetidas à diferentes tratamentos superficiais. Tese de DSc, USP, São Paulo, SP, Brasil, 2000.

 SINHORETI, M. A. C., SALVIO, L. A., CONSANI, S., et al. "Avaliação da Resistência à flexão de Materiais Restauradores Diretos" *Biosci J.*, v.16, n.1, pp. 53-62, June 2000.

- STANBURY, J. W; DICKENS, S. H., "Network formation and compositional drift during photo-initiated copolymerization of dimethacrylate monomers", *Polymer*, v. 42, pp. 6363-6369, 2001.

- SULLIVAN, J. D.; LAUZON, P. H.; "An Experimental Probability Estimators for Weibull Plots", *J. Mater. Sci. Lett.*, v. 5, pp. 1245-1247, 1986.

- SUN, J. G., CHAE, K. H., "Properties of 2,3-butanedione and 1 –phenyl- 1,2propanedione as new photosensitizers for visible light cured dental resin composites", *Polymer*, v. 41, pp. 6205-6212, 2000.

- THOMPSON, V. P., WILLIANS, E. F., WILLIAM, J. B. "Dental resin with reduced shrinkage during hardening", *J. Dent. Res.*, v. 58, n.5, pp. 1522-32, May 1979.

- TIMOSHENKO, S. P, GERE, J.,., *Mechanics of Materials*, 2ed. Massachusetts, PWS-KENT, 1984.

- TRUSTRUM, K.; JAYATILAKA, A. DE S.; "On Estimating the Weibull Modulus for a Brittle Material"; *J. Mater. Sci.*, 14, pp. 1080-84, 1979.

- TURBINO, M. L., SANTOS, L. A., MATSON, E., "Microdureza de resina composta fotopolimerizável: a cor da matriz experimental pode alterar os resultados dos testes", *Pesqui Odontol Brás*, v.14, n.3, pp. 232-236, Jul/Set. 2000.

- TURKUM, LS; TURKUM,M; OZATA, F; "Dois anos de avaliação clinica de uma resina composta compactável"; *JADA-Brasil*, v. 6, n. 5, pp. 278-84, set-Out, 2003.

- WARD, IM et al, *Mechanical Properties of Solid Polymers*, 2^a ed, New York, USA, 1985.

- WEBSTER'S New International Diccionary of the English Language, 2^aed., Springfield, Mass., USA, G&C Merroan Co. Publisher, pp 841, 1947.

- WEIBULL, W.; "A Statistical Distribution Function of Wide Applicability"; J. Appl. Mech., v.18, pp. 293-297, Sep, 1951.

- WILLEMS, G; LAMBRECHTS, P; BRAEM, M et al; "A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics", *Dent Mater*, v. 8, pp. 310-319, Sep, 1992.

- XU, H. H. K., EICHMILLER, F. C., ANTONUCCI, J. M., et al. "Dental Resin Composites Containing Ceramic Whiskers and Precured Glass Ionomer Particles", *Dental Materials*, v.16, pp.356-363, 2000. - XU, H. H. K., SMITH, D. T., SCHUMACHER, G. E., et al., "Indentation Modulos and Hardness of Whisker-Reinforced Heat-Cured Dental Resin Composites", *Dental Materials*, v.16, pp.248-254, 2000.

- XU, X; BURGESS, JO; "Compressive strength, fluoride release and recharge of fluoride-releasing materials", *Biomaterials*, v. 24, pp. 2451–2461, 2003.

- YAMAN, S. D., YETMEZ, M., TÜRKÖZ, E., et al. "Fracture Resistance of Class II Approximal Slot Restorations", *J. prost. Dent*, v.84, n.3, pp.297-302, Sep. 2000.