

COMPARAÇÃO IN VITRO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE DOIS
COMPÓSITOS ODONTOLÓGICOS COM PARTÍCULAS NANOMÉTRICAS

Camila Dolavale Mayworm

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.

Aprovado por:

Prof. Fernando Luiz Bastian, Ph.D.

Prof^ª. Maria José Santos de Alencar, D.Sc.

Prof. Sérgio Álvaro de Souza Camargo Júnior, D.Sc.

Dr. Enrique Mariano Castrodeza, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

FEVEREIRO DE 2005

MAYWORM, CAMILA DOLAVALE

Comparação in vitro das Propriedades
Mecânicas de Dois Compósitos
Odontológicos com Partículas
Nanométricas [Rio de Janeiro] 2004

XVII, 134 p. 29,7cm (COPPE/UFRJ,
M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de
Materiais, 2005)

Tese - Universidade Federal do Rio de
Janeiro, COPPE

1. Compósitos odontológicos com
partículas nanométricas

2. Propriedades mecânicas

3. Análise microestrutural

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, **Anésio e Virgínia**, pelo amor que me dedicaram.

Ao meu noivo, **Wagner**, devido ao seu incondicional apoio, estímulo e certeza do sucesso no término desta árdua tarefa.

Os três formam um triângulo de sustentação que me apoiou nos bons e nos maus momentos. Formando sempre uma seta que, direcionada para cima, me impulsiona com estímulo e dedicação.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Professor Fernando Luiz Bastian, pela dedicação incansável a seus alunos, compreendendo as dificuldades individuais e orientando a todos com firmeza e paciência. Obrigada por fazer-nos acreditar que somos capazes.

À Professora Renata Antoun Simão pela paciência e ajuda fundamental para a realização da análise microestrutural em Microscopia de Força Atômica. Essencial para a melhor compreensão dos materiais em estudo.

À Professora Maria Helena Miguez da R. Leão pela dedicação e ensinamentos na produção da saliva artificial e por permitir a utilização de seu laboratório. Sem sua participação metade dessa pesquisa estaria comprometida.

Ao Professor Sérgio Álvaro de Souza Camargo Júnior pela dedicação e atenção na realização dos ensaios de desgaste. E ao laboratório de superfícies e filmes finos.

Ao Professor Vítor J. R. Pita por possibilitar a realização dos ensaios mecânicos dessa pesquisa.

Aos Professores Luiz Marcelo M. Tavares e Verônica Maria de Araújo Calado que souberam ter inteligência para, de um modo simples, ensinar os caminhos da estatística.

Aos Professores do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Glória Dulce de Almeida Soares, Luiz Henrique de Almeida, Luis Carlos Pereira, Fernando Costa e Silva Filho, Marysilvia Ferreira, Maria Cecília de Souza Nóbrega, pela dedicação e compreensão durante o curso.

Aos Doutores Enrique M. Castrodeza e Alexandre N. de Souza pelas orientações, comentários e discussões ao longo desse trabalho.

Ao Protético Renan H. Bela por possibilitar a confecção dos moldes para os corpos de prova em seu laboratório.

Aos amigos Ledjane Lima Sobrinho, Eliana, Dauton, Bianca Wagner, Renata Albuquerque, Marcelo Beltrão, Marília Beltrão, Michele Vionet, Tais Munhoz, Fernando Stavale, Aline Raybolt, Alysson Bueno, Patrícia Gobby, Eduardo Roizman, Eliana, pela amizade, compreensão e ajuda diante de tantas dificuldades.

Aos funcionários do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Cláudia S.F. Fialho, Jackson Belmiro, Júlio Ferreira, Nelson S. Aguiar, Osvaldo Pires Filho, Robson A. dos Santos, Alecir Z. de Oliveira, Laércio Rosignoli Guzela, Paulo Roberto de Jesus Menezes, Reinaldo Antonio Sales Ribeiro, João Gomes e João Silva, por estarem sempre dispostos a ajudar.

Às minhas irmãs, Márcia e Natália, que me apoiaram em momentos difíceis.

Ao Instituto de Macromoléculas pela possibilidade de realização dos ensaios mecânicos.

Ao Instituto Militar de Engenharia (IME) pela realização dos ensaios de microdureza.

Ao CNPq pelo apoio financeiro durante o desenvolvimento dessa pesquisa.

À CAPES e à FAPERJ pela concessão da bolsa de estudos.

A todos, que direta ou indiretamente colaboraram para a realização dessa pesquisa, o meu carinho e gratidão.

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

COMPARAÇÃO IN VITRO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE DOIS COMPÓSITOS ODONTOLÓGICOS COM PARTÍCULAS NANOMÉTRICAS

Camila Dolavale Mayworm

Fevereiro/2005

Orientador: Fernando Luiz Bastian

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O presente estudo teve como objetivo comparar *in vitro* o comportamento mecânico de dois compósitos odontológicos nanoparticulados – *Esthet X*[®] (Dentsply) e *Filtek Supreme*[®] (3M) – antes e após envelhecimento em saliva artificial durante 62 dias a 36°C. Vinte e oito barras de cada material foram confeccionadas de acordo com os fabricantes – uma com dimensões de 4x4x30mm, doze com 4x8x35mm e quinze com 4x8x30mm – além de seis amostras cilíndricas para cada material (4mm de diâmetro e 6mm de altura) para o ensaio de compressão. A microestrutura foi caracterizada por microscopia ótica, eletrônica de varredura e de força atômica, além de análises em XPS e EDS. O teste de microdureza Vickers foi realizado com três amostras (4x8x15mm) de cada material (12 endentações). O ensaio de compressão foi realizado apenas para as amostras não envelhecidas em saliva. A partir dele, calculou-se o limite de resistência, a deformação e o módulo de elasticidade em compressão. O ensaio de tenacidade à fratura foi realizado com aplicação de carga a três pontos em seis amostras de cada material (4x8x35mm) com um entalhe de corte simples. No ensaio de desgaste utilizou-se três amostras (4x8x30mm) de cada material e foi do tipo abrasão de três corpos. Os dados foram analisados estatisticamente utilizando ANOVA. Concluiu-se que o *Esthet X*[®] apresenta partículas com diâmetro médio menor do que o *Filtek Supreme*[®]. Porém, as técnicas precisam ser melhoradas a fim de aprimorar a visualização das nanopartículas. O *Esthet X*[®] apresentou valores superiores ao *Filtek Supreme*[®] para dureza, limite de resistência à compressão, tenacidade à fratura e desgaste. O envelhecimento em saliva artificial não provocou influência significativa na tenacidade à fratura. Ele causou aumento na resistência ao desgaste e tornou semelhante a dureza dos compósitos.

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

COMPARATIVE ANALYSIS OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF TWO
DENTAL COMPOSITES WITH NANOFILLER PARTICLES

Camila Dolavale Mayworm

February/2005

Advisor: Fernando Luiz Bastian

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The mechanical properties of two dental composites with nanofiller particles were investigated – *Esthet X*[®] (Dentsply) and *Filtek Supreme*[®] (3M) – before and after storage in artificial saliva during 62 days at 36°C. Twenty eight bars of each material were fabricated according to the manufacture’s instructions – one measuring 4x4x30mm, twelve measuring 4x8x35mm and fifteen measuring 4x8x30mm – as well as six cylindrical samples of each material (diameter-4mm, height-6mm) for the compression tests. The microstructure was characterized by optical, scanning electron and atomic force microscopy, as well as by XPS and EDS analyses. Microhardness was measured with a Vickers hardness tester with twelve indentations on three samples (4x8x15mm) of each material. Compression tests were made only for samples without storage in artificial saliva; the compression strength, deformation and compression modulus were calculated. The fracture toughness tests were made by three-point bending using six samples of each material (4x8x35mm) with a single notch cut. The wear tests using three samples of each material (4x8x30mm) were made using a three-body abrasion wear machine. The data were analyzed statistically using ANOVA. It was concluded that *Esthet X*[®] presents filler particles with average diameter smaller than *Filtek Supreme*[®]. However, the techniques must be improved to get better the materials characterization due to nanoparticles. *Esthet X*[®] presented higher values of microhardness, compression strength, fracture toughness and wear rate. The storage in artificial saliva did not influence fracture toughness. It increased composites’ wear rate and turned microhardness equivalent.

SUMÁRIO

1. Introdução	1
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1. Materiais Compósitos	3
2.1.1. Matrizes	5
2.1.2. Fases de Reforço	5
2.1.3. Compósitos Reforçados com Nanopartículas	6
2.2. Compósitos Odontológicos	8
2.2.1. Análise dos Constituintes/Caracterização Microestrutural	11
2.2.2. Classificação	15
2.2.3. Compósito <i>Filtek Supreme</i> [®]	20
2.2.4. Compósito <i>Esthet X</i> [®]	20
2.3. Saliva	21
2.3.1. Constituição	22
2.3.2. Funções	23
2.3.3. Saliva Artificial	24
2.4. Interação dos Ácidos Orgânicos e da Água com Compósitos Odontológicos	26
2.5. Propriedades Mecânicas dos Materiais	28
2.5.1. Dureza	28
2.5.2. Resistência à Compressão	30
2.5.3. Tenacidade à Fratura	30
2.5.4. Desgaste	32
3. Materiais e Métodos	34
3.1. Materiais	34
3.2. Metodologia para Confecção das Amostras	35
3.3. Metodologia para os Ensaios	39
3.3.1. Análise Microestrutural	39
3.3.1.1. Análise Microestrutural Qualitativa	40
3.3.1.1.1. Análise Química	41

3.3.1.2. Análise Microestrutural Quantitativa	41
3.3.2. Metodologia para os Ensaios Mecânicos	45
3.3.2.1. Ensaio de Microdureza	45
3.3.2.2. Ensaio de Resistência à Compressão	46
3.3.2.3. Ensaio de Tenacidade à Fratura	49
3.3.2.4. Ensaio de Desgaste	52
3.3.3. Influência do Envelhecimento em Saliva Artificial	56
3.3.3.1. Absorção de Saliva Artificial	59
3.3.4. Análise Estatística	60
4. Resultados e Discussão	61
4.1. Caracterização Microestrutural	61
4.1.1. Caracterização Microestrutural Qualitativa	62
4.1.2. Caracterização Microestrutural Quantitativa	75
4.2. Influência do Envelhecimento em Saliva Artificial	77
4.2.1. Absorção de Saliva Artificial	77
4.3. Propriedades Mecânicas	80
4.3.1. Ensaio de Microdureza Vickers	80
4.3.2. Ensaio de Resistência à Compressão	87
4.3.3. Ensaio de Tenacidade à Fratura	93
4.3.4. Ensaio de Resistência ao Desgaste	102
4.3.4.1. Parâmetro Taxa de Desgaste	106
4.3.4.2. Parâmetro Volume de Material Removido	114
5. Conclusões	117
Sugestões para trabalhos futuros	119
6. Referências Bibliográficas	120
Apêndice I	129
Apêndice II	131
Apêndice III	132

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Correlação entre os valores de tenacidade à fratura e a fração volumétrica de partículas, levando-se em consideração partículas de Al ₂ O ₃ tratadas e não tratadas com silano.	8
Figura 2	Dimetacrilatos usados em compósitos dentários.	13
Figura 3	Molécula de silano.	14
Figura 4	Apresentação comercial dos materiais. Em (a) o compósito <i>Esthet X</i> [®] e em (b) o material <i>Filtek Supreme</i> [®] .	34
Figura 5	Molde sendo preenchido com os materiais.	36
Figura 6	Esquema ilustrativo do preenchimento dos moldes em camadas.	36
Figura 7	Aparelho fotopolimerizador <i>3M ESPE 2500</i> .	37
Figura 8	Dispositivo criado para a confecção das amostras para o ensaio de compressão.	38
Figura 9	Esquema ilustrativo do preenchimento dos moldes em camadas.	38
Figura 10	Molde sendo preenchido com os materiais.	39
Figura 11	Amostra sendo pesada em balança analítica.	42
Figura 12	Amostra imersa em proveta milimetrada para aferição do volume.	43
Figura 13	Amostra macerada imersa em proveta milimetrada para aferição do volume.	43
Figura 14	Esquema ilustrativo de um dos componentes do dispositivo desenhado para acabamento e polimento das amostras para o ensaio de compressão.	47
Figura 15	Foto do dispositivo desenhado para acabamento e polimento das amostras para o ensaio de compressão.	47
Figura 16	Em (a) dispositivo em acrílico criado para a realização do entalhe e em (b) corpo de prova posicionado para o corte.	50
Figura 17	Corpo de prova pronto para o ensaio de tenacidade à fratura.	50
Figura 18	Esquema do ensaio de tenacidade à fratura.	51
Figura 19	Esquema do funcionamento do teste de desgaste.	52

Figura 20	Em (a) pode-se observar o equipamento <i>Gentest</i> utilizado no ensaio de desgaste, a bomba peristáltica que bombeou a suspensão abrasiva e o agitador magnético o qual não permitia que as partículas de alumina da suspensão decantassem para o fundo do frasco. Em (b), uma vista aproximada do equipamento <i>Gentest</i> na área do ensaio, observar o scalp, posicionado próximo à esfera, o qual leva a suspensão até a mesma.	53
Figura 21	Amostra imersa na saliva artificial.	58
Figura 22	Foto da estufa com as amostras em seu interior.	58
Figura 23	Câmara de fluxo.	59
Figura 24	Gráfico com os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito <i>Esthet X</i> [®] .	62
Figura 25	Gráfico com os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito <i>Filtek Supreme</i> [®] .	63
Figura 26	Gráfico com os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito <i>Esthet X</i> [®] .	64
Figura 27	Gráfico contendo os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito <i>Filtek Supreme</i> [®] .	65
Figura 28	<i>Esthet X</i> [®] -MO 200X (a), <i>Filtek Supreme</i> [®] -MO 200X (b). Não tratadas.	66
Figura 29	<i>Esthet X</i> [®] -MO 500X (a), <i>Filtek Supreme</i> [®] -MO 500X (b). Não tratadas.	66
Figura 30	<i>Esthet X</i> [®] -MO 1000X (a), <i>Filtek Supreme</i> [®] -MO 1000X (b). Não tratadas.	67
Figura 31	<i>Esthet X</i> [®] -MO 200X (a), <i>Filtek Supreme</i> [®] -MO 200X (b). Imagens tratadas.	67
Figura 32	<i>Esthet X</i> [®] -MO 500X (a), <i>Filtek Supreme</i> [®] -MO 500X (b). Imagens tratadas.	67
Figura 33	<i>Esthet X</i> [®] -MO 1000X (a), <i>Filtek Supreme</i> [®] -MO 1000X (b). Imagens tratadas.	68
Figura 34	Imagem em MEV do compósito <i>Esthet X</i> [®] com aumento de 10000X. Observar que não se consegue diferenciar com certeza a fase matriz da fase dispersa.	69

Figura 35	Imagens em MEV das partículas dispersas em álcool etílico dos materiais <i>Esthet X</i> [®] em (a) e <i>Filtek Supreme</i> [®] em (b), aumento de 3000X.	69
Figura 36	Imagens em MEV dos compósitos <i>Esthet X</i> [®] em (a) e <i>Filtek Supreme</i> [®] em (b) atacados com ácido nítrico em sua superfície, aumento de 2000X.	70
Figura 37	Imagens em MEV dos compósitos <i>Esthet X</i> [®] em (a) e <i>Filtek Supreme</i> [®] em (b) atacados com ácido nítrico em sua superfície, aumento de 5000X.	71
Figura 38	Imagens em MEV dos compósitos <i>Esthet X</i> [®] em (a) e <i>Filtek Supreme</i> [®] em (b) atacados com ácido nítrico em sua superfície, aumento de 8000X.	71
Figura 39	Imagens em MEV dos compósitos <i>Esthet X</i> [®] em (a) e <i>Filtek Supreme</i> [®] em (b) atacados com ácido nítrico em sua superfície, aumento de 15000X.	72
Figura 40	Imagem topográfica em AFM do compósito <i>Esthet X</i> [®] .	73
Figura 41	Imagem topográfica em AFM do compósito <i>Filtek Supreme</i> [®] .	74
Figura 42	Porcentagem em peso de carga e matriz dos compósitos estudados.	75
Figura 43	Porcentagem em volume de carga e matriz dos compósitos estudados.	75
Figura 44	O gráfico mostra a porcentagem em peso de saliva artificial absorvida pelos materiais em função do tempo de envelhecimento.	78
Figura 45	O gráfico mostra a influência do envelhecimento dos materiais em saliva artificial nos seus respectivos valores de dureza.	82
Figura 46	O gráfico demonstra que o comportamento dos materiais mantém aproximadamente o mesmo perfil ao se variar os pesos.	84
Figura 47	Valores médios e desvio padrão do tamanho das endentações produzidas durante o ensaio dos materiais compósitos testados em função da carga utilizada no ensaio. Grupo A - compósitos não envelhecidos em saliva artificial, Grupo B - compósitos envelhecidos em saliva artificial.	87

Figura 48	Gráficos dos ensaios de compressão onde estão relacionados os valores de carga/deslocamento para uma amostra de cada material. Em (a) <i>Esthet X</i> [®] e em (b) <i>Filtek Supreme</i> [®] .	89
Figura 49	Amostra no momento do ensaio.	90
Figura 50	Amostra após a ruptura.	90
Figura 51	Gráfico da Resistência à compressão em função da marca dos compósitos estudados. Verificar o maior Limite de resistência à compressão do material <i>Esthet X</i> [®] .	92
Figura 52	Gráficos dos ensaios de tenacidade à fratura (carga X deslocamento) para uma amostra de cada material não envelhecida em saliva artificial. Em (a) o <i>Esthet X</i> [®] e em (b) o <i>Filtek Supreme</i> [®] .	94
Figura 53	Gráficos dos ensaios de tenacidade à fratura (carga X deslocamento) para uma amostra de cada material envelhecida em saliva artificial. Em (a) o <i>Esthet X</i> [®] e em (b) o <i>Filtek Supreme</i> [®] .	95
Figura 54	Amostra no momento do ensaio.	96
Figura 55	Corpo de prova após a ruptura.	96
Figura 56	Resumo dos valores de K_C para os materiais em estudo nas duas situações estudadas (Grupo A – amostras não envelhecidas e Grupo B – amostras envelhecidas).	98
Figura 57	Esquema com o local da propagação da trinca de fratura.	99
Figura 58	O gráfico demonstra que o comportamento dos materiais mantém aproximadamente o mesmo perfil em função do envelhecimento em saliva artificial.	100
Figura 59	Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais <i>Filtek Supreme</i> [®] e <i>Esthet X</i> [®] no ciclo com 1500 voltas.	103
Figura 60	Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais <i>Filtek Supreme</i> [®] e <i>Esthet X</i> [®] no ciclo com 1000 voltas.	103
Figura 61	Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais <i>Filtek Supreme</i> [®] e <i>Esthet X</i> [®] no ciclo com 500 voltas.	103
Figura 62	Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais <i>Filtek Supreme</i> [®] e <i>Esthet X</i> [®] no ciclo com 200 voltas.	104

Figura 63	Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais <i>Filtek Supreme</i> [®] e <i>Esthet X</i> [®] no ciclo com 50 voltas.	104
Figura 64	Fotomicrografias comparativas do interior das crateras produzidas no ensaio de desgaste dos materiais <i>Filtek Supreme</i> [®] e <i>Esthet X</i> [®] . Reparar o maior arrancamento de partículas no compósito <i>Filtek Supreme</i> [®] .	105
Figura 65	Fotomicrografias comparativas do interior das crateras produzidas no ensaio de desgaste dos materiais <i>Filtek Supreme</i> [®] e <i>Esthet X</i> [®] . Reparar o maior arrancamento de partículas no compósito <i>Filtek Supreme</i> [®] .	105
Figura 66	Fotomicrografias comparativas do interior das crateras produzidas no ensaio de desgaste dos materiais <i>Filtek Supreme</i> [®] e <i>Esthet X</i> [®] . Reparar o maior arrancamento de partículas no compósito <i>Filtek Supreme</i> [®] .	106
Figura 67	O gráfico mostra a evolução da taxa de desgaste média para cada material em função dos ciclos (número de rotações) escolhidos para o ensaio. Verificar também a influência do envelhecimento em saliva artificial na taxa de desgaste dos materiais.	107
Figura 68	Gráfico mostrando como varia a taxa de desgaste em função de cada ciclo estudado para cada material envelhecido ou não em saliva artificial.	112
Figura 69	Gráfico mostrando como varia a taxa de desgaste em função do envelhecimento em saliva artificial, para cada compósito.	113
Figura 70	O gráfico mostra o volume médio de material removido em função de cada ciclo (número de voltas) escolhido para o ensaio. Verificar também a influência do envelhecimento em saliva artificial.	114

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Correlação entre o peso molecular e a viscosidade dos monômeros.	12
Tabela 2	Classificação dos compósitos odontológicos.	16
Tabela 3	Comparação das propriedades dos compósitos.	19
Tabela 4	Fórmulas de saliva artificial.	25
Tabela 5	Especificações técnicas dos materiais escolhidos.	35
Tabela 6	Distribuição das barras a serem fabricadas.	37
Tabela 7	Composição da SAGF medium.	57
Tabela 8	Valores médios de porcentagem em peso e em volume de partículas presentes nos compósitos pesquisados, além de seu desvio padrão e valor-p. Estão registrados também os dados fornecidos pelos fabricantes.	76
Tabela 9	Valores de densidade dos compósitos estudados $d_c(\text{g}/\text{cm}^3)$, densidade de suas partículas $d_{\text{part}}(\text{g}/\text{cm}^3)$ e densidade de suas matrizes $d_{\text{mat}}(\text{g}/\text{cm}^3)$.	76
Tabela 10	Porcentagem de aumento em peso devido à absorção de saliva artificial pelos compósitos estudados e os respectivos valores-p.	78
Tabela 11	Coefficiente de difusão (<i>Esthet X[®]</i> e <i>Filtek Supreme[®]</i>).	79
Tabela 12	Resultados das medidas de dureza Vickers para cada tipo de material, em cada situação (Grupo A – não envelhecido e Grupo B – envelhecido em saliva artificial) e para os três diferentes pesos utilizados no ensaio. Valores médios e desvio padrão (entre parênteses). Enfatizando o tipo de material.	81
Tabela 13	Valores-p para a variável tratamento (envelhecimento em saliva artificial) para cada tipo de material em separado.	82
Tabela 14	Valores-p para a variável peso (10, 25 e 50g) para cada tipo de material em separado envelhecido e não envelhecido em saliva artificial.	83

Tabela 15	Resultado dos ensaios de compressão: a média, o valor-p e o desvio padrão (D.P.) para o limite de resistência à compressão, deformação em compressão e módulo de elasticidade dos materiais <i>Esthet X</i> [®] e <i>Filtek Supreme</i> [®] .	91
Tabela 16	Resultados do ensaio de tenacidade à fratura: a média, o valor-p e o desvio padrão (DP) para a tenacidade à fratura (K_C) em MPa.m ^{1/2} dos materiais <i>Esthet X</i> [®] e <i>Filtek Supreme</i> [®] .	97
Tabela 17	Valores-p para a variável tratamento (envelhecimento em saliva artificial) para cada tipo de material em separado.	98
Tabela 18	ANOVA / taxa de desgaste.	107
Tabela 19	Resultados da taxa média de desgaste dos materiais <i>Esthet X</i> [®] e <i>Filtek Supreme</i> [®] : ciclos (número de voltas), taxa média de desgaste para cada compósito, em cada ciclo, levando-se em consideração as amostras envelhecidas e não-envelhecidas por saliva artificial, e o valor-p.	108
Tabela 20	Resultado do ensaio de dureza feito para a confirmação da pós-cura.	110
Tabela 21	Tabela ANOVA / Taxa de desgaste – sem os ciclos com 50 e 200 voltas.	113
Tabela 22	Volume médio de material removido durante o ensaio de desgaste dos materiais <i>Esthet X</i> [®] e <i>Filtek Supreme</i> [®] : ciclos (número de voltas), volume médio de material removido de cada compósito e os valores-p em cada ciclo, levando-se em consideração as amostras envelhecidas e não-envelhecidas por saliva artificial.	115

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1	Dureza Vickers.	29
Equação 2	Porcentagem em peso das partículas.	43
Equação 3	Porcentagem em volume das partículas.	44
Equação 4	Densidade dos compósitos.	44
Equação 5	Densidade das partículas e da matriz.	44
Equação 6	Tensão compressiva.	48
Equação 7	Módulo de elasticidade em compressão.	48
Equação 8	Deformação em compressão.	48
Equação 9	Tenacidade à fratura (K_{IC}).	51
Equação 10	Profundidade da cratera de desgaste.	55
Equação 11	Volume de material removido no desgaste.	56
Equação 12	Distância percorrida em cada ciclo.	56
Equação 13	Taxa de desgaste.	56
Equação 14	Coefficiente de difusão.	60

1. Introdução

Segundo a OMS (Organização Mundial da Saúde), saúde é um estado de completo bem-estar físico, mental e social, e não consiste apenas na ausência de doença ou de enfermidade. Sendo assim, a saúde deve ser tratada como um termo abrangente, que envolve não só aspectos funcionais como também a estética e o conforto do paciente (VIEIRA, 1994, FORTUNA, 1996).

Estética é provavelmente a palavra mais difundida dentro da odontologia restauradora nos últimos anos. Nunca se falou tanto em Odontologia Estética ou Cosmética, nem tampouco houve tanta atração por tal modalidade de tratamento, o que reflete uma demanda crescente da sociedade pelo mais bonito, pelo mais harmonioso, além do clássico funcional e durável (CHAIN, 2001).

Segundo GOMES et al (2001) em função da crescente solicitação pelos pacientes por tratamentos restauradores estéticos em dentes anteriores, e nas últimas décadas, também em dentes posteriores, foi exigido que as indústrias de materiais odontológicos desenvolvessem novas opções de produtos, para que se pudessem ter, em diferentes situações clínicas, indicações mais precisas e mais seguras, com resultados estéticos satisfatórios.

Os compósitos odontológicos apresentam boa estética em restaurações posteriores e são capazes de aderir à estrutura dentária. O uso desses materiais em cavidades com grande carga oclusal em dentes posteriores tem aumentado significativamente nos últimos anos. Como uma alternativa ao amálgama, a restauração com compósitos em dentes posteriores tem seu sucesso limitado devido apenas a propriedades mecânicas insuficientes. Resistência ao desgaste inadequada, resultando em perda da forma anatômica sob abrasão e atrição mastigatórias, fratura no corpo e nas margens das restaurações e infiltração marginal devido à contração de polimerização são frequentemente citadas como sendo as causas mais comuns de falhas nas restaurações com compósitos em dentes posteriores. Esses problemas têm sido vencidos nos últimos anos. Melhoras nas propriedades desses materiais somadas a performances clínicas positivas, encorajaram o uso contínuo dos compósitos como uma alternativa viável ao amálgama (MANHART et al, 2000).

De acordo com MANHART et al (2000), a quantidade de partículas, seu tamanho e distribuição têm grande influência nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos odontológicos. Sabe-se que o volume e o tamanho das partículas estão

relacionados com a resistência e o módulo de elasticidade do material, assim como sua tenacidade à fratura. A resistência ao desgaste dos compósitos é aumentada significativamente com a diminuição do tamanho das partículas e com o aumento da quantidade das mesmas. Compósitos com partículas grandes apresentam altas taxas de desgaste. Portanto, aumentando a quantidade e reduzindo o tamanho das partículas pode-se produzir compósitos para restaurações posteriores com resistência ao desgaste e dureza adequada a fim de suportar as forças da mastigação, principalmente em cavidades classe II.

Tendo em vista o surgimento no mercado de materiais com características microestruturais novas – compósitos reforçados com nanopartículas, que prometem melhorias nas propriedades mecânicas, como módulo de elasticidade, tenacidade à fratura, resistência ao desgaste, além da possibilidade de uma maior mimetização da estrutura dentária – justifica-se um trabalho de pesquisa que tem como objetivo a caracterização, tanto microestrutural como do comportamento mecânico, desse tipo material, além de uma análise dessas características após seu envelhecimento em saliva artificial. Deve-se também levar em consideração que tais materiais advêm de novas tecnologias, através da inclusão de nanocomponentes, sobre as quais há poucos relatos de pesquisa ou publicação odontológica.

Com essa finalidade, foram escolhidos dois compósitos odontológicos disponíveis no mercado, com partículas nanométricas (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*), a fim de quantificar suas propriedades mecânicas, como resistência à fratura, ao desgaste, à compressão e dureza, como também qualificar e quantificar sua microestrutura, considerando inclusive a influência do armazenamento em uma saliva artificial nas suas propriedades.

Objetiva-se com isso ter elementos suficientes para entender a atuação das partículas nanométricas nesses compósitos e sua influência no comportamento mecânico desses materiais.

2. Revisão Bibliográfica

2.1. Materiais Compósitos

Estruturalmente, os materiais podem ser divididos em quatro categorias básicas: metais, polímeros, cerâmicos e compósitos. Os compósitos, que consistem em dois ou mais materiais diferentes combinados em uma única estrutura, são formados pelas mais variadas combinações dos outros três materiais (GIBSON, 1994).

Embora seja difícil dizer com certeza onde e quando os humanos descobriram os primeiros compósitos, a natureza nos fornece inúmeros exemplos. A madeira consiste principalmente de fibras de celulose em uma matriz de lignina, enquanto que os ossos dos mamíferos são feitos de fibras colágenas em camadas, orientadas em uma matriz de proteína e fosfato de cálcio (GIBSON, 1994, CHAWLA, 1997). O livro do Êxodo no Velho Testamento descreve o que certamente deve ser um dos primeiros exemplos de compósito fibroso fabricado pelo homem, tijolos de barro reforçado com palha usados pelos israelitas (GIBSON, 1994).

Exemplos mais recentes de compósitos utilizados pelo homem são: o cimento Portland ou asfalto misturado com areia, borracha com carbono e resinas reforçadas com fibra de vidro. Embora a idéia dos materiais compósitos não seja recente, somente a partir dos anos 60 aumentou-se a demanda por materiais resistentes e fortes porém leves nos campos aeroespacial, aeronáutico, energético, construção civil, etc. Principalmente a área aeroespacial, devido à necessidade de novas tecnologias, requer dos materiais uma combinação de propriedades não encontrada usualmente nos materiais tradicionais (metais, cerâmicas e polímeros). Essas propriedades abranjem baixo peso, baixa expansão térmica, alta dureza e alta resistência mecânica (CHAWLA, 1997).

De acordo com WETZEL et al (2003) materiais compósitos poliméricos de alta performance têm sido largamente utilizados para aplicações em engenharia sob condições agressivas de trabalho. Esses materiais são providos de propriedades mecânicas e tribológicas únicas combinadas a baixo peso específico e à alta resistência à degradação, além de oferecerem segurança e economia.

As vantagens dos compósitos são três. Primeiro, com os compósitos pode-se obter uma combinação única de propriedades. Além disso, outra vantagem é que suas

propriedades podem variar continuamente de acordo com os seus componentes. Se apenas um pequeno número de materiais tradicionais está disponível, a variação de uma dada propriedade entre esses materiais é devido à quantidade individual que cada material pode apresentar. A terceira propriedade importante é que os compósitos podem adquirir, algumas vezes, propriedades físicas com valores que não sejam intermediários aos valores dos seus componentes isolados (pode ocorrer com a condutividade térmica, por exemplo) (CHOU, 1993).

Genericamente, pode-se definir um material compósito como sendo qualquer material multifásico que exhibe em proporções significativas as propriedades de ambas as fases constituintes tal que uma melhor combinação de propriedades é obtida.

Segundo CALLISTER (2002), um compósito deve ser um material multifásico, artificialmente fabricado. As fases constituintes devem ser quimicamente diferentes e separadas por interfaces distintas.

CHAWLA (1997) completa esse conceito salientando que compósitos são os materiais que satisfazem as seguintes condições:

1. Eles são fabricados;
2. Consistem em dois ou mais materiais distintos física ou quimicamente, convenientemente arranjados ou distribuídos em fases, com uma interface de separação;
3. Possuem características que não podem ser retratadas por nenhum dos componentes em separado.

Muitos materiais compósitos são formados por apenas duas fases: uma chamada de matriz, a qual é contínua e envolve a outra fase, chamada de fase dispersa. Como já foi dito, as propriedades dos compósitos são uma função das propriedades das fases constituintes, suas quantidades relativas e a geometria da fase dispersa. A geometria da fase dispersa, nesse contexto, significa o formato, o tamanho, a distribuição e a orientação da mesma.

Um esquema simples de classificação dos materiais compósitos consiste em três divisões principais – reforçados com partículas, reforçados com fibras e compósitos estruturais (CALLISTER, 2002).

2.1.1. Matrizes

Tanto os polímeros, quanto os metais e as cerâmicas podem ser usados como matrizes em compósitos, de acordo com sua exigência específica. A matriz e a fase dispersa formam uma unidade estrutural. A primeira protege a segunda contra danos externos, transfere e distribui as cargas aplicadas no material, e, em alguns casos, confere propriedades como ductilidade, tenacidade ou isolamento elétrico. Uma boa adesão na interface entre a fase dispersa (fibras ou partículas) e a matriz é fundamental; para isso, a matriz deve ser capaz de desenvolver uma união mecânica ou química com a fase dispersa.

Os polímeros são, indubitavelmente, os mais utilizados como matriz em compósitos modernos (GIBSON, 1994).

De acordo com CHAWLA (1997) os polímeros são estruturalmente muito mais complexos do que os metais ou as cerâmicas. Normalmente, eles são mais baratos e fáceis de processar. Porém, os polímeros possuem baixa resistência e módulo de elasticidade, e não podem ser usados em temperaturas elevadas. Devido à predominância de ligações covalentes, os polímeros são geralmente pobres condutores de calor e eletricidade. Entretanto, são quimicamente mais resistentes quando comparados aos metais. Estruturalmente, os polímeros são moléculas gigantes em forma de cadeia (macromoléculas) constituídas por átomos de carbono ligados covalentemente formando o corpo da cadeia. O processo através do qual as grandes moléculas são formadas a partir de outras pequenas é chamado de polimerização; isto é, polimerização é o processo no qual vários monômeros se unem (unidade básica) a fim de formar o polímero.

2.1.2. Fases de Reforço

CALLISTER (2002) classifica os materiais compósitos em três categorias principais: reforçados com partículas, reforçados com fibras e os compósitos estruturais. Entretanto, o compósito em estudo nesse caso é o reforçado com partículas. Sendo assim, há duas subclassificações: os compósitos com partículas grandes e os compósitos reforçados por dispersão.

A distinção entre essas subclassificações está baseada no mecanismo do reforço ou aumento da resistência. O termo “grande” é usado para indicar que as interações partícula-matriz não podem ser tratadas no nível ou ponto de vista atômico ou molecular. Essas partículas de reforço tendem a restringir o movimento da fase matriz na vizinhança de cada partícula. Essencialmente, a matriz transfere parte da tensão aplicada às partículas.

No caso dos compósitos que têm a sua resistência aumentada por dispersão (assunto abordado nessa pesquisa), as partículas são, em geral, muito menores, com diâmetros entre $0,01\mu\text{m}$ e $0,1\mu\text{m}$ (10 e 100nm). As interações partícula-matriz que levam ao aumento de resistência ocorrem no nível atômico ou molecular.

2.1.3. Compósitos Reforçados com Nanopartículas

Recentemente, os compósitos nanoparticulados têm atraído o interesse de muitos pesquisadores. Esses materiais oferecem propriedades mecânicas, elétricas, óticas e térmicas únicas. Tais características são induzidas pela presença física de nanopartículas e pela interação da matriz polimérica com essas partículas e seu estado de dispersão.

Uma vantagem das nanopartículas usadas como reforço em polímeros quando comparadas aos reforços tradicionais é a menor quantidade de carga requerida. Elas também espalham melhor a luz, reduzindo a transmitância da mesma. Uma dispersão eficiente das nanopartículas combinada a uma boa adesão na interface matriz-carga confere uniformidade nas propriedades do material dentro da sua estrutura e possibilita o desenvolvimento de filmes, recobrimentos e membranas resistentes e transparentes (SCHMIDT, 2003).

Atualmente, em materiais compósitos poliméricos reforçados com partículas, essas últimas se apresentam em dimensões que variam de 1-10 ou até mais micrômetros. Elas aumentam a dureza do material, como também sua resistência sob certas condições de tensão. Porém, deve-se admitir alguns efeitos negativos em propriedades importantes, como a resistência ao impacto. Uma provável solução para esse problema está sendo analisada através da nanotecnologia com o uso de cargas em escala nanométrica. Com isso, características de polímeros termoplásticos e termorrígidos podem ser modificadas fundamentalmente, a fim de melhorar seu desempenho de modo geral. A questão básica é: de que forma a incorporação de partículas muito pequenas

alteram as propriedades desses polímeros (WETZEL et al, 2003, SMITH et al, 2003, BAUER et al, 2003, ZHANG et al, 2002).

A maneira pela qual pequeníssimas partículas são capazes de aperfeiçoar as propriedades dos materiais pode ser explicada através do grande aumento da área de superfície específica. Mantendo-se o volume de carga constante, consegue-se aumentar em 1000 vezes o número absoluto de nanopartículas se o tamanho das mesmas for dividido por 10, por exemplo, de 1 μ m para 100nm. Esse aumento de área superficial produz um material com novas características, determinadas pelas interações na interface, oferecendo propriedades únicas e uma nova classe de material (WETZEL et al, 2003, SHI et al, 2003, ZHANG et al, 2002).

Segundo pesquisa realizada por ZHANG et al (2004), tem-se observado um aumento na tenacidade à fratura em compósitos de matriz polimérica reforçados por nanopartículas. Esse aumento está diretamente relacionado ao tamanho em escala nanométrica das partículas de reforço. Isto é, quanto menor for o tamanho das partículas, mais resistente o material será à fratura. Porém, esse fato não ocorre quando se trata de reforços convencionais para polímeros, através de partículas micrométricas de vidro, os quais aumentam moderadamente ou nem mesmo influenciam na tenacidade à fratura. Outro ponto importante mencionado por esse autor se refere ao uso de um silano organofuncional a fim de aumentar a adesão entre as partículas e a matriz, pois sem esse fator também não se consegue obter melhoras significantes na tenacidade à fratura (figura 1).

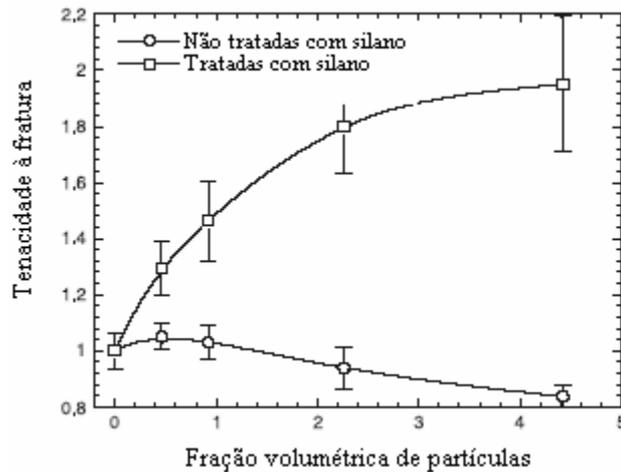


Figura 1 – Correlação entre os valores de tenacidade à fratura (MPa.m^{1/2}) e a fração volumétrica de partículas (%), levando-se em consideração partículas de Al₂O₄ tratadas e não tratadas com silano (ZHANG et al, 2004).

De fato, foi verificado experimentalmente por vários grupos de pesquisa de todo mundo que somente o reforço de polímeros com nanopartículas aumenta o módulo de elasticidade sem prejudicar a resistência à flexão. Esse efeito vem acompanhado por um aumento na tenacidade à fratura e na energia de impacto. Foi demonstrado que um volume pequeno de carga nanométrica, algo em torno de 1-5%vol., melhora substancialmente as propriedades, principalmente para nanocompósitos de epoxy/TiO₂. Todavia, esses efeitos só se tornam efetivos se as nanopartículas estiverem bem dispersas através da matriz polimérica (WETZEL et al, 2003). RONG et al (2003) apresentaram resultados experimentais os quais indicaram que a resistência ao desgaste depende significativamente do estado de dispersão e de uma microestrutura homogênea das cargas.

2.2. Compósitos Odontológicos

Os materiais compósitos utilizados em restaurações dentárias são um sub-grupo daqueles chamados biomateriais: materiais destinados a interagir com organismos vivos (ANTUNES and RAMALHO, 2003).

Os últimos anos têm representado um tempo de mudanças na formulação dos compósitos evidenciado pela chegada de micro-híbridos e agora nano-compósitos.

Ainda não há muitas análises substanciais acerca dos compósitos micro-híbridos e não são conhecidas publicações de pesquisa odontológica sobre nano-compósitos. Entretanto, é razoável acreditar que esse tipo de compósito irá representar em breve a grande maioria dos materiais usados nos consultórios odontológicos (ALLEN et al, 2003).

O uso dos compósitos para fins odontológicos tem aumentado significativamente nos últimos 25 anos. Desde sua descoberta em meados dos anos 60, suas características físicas e mecânicas têm melhorado. Através da diminuição no tamanho das partículas e do aumento na quantidade das mesmas, sua resistência à abrasão tem aumentado consideravelmente. Atualmente, os compósitos odontológicos resistem a um esforço oclusal 10 a 15 vezes maior do que os originais (LEINFELDER, 1991).

A seleção dos melhores compósitos odontológicos tem sido baseada no menor número de passos clínicos ou nas comparações em relação a propriedades mecânicas como módulo de elasticidade e resistência à fratura. Sendo, esta última, a energia necessária para propagar uma trinca, considerada a propriedade mais importante. Recentemente, mais pesquisas têm sido realizadas acerca da resistência à fratura desses materiais (ALLEN et al, 2003).

De acordo com WELLINGHOFF (2003), o material ideal para restaurações odontológicas não poderia apresentar contração de polimerização, deveria ter resistência ao desgaste próxima a do esmalte, aderir ao esmalte e à dentina, ser biocompatível e ter a cor dos dentes, selar facilmente a interface, e ter alta resistência. Até hoje, nenhum compósito disponível comercialmente possui todos esses requisitos. Tendo isso em vista, desgaste e fratura são limitações clínicas comuns.

O advento dos compósitos como material restaurador em odontologia deu-se no final da década de 50 quando BOWEN (1962) desenvolveu um sistema restaurador que consistia de dois componentes: a matriz de resina que era um produto da reação de bisfenol A e metacrilato de glicidil (Bis-GMA) e um preenchimento ou carga que consistia de um vidro de boro-silicato no formato de pequenas esferas e hastes (BOWEN, 1962, LEINFEIDER, 1988).

Os compósitos foram inicialmente usados em pequenas aplicações em dentes anteriores. A demanda por estética por parte dos pacientes levou à utilização dos compósitos diretos também em dentes posteriores (BOTTINO et al, 2001). Segundo LEINFELDER (1981), dois anos após o lançamento do primeiro compósito para dentes

anteriores (Addent 35), foi lançado um compósito para dentes posteriores (Addent 12), pela mesma companhia, com algumas modificações no material inicial.

Durante os dez primeiros anos de existência quase todos os compósitos odontológicos continham partículas de quartzo em tamanhos de 20 a 35 μ m (LEINFELDER, 1988).

O surgimento dos compósitos para fins odontológicos, na década de 60, desenvolvidos por BOWEN (1962), representou um marco na Odontologia cosmética. No entanto, de acordo com BERASTEGHI et al (1992), o estabelecimento de uma lisura superficial nestes materiais tem sido sempre o objetivo primário, devido à consequência biológica de acúmulo de placa, entre outros, quando não se consegue um acabamento adequado.

MOURA et al (1999) acredita que a presença de superfícies rugosas favorece a retenção de placa, a descoloração superficial, gera menor brilho, e com isso causa irritação gengival além de prejudicar a estética. Através de procedimentos clínicos e laboratoriais obtêm-se diferentes graus de rugosidade, variando de acordo com a forma, tamanho, composição e distribuição das partículas nos materiais, assim como, com a grande variedade de instrumentos de acabamento. Em síntese, a superfície da restauração e a qualidade marginal dependem da natureza do material, técnica restauradora, métodos e instrumentos de acabamento.

WILLEMS et al (1992) e KUGEL et al (2003) afirmam que a quantidade e o tamanho das partículas determinam diretamente as propriedades físicas e mecânicas dos materiais compósitos, das quais o módulo de elasticidade, a dureza e a rugosidade superficiais parecem ser clinicamente relevantes em seu desempenho mecânico.

A resistência ao desgaste dos compósitos é explicada com base na presença das partículas as quais os protegem contra a agressão dos componentes do bolo alimentar. Aumentar a quantidade de partículas é importante, porém parece ser mais importante o espaço entre as partículas. Apenas 35 a 48% em volume (aproximadamente 25 a 30% em peso) de micropartículas deve ser necessário para conferir proteção contra abrasão (ALLEN, 2003).

A maioria dos compósitos odontológicos possui valores de tenacidade à fratura compreendidos no intervalo de 0,5 a 2,5MPa.m^{1/2} porém eles são visivelmente menores em comparação a materiais comerciais não-odontológicos, cujos valores estão entre 10 e 90MPa.m^{1/2}. Contudo, ainda há uma expectativa de melhoria nos materiais dentários (ALLEN, 2003).

Com o passar dos anos, os compósitos vêm sofrendo constantes modificações a fim de aperfeiçoar suas propriedades físicas e mecânicas. Atualmente eles são indicados para restaurações estéticas diretas e indiretas em dentes anteriores e posteriores (CHAIN, 2001).

2.2.1. Análise dos Constituintes/Caracterização Microestrutural

Os compósitos modernos contêm inúmeros componentes. Os principais constituintes são a matriz de resina e as cargas de partículas inorgânicas. Além desses dois componentes, várias substâncias são incorporadas para melhorar a eficácia e a durabilidade do material. Um agente de união (silano) é necessário para promover a adesão entre a carga inorgânica e a matriz de resina, e um ativador-inibidor é necessário para polimerizar a resina. Pequenas quantidades de outros aditivos melhoram a estabilidade da cor (absorção de luz ultravioleta – UV) e previnem a polimerização prematura (um inibidor como a hidroquinona). O compósito necessita, também, conter pigmentos para aproximar-se da cor das estruturas dentárias (PEYTON et al, 1975, CHAIN, 2001, ANUSAVICE, 1998).

Matriz de resina: é constituída geralmente de monômeros que são diacrilatos alifáticos ou aromáticos, sendo o Bis-GMA (bisfenol α glicidil metacrilato – figura 2) e o UDMA (uretano dimetil metacrilato – figura 2) os mais utilizados. Nela existem também monômeros diluentes de baixo peso molecular, principalmente o TEG-DMA (dimetacrilato de trietilenoglicol – figura 2), os quais diminuem a viscosidade dos monômeros de alto peso molecular, como o Bis-GMA e o UDMA (tabela 1) (COOK et al, 1985, ANUSAVICE, 1998, CHAIN, 2001, MOSZNER et al, 2001).

Tabela 1 – Correlação entre o peso molecular e a viscosidade dos monômeros (MOSZNER et al, 2001).

Monômero	Peso molecular (g/mol)	Viscosidade (mPa's)
TEGDMA	286	100
UDMA	470	5000-10000
Bis-GMA	512	500000-800000

De acordo com CONCEIÇÃO et al (2002) a adição de TEG-DMA tem por finalidade facilitar a incorporação de carga à matriz resinosa.

Uma mistura de 75% do peso de Bis-GMA e 25% do peso de TEG-DMA tem uma viscosidade de 4.300cP (centiPoise), enquanto a viscosidade de uma mistura de 50/50 é de 200cP. Infelizmente, a adição de TEG-DMA ou outra molécula de baixo peso aumenta a contração de polimerização, um fator que limita a quantidade de dimetacrilato de baixo peso molecular que pode ser usada em um compósito. O monômero de dimetacrilato permite que uma grande extensão de ligação cruzada ocorra na reação entre as cadeias. Isto resulta em uma matriz mais resistente à degradação por solventes (ANUSAVICE, 1998).

Atualmente, novos monômeros como o Bis-EMA (Bisfenol A polietileno glicol diéter dimetacrilato) vêm sendo incorporados e substituem em grande parte o TEG-DMA que, por possuírem maior peso molecular tem menos ligações duplas por unidade de peso e apresentam, conseqüentemente, uma redução da contração de polimerização, um velho problema persistente e inerente aos compósitos odontológicos. Além da menor contração de polimerização, as substituições diminuem o envelhecimento do compósito, conferem ao mesmo uma matriz mais macia, e também maior hidrofobicidade, o que diminui sua sensibilidade às alterações de umidade na atmosfera (CHAIN, 2001).

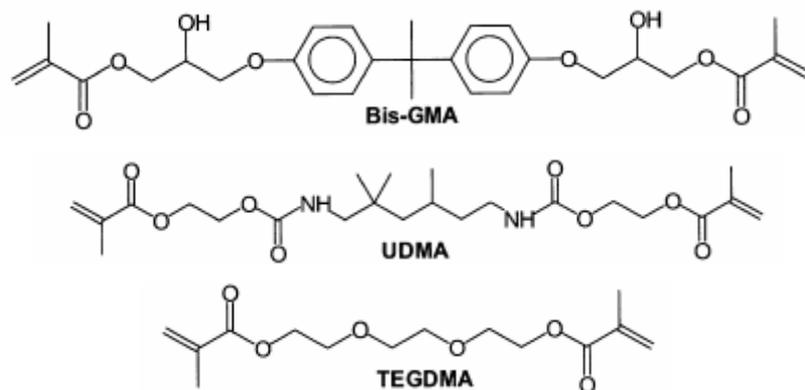


Figura 2 – Dimetacrilatos usados em compósitos dentários (MOSZNER et al, 2001).

Fase dispersa – partículas de carga: proporcionam estabilidade dimensional à matriz resinosa e melhoram suas propriedades (CHAIN, 2001, PEYTON, 1975). A adição dessas partículas à matriz reduz a contração de polimerização, a sorção de água e o coeficiente de expansão térmica, aumenta sua resistência à tração, à compressão e à abrasão, além do módulo de elasticidade. Todos esses melhoramentos ocorrem com o aumento da fração volumétrica de partículas (CHAIN, 2001, ANUSAVICE, 1998, KUGEL, 2003).

Segundo ANUSAVICE (1998), devido à menor quantidade de resina presente em um compósito, a contração de polimerização é reduzida, quando comparada à resina sem carga. Embora a contração varie de um produto para outro, ela está na ordem de 3% em volume nas primeiras 24 horas.

Partículas de quartzo ou vidro, obtidas com diferentes tamanhos (0,1 a 100 μ m) através de um processo de moagem, são as mais empregadas. Também são usadas partículas de sílica com aproximadamente 0,04 μ m (micropartículas) obtidas através de processos pirolíticos (queima) e de precipitação (sílica coloidal). As partículas, juntamente com a matriz polimérica, são o principal objeto de investigação dos fabricantes, pois são os principais ingredientes para a fórmula ideal. A tendência atual é a diminuição do tamanho das partículas maiores, fazendo com que a distribuição seja a mais estreita possível, em torno de 0,5 μ m (ALLEN et al, 2003, CHAIN, 2001, ANUSAVICE, 1998, JANDRESEN et al, 1998).

Agente de união: é o material responsável pela união entre as partículas de carga e a matriz. A incorporação de carga ao polímero melhora consideravelmente as propriedades desta matriz, se as cargas forem bem unidas a ela. Caso contrário, as cargas podem enfraquecer o material. Devido à importância desta adesão, é óbvio que o emprego de um agente de união seja extremamente importante para o sucesso de um compósito (ANUSAVICE, 1998).

Este agente é essencial à melhoria das propriedades físicas e mecânicas, pois estabelece uma transferência de tensões da matriz, que se deforma mais facilmente, para as partículas, que são mais rígidas e praticamente indeformáveis. Também conhecidos como silanos, os agentes de cobertura ainda previnem a penetração de água na interface resina/carga promovendo estabilidade hidrolítica (CHAIN, 2001).

A molécula de silano (figura 3) é formada por um átomo de silício no centro, contendo um grupo funcional orgânico (R) [ex.: vinil, amino, cloro, etc.] e um segundo grupo funcional (X) [ex.: metoxi, etoxi, etc.]. O grupo funcional (R) liga-se à resina orgânica, enquanto que o grupo funcional (X) liga-se ao material inorgânico (partículas) (Power Chemical Products, 2003).

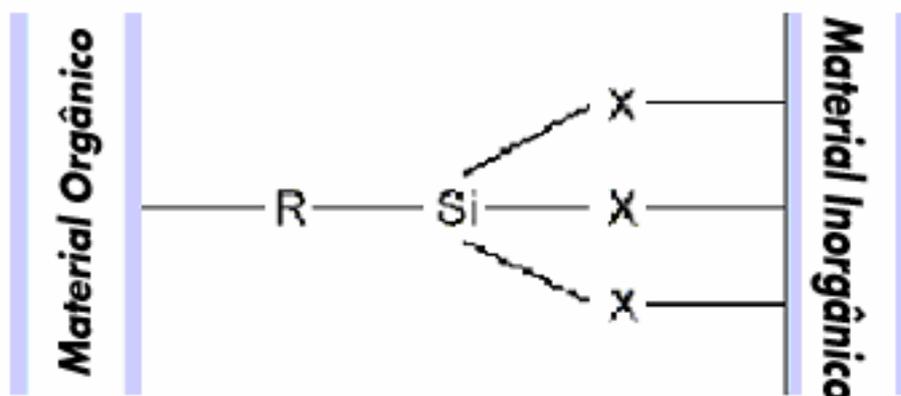


Figura 3 – Molécula de silano (Power Chemical Products, 2003).

Iniciadores de polimerização: são agentes químicos que, quando ativados ou excitados, dão início ao processo de polimerização. Nos compósitos odontológicos fotopolimerizáveis, os iniciadores são as canforoquinonas ou outras diquinonas, que

quando excitadas por uma luz visível de comprimento de onda que varia entre 420 e 450nm, iniciam o processo (CHAIN, 2001, CONCEIÇÃO et al, 2002).

2.2.2. Classificação

A crescente procura por materiais estéticos que mimetizem a cor dos dentes trouxe uma variedade de compósitos ao mercado odontológico. A necessidade de materiais biologicamente aceitáveis os quais não possuam apenas propriedades físicas e mecânicas similares as do dente natural, mas que também sejam equivalentes ao amálgama, no que se refere ao custo, e à manipulação tem aumentado dramaticamente o número de compósitos dentários disponíveis (WILLEMS, 1992).

A fim de acompanhar o desenvolvimento dos novos materiais e qualificar os antigos, várias classificações têm sido propostas. A ADA (American Dental Association – Associação Dentária Americana) descreveu duas categorias de compósitos diretos na Especificação N° 27 (Conselho de Materiais Dentários, ADA, 1977). Classificações mais elaboradas são baseadas na distribuição e no tamanho das partículas como também na quantidade de partículas incorporadas (LUTZ e PHILLIPS, 1983, LEINFELDER, 1995, CONCEIÇÃO et al, 2002) ou na aparência e na composição das partículas (HONORATO et al, 2001) (WILLEMS, 1992).

Segundo ANUSAVICE (1998) os compósitos odontológicos são frequentemente classificados com base no tamanho médio de suas partículas de carga. Além disso, a fração volumétrica dessas partículas, seu tamanho, sua distribuição por tamanho, seu índice de refração, sua radiopacidade e sua dureza são importantes fatores na determinação das propriedades e na aplicação clínica do compósito resultante.

Vários sistemas de classificação têm sido propostos para os materiais compósitos. O sistema de classificação mais usado está baseado na média do tamanho das partículas de carga principais da fase dispersa (tabela 2) (ANUSAVICE, 1998, WILLEMS, 1992, LEINFELDER, 1991, CHAIN, 2001, CONCEIÇÃO et al, 2002, KIM et al, 2002).

Tabela 2 – Classificação dos compósitos odontológicos (ANUSAVICE, 1998).

Categoria	Média do tamanho das partículas (μm)
Compósito tradicional	8,0 – 12, podendo chegar a 50
Partículas de cargas pequenas (finas)	0,5 – 1,0
Micropartículas	0,04 – 0,4
Compósito híbrido	0,06 e 0,6 – 1,0

Os *compósitos odontológicos tradicionais* foram desenvolvidos durante os anos 70 e ligeiramente modificados com o decorrer do tempo. Estes compósitos são também denominados *convencionais* ou *de macropartículas*. A carga mais comumente usada nesses materiais é o quartzo moído. Embora o tamanho médio de suas partículas seja de 8 a 12 μm , partículas tão grandes quanto 50 μm podem também estar presentes. A quantidade de partículas no material geralmente situa-se entre 70 e 80% em peso ou 60 e 65% em volume total. A principal desvantagem clínica dos compósitos tradicionais é sua rugosidade superficial, desenvolvida durante o desgaste abrasivo da matriz macia de resina que deixa as partículas de carga mais resistentes elevarem-se. São pouco usados atualmente (ANUSAVICE, 1998, WILLEMS, 1992).

Com o intuito de suplantando os problemas de rugosidade superficial associados aos compósitos tradicionais, uma nova categoria de material foi desenvolvida, empregando partículas de sílica coloidal como carga inorgânica. As partículas têm um tamanho individual de aproximadamente 0,04 μm ; logo, são 200 a 300 vezes menores do que as partículas de quartzo nos compósitos tradicionais. O conceito de *compósitos de micropartículas* responde ao reforço da resina, ao mesmo tempo que os compósitos, assim constituídos, exibem uma superfície mais lisa. Durante a mistura as partículas de sílica coloidal tendem a se aglomerar e esses aglomerados tendem a fraturar. Essa dificuldade na fabricação é responsável pela variação do tamanho das partículas, as quais variam de 0,04 a 0,4 μm . O conteúdo de carga de material inorgânico varia de 20 a 55% em volume e 70 a 80% em peso.

Os compósitos de micropartículas têm propriedades físicas e mecânicas inferiores às dos compósitos tradicionais. Isto é esperado devido à maior quantidade de resina, acarretando também uma grande reabsorção de água, um alto coeficiente de expansão

térmica e uma redução módulo de elasticidade. Esses compósitos são marcadamente resistentes à abrasão.

Para a maioria das aplicações a redução nas propriedades físicas não cria problemas. Contudo, em áreas de grandes esforços, como nas restaurações tipo classes I, II e IV, o potencial de fratura em lasca é grande. Fraturas ocasionais observadas nas margens da restauração têm sido atribuídas à desunião da carga de resina pré-polimerizada (característica de sua fabricação para tentar aumentar a quantidade de partículas de carga). Os compósitos de micropartículas são amplamente utilizados hoje em dia. Devido à sua lisura superficial, eles tornaram-se o material de escolha para restaurações estéticas em dentes anteriores, principalmente em áreas de pequeno esforço, e para restaurações subgengivais.

Os *compósitos de partículas pequenas* foram desenvolvidos no sentido de se alcançar uma lisura semelhante aos de micropartículas, e ainda de se obter ou melhorar as propriedades físicas e mecânicas de um compósito tradicional.

O tamanho médio das partículas varia de 0,5 a 1 μ m, mas a distribuição dos tamanhos é muito ampla. Essa característica facilita a compactação de uma grande quantidade de carga (80% em peso, 60 – 65% em volume), maior que nos compósitos tradicionais. Alguns compósitos de partículas finas usam o quartzo como carga, mas a maioria incorpora vidros que contêm metais pesados. A carga primária consiste em partículas moídas, silanizadas. Sílica coloidal é geralmente adicionada na proporção de 5% em peso para ajustar a viscosidade da pasta.

Esta categoria de compósito apresenta propriedades físicas e mecânicas superiores. Com o aumento do conteúdo de carga, existe uma melhora em todas as propriedades relevantes (tabela 3). A resistência à compressão e o módulo de elasticidade aumentaram, além da resistência à tração; o coeficiente de expansão térmica é menor e a lisura superficial desses compósitos é melhorada devido ao emprego de cargas pequenas e densamente compactadas, quando comparados aos compósitos tradicionais. A resistência ao desgaste aumentou e a contração de polimerização diminuiu.

Esses compósitos podem ser usados em áreas de concentração de esforços e naquelas onde haja possibilidade de ocorrer abrasão (restaurações tipo classes I e II). Também podem ser usados em dentes anteriores, porém a restauração não ficará tão lisa como aquela feita com os microparticulados (ANUSAVICE, 1998, WILLEMS, 1992).

Os *compósitos híbridos* foram desenvolvidos no sentido de se obter uma superfície ainda mais lisa do que a daqueles compósitos de partículas finas, mantendo ainda assim as propriedades desses últimos. Os compósitos híbridos são vistos por alguns como tendo as características estéticas comparáveis àquelas dos microparticulados para aplicação em dentes anteriores.

Como o próprio nome sugere, existem dois tipos de partículas nos compósitos híbridos. Suas cargas, mais modernas, consistem em sílica coloidal e partículas de vidro moído contendo metais pesados, constituindo um conteúdo de carga de aproximadamente 75 a 80% em peso (tabela 3). Os vidros têm um tamanho médio de cerca de 0,6 a 1,0 μ m. A sílica coloidal apresenta 10 a 20% em peso do conteúdo total de carga. Neste aspecto, as micropartículas também contribuem significativamente para as propriedades. As cargas de partículas finas, bem como as de micropartículas, aumentam a área superficial. Assim a quantidade de carga total não é maior do que a dos compósitos de partículas finas.

As propriedades físicas e mecânicas para este sistema geralmente variam entre aquelas dos compósitos tradicionais e de partículas finas. Entretanto, como pode ser visto na tabela 3, essas propriedades são geralmente superiores àquelas dos microparticulados.

Por terem sua superfície razoavelmente lisa e possuírem uma boa resistência, esses compósitos são amplamente usados para restaurações de dentes anteriores, incluindo as restaurações classe IV. Embora suas propriedades mecânicas sejam um tanto inferiores às dos compósitos de partículas finas, os híbridos são largamente usados em restaurações que suportam elevado carregamento (ANUSAVICE, 1998, WILLEMS, 1992).

Tabela 3 – Comparação das propriedades dos compósitos (ANUSAVICE, 1998).

Propriedades	Tradicional	Micro-partícula	Partícula pequena	Híbrida
Carga inorgânica				
% em volume	60-65	20-55	65-77	60-65
% em peso	70-80	35-60	80-90	75-80
Resistência à compressão (MPa)	250-300	250-300	350-400	300-350
Resistência à tração (MPa)	50-65	30-50	75-90	70-90
Módulo de elasticidade (GPa)	8,0-15	3,0-6,0	15-20	7,0-12
Coef. expansão térmica ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	25-30	50-60	19-26	30-40
Absorção de água (mg/cm^2)	0,5-0,7	1,4-1,7	0,5-0,6	0,5-0,7
Dureza Knoop	55	50-30	50-60	50-60

De acordo com CHAIN (2001), ainda há mais duas subclassificações derivadas dos compósitos híbridos: a) de alta viscosidade (condensáveis) e b) de baixa viscosidade (flow).

Os *compósitos de alta viscosidade* nada mais são que compósitos contendo partículas micrométricas com altíssima incorporação de carga (superior a 80% em peso), além de pequenas modificações na matriz, o que os deixa com uma viscosidade maior. A mola propulsora para a idealização desse tipo de material foi a dificuldade em se obter pontos de contato efetivos em restaurações de dentes posteriores e, também, conseguir um material cuja manipulação fosse facilitada.

Os *compósitos de baixa viscosidade* possuem menor quantidade de carga e uma matriz resinosa menos viscosa (com mais diluentes), de forma a torná-la fluida, porém ainda com propriedades de trabalho desejáveis e aplicações únicas.

Atualmente, como objeto de nossa pesquisa, há uma nova classe de compósitos odontológicos que são os *nanoparticulados*.

2.2.3. Compósito *Filtek Supreme*[®]

De acordo com o fabricante, o *3M ESPE Filtek Supreme Restaurador Universal*[®] é um compósito fotopolimerizável, desenvolvido para uso em restaurações de dentes anteriores e posteriores. As partículas inorgânicas são uma combinação de agregados de matriz de zircônia/sílica com um tamanho médio de partícula de 0,6 a 1,4 µm com tamanho de partícula primário de 5 a 20nm e uma incorporação de sílica de 20nm não aglomerada / não agregada. A quantidade de partículas é de cerca de 78,5% em peso, o que corresponde à 59,5% em volume. Como matriz, esse compósito contém resinas Bis-GMA, UDMA, TEGDMA e Bis-EMA.

O *3M ESPE Filtek Supreme Restaurador Universal*[®] é indicado para utilização em:

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

2.2.4. Compósito *Esthet X*[®]

Segundo a *Dentsply* o material *Esthet X*[®] é um material restaurador fotopolimerizável radiopaco, indicado para uso em restaurações de dentes anteriores e posteriores, permanentes ou decíduos.

A resina matriz do *Esthet X*[®] é patenteada e apresenta uma grande durabilidade, estabilidade hidrolítica e resistência à propagação de trincas. Esta matriz, combinada com a distribuição única de cargas, possibilita a obtenção de durabilidade e alto polimento superficial, comumente observados nos compósitos microfil tradicionais.

A resina matriz do compósito *Esthet X*[®] consiste em uma combinação de Bis-GMA, Uretano modificado, Bisfenol-A Dimetacrilato etoxilado (Bis-EMA) e TEGDMA. As cargas são uma combinação de vidro de borosilicato de flúor alumínio e bário silanizados, com tamanho médio abaixo de 1µm e sílica coloidal com tamanho de 0,04µm e sílica nanométrica, resultando em um compósito microhíbrido que apresenta alta resistência ao desgaste, requerida para restaurações posteriores e grandes

restaurações anteriores, combinada com a facilidade de se alcançar uma superfície lisa e de alto brilho. Sua composição provê ao compósito características únicas de esculpibilidade para a obtenção dos mais finos detalhes anatômicos e uma superfície com brilho natural.

Indicações:

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

2.3. Saliva

A saliva é uma secreção exócrina muco-serosa, levemente ácida e transparente. É constituída de uma mistura complexa de fluidos das glândulas salivares maiores e menores, além do fluido crevicular gengival, o qual contém bactérias da cavidade oral e restos alimentares (HUMPHREY et al, 2001). Esses fluidos são diferentes entre si em relação à composição e ao volume (GAL et al, 2000, THELDA et al, 1998). As glândulas salivares maiores incluem a parótida, a submandibular e a lingual, e as menores são pequeníssimas glândulas localizadas nos lábios, na língua, no palato, nas bochechas e na faringe (HUMPHREY et al, 2001).

A saliva natural é um sistema extremamente complexo com numerosos constituintes que variam quanto à sua concentração de acordo com o horário do dia, por isso é impossível sua reprodução exata (GAL et al, 2000, THELDA et al, 1998).

De acordo com THELDA et al (1998) o fluxo de saliva é variável com redução pela manhã, e aumento à tarde; é quase nula durante o sono, sendo de 4ml por minuto quando bem estimulada. Em relação ao seu tamanho, as glândulas salivares produzem um grande volume de saliva: a quantidade máxima é de aproximadamente 1ml/min por grama de tecido glandular, o que corresponde à aproximadamente 1-1,5 litros por dia (THELDA et al, 1998, HUMPHREY et al, 2001).

A secreção salivar pode ser classificada como serosa, mucosa ou mista; a secreção serosa é produzida principalmente pela glândula parótida, a secreção mucosa pelas glândulas menores, já as glândulas sublingual e submandibular produzem a secreção mista (mucosa e serosa) (HUMPHREY et al, 2001).

2.3.1. Constituição

Vários fatores influenciam o fluxo e a composição da saliva: ritmo circadiano, idade, tipo de alimentação, aumento da uréia no sono, dieta rica em açúcar ocasionando aumento da concentração de amilase no soro (THELDA et al, 1998).

A variabilidade da composição da saliva pode ser atribuída também ao fato de que várias classes de glândulas salivares contribuem com diferentes constituintes e também porque o produto final depende do estímulo que evoca a secreção. A concentração de vários constituintes inorgânicos depende do fluxo de saliva. A saliva é composta de aproximadamente 99,5% de água e tem um peso específico entre 1,002 e 1,012 (THELDA et al, 1998, HUMPHREY et al, 2001). O pH da saliva depende primariamente da concentração de CO₂ livre e combinado, variando diretamente com o pH do sangue. O bicarbonato, e em menor grau o fosfato, tamponam a saliva (THELDA et al, 1998).

A saliva consiste de dois componentes: macromoléculas e fluidos. O componente fluido é derivado da perfusão sanguínea; as macromoléculas derivam primariamente de grânulos secretórios das células acinares (células presentes na parede dos ductos das glândulas salivares). O fluido é produzido via gradiente osmótico por fluxos transepiteliais de cloreto de sódio e água. A secreção de eletrólitos é feita primariamente pela bomba de sódio e potássio (THELDA et al, 1998).

A saliva é composta por uma variedade de eletrólitos, incluindo sódio, potássio, cálcio, magnésio, bicarbonatos e fosfatos. Também são encontrados na saliva, imunoglobulinas, proteínas, enzimas, mucinas e produtos nitrogenados, como a uréia e a amônia (HUMPHREY et al, 2001).

De acordo com HUMPHREY et al (2001), a saliva não é considerada uma ultrafiltração do plasma. Inicialmente a saliva é isotônica da maneira como é produzida pelos ácinos, contudo, ela se torna hipotônica enquanto passa através dos ductos das glândulas.

O pH normal da saliva se encontra entre 6 e 7, ou seja, levemente ácido, podendo variar entre picos de 5,3 (durante fluxo mínimo) até 7,8 (durante fluxo máximo). As glândulas salivares maiores contribuem, majoritariamente, com o volume e o conteúdo de eletrólitos da saliva, enquanto que as glândulas salivares menores são responsáveis pela secreção de substâncias originárias do sangue (HUMPHREY et al, 2001).

2.3.2. Funções

As funções da saliva estão compreendidas em cinco categorias, as quais possuem a finalidade de manter a saúde oral e criar um balanço ecológico adequado: (1) lubrificação e proteção, (2) solução tampão e limpeza, (3) manutenção da integridade dos dentes, (4) atividade anti-bacteriana e (5) digestão (HUMPHREY et al, 2001).

Como uma cobertura seromucosa, a saliva lubrifica e protege os tecidos orais, atuando como uma barreira contra agentes irritantes, como produtos químicos dos alimentos, substâncias tóxicas de cigarros e outros. O componente da saliva que, efetivamente, gera essa proteção é a mucina, uma complexa molécula de proteína. A mucina possui propriedades como, baixa solubilidade, alta viscosidade, alta elasticidade e forte adesividade. A mastigação e a fala só são possíveis devido aos efeitos de lubrificação da mucina (HUMPHREY et al, 2001).

A segunda função da saliva compreende tamponamento e limpeza através dos seguintes componentes: bicarbonato, fosfato, uréia e proteínas e enzimas anfóteras. O bicarbonato é o agente mais importante no sistema de tamponamento. O mesmo se difunde por entre a placa bacteriana e atua neutralizando ácidos. A uréia libera amônia após ser metabolizada pelas bactérias, a qual aumenta o pH da placa.

O pH da saliva não parece ser tão importante no aparecimento e na progressão da cárie quanto o pH da placa bacteriana. Os carboidratos fermentáveis da alimentação e a capacidade de tamponamento da saliva afetam o pH da placa. O pH normal da placa se encontra entre 6 e 7 (isto é, 2 a 2,5h após a ingestão de carboidratos). O pH aumenta durante os primeiros 5min após as refeições, e logo após cai até seu nível mais baixo, 6,1 ou menos, aproximadamente 15min após a alimentação.

Manutenção da integridade dos dentes é a terceira função da saliva. Isso é possível devido ao processo de desmineralização e remineralização. A desmineralização ocorre quando ácidos se difundem através da placa por entre os cristais do esmalte dentário, resultando em dissolução cristalina. A remineralização é o processo de reposição dos minerais perdidos pelo esmalte dentário. Para isso, é imprescindível a supersaturação desses minerais na saliva.

Outra função da saliva é a atividade antibacteriana. As glândulas salivares são exócrinas, e, como tal, secretam fluidos contendo agentes imunológicos e não-imunológicos, os quais protegem as superfícies dos dentes e das mucosas. Os agentes

imunológicos compreendem IgA, IgG e IgM. E os não-imunológicos são proteínas, mucinas, peptídeos e enzimas.

A saliva começa o processo digestivo através da quebra inicial do amido devido à ação da amilase salivar (HUMPHREY et al, 2001).

2.3.3. Saliva artificial

Uma fórmula de saliva artificial a qual reaja com o material a ser estudado de maneira similar à saliva natural é o requerimento básico para um ambiente oral artificial (LEUNG et al, 1997). Contudo, sabe-se que não é possível obter-se uma duplicação exata das propriedades da saliva humana, devido à sua natureza inconsistente e instável. Diferentes fórmulas examinadas detalhadamente em um estudo realizado por GAL et al (2000) revelaram que todas são uma reunião arbitrária de substâncias, a qual possui maior ou menor similaridade à composição da saliva humana (GAL et al, 2000, LEUNG et al, 1997).

De acordo com GAL et al (2000), relatos da literatura mostraram que um grande número de formulações tem sido utilizado na tentativa de simular as condições químicas presentes na boca (tabela 4). A primeira saliva artificial foi produzida por SOUDER et al em 1931, em um estudo sobre envenenamento por mercúrio devido a restaurações de amálgama.

GAL et al (2000) tentaram aperfeiçoar uma fórmula para testes *in vitro*. O primeiro ponto foi decidir a respeito da inclusão de uma fração orgânica composta por glicoproteínas na mistura a qual é responsável pela maior viscosidade da saliva, porém devido à dificuldade prática de se obter o material adequado, não se levou em consideração essa característica da saliva. Em vista disso, decidiu-se incluir apenas os componentes minerais do produto natural, os quais demonstraram ter algum efeito no processo em questão. Se alguma substância não possui efeito detectável, deve-se omití-la.

Tabela 4 – Fórmulas de saliva artificial (a concentração dos componentes está em mmol/l) (LEUNG et al, 1997).

Autores	Na	K	Ca	Mg	NH ₄	Cl	PO ₄	SO ₄	CO ₃	SCN	Lac	Cit	Urato	Uréia	CO ₂	pH
Souder et al	0.62	1.03	0.25			1.84	0.31									
Greenwood et al	14.64	58.60	5.80			32.19	16.79	5.16								6.7
Worner et al	14.64	42.52	5.80			32.19	8.75	5.17								
Schoonover et al	14.64	58.60	5.80			32.19	16.79	5.16								
Muhler et al	11.89	5.37	5.99	0.02		12.21	5.06		5.99					16.65		6.9
Wasserman et al	84.16	4.69	1.02			76.72	3.87		6.43							
Vieira et al	1.85				4.54	13.69	3.62	2.27	1.19					8.32		
Fusayama et al	15.33	5.37	5.40	0.02		23.02	4.23							16.65		
Hay e Hartles	13.04	18.18	2.14	0.42	5.61	15.43	5.45		10.12	2.23						
Carter e Ross	29.83	21.79	2.90			28.07	3.08		17.86	3.40				17.86		
Tani e Zucchi	16.21	25.05				19.73	1.20		14.91	5.32						6.7
Guthrow et al	11.85	6.71	5.99	0.02		13.55			5.99					16.65		7.1
Brugirard et al	33.50	21.79				28.07	4.13		17.86	3.40				2.16		
Melcer e Ledion	33.50	21.79				28.08	2.98		17.86	3.40				21.64		
Matzker et al	14.43	21.05	1.27	0.48		34.03	1.96			1.03						7.2
Stookey et al	1.94	0.72	0.29			1.41	0.81	0.29								
Darvell	19.31				4.11	8.01	4.67		7.14	2.38	0.78	0.07	0.09	3.33		
Shellis	11.55	20.50	1.43	0.21	4.35	23.22	5.10		6.45	2.30		0.05	0.06	2.86		
deMagistris	4.35	20.97				18.90	2.74			2.07						
ten Cate et al	1.50	150.90				150.00	0.90									7
Sieck et al		30.68	1.09			32.18	0.68									7
Leung e Darvell	28.16	25.74			4.10	29.84	4.67			2.24	0.78	0.95	0.11	3.30	0.04	
Goehlich et al	21.48	25.27				20.12	3.62		17.86	5.14	9.99				0.10	
Papadogiannis	51.14		1.00			37.08	1.00									
Blake-Haskins	13.00	141.00	1.50			144.80	4.00		8.20							
Olsson et al	16.20	25.02				19.70	1.36			5.32	10.00				0.10	

2.4. Interação dos Ácidos Orgânicos e da Água com Compósitos Odontológicos

A cavidade oral possui um ambiente hostil, tanto química quanto mecanicamente. Ácidos provenientes dos alimentos, formação de placa bacteriana e secreções bucais desgastam os dentes e as restaurações. O ato da mastigação sujeita os mesmos a grandes forças. Durante a escolha do material apropriado para a restauração, os dentistas devem atentar ao esforço que esse material terá que suportar (HIRAISHI, 2003, WELLINGHOFF, 2003, VENHOVEN et al, 1996).

O meio químico é uma característica do ambiente oral que exerce uma influência apreciável na degradação *in-vivo* de resinas compósitas. A matriz resinosa pode se tornar macia e as partículas podem ser arrancadas quando se expõe esses compósitos a certos ambientes químicos (YAP et al, 2002).

Segundo GEE et al (1996), existe um tipo de desgaste denominado corrosivo, o qual envolve a interação entre o amolecimento químico da matriz e o ambiente da superfície. Este processo inclui a exposição a produtos químicos como o etanol, óleos vegetais, ácidos orgânicos e enzimas. Um efeito significativo de amolecimento foi demonstrado com etanol e ácido acético a concentrações superiores a 50%. A água parece agir de maneira semelhante em polímeros, aumentando o desgaste corrosivo. Além disso, a água pode causar degradação hidrolítica do adesivo presente na interface entre as partículas e a matriz, contribuindo com a diminuição da proteção da superfície do compósito e com o aumento da rugosidade (MUSANJE et al, 2003).

Inúmeros fatores irão determinar o coeficiente de difusão de fluidos de compósitos odontológicos com matriz polimérica. Estes incluem: tipo de polímero, quantidade de partículas, tamanho das partículas, reatividade dos componentes das partículas e a presença de silano como agente de união.

Desses, a natureza do polímero influencia de forma mais significativa na expansão higroscópica do compósito. A hidrofiliabilidade da matriz polimérica irá determinar a habilidade das moléculas de água se difundirem para a mesma, enquanto que a elasticidade e a resistência das ligações irão determinar o aumento na dimensão do material (MARTIN et al, 2003).

Estudos realizados por MARTIN et al (2003) mostraram expansão volumétrica e aumento no peso de compósitos odontológicos imersos em água e saliva artificial. Segundo KIM et al (2002), a quantidade de partículas, seu tamanho e forma estão intimamente relacionados com a dureza, a resistência à compressão e o módulo de

elasticidade do compósito. Ao se aumentar a fração volumétrica de carga, obtém-se uma diminuição na absorção de água e um aumento na resistência à abrasão, tanto durante a escovação como também durante o contato com a hidroxiapatita.

SODERHOLM et al (1996) constataram perda de partículas a partir de compósitos armazenados tanto em saliva artificial quanto em água destilada. Eles concluíram que o efeito da saliva artificial foi mais significativo para a perda de partículas em compósitos de uso odontológico.

FERRACANE et al (1998) acreditam que o efeito de um solvente em compósitos dentários varia. Alguns estudos têm demonstrado uma substancial diminuição no módulo de elasticidade, na resistência à flexão e na resistência à tração de compósitos envelhecidos em água durante um ou mais meses. Enquanto outros reportam nenhuma mudança ou até mesmo aumento na resistência à flexão e na tenacidade à fratura após estocagem em água (McCABE et al, 2003). Em seus estudos, FERRACANE et al (1998) demonstraram haver uma redução limitada nas propriedades mecânicas dos compósitos envelhecidos em água (o módulo de elasticidade, por exemplo, abaixou de uma média de 1,90GPa para 1,20GPa), e concluíram que a absorção de água causa um amolecimento da matriz provocando um aumento no espaço entre as cadeias poliméricas, além de contribuir com a diminuição da intensidade das ligações entre as mesmas. A maioria das moléculas de água ocupou o volume livre entre as cadeias e os entrecruzamentos, além dos microvazios formados durante a polimerização.

De acordo com McCABE et al (2003), a absorção de fluidos pelos compósitos odontológicos pode gerar pressão dentro do material o qual está confinado a uma cavidade, podendo até causar danos às estruturas dentárias.

2.5. Propriedades Mecânicas dos Materiais

De acordo com ANTUNES and RAMALHO (2003), os compósitos odontológicos e os dentes estão sujeitos a condições muito específicas durante suas funções (mastigação, principalmente) no ambiente oral, são elas:

1. temperatura – 10 a 50°C;
2. saliva – solução salina, constituída também por proteínas complexas;
3. pH – 1 a 9;
4. carga durante contato – 1 a 700N;
carga durante mastigação – 6 a 130N;
tensão durante contato – 200MPa;
5. ciclos (número de contatos dente/dente ou dente/restauração ou restauração/restauração) – 1 a 1500 ciclos por dia;
6. distância percorrida durante esses ciclos – 30km em 50 anos;
0,5 a 1mm por ciclo;
0,6km por ano.

2.5.1. Dureza

Dureza é a medida da resistência de um material a uma deformação permanente ou plástica localizada (CALLISTER, 2002, DIETER, 1981). Quanto maior a dureza, maior a resistência à abrasão do material (PHILLIPS, 1991).

Técnicas quantitativas para determinação da dureza foram desenvolvidas ao longo dos anos, nas quais um pequeno penetrador é forçado contra a superfície do material a ser testado, sob condições controladas de carga e taxa de aplicação. Faz-se a medida da profundidade ou do tamanho da impressão resultante, a qual por sua vez é relacionada a um número índice de dureza; quanto mais macio o material, maior e mais profunda é a impressão e menor é o número índice de dureza. As durezas medidas são apenas relativas (dependem de uma escala padrão) (CALLISTER, 2002).

De acordo com CALLISTER (2002), os testes de dureza são simples e baratos - os corpos de prova não precisam de preparo especial; e, é não destrutivo - os corpos de prova não são fraturados, nem excessivamente deformados.

Há várias maneiras de se medir a dureza de um material (Brinell, Rockwell, Shore Vickers e Knoop). O ensaio de dureza realizado será o de microdureza Vickers. O mesmo utiliza um diamante piramidal de base quadrada como penetrador. O ângulo entre as faces opostas dessa pirâmide é de 136°. O índice que mede a dureza neste teste é chamado de DPH (diamond-pyramid hardness number) ou HV e é definido através da divisão entre a carga utilizada para provocar a endentação (variando entre 1 e 1000g) e a área de superfície da mesma. Na prática, essa área é calculada a partir das medidas do comprimento das diagonais da impressão analisada em um microscópio. O índice DPH ou HV pode ser determinado através da equação 1:

$$DPH = \frac{2P}{L^2} \operatorname{sen}\left(\frac{\theta}{2}\right) = 1,854 \frac{P}{L^2} \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

P é a carga aplicada, kg;

L é o comprimento das diagonais, mm;

θ é o ângulo entre as faces opostas do diamante = 136° (DIETER, 1981)

Uma das propriedades físicas mais importantes para os materiais compósitos odontológicos é a dureza superficial, a qual se correlaciona à resistência à compressão e à abrasão (OKADA et al, 2000).

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

CESAR et al (2001) avaliaram a influência da armazenagem em água por trinta dias nas propriedades mecânicas de quatro compósitos indiretos e um direto. O ensaio de dureza Knoop foi realizado em três pontos de cada corpo de prova após 24h e após trinta dias de armazenagem em água a 37°C. Todos os compósitos apresentaram valores de dureza menores após trinta dias.

Segundo GREGORY et al (1992) os valores de dureza de compósitos variam com o tipo de cura, a quantidade e o tamanho das partículas. Quanto menor o tamanho das partículas e maior a quantidade das mesmas, maiores serão os valores de dureza Knoop.

2.5.2. Resistência à Compressão

Segundo CHOU (1993), a resistência à compressão é a propriedade intrínseca do material compósito mais difícil de ser medida. Isso acontece porque uma pequena variação na geometria do corpo de prova poderá resultar em uma aplicação excêntrica da carga, e oportunamente levar o material à fratura devido à instabilidade da geometria.

Neste ensaio, um corpo é colocado sob a ação de uma carga que tende a comprimí-lo ou encurtá-lo. A tensão em compressão é sempre acompanhada de uma deformação por compressão. Através desse ensaio, pode-se determinar o módulo de elasticidade, a tensão de fratura em compressão, além da deformação provocada nos corpos de prova (CESAR, 2001).

A resistência à compressão é uma importante propriedade mecânica relacionada aos materiais dentários, pois a mesma indica a habilidade do material de suportar carga vertical, o que é vital em áreas de grande esforço (WILLENS et al, 1992).

O módulo de elasticidade é um parâmetro muito sensível para avaliar os materiais dentários. Um material com baixo módulo deformará mais sob carga mastigatória, particularmente nas regiões posteriores, resultando em possibilidade de falhas catastróficas (WILLENS et al, 1992, LAMBRECHTS et al, 1987).

O módulo de elasticidade é uma medida de rigidez do material – quanto maior o módulo, mais rígido o material. Alta rigidez é benéfica para os compósitos usados em odontologia, pois a flexibilidade excessiva pode, com o tempo, provocar tensão na interface de ligação dente/restauração. No entanto, material com módulo muito alto não absorve carga oclusal (CESAR et al, 2001).

2.5.3. Tenacidade à Fratura

Tenacidade à fratura é uma propriedade mecânica que descreve a resistência dos materiais à propagação catastrófica de defeitos semelhantes a uma trinca sob uma tensão

aplicada, onde K é fator de intensidade de tensões na ponta de uma trinca (MANHART, 2000, DIETER, 1981). Do ponto de vista energético, a tenacidade à fratura pode ser considerada como a quantidade de energia de deformação elástica e plástica necessária para fraturar um material (CALLISTER, 2002).

Ela é proporcional à energia requerida para criar novas superfícies através da propagação de trincas e permite determinar um valor relativo à capacidade do material de resistir à propagação desses defeitos (MANHART, 2000).

O valor crítico de K , K_C , pode ser considerado uma propriedade que descreve a resistência inerente do material à fratura em presença de uma trinca (DIETER, 1981).

De acordo com ZHAO et al (1997), a fratura de uma restauração dentária ocorre quando a capacidade de suportar uma carga é diminuída devido à degradação do material no meio oral. Esse processo normalmente acontece devido à presença de porosidades pré-existentes, imperfeições nas interfaces e tensão residual. Sob uma aplicação contínua de cargas mecânicas, a degradação progressiva pode levar ao aparecimento e crescimento de uma trinca que irá resultar na fratura da restauração. Logo, a resistência ao crescimento de uma trinca é um fator importante a ser considerado na escolha do material restaurador.

PILLIAR et al (1987) afirma que o K_{IC} é uma propriedade intrínseca do material. Entretanto, quaisquer mudanças na estrutura do material – resultantes, por exemplo, da estocagem em soluções (causando absorção ou perda de constituintes moleculares) – pode acarretar em mudanças no seu valor de K_{IC} .

BONILLA et al (2001) observaram uma fraca correlação entre a quantidade de partículas e o valor de K_C . Concluíram que a variação de valores para K_C dos compósitos para dentes posteriores é devido a diferentes: quantidade, tamanho e forma das partículas, além dos sistemas de matriz orgânica que variam de produto para produto.

KIM et al (2002) concluíram que o alto conteúdo de partículas de carga não está associado com alta tenacidade à fratura. Sua pesquisa mostrou que a tenacidade aumenta com o aumento da quantidade de partículas até 55% em peso, depois permanece constante.

2.5.4. Desgaste

A atividade mecânica na superfície de um corpo sólido através do contato e movimento de um corpo oposto é chamada atividade tribológica. Tribologia é o ramo da ciência que estuda a fricção e descreve o fenômeno que ocorre na área de fricção (HOLMBERG and MATHEWS, 1994).

O resultado da atividade tribológica que acontece entre duas superfícies em contato e em movimento, provocando a remoção de material das superfícies, é dito desgaste. A maneira como ocorre a remoção do material é descrita por vários mecanismos de desgaste. Mecanismos típicos tais como desgaste adesivo, abrasivo e químico podem acontecer. É muito comum que em um contato real, mais de um mecanismo de desgaste aconteça ao mesmo tempo (GEE et al, 1996, HOLMBERG and MATHEWS, 1994, MOHD et al, 1990). O desgaste abrasivo é o tipo de desgaste que ocorre quando uma superfície dura desliza sobre outra com menor dureza. No desgaste adesivo, fragmentos de um corpo aderem no outro. O material desenvolve microtrincas, as quais podem levar à fratura (MOHD et al, 1990, HOLMBERG et al, 1994).

De acordo com MOHD et al (1990), o desgaste é um fenômeno muito comum na Odontologia e é um dos maiores problemas relacionados aos compósitos (RATLEDGE et al, 1994).

Duas características importantes dos materiais dentários usados em restaurações de superfícies oclusais dos dentes são: sua resistência ao desgaste abrasivo e a predisposição dos materiais de provocar desgaste nas superfícies oclusais da dentição oposta, seja natural ou artificial (DELONG et al, 1989, KOCZOROWSKI and WLOCH, 1999).

O desgaste do esmalte dentário é um processo natural e pode ser esperado com algum grau em toda a dentição humana. A velocidade do desgaste pode variar devido a fatores individuais e pela introdução de restaurações de materiais com propriedades de desgaste diferentes das dos dentes naturais (DELONG, 1989, SULONG and AZIZ, 1990).

De acordo com RATLEDGE et al (1994), parafunção, composição da saliva, fatores ambientais, idade, fatores psicológicos, composição do esmalte e acidez contribuem para o desgaste clínico dos compósitos dentários.

O desgaste abrasivo na boca ocorre de diferentes maneiras, dependendo da localização da restauração. Restauração tipo classe III, IV e V são desgastadas pela

escovação e tipo de dentífrico, enquanto que restaurações oclusais são abrasionadas principalmente pela compressão do bolo alimentar entre a restauração e o dente antagonista durante o corte e a mastigação dos alimentos (SULONG and AZIZ, 1990, HOLMBERG and MATHEWS, 1994).

Para SULONG and AZIZ (1990) o ideal é restaurar o dente usando materiais que se aproximem o máximo possível do tecido perdido. Grandes diferenças no desgaste dos materiais protéticos e dos tecidos duros do dente podem resultar em disfunções do sistema estomatognático.

LIM et al (2002) e VENHOVEN et al (1996) avaliaram a influência de três parâmetros das partículas (tamanho, pré-tratamento e composição) em um teste de desgaste de compósitos baseados em diferentes sistemas de matriz. Concluíram que a distância inter-partícula tem influência no processo de desgaste. Quanto menor a distância entre as partículas mais a matriz será protegida contra a atividade de desgaste.

MANHART et al (2000) observaram em sua pesquisa que além do volume médio e da composição das partículas de preenchimento, o espaço inter-partícula também influencia nas propriedades físicas e no comportamento de desgaste dos materiais compósitos. Quanto maior a partícula, maior a taxa de desgaste, porque durante o mesmo as partículas podem ser arrancadas do material, resultando em uma avaria na superfície e então aumentando o desgaste.

3. Materiais e Métodos

3.1. Materiais

Os materiais escolhidos foram os compósitos de uso direto *Esthet X*[®] (Dentsply) e *Filtek Supreme*[®] (3M). Tais materiais foram selecionados devido à presença de partículas nanométricas em sua estrutura, de acordo com informações do fabricante.

Na figura 4 pode-se observar a apresentação comercial dos materiais e na tabela 5 as especificações dos fabricantes.



(a)



(b)

Figura 4 – Apresentação comercial dos materiais. Em (a) o compósito *Esthet X*[®] e em (b) o material *Filtek Supreme*[®].

Tabela 5 – Especificações técnicas dos materiais escolhidos.

Material	Composição	Fabricante	Lote	Validade
<i>Esthet X[®]</i>	Matriz polimérica (40% em volume) produzida a partir de Bis-GMA, Uretano modificado, Bis-EMA e TEGDMA, com preenchimento de partículas de vidro (60% em volume) à base de borossilicato de flúor alumínio e bário silanizadas, com tamanho médio abaixo de 2,5µm e sílica coloidal com tamanho de 0,04µm e sílica nanométrica (10 a 20nm).	Dentsply	95493	10/06
<i>Filtek Supreme[®]</i>	40,5% em volume composto por matriz de Bis-GMA, UDMA, TEGDMA e Bis-EMA, com preenchimento de partículas de vidro à base de agregados de matriz de zircônia/sílica com um tamanho médio de partícula de 0,6 a 1,4 µm com tamanho primário de partícula de 5 a 20nm e uma incorporação de sílica de 20nm não aglomerada/não agregada, totalizando 59,5% em volume.	3M	4CF	11/06

3.2. Metodologia para Confeção das Amostras

As amostras foram obtidas a partir da confecção de pequenas barras medindo 4x4x30mm, 4x8x30mm e 4x8x35mm, feitas com os materiais escolhidos, somando um total de 28 unidades para cada material.

Confeção das barras: os moldes para a fabricação das barras foram feitos a partir de matrizes de resina acrílica incluídas em silicone. As barras de resina acrílica foram posicionadas e coladas com *Super Bonder* no fundo de uma pequena caixa de resina e incluídas em silicone de duplicação – *Stern Tek – Sterngold – Alemanha* – lote nº13632 – validade 02/07/05. Essa inclusão foi feita sob pressão em câmara de compressão a ar – *Norgren – EUA*, por um período de 20 minutos, à pressão de 60psi (0,4MPa e 4bar).

Após a desinclusão e remoção das matrizes, os moldes foram preenchidos com os compósitos escolhidos, *Filtek Supreme*[®] e *Esthet X*[®].

Os materiais foram preparados em camadas horizontais e pressionados com o auxílio de uma espátula, tipo calcador, para melhor acomodação (figuras 5 e 6).

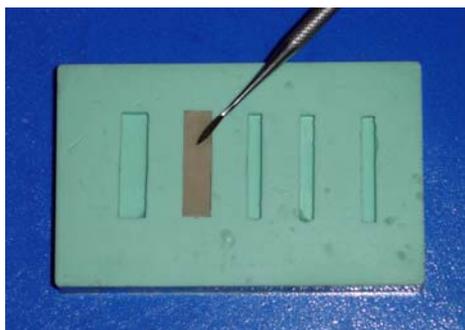


Figura 5 – Molde sendo preenchido com os materiais.

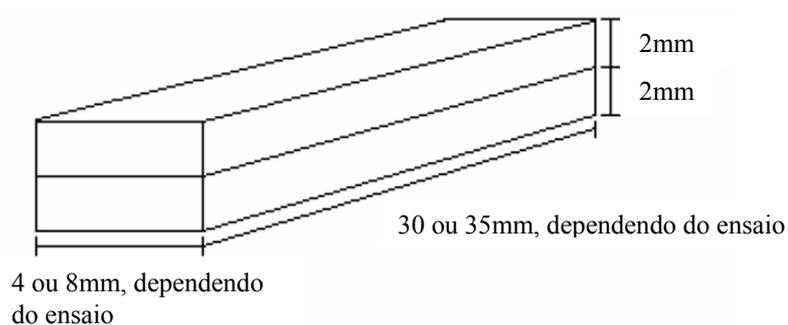


Figura 6 – Esquema ilustrativo do preenchimento dos moldes em camadas.

Para o preparo das barras, 2 camadas foram necessárias para o preenchimento, devido à espessura das mesmas. Após a colocação de cada camada, esta foi sucessivamente polimerizada em períodos de 20 segundos (de acordo com as especificações dos fabricantes, para uma espessura máxima de 2mm) através de um aparelho fotopolimerizador *3M ESPE 2500* (figura 7).



Figura 7 – Aparelho fotopolimerizador 3M ESPE 2500.

Essas barras deram origem aos corpos de prova que foram preparados em diferentes tamanhos, de acordo com a necessidade dos testes listados a seguir (tabela 6).

Tabela 6 – Distribuição das barras a serem fabricadas.

Ensaio	<i>Filtek Supreme</i> [®]	<i>Esthet X</i> [®]
Análise microestrutural	1 (4x4x30mm)	1 (4x4x30mm)
Microdureza	3 (4x8x30mm)	3 (4x8x30mm)
Tenacidade à fratura	12 (4x8x35mm)	12 (4x8x35mm)
Desgaste	12 (4x8x30mm)	12 (4x8x30mm)

Cada ensaio, com os dois compósitos, foi realizado com amostras envelhecidas e não-envelhecidas em saliva artificial.

Para a realização dos ensaios de resistência à compressão foram utilizados 6 corpos de prova em formato cilíndrico (dimensões: 4mm de diâmetro e 6mm de altura – norma segundo a ANSI/ADA especificação nº27/1993) de cada material a ser estudado (*Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®]). A fim de produzir adequadamente as amostras foi elaborado um dispositivo em acrílico (ver figura 8). O mesmo apresenta borboletas laterais que, ao serem afrouxadas, permitem abrir o dispositivo a fim de que a retirada

da amostra seja facilitada e não altere a forma da mesma. O dispositivo possui ainda duas guias laterais para que as bordas de cada parte do molde se alinhem perfeitamente.



Figura 8 – Dispositivo criado para a confecção das amostras para o ensaio de compressão.

O molde foi preenchido em três camadas com o objetivo de manter o padrão de polimerização exigido pelos fabricantes (máximo de 2mm de espessura, ver figura 9). Cada camada foi fotopolimerizada por 20 segundos (figura 10) através de um aparelho fotopolimerizador *3M ESPE 2500* (figura 7).

Esse dispositivo produziu as amostras com 6,2mm de altura, a justificativa para isso será dada posteriormente.

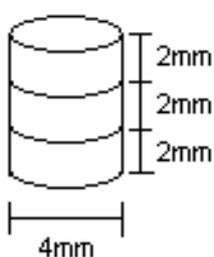


Figura 9 – Esquema ilustrativo do preenchimento dos moldes em camadas.

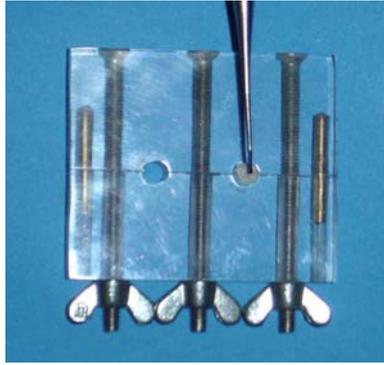


Figura 10 – Molde sendo preenchido com os materiais.

3.3. Metodologia para os Ensaio

3.3.1. Análise Microestrutural

A caracterização microestrutural nesse trabalho objetivou realizar análises qualitativa e quantitativa dos materiais em estudo. Na análise qualitativa, pretendeu-se observar e comparar tamanho médio, forma e distribuição das partículas, inclusive das partículas de tamanho nanométrico, além da obtenção de dados sobre a composição química das partículas de cada um dos compósitos. Na análise quantitativa, a intenção foi analisar as frações volumétrica e em peso das partículas, assim como a densidade dos materiais.

Com a finalidade de se obter uma caracterização microestrutural minuciosa, várias etapas foram necessárias. Cada uma dessas etapas incluiu a utilização de equipamentos diferentes como: o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) – *Jeol JSM-6460LV*, o Espectrômetro de Energia Dispersiva por raios-x (EDS) – *EDX Noran System SIX Modelo 200*, Espectrômetro de Fotoelétrons por raios-x (XPS) – Laboratório de Análises Químicas, Microscópio de Força Atômica (MFA) – *TopoMetrix Accurex II* e Microscópio Óptico (MO) – *Olympus BX60M*.

3.3.1.1. Análise Microestrutural Qualitativa

Microscopia Óptica

A análise em microscopia óptica forneceu uma visão geral da estrutura dos compósitos. Porém, como as partículas presentes são muito pequenas e o aumento em MO é limitado (aproximadamente 1000X), obteve-se apenas imagens auxiliares para a compreensão da microestrutura dos materiais.

Para esta análise, foram utilizados 2 corpos de prova de dimensões 4x4x10mm de cada material. O polimento dessas amostras foi realizado em um equipamento *Prazis APL-4* utilizando-se a suspensão de diamante policristalina SUPREME em base aquosa na granulação de 1/20 μ m da marca *Buehler* e o pano para polimento metalográfico da empresa *Struers Metallographic Equipment* com a especificação *DP-Nap*. Todo esse cuidado se fez necessário devido ao tamanho em escala nanométrica das partículas presentes nos compósitos em estudo, para que as mesmas não fossem arrancadas.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada para três tipos diferentes de preparação de amostras. Foram analisadas as mesmas amostras da MO (polidas com suspensão de diamante na granulação de 1/20 μ m), do EDS (dispersas em álcool etílico) e amostras atacadas em sua superfície com ácido nítrico (ver logo adiante em Microscopia de Força Atômica).

A análise em MEV permitiu melhor caracterização do tamanho e da dispersão das partículas em meio à matriz, porém as nanopartículas não foram bem visualizadas com os recursos desse equipamento.

Microscopia de Força Atômica (MFA)

A análise em microscopia de força atômica se fez necessária devido ao tamanho nanométrico das partículas existentes nos compósitos estudados, pois possibilita a obtenção de imagens em escala que pode chegar praticamente em nível atômico.

Todavia, essa técnica é muito recente, principalmente para análises em polímeros e compósitos de matriz polimérica com partículas nanométricas. Por isso, algumas maneiras de preparação das amostras foram testadas, a fim de que se chegasse a uma superfície possível de ser analisada e que resultasse em imagens as quais mostrassem a microestrutura dos materiais:

- 1- Amostras não polidas;
- 2- Amostras polidas com suspensão de diamante na granulação de 1/20 μm ;
- 3- Amostras atacadas com ácido nítrico durante trinta segundos a fim de que o polímero fosse retirado da superfície sem haver arrancamento das partículas.

3.3.1.1.1. Análise Química

Espectrometria de Fotoelétrons por Raios-X (XPS)

Essa análise foi feita apenas na fase dispersa. Para isso, uma amostra de cada compósito (proveniente das amostras fraturadas no ensaio de tenacidade à fratura) foi aquecida em forno elétrico para a calcinação total da matriz orgânica (da mesma forma descrita no item 3.3.1.2). Após, a amostra foi prensada e analisada no equipamento.

Com essa análise, conseguiu-se obter os elementos químicos presentes na superfície da amostra (alcança a profundidade de até 10nm).

Espectrometria de Energia Dispersiva por Raios-X (EDS)

Da mesma forma que a análise anterior, foi estudada apenas a fase dispersa. Para a preparação da amostra, as partículas de cada material foram dispersas em álcool etílico dentro de um becker e deixadas durante três minutos em um aparelho de ultra-som. Com o auxílio de uma pipeta, o álcool contendo as partículas foi posto em cima de um porta-amostra. Esperava-se o álcool secar e repetia-se a operação, até que se percebesse rugosidade na superfície do porta-amostra, indicando uma quantidade razoável de partículas para ser analisada.

A amostra foi levada ao MEV onde é feita a análise por EDS.

Essa análise também fornece os elementos químicos presentes na superfície da amostra, porém até uma profundidade um pouco maior que o XPS (até 2 μm).

3.3.1.2. Análise Microestrutural Quantitativa

A fim de proceder ao estudo, as porcentagens em peso e em volume das partículas e dos polímeros foram determinadas através da utilização de uma metodologia padrão de queima ou calcinação de amostras. Esse processo permitiu a retirada da parte

polimérica dos materiais compósitos em estudo através de sua calcinação. Com isso, pôde-se quantificar o peso e o volume das partículas em separado.

Para tanto, três amostras de cada material provenientes dos ensaios de tenacidade à fratura (medindo aproximadamente 4x8x15mm) foram pesadas em balança analítica para a obtenção de seus pesos iniciais (P_0) (figura 11). Além disso, essas amostras foram imersas em uma proveta milimetrada com água até uma dada altura (figura 12) e o volume de água deslocado pela amostra foi quantificado. Obteve-se assim um registro inicial tanto do peso (P_0) quanto do volume (V_0) de cada amostra dos materiais compósitos. Prosseguindo a análise, as amostras foram aquecidas em forno elétrico - constatou-se ser mais efetiva a queima do material *Esthet X*[®] a 500°C durante 3h e do material *Filtek Supreme*[®] a 600°C também por 3h. Dessa maneira, ocorreu a calcinação da matriz orgânica e o material inorgânico resultante dessa queima teve seu peso e seu volume determinados. Portanto, os dados finais (P_f e V_f) obtidos se referiam apenas às partículas. Para se conseguir adequadamente o volume final, as partículas foram maceradas e dispersas no fundo da proveta com o auxílio de um bastão de vidro (figura 13).



Figura 11 – Amostra sendo pesada em balança analítica.

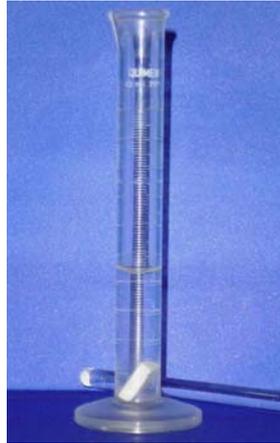


Figura 12 – Amostra imersa em proveta milimetrada para aferição do volume.



Figura 13 – Amostra macerada imersa em proveta milimetrada para aferição do volume.

A porcentagem em peso das partículas ($\%P_{part}$) foi determinada pela equação 2:

$$\%P_{part} = \left(\frac{P_f}{P_0} \right) \times 100 \quad \text{Equação 2}$$

Onde:

$\%P_{part}$ é a porcentagem em peso das partículas;

P_f é o peso final das partículas;

P_0 é o peso inicial da amostra.

A percentagem em volume das partículas foi determinada pela equação 3:

$$\%V_{part} = \left(\frac{V_f}{V_0} \right) \times 100 \quad \text{equação 3}$$

Onde:

$\%V_{part}$ é a percentagem em volume das partículas;

V_f é o volume final das partículas;

V_0 é o volume inicial da amostra.

A densidade dos compósitos foi obtida através dos valores de peso e volume das amostras, aplicando a equação 4:

$$d_c = \left(\frac{P_0}{V_0} \right) \quad \text{equação 4}$$

Onde:

d_c é a densidade do compósito;

P_0 é o peso inicial da amostra;

V_0 é o volume inicial da amostra.

De posse desses valores, foi ainda possível calcular a densidade média das partículas e da matriz dos materiais pela equação 5:

$$d_{part/mat} = \left(\frac{P_{part/mat}}{V_{part/mat}} \right) \quad \text{equação 5}$$

Onde:

$d_{part/mat}$ é a densidade de partículas ou da matriz;

$P_{part/mat}$ é o peso de partículas ou da matriz;

$V_{part/mat}$ é o volume de partículas ou da matriz.

3.3.2. Metodologia para os Ensaios Mecânicos

3.3.2.1. Ensaio de Microdureza

Para a realização dos ensaios de microdureza foram utilizados 3 corpos de prova em forma de barra com dimensões 4x8x15mm para cada tipo de material (*Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®]), antes e após o envelhecimento em saliva artificial.

Como parte da preparação das amostras, as mesmas foram submetidas a lixamento e polimento com a finalidade de deixar as superfícies (superior e inferior) planas e paralelas entre si, da seguinte forma: foram utilizadas as lixas d'água de granulação 400 e 600 da empresa *3M*, nessa ordem. Após isso, as superfícies superior e inferior de cada amostra sofreram polimento metalográfico em politriz industrial *Prazis APL - 4* com o auxílio de um pano de polimento da empresa *Struers Metallographic Equipment* com a especificação *DP-Nap* e a pasta de diamante *AP – Paste F* para polimento metalográfico de 1 μ m e 1/4 μ m (*Struers Metallographic Equipment*), a fim de se obter uma superfície plana e isenta de riscos.

A microdureza Vickers foi escolhida para a determinação dos valores de dureza dos materiais *Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®]. O ensaio foi realizado em um microdurímetro da marca *Micromet 2003, Buehler*, alocado no IME – Instituto Militar de Engenharia. Utilizou-se para indentação pesos de 10, 25 e 50g durante 30 segundos, com o objetivo adicional de avaliar o encruamento do material. Cada impressão foi observada em microscópio e o valor da dureza dos materiais foi calculado através das medidas do comprimento das suas diagonais.

O valor registrado é fornecido através de uma tabela de dureza Vickers fornecida pelo fabricante do microdurímetro.

Um valor médio de microdureza foi obtido a partir de um número mínimo de 12 endentações em superfícies polidas dos corpos de prova.

3.3.2.2. Ensaio de Resistência à Compressão

Para o ensaio de resistência à compressão foram utilizadas 6 amostras cilíndricas (dimensões: 4mm de diâmetro e 6mm de altura – norma segundo a ANSI/ADA especificação nº27/1993) de cada material a ser estudado (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*).

As superfícies superior e inferior das amostras passaram por um processo de lixamento manual com lixa d'água de granulação 800 da marca *3M* sobre uma superfície plana com o objetivo de remover as rebarbas e aplainá-las. Todas as amostras foram medidas com o auxílio de um micrômetro.

Após esse lixamento inicial, as amostras foram polidas com pano de polimento (*Struers Metallographic Equipment - DP-Nap*) e suspensão de diamante policristalina SUPREME em base aquosa na granulação de 1/20 μ m da marca *Buehler* para polimento metalográfico em uma politriz *Prazis APL-4*.

Afim de que as amostras mantivessem as dimensões, o formato e o polimento adequados, toda essa etapa de acabamento e polimento foi realizada com a ajuda de outro dispositivo, desenhado com os seguintes objetivos:

- regularizar a altura das amostras (como foi registrado anteriormente, os corpos de prova foram fabricados com 6,2mm de altura);
- remover rebarbas, aplainar e tornar paralelas as superfícies superior e inferior das amostras;
- polir de forma a não deixar riscos e diminuir ao máximo o atrito entre as superfícies superior e inferior e o equipamento no qual será realizado o ensaio, a fim de que nada interfira nos resultados.

Esse dispositivo possui dois componentes: os dois são cilindros metálicos com 30mm de diâmetro e 7mm de altura, os quais possuem uma abertura no centro de 4mm de diâmetro. A diferença entre os dois está na altura dessa abertura, em um dos componentes a abertura tem 6,1mm e no outro, 6mm (ver figuras 14 e 15). Com isso, no momento em que a amostra é inserida no dispositivo cuja abertura possui 6,1mm de altura, 0,1mm da altura da amostra fica exposto. Esse excesso permite que ela seja lixada e polida e mantém sua altura agora em 6,1mm. O próximo passo foi inserir a amostra no outro dispositivo, aquele com a abertura cuja altura é de 6mm, porém virada ao contrário para que sua superfície oposta também possa ser polida. Novamente,

0,1mm da altura da amostra fica exposto, dessa forma, a mesma pode ser lixada e polida de forma a manter o paralelismo entre as suas superfícies superior e inferior, além da certeza de que a altura será mesmo de 6mm, como exige a Norma.

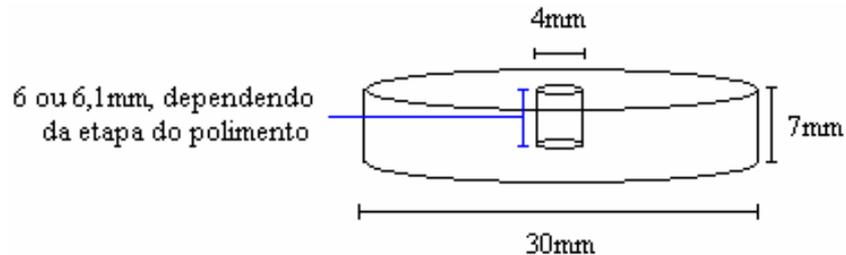


Figura 14 – Esquema ilustrativo de um dos componentes do dispositivo desenhado para acabamento e polimento das amostras para o ensaio de compressão.



Figura 15 – Foto do dispositivo desenhado para acabamento e polimento das amostras para o ensaio de compressão.

O ensaio foi realizado em uma máquina de ensaios universal *INSTRON* - modelo 4202 (pertencente ao Instituto de Macromoléculas), com velocidade do travessão de $1\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$, fundo de escala de 500Kg. Os corpos de prova receberam aplicação de carga uniaxial compressiva.

O cálculo para os valores de tensão compressiva, σ_c , e para o módulo de elasticidade em compressão, E_c , segundo a ANSI/ADA Especificação N° 27-1993, é dado através das equações 6 e 7:

$$\sigma_c = \left(\frac{F_c}{A_0} \right) \quad \text{equação 6}$$

Onde:

σ_c é a tensão compressiva;

F_c é a carga máxima de fratura;

A_0 é a área original da secção antes da aplicação da carga.

$$E_c = \left(\frac{\sigma_c}{\varepsilon_c} \right) \quad \text{equação 7}$$

Onde:

E_c é o módulo de elasticidade;

σ_c é a tensão compressiva;

ε_c é a deformação do corpo de prova.

A deformação do corpo de prova é dada pela equação 8.

$$\varepsilon_c = \left(\frac{\Delta l}{l_0} \right) \quad \text{equação 8}$$

Onde:

Δl é a diferença do comprimento inicial e o final do corpo de prova;

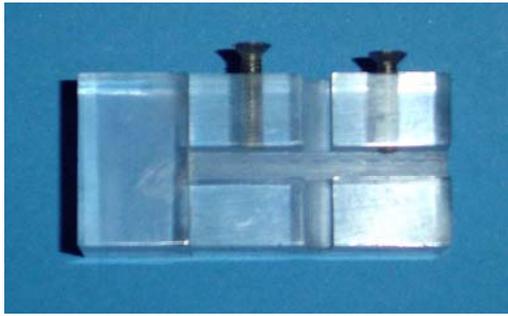
l_0 é o comprimento inicial do corpo de prova.

3.3.2.3. Ensaio de Tenacidade à Fratura

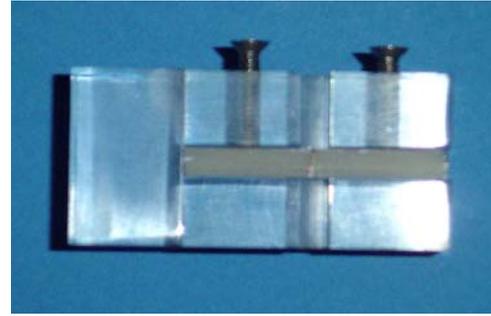
Para o ensaio de tenacidade à fratura 6 barras de cada material nas dimensões aproximadas de 4x8x35mm foram escolhidas de forma aleatória.

As barras passaram por um processo de lixamento manual feito em lixa d'água (granulação 600 da marca *3M*) sobre uma superfície plana com o objetivo de remover as rebarbas e aplainá-las. As mesmas foram polidas em politriz industrial *Prazis APL - 4* com o auxílio de um pano de polimento da empresa *Struers Metallographic Equipment* com a especificação *DP-Nap* e a pasta de diamante *AP – Paste F* para polimento metalográfico de 1 μ m (*Struers Metallographic Equipment*).

Após o lixamento e o polimento, procedeu-se a confecção dos corpos de prova. Todas as dimensões das amostras estavam de acordo com a norma da ASTM E-399 (1999) (**W**=8mm, **B**=4mm, **S**=32mm, **a**=4mm, sendo **W** a altura da amostra, **B** a espessura, **S** a distância entre os roletes e **a** o tamanho da trinca, para flexão em três pontos). Entretanto, de acordo com a norma, que foi elaborada para sistemas metálicos, deveria existir uma trinca de fadiga na ponta do entalhe. Porém, sendo os corpos de prova dessa pesquisa muito pequenos, não foi possível a produção da trinca. Foi feita a opção de um entalhe de corte simples na porção central de cada corpo de prova, tendo um direcionamento perpendicular à confecção das camadas. O entalhe foi confeccionado com o auxílio de um disco extrafino nas dimensões 22,2x0,22mm da marca *Dentorium New York* (EUA), na profundidade aproximada de 4mm. Para a realização desse entalhe foi criado um dispositivo em acrílico que pudesse fixar o corpo de prova já preparado e permitir o completo controle das dimensões do entalhe sem causar tensões ou deslocamentos (figuras 16 e 17).



(a)



(b)

Figura 16 – Em (a) dispositivo em acrílico criado para a realização do entalhe e em (b) corpo de prova posicionado para o corte.

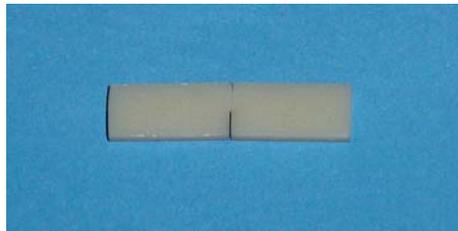


Figura 17 – Corpo de prova pronto para o ensaio de tenacidade à fratura.

Foram utilizadas as equações da ASTM E-399 (1999) para corpo de prova com geometria tipo SE(B) de flexão em três pontos, que foi desenvolvida para materiais metálicos isotrópicos. No ensaio obteve-se um registro do deslocamento do travessão no eixo X. No eixo Y, assim como nos ensaios de acordo com a norma, foi feito um registro de carga. Dessa forma, de acordo com a metodologia empregada, obtém-se um registro de carga versus deslocamento do travessão da máquina. A carga registrada foi empregada na determinação do valor de K_C atuante. Tem-se, assim, um K_C que não segue estritamente a norma, mas que permite uma comparação dos valores críticos na fratura para os dois materiais.

O ensaio foi conduzido numa máquina de ensaios universal *INSTRON* modelo-4204, com aplicação de carga em três pontos, com a velocidade do travessão de 1mm.min-1, fundo de escala 100Kg, com 32mm de distância entre os suportes (figuras 18).

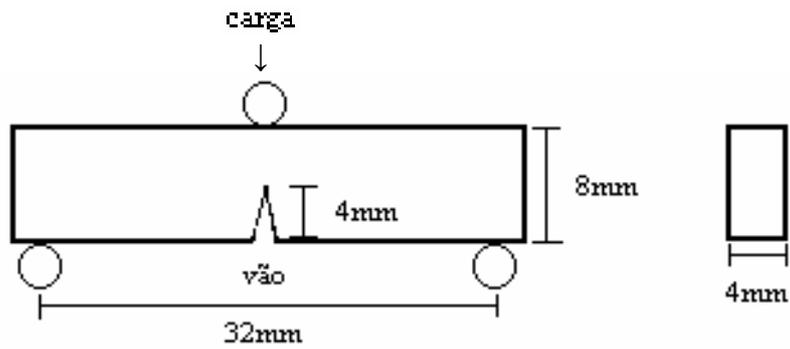


Figura 18 – Esquema do ensaio de tenacidade à fratura.

O cálculo para os valores de tenacidade à fratura, que é o fator de intensidade de tensões crítico K_{IC} segundo a ASTM E-399 (1999) é dado através da equação 9:

$$K_{IC} = \left(\frac{P_Q \times S}{B \times W^{3/2}} \right) \times f(a/W) \quad \text{equação 9}$$

Onde:

P_Q é a carga máxima para a fratura;

S é a distância entre os suportes;

B é a espessura do corpo de prova;

W é a altura do corpo de prova;

a é a profundidade do entalhe;

$f(a/W)$ é calculado de acordo com a tabela segundo a ASTM E-399 (1999) na página 435.

3.3.2.4. Ensaio de Desgaste

O ensaio de resistência ao desgaste foi conduzido no equipamento *GENTEST* (figuras 19 e 20) utilizando o sistema de abrasão tipo três corpos, onde a amostra é colocada em contato com uma esfera de aço, nesse caso, constantemente umedecida com suspensão aquosa de alumina (Alumina Azul – marca *QM* – concentração 120g/l, granulometria 1 μ m). Essa suspensão é bombeada com o auxílio de uma bomba peristáltica através de um scalp de uso médico, chegando até a esfera de aço a qual leva a suspensão abrasiva até a amostra. O corpo de prova é mantido em posição pela força de um peso, que pode variar entre 100 e 500g. Com o acionamento da máquina, a esfera rotaciona no seu próprio eixo a uma velocidade de 50 voltas/min. Os ciclos são determinados através de controle automático na própria máquina.

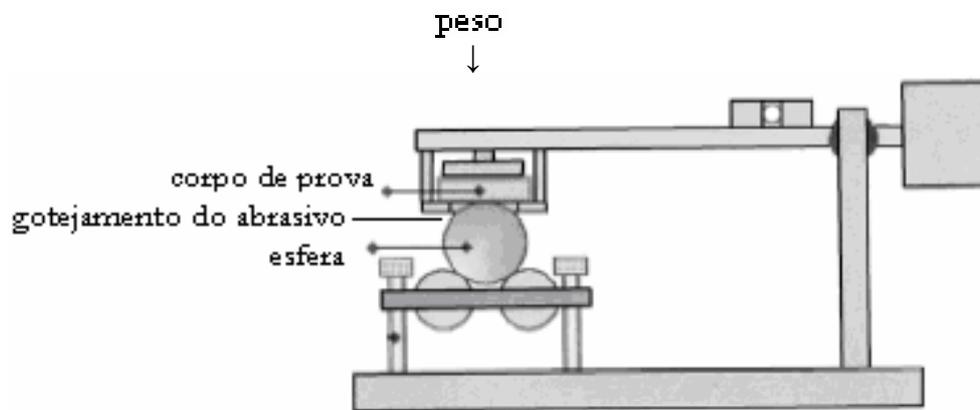
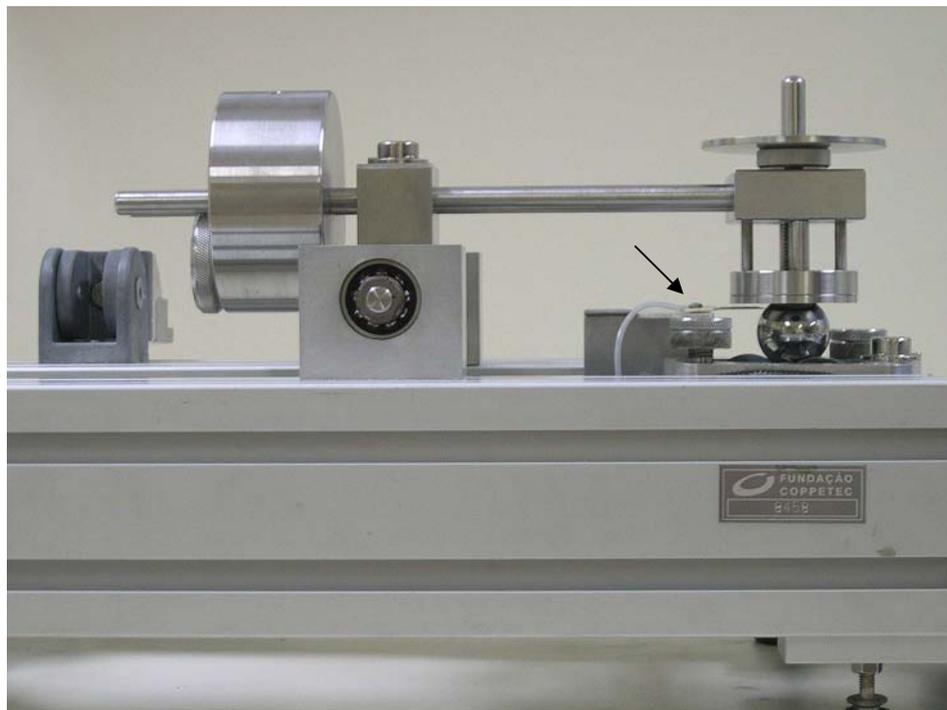


Figura 19 - Esquema do funcionamento do teste de desgaste.



(a)



(b)

Figura 20 – Em (a) pode-se observar o equipamento *Gentest* utilizado no ensaio de desgaste (I), a bomba peristáltica (II) que bombeou a suspensão abrasiva e o agitador magnético (III) o qual não permitia que as partículas de alumina da suspensão decantassem para o fundo do frasco. Em (b), uma vista aproximada do equipamento *Gentest* na área do ensaio, observar o scalp (seta), posicionado próximo à esfera, o qual leva a suspensão até a mesma.

Corpos de prova

Para o teste de abrasão foram utilizadas 6 barras com dimensões padronizadas (4x8x30mm) de cada material (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*), envelhecidas e não envelhecidas pela saliva artificial. As mesmas foram submetidas a um processo de lixamento e polimento, na seguinte sequência:

Inicialmente as barras sofreram lixamento manual em lixa d'água de granulação 600 da marca *3M*, sobre uma superfície plana com o objetivo de remover as rebarbas e aplainá-las. Após a operação com a lixa, os corpos de prova foram submetidos ao processo de polimento em uma politriz industrial *Prazis APL-4*, com o auxílio de um pano de polimento da empresa *Struers Metallographic Equipment* com a especificação *DP-Nap* e a pasta de diamante *AP – Paste F* para polimento metalográfico de 1µm (*Struers Metallographic Equipment*), com o objetivo de se obter uma superfície completamente plana e isenta de riscos.

Decidiu-se pela realização de cinco ciclos para cada amostra. Cada ciclo corresponde a um número de voltas, executados em ordem crescente: ciclo número 1 com 50 voltas, ciclo número 2 com 200 voltas, ciclo número 3 com 500 voltas, ciclo número 4 com 1000 e ciclo número 5 com 1500 voltas. Os locais das impressões foram escolhidos de forma aleatória.

Ensaio

Para a execução do ensaio, a máquina foi calibrada e o peso utilizado foi de 100g. Para iniciar o ensaio, o corpo de prova foi afixado adequadamente e a bomba peristáltica foi regulada de modo a liberar a suspensão abrasiva com uma velocidade de, aproximadamente, 1ml/min. A amostra foi posta em contato com a esfera e o peso devidamente colocado em posição. O ciclo escolhido foi executado. Ao final de cada ciclo, o peso era retirado, a máquina aberta e a esfera e o corpo de prova devidamente limpos com lenço de papel macio.

No início de cada ciclo variava-se de forma aleatória o local da impressão. Procedeu-se dessa maneira para todas as mudanças de ciclo.

Ao final do procedimento, a amostra foi lavada em água corrente e sabão neutro para retirar restos de pasta. Todas as impressões foram mapeadas em uma folha de papel para serem identificadas posteriormente.

Aquisição das Imagens

Na aquisição das imagens os corpos de prova foram levados ao microscópio ótico *Olympus* modelo BX60M. Nessa etapa, fotografias digitais foram adquiridas com o auxílio de uma máquina fotográfica CCD COMU/*Snapy*. As impressões foram identificadas através do mapeamento e fotografadas individualmente.

A aquisição da imagem de uma régua de 1mm com aumento de 25X foi necessária na determinação das dimensões das crateras.

Determinação das Dimensões das Crateras

As imagens foram analisadas no Programa Photoshop 5.0 a fim de se determinar o valor do diâmetro das crateras. Primeiramente, determinou-se o número de pixel existente na imagem da régua de 1mm. Após isso, calculou-se o número de pixel correspondente ao tamanho de cada cratera. De posse desses dados, através de um cálculo simples, obteve-se o valor do diâmetro de cada cratera em milímetros.

Com esses valores, pôde-se calcular a profundidade da cratera, o volume de material perdido e a distância percorrida em cada ciclo, como também a taxa de desgaste dos materiais.

Para a obtenção desses valores foram utilizadas as equações 10,11,12 e 13:

$$h = R - \left(\frac{R^2 - d^2}{4} \right)^{1/2} \quad \text{equação 10}$$

Onde:

h é a profundidade da cratera em cada ciclo;

d é o diâmetro da cratera;

R é o raio da esfera (15mm).

$$V = \frac{h \times \pi}{6} \left(\frac{h^2 + 3d^2}{4} \right) \quad \text{equação 11}$$

Onde:

V é o volume de material removido em cada ciclo;

h é a profundidade da cratera em cada ciclo;

d é o diâmetro da cratera.

$$D = 2 \times \pi \times R \times N \quad \text{equação 12}$$

Onde:

D é a distância percorrida em cada ciclo;

R é o raio da esfera (15mm);

N é o número de voltas em cada ciclo.

$$T = \frac{V}{Q \times D} \quad \text{equação 13}$$

Onde:

V é o volume de material removido em cada ciclo;

Q é a carga (para o peso de 100g é igual a 0,98N);

D é a distância percorrida em cada ciclo.

3.3.3. Influência do Envelhecimento em Saliva Artificial

Com o objetivo de quantificar *in vitro* a influência do meio ambiente oral nos materiais estudados, metade dos corpos de prova foi envelhecida, por um período de 62 dias, em saliva artificial e mantida a uma temperatura de 37°C (temperatura média da cavidade oral). Após esse envelhecimento todos os ensaios mecânicos (exceto compressão) foram refeitos, exatamente como descrito nos itens anteriores, e os

resultados comparados. Para isso, utilizou-se a fórmula de saliva artificial sugerida por GAL et al (2000) (SAGF medium – ver tabela 7), a qual foi modificada devido à inclusão de ácido acético e ácido láctico a fim de simular o ambiente da placa bacteriana, tendo em vista que esses ácidos são aqueles produzidos pelo *Streptococcus mutans*, principal bactéria presente no biofilme amadurecido (CONCHA et al, 1996). O pH dessa solução foi controlado e mantido no valor de 6 (valor médio do pH da placa).

A opção de se utilizar a SAGF medium justifica-se pelo fato de que, de acordo com GAL et al (2000), essa saliva artificial possui a composição mineral mais próxima à saliva humana entre todas as salivas artificiais estudadas por eles. Além disso, outros autores como: FOVET et al (2000), OTTENI et al (1999) e LEVALLOIS et al, usaram a SAGF medium como a saliva artificial de escolha em seus experimentos.

Tabela 7 – Composição da SAGF médium (GAL et al, 2000).

Componente	Concentração (mg/l)
NaCl	125.6
KCl	963.9
KSCN	189.2
KH ₂ PO ₄	654.5
Uréia	200
Na ₂ SO ₄ , 10H ₂ O	763.2
NH ₄ Cl	178
CaCl ₂ , 2H ₂ O	227.8
NaHCO ₃	630.8

Preparação da Saliva Artificial

Cada componente foi separado e a quantidade necessária para a produção de um litro de saliva foi pesada em uma balança de precisão. Esses componentes foram inseridos em um becker e, aos poucos, foi adicionado um litro de água deionizada até que todos os sais estivessem solubilizados.

Nesta etapa, procedeu-se a inclusão dos ácidos láctico e acético, com o auxílio de uma pipeta até que o pH 6 fosse atingido. Foram necessários aproximadamente 2ml de cada ácido.

Preparação das Amostras

Vinte e quatro amostras foram envelhecidas em saliva artificial, sendo 6 para o ensaio de dureza, 12 para tenacidade à fratura e 6 para desgaste; 12 de cada marca comercial (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*).

Cada amostra, já nas dimensões corretas, foi inserida em um pote esterilizável. Logo após, quantidade suficiente de saliva foi adicionada até que toda amostra estivesse imersa nessa solução (figura 21). Todos os potes foram autoclavados (0,5atm/120°C/20min) a fim de evitar crescimento de microorganismos.

Ao final desse processo, todos os potes com as amostras foram colocados em uma estufa e mantidos a 37°C (figura 22).



Figura 21 – Amostra imersa na saliva artificial.



Figura 22 – Foto da estufa com as amostras em seu interior.

3.3.3.1. Absorção de Saliva Artificial

Com o objetivo de registrar a quantidade de saliva artificial absorvida pelos dois materiais em estudo (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*), as 6 amostras utilizadas no ensaio de dureza, as quais estavam sendo envelhecidas em saliva artificial, foram pesadas em uma balança de precisão nos seguintes intervalos:

3 – 8 – 20 – 38 – 62 dias.

Para isso, em cada um dos intervalos descritos acima, as amostras foram secadas, com o auxílio de pedaços de papel absorvente previamente esterilizados, e inseridas em um pote também estéril e vazio. Esse processo foi feito dentro de uma câmara de fluxo, a fim de que as amostras não fossem contaminadas (figura 23). Dando seqüência, cada pote contendo a amostra foi pesado em uma balança de precisão. Também foi registrado o peso do pote vazio para que este pudesse ser subtraído do valor inicial, dessa maneira, conseguiu-se obter os pesos exatos das amostras, os quais foram analisados.



Figura 23 – Câmara de fluxo.

Para cada um dos intervalos pré-determinados, calculou-se a porcentagem em peso de fluido absorvido, com isso, construiu-se um gráfico da absorção de saliva artificial

pelos materiais compósitos pesquisados. De posse desses dados, foi possível determinar o coeficiente de difusão para os dois materiais, através da equação 14 (MARSHALL et al, 1982):

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{4}{l} \left(\frac{D \times t}{\pi} \right)^{1/2} \quad \text{equação 14}$$

Onde:

D é o coeficiente de difusão;

M_t é a quantidade de fluido que difundiu para o compósito em um tempo t ;

M_∞ é a quantidade de fluido que difundiu para o compósito no início da saturação;

l é a espessura da amostra (mm);

t é o tempo no qual M_t foi medido em segundos.

3.3.4. Análise Estatística

Uma análise estatística foi desenvolvida com o objetivo de calcular a média, o desvio padrão e o valor-p para os resultados de todos os testes realizados. O valor-p abaixo de 0,05, para cada comparação entre médias, indica haver diferença estatística significativa entre os parâmetros testados. Para isso, foi utilizada a análise através da ANOVA, com nível de significância de 5%.

Os dados foram submetidos à análise estatística pelo programa Statistica 6.0.

Cada ensaio foi analisado em separado; detalhes da análise estatística podem ser compreendidos no Apêndice I.

4. Resultados e Discussão

4.1. Caracterização Microestrutural

Devido ao pequeníssimo tamanho das partículas presentes nos compósitos estudados sua caracterização microestrutural apresentou grandes dificuldades. Um dos maiores problemas foi conseguir expor, através de algum tipo de polimento, a fase dispersa, a qual se encontrava totalmente encoberta por polímero, sem provocar o arrancamento das partículas nanométricas, para sua visualização.

Outro grande obstáculo foi obter resolução suficiente a fim de observar as nanopartículas, o que seria facilmente contornado pelo uso do microscópio de força atômica. Todavia, a análise de materiais poliméricos e compósitos contendo nanopartículas é recente, principalmente em MFA, por isso foi necessário criar maneiras de se preparar as amostras que resultassem em imagens adequadas para caracterizar os materiais, como foi comentado anteriormente.

Dentro das limitações, conseguiu-se obter algumas imagens as quais revelaram algumas características dos compósitos. Contudo, mais pesquisas devem ser feitas com a finalidade de complementar a caracterização microestrutural desses materiais.

4.1.1. Caracterização Microestrutural Qualitativa

Espectroscopia de Fotoelétrons por Raios-X (XPS)

Nas figuras 24 e 25 podem ser vistos os gráficos com os resultados da análise em XPS.

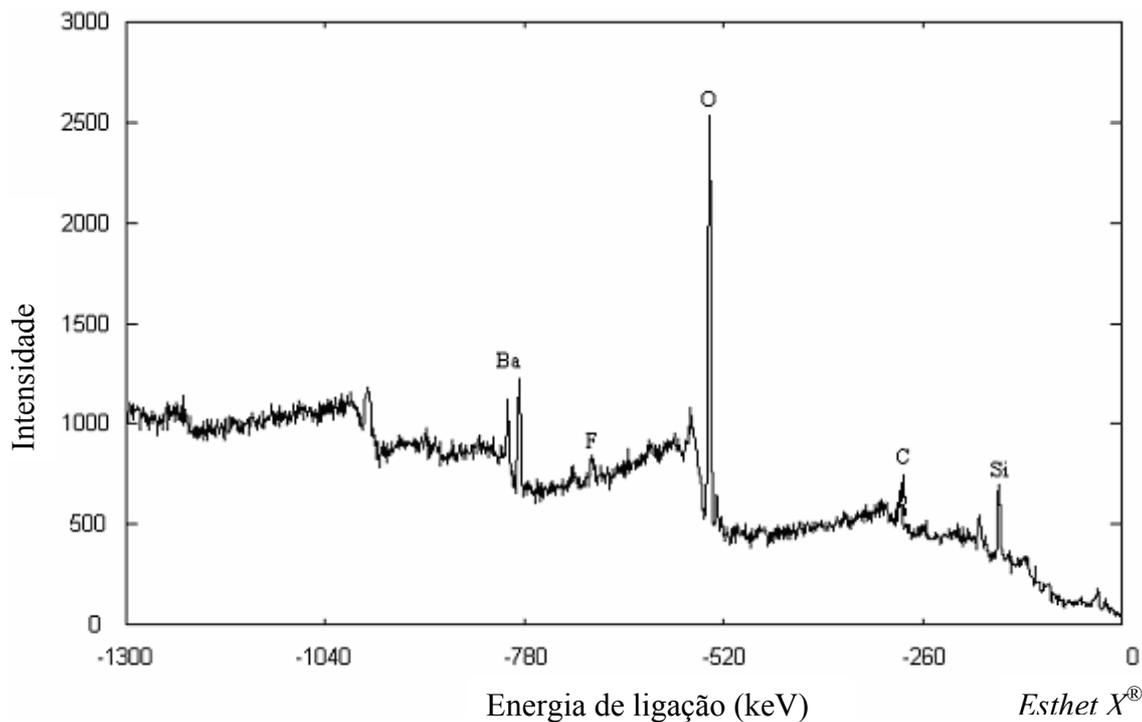


Figura 24 – Gráfico com os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito *Esthet X*[®].

De acordo com o fabricante do material *Esthet X*[®], suas partículas possuem a seguinte composição: combinação de vidro de borossilicato de flúor alumínio e bário, sílica coloidal e sílica nanométrica. Da composição química informada pelo fabricante, os elementos alumínio e boro não apareceram na análise em XPS. O aparecimento de carbono pode indicar que, mesmo após a calcinação, ainda tenha resquícios da matriz polimérica.

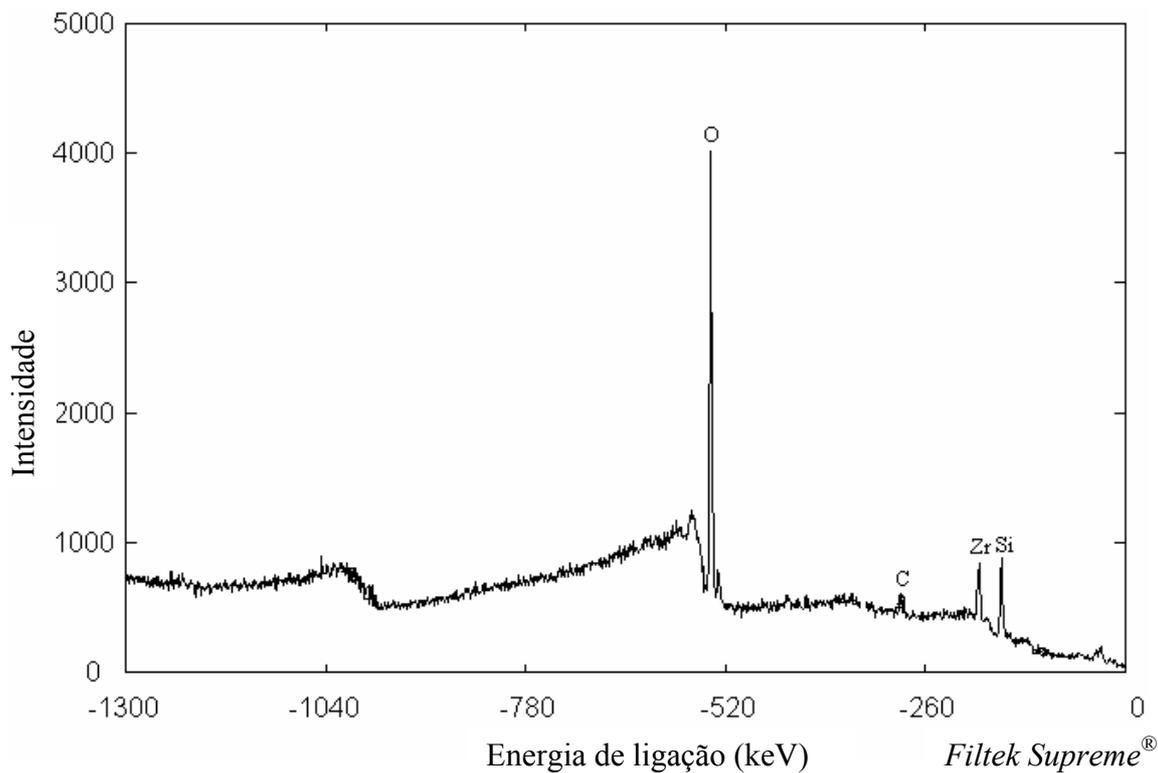


Figura 25 – Gráfico com os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do composto *Filtek Supreme*[®].

O fabricante do material *Filtek Supreme*[®] informa que a composição das partículas de seu compósito é: uma combinação de agregados de zircônia/silica. Todos os elementos da composição química indicada pelo fabricante estão presentes. O aparecimento de carbono pode indicar que, mesmo após a calcinação, ainda tenha resquícios da matriz polimérica, como aconteceu com a amostra de *Esthet X*[®].

Espectroscopia de Energia Dispersiva por Raios-X (EDS)

Pode-se analisar a seguir nas figuras 26 e 27 os gráficos com os resultados da análise em EDS.

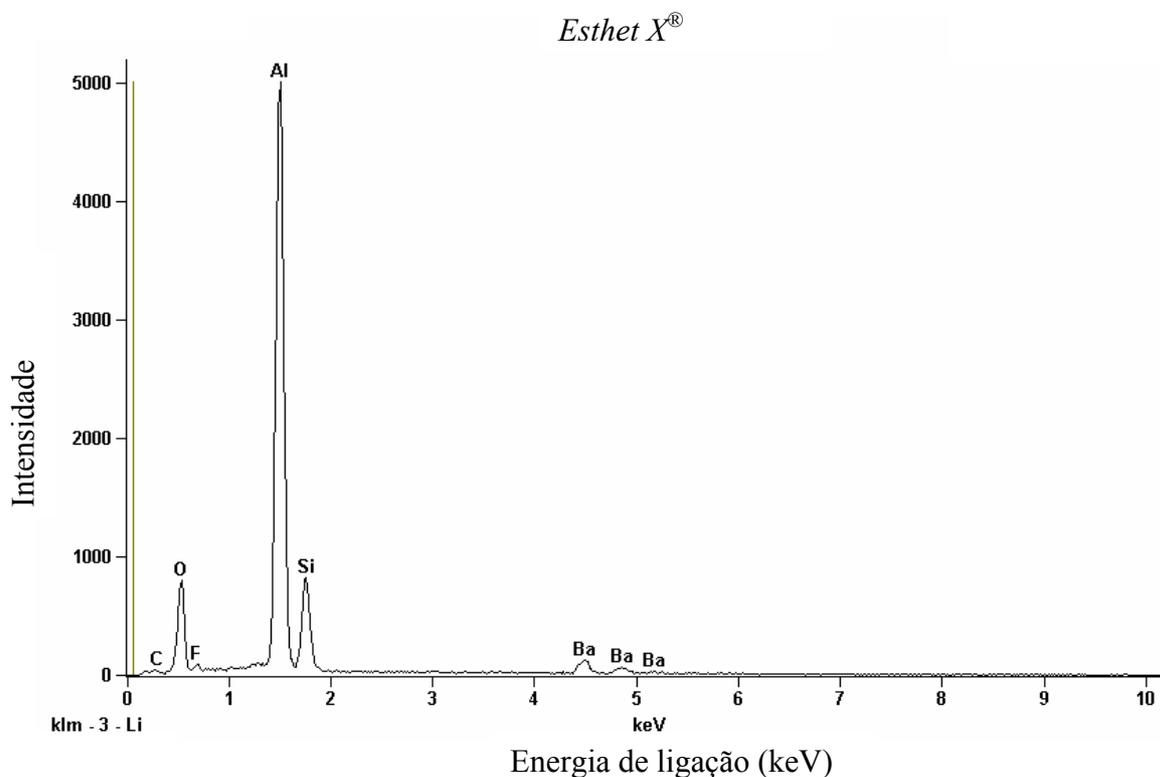


Figura 26 – Gráfico com os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito *Esthet X*[®].

Nessa análise o mesmo ocorreu com o perfil de aparecimento dos elementos químicos quando comparado com a análise em XPS. De acordo com o fabricante do material *Esthet X*[®], suas partículas possuem a seguinte composição: combinação de vidro de borossilicato de flúor alumínio e bário, sílica coloidal e sílica nanométrica. Da composição química informada pelo fabricante, o elemento boro não apareceu na análise em EDS.

O aparecimento de carbono pode indicar que, mesmo após a calcinação, ainda exista resquícios da matriz polimérica.

O pico de alumínio registrado pode ser em parte proveniente da amostra, porém, acredita-se que tenha ocorrido um registro do porta-amostra, o qual é feito de alumínio.

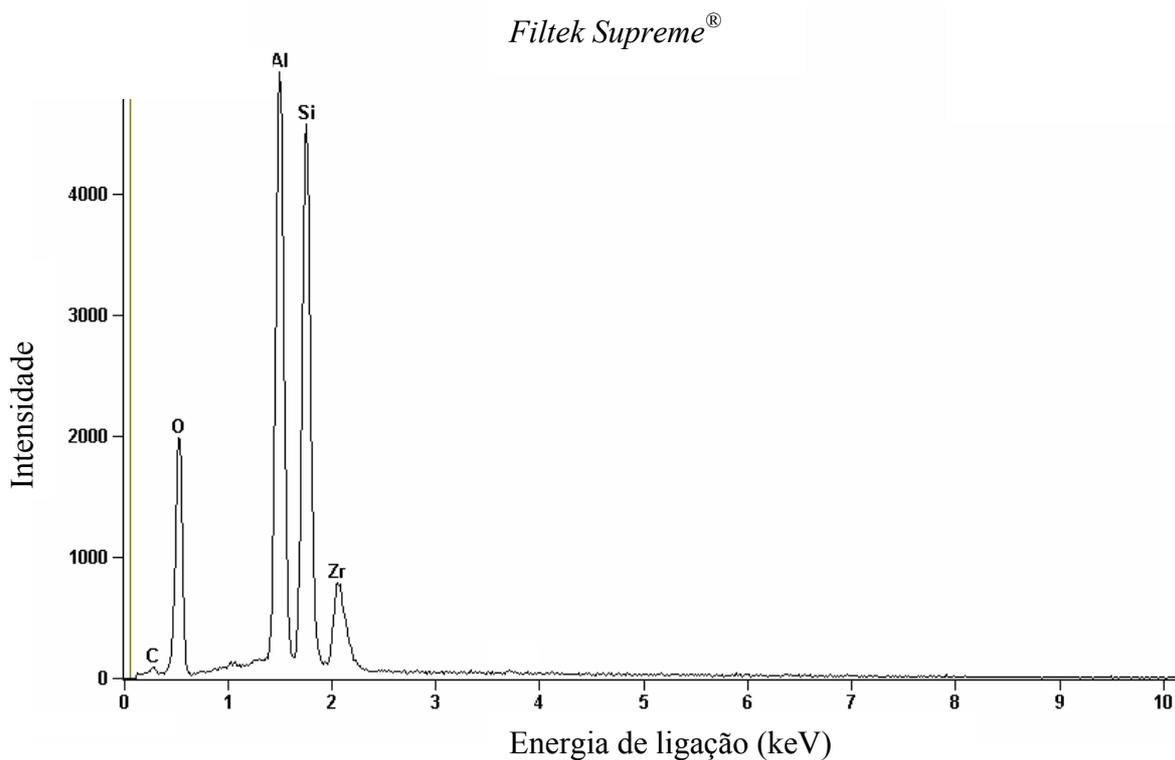


Figura 27 – Gráfico contendo os picos dos elementos químicos presentes nas partículas do compósito *Filtek Supreme*[®].

A análise em EDS reforçou a análise em XPS do *Filtek Supreme*[®], ou seja, os mesmos elementos foram encontrados.

O aparecimento de carbono pode indicar que, mesmo após a calcinação, ainda tenha resquícios da matriz polimérica. Acredita-se que o pico de alumínio se deve ao registro do porta-amostra, o qual é feito desse elemento.

Microscopia Óptica

Como foi ressaltado anteriormente, a análise em microscopia óptica apenas forneceu imagens prévias para uma análise geral dos materiais. Foram feitas imagens com 200, 500 e 1000X de aumento.

Nas figuras 28, 29, 30, 31, 32 e 33 pode-se visualizar essas imagens, tratadas e não tratadas no Programa Photoshop 5.0.

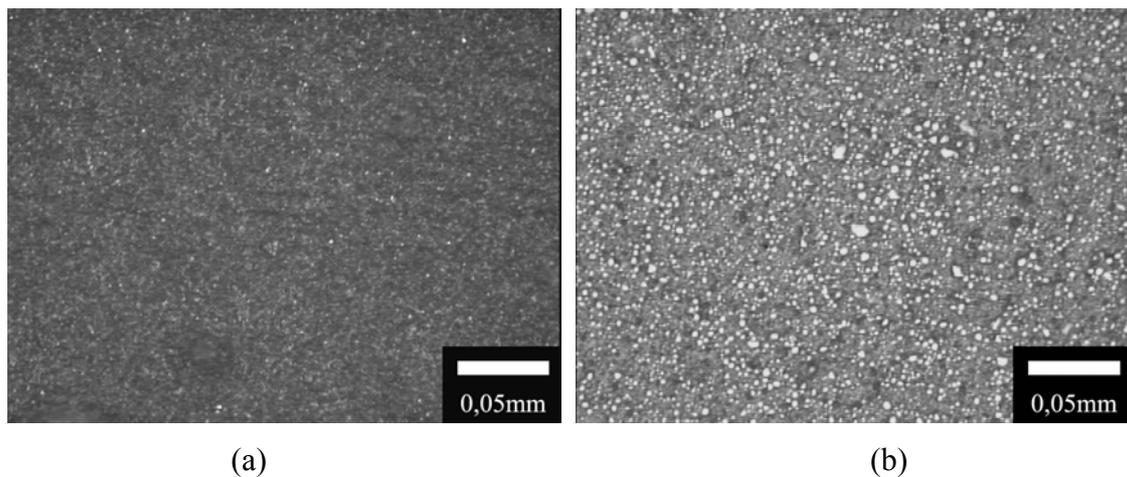


Figura 28 – *Esthet X*[®]-MO 200X (a), *Filtek Supreme*[®]-MO 200X (b). Não tratadas.

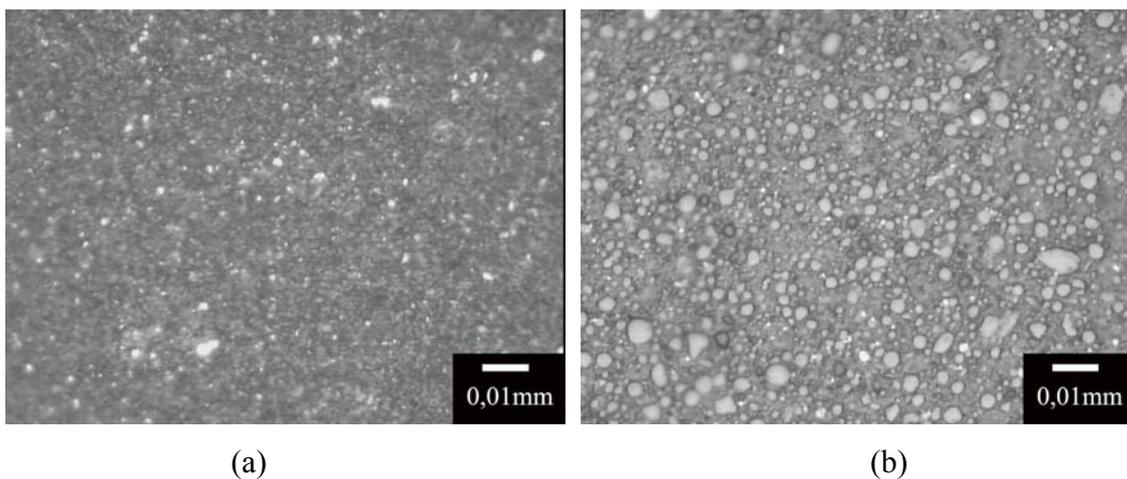
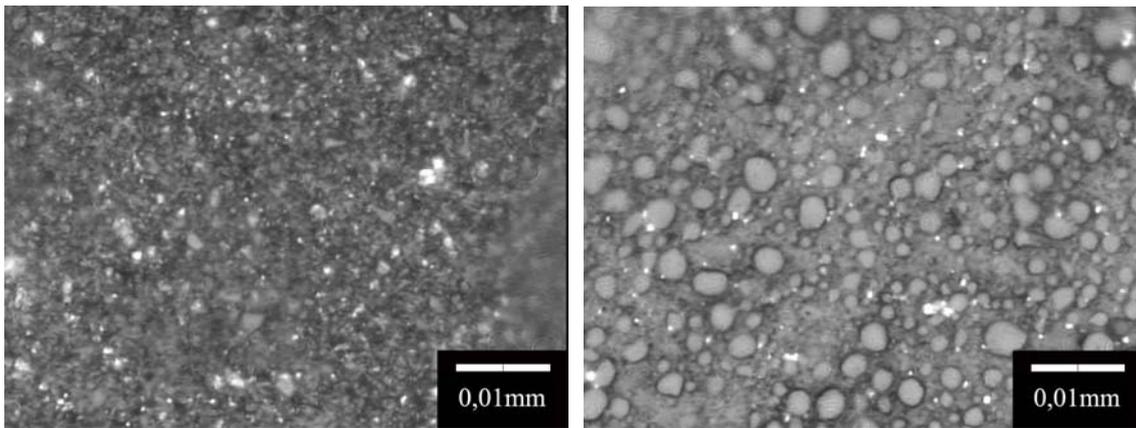


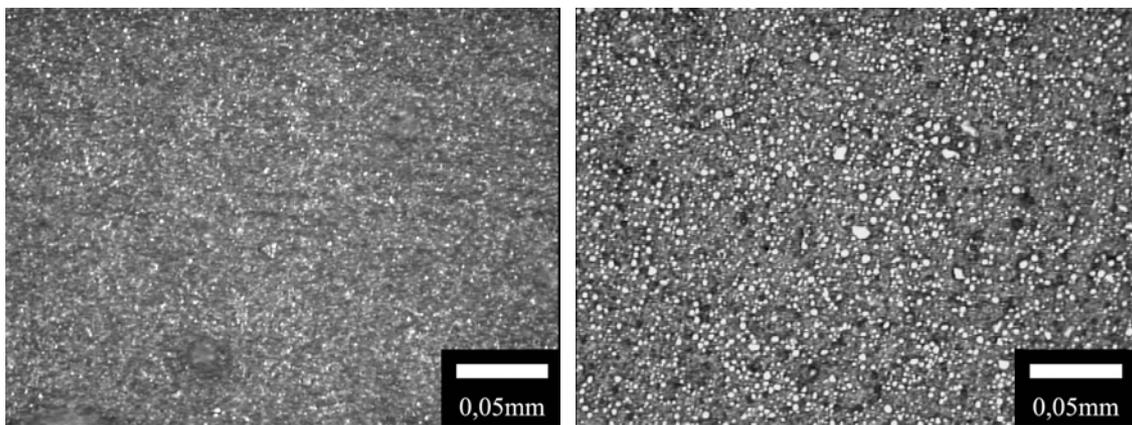
Figura 29 – *Esthet X*[®]-MO 500X (a), *Filtek Supreme*[®]-MO 500X (b). Não tratadas.



(a)

(b)

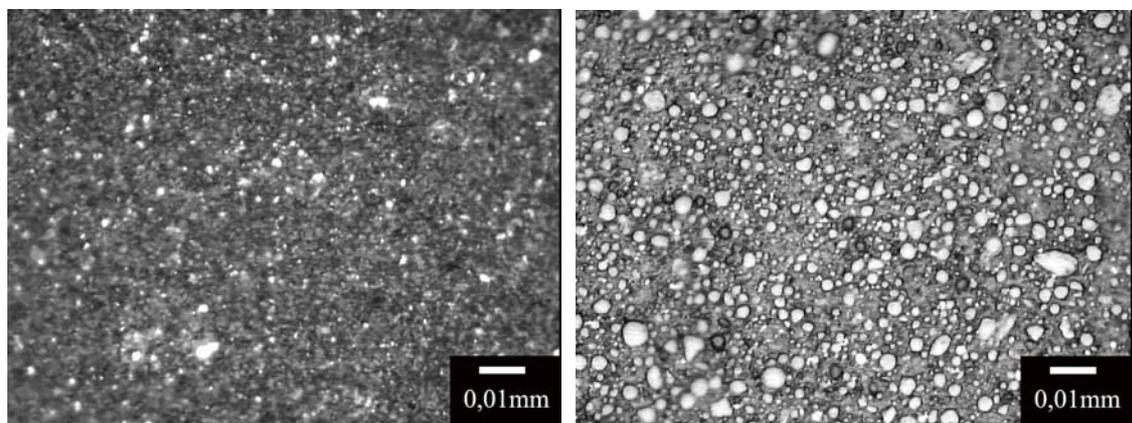
Figura 30 – *Esthet X*[®]-MO 1000X (a), *Filtek Supreme*[®]-MO 1000X (b). Não tratadas.



(a)

(b)

Figura 31 – *Esthet X*[®]-MO 200X (a), *Filtek Supreme*[®]-MO 200X (b). Imagens tratadas.



(a)

(b)

Figura 32 – *Esthet X*[®]-MO 500X (a), *Filtek Supreme*[®]-MO 500X (b). Imagens tratadas.

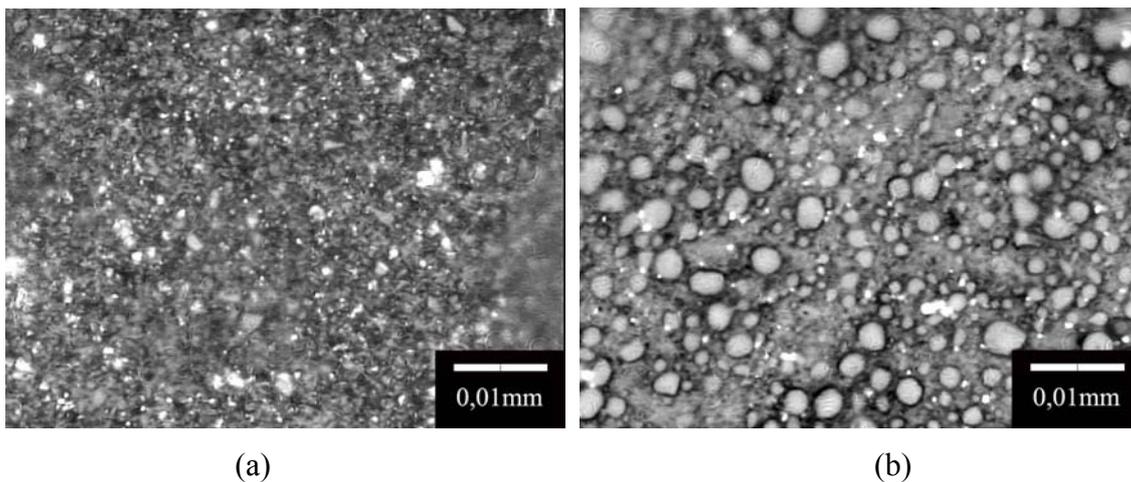


Figura 33 – *Esthet X*[®]-MO 1000X (a), *Filtek Supreme*[®]-MO 1000X (b). Imagens tratadas.

Analisando as imagens em MO pode-se afirmar que o material *Filtek Supreme*[®] apresenta partículas maiores que o *Esthet X*[®], até, aproximadamente 4 μ m, em grande quantidade, apesar de possuir também outras menores não resolvidas nesses aumentos.

O material *Esthet X*[®] parece ter partículas bem menores, por isso não foi possível visualizá-las com o aumento de até 1000X.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras polidas com suspensão de diamante na granulação de 1/20 μ m não produziram imagens adequadas para visualização: acredita-se que a matriz polimérica não foi retirada de maneira eficiente da superfície da amostra. Com isso, não foi possível diferenciar muito bem a fase dispersa da matriz, muito menos observar as partículas nanométricas. A figura 34 mostra um exemplo das imagens obtidas.

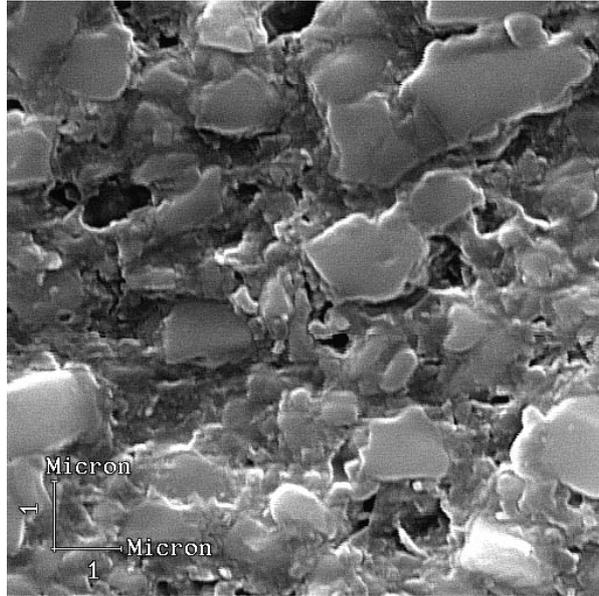


Figura 34 – Imagem em MEV do composto *Esthet X*[®] com aumento de 10000X. Observar que não se consegue diferenciar com certeza a fase matriz da fase dispersa.

Através da análise das amostras produzidas por partículas dispersas em álcool etílico consegue-se observar o formato e o tamanho das partículas, porém não foi possível distinguir a distribuição das partículas em meio a matriz (ver figura 35).

Como mostra a figura 35, novamente percebe-se que as partículas do composto *Filtek Supreme*[®] são, em média, maiores do que as do composto *Esthet X*[®], tendo, as primeiras, formato mais arredondado. Todavia, com essas imagens, ainda não se consegue visualizar as nanopartículas. Pode-se constatar a presença de partículas bem pequenas, porém não se consegue medi-las.

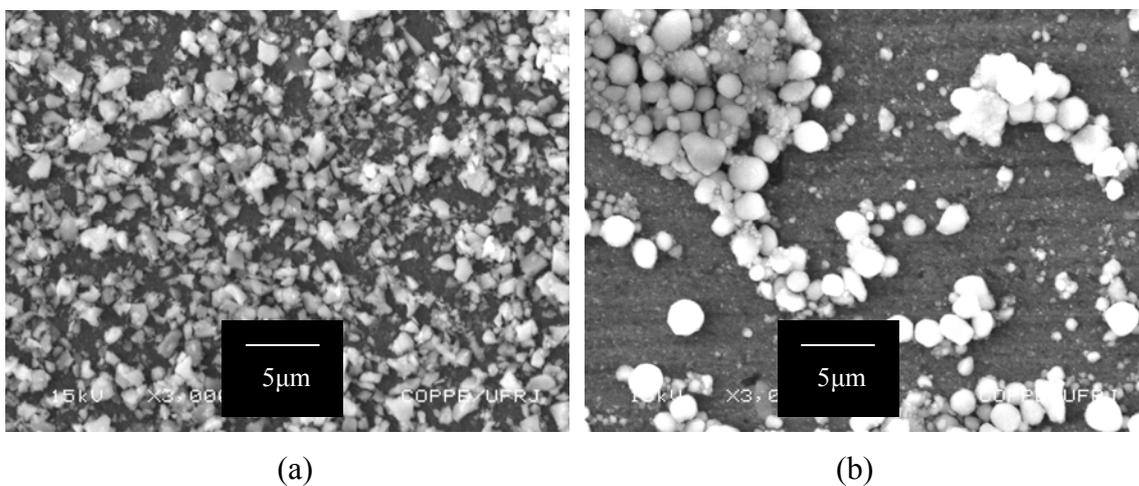


Figura 35 – Imagens em MEV das partículas dispersas em álcool etílico dos materiais *Esthet X*[®] em (a) e *Filtek Supreme*[®] em (b), aumento de 3000X.

As fotomicrografias das figuras 36, 37, 38 e 39 foram feitas a partir de amostras atacadas com ácido nítrico em sua superfície. Através dessas imagens pode-se observar a dispersão das partículas em meio a matriz.

Consegue-se perceber, principalmente nas imagens de maior aumento, que as partículas do material *Esthet X*[®] formaram aglomerados, com certeza devido ao seu pequeníssimo tamanho o qual confere alta energia de superfície às mesmas. Já o compósito *Filtek Supreme*[®] apresentou partículas dispersas de forma mais homogênea.

No *Filtek Supreme*[®] encontrou-se partículas com até 4 μ m de tamanho e o *Esthet X*[®] apresentou partículas menores do que 1 μ m. Partículas ainda menores podem ser observadas nos dois materiais.

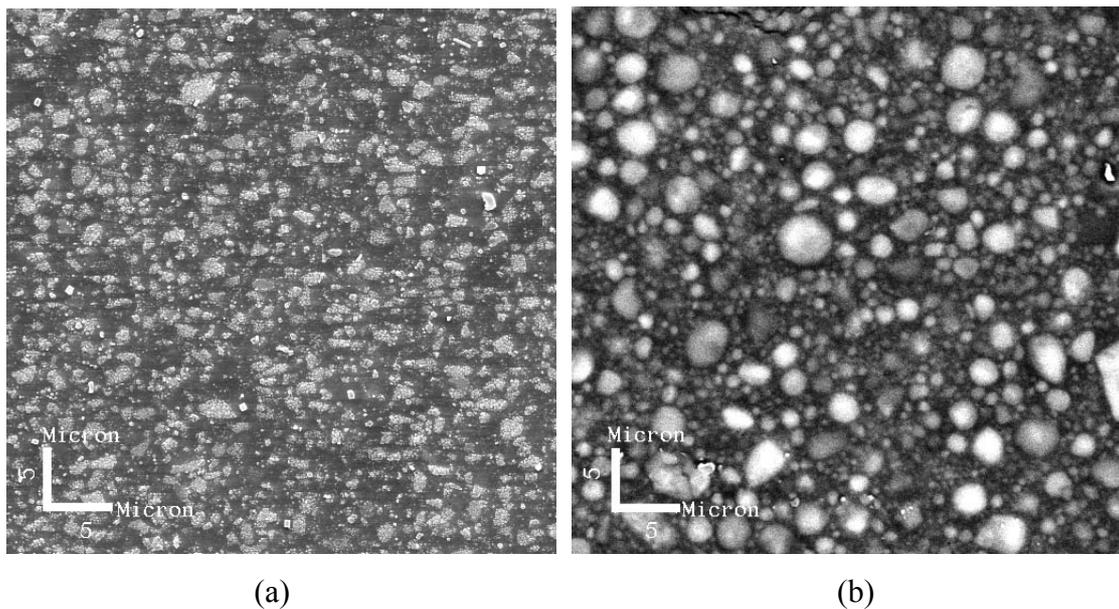
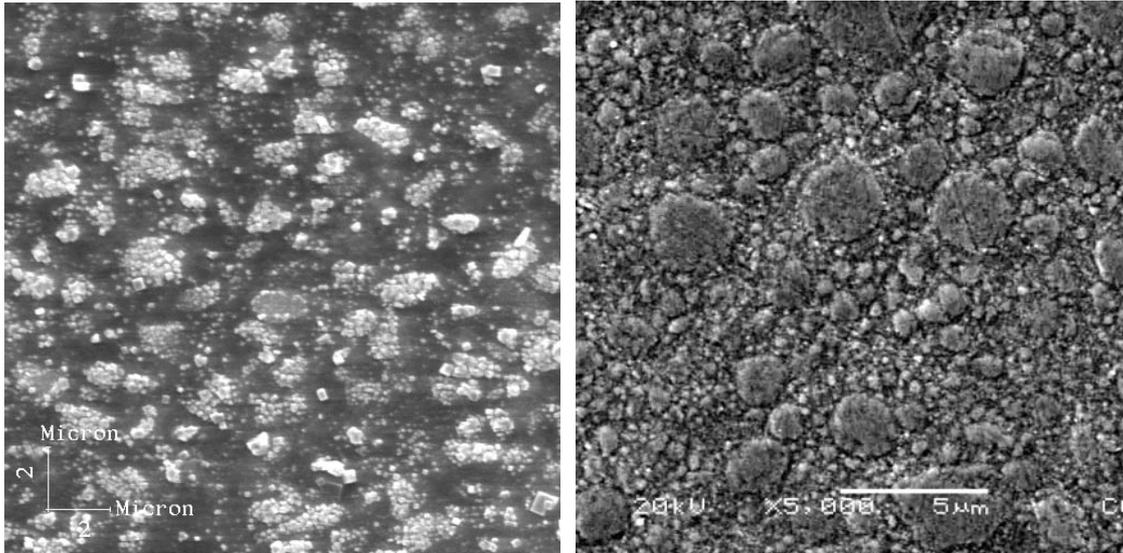


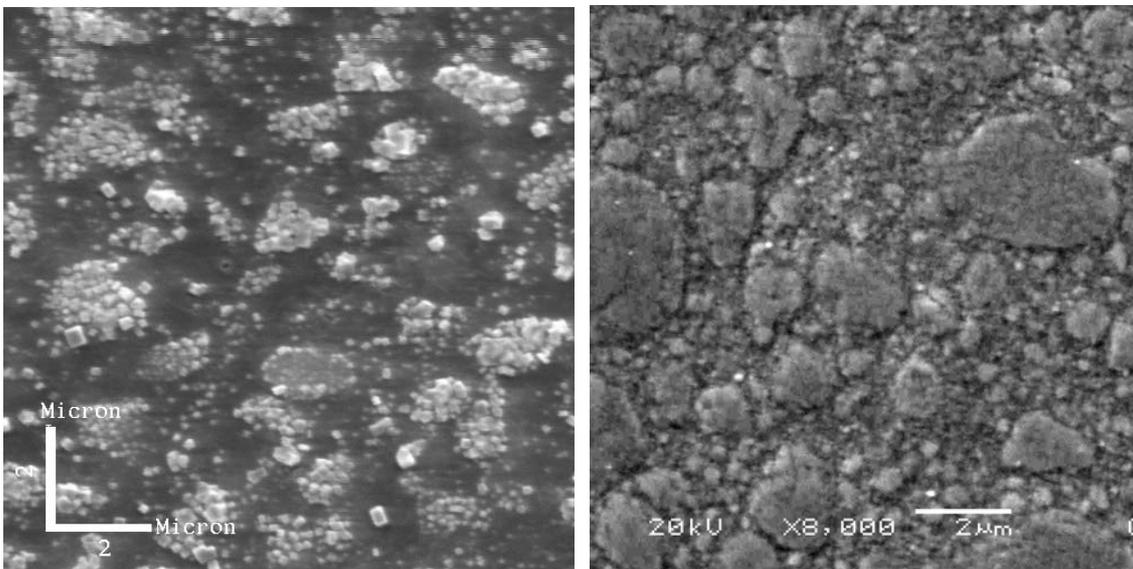
Figura 36 – Imagens em MEV dos compósitos *Esthet X*[®] em (a) e *Filtek Supreme*[®] em (b) atacados com ácido nítrico em sua superfície, aumento de 2000X.



(a)

(b)

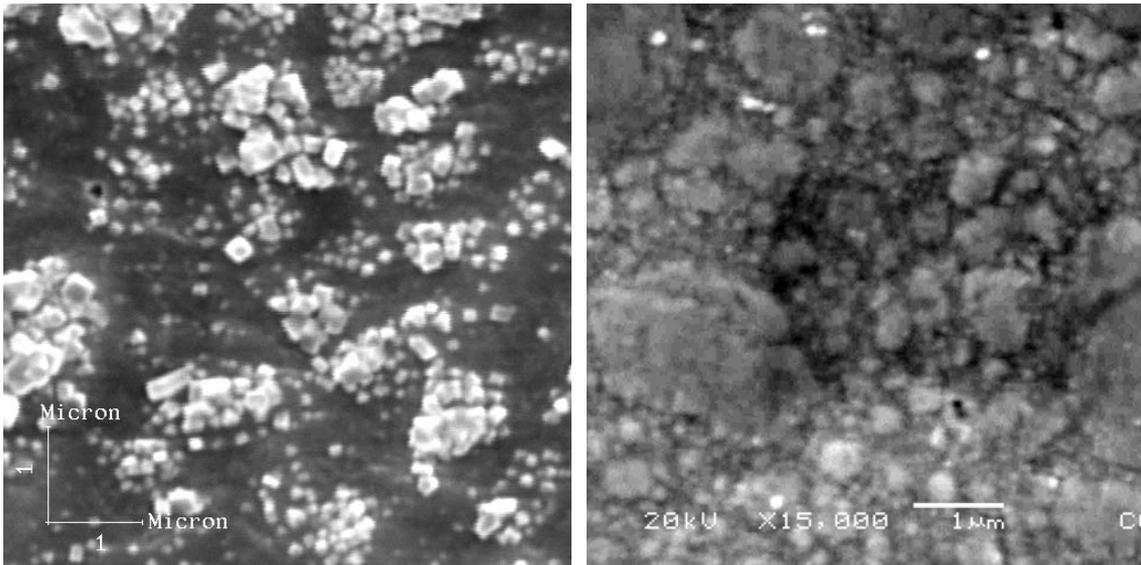
Figura 37 – Imagens em MEV dos compósitos *Esthet X*[®] em (a) e *Filtek Supreme*[®] em (b) atacados com ácido nítrico em sua superfície, aumento de 5000X.



(a)

(b)

Figura 38 – Imagens em MEV dos compósitos *Esthet X*[®] em (a) e *Filtek Supreme*[®] em (b) atacados com ácido nítrico em sua superfície, aumento de 8000X.



(a)

(b)

Figura 39 – Imagens em MEV dos compósitos *Esthet X*[®] em (a) e *Filtek Supreme*[®] em (b) atacados com ácido nítrico em sua superfície, aumento de 15000X.

Microscópio de Força Atômica (MFA)

As imagens obtidas através de MFA forneceram informações limitadas, devido a ser uma técnica muito recente, principalmente para polímeros com partículas nanométricas. É necessário aperfeiçoar a análise, a fim de se obter informações inequívocas acerca desses materiais.

As amostras não polidas forneceram imagens confusas. As partículas permaneceram cobertas por polímero. O mesmo aconteceu com as amostras polidas com suspensão de diamante na granulação de 1/20 μ m. A matriz não foi completamente retirada da superfície das partículas.

A seguir pode-se observar exemplos das imagens feitas a partir das amostras atacadas com ácido nítrico (figuras 40 e 41). Algumas partículas pequenas podem ser visualizadas, porém a técnica precisa ser melhorada.

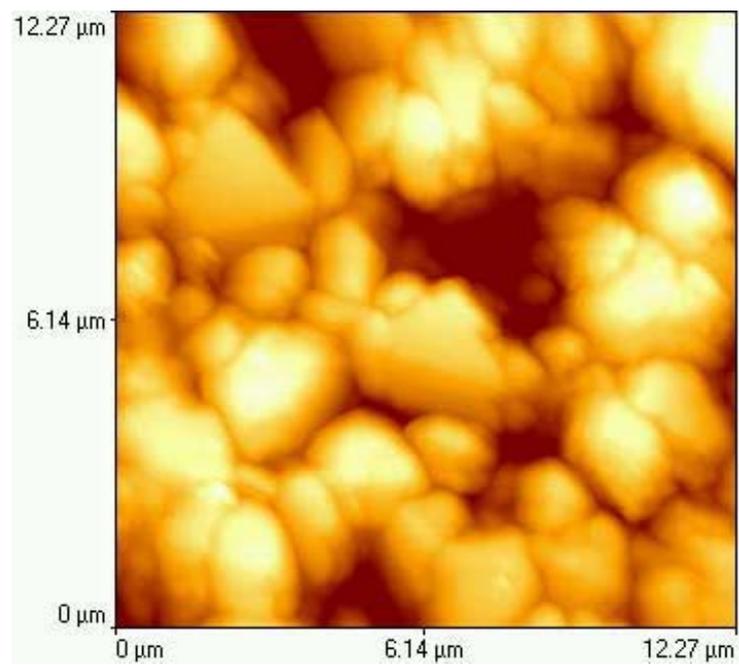
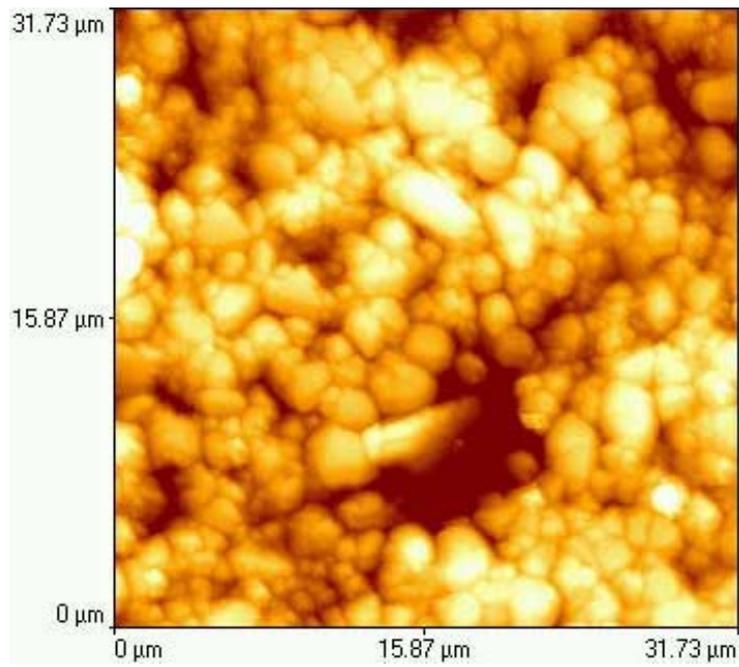


Figura 40 – Imagem topográfica em AFM do composto *Esthet X*[®].

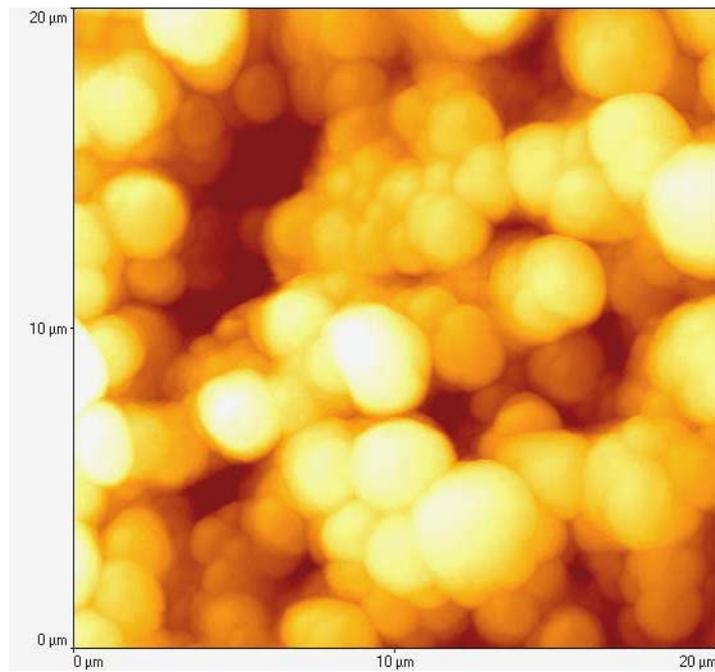
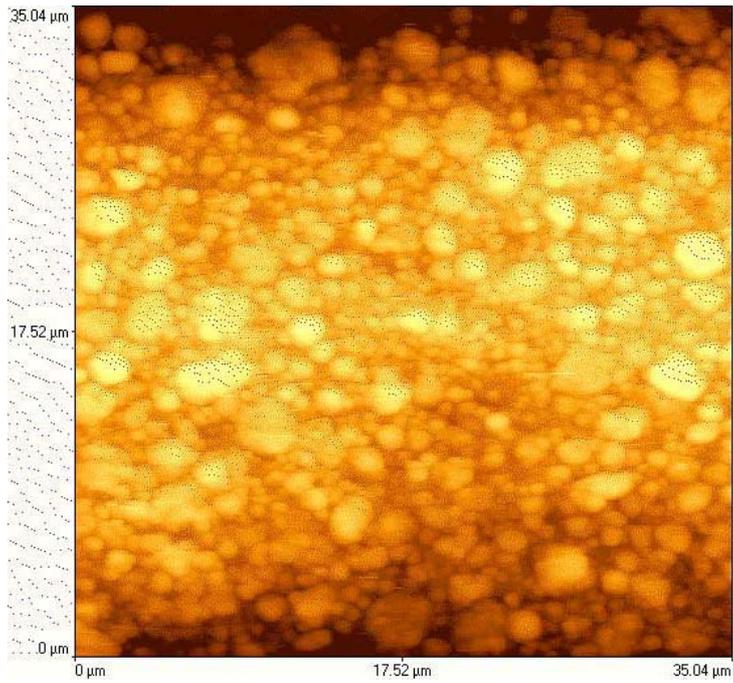


Figura 41 – Imagem topográfica em AFM do composto *Filtek Supreme*[®].

4.1.2. Caracterização Microestrutural Quantitativa

Os dois materiais foram analisados através da calcinação das amostras, com pesagem e aferição de seu volume, a fim de quantificar a porcentagem em peso e em volume de partículas contidas em cada um dos compósitos, além de sua densidade. Nas tabelas 8 e 9 e nas figuras 42 e 43 encontram-se os resultados da caracterização microestrutural quantitativa.

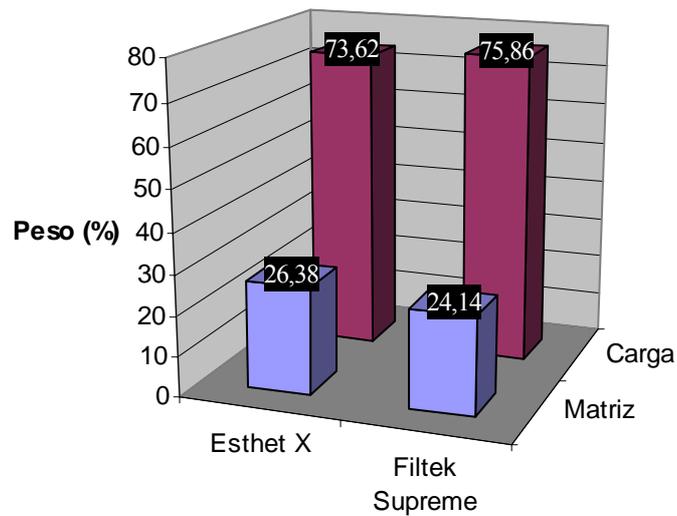


Figura 42 – Porcentagem em peso de carga e matriz dos compósitos estudados.

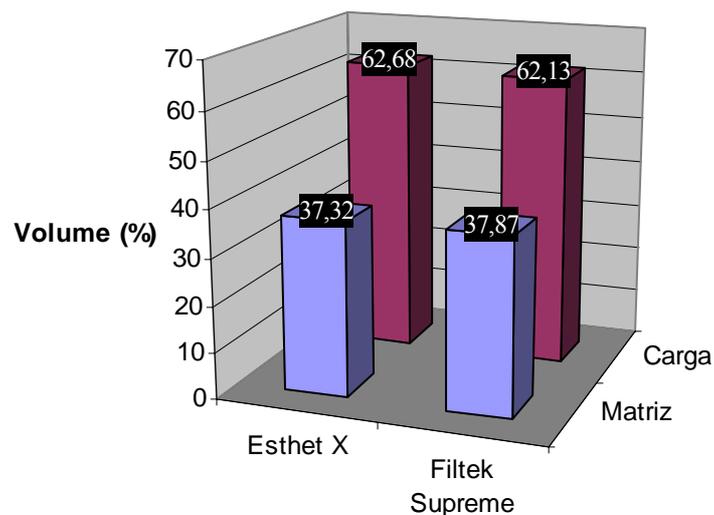


Figura 43 – Porcentagem em volume de carga e matriz dos compósitos estudados.

Tabela 8 – Valores médios de porcentagem em peso e em volume de partículas presentes nos compósitos pesquisados, além de seu desvio padrão e valor-p. Estão registrados também os dados fornecidos pelos fabricantes.

Material	Peso (%) média	DP	Valor do fabricante	Volume (%) média	DP	Valor do fabricante
<i>Esthet X</i> [®]	73,62	8E-4	79	62,68	0,07	60
<i>Filtek Supreme</i> [®]	75,86	6E-3	78,5	62,13	0,03	59,5
Valor-p	4E-3*			0,9		

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

Analisando os dados dos gráficos das figuras 42 e 43 e da tabela 8 conclui-se que, para os dois materiais, a porcentagem tanto em peso quanto em volume de partículas excedem as de matriz, a fim de aumentar a resistência dos compósitos. O material *Filtek Supreme*[®] possui porcentagem em peso de partículas significativamente maior que o *Esthet X*[®]. Pode-se dizer, estatisticamente, que os materiais possuem a mesma porcentagem em volume de partículas. Esse fato pode ser explicado pelas diferentes composições químicas das partículas.

Tabela 9 – Valores de densidade dos compósitos estudados $d_c(\text{g/cm}^3)$, densidade de suas partículas $d_{\text{part}}(\text{g/cm}^3)$ e densidade de suas matrizes $d_{\text{mat}}(\text{g/cm}^3)$.

Material	$d_c(\text{g/cm}^3)$	$d_{\text{part}}(\text{g/cm}^3)$	$d_{\text{mat}}(\text{g/cm}^3)$
<i>Esthet X</i> [®]	2,2	2,6	1,5
<i>Filtek Supreme</i> [®]	1,8	2,2	1,1

Os resultados de densidade obtidos para os compósitos revelam que, apesar de o *Filtek Supreme*[®] possuir porcentagem em peso de partículas maior que o *Esthet X*[®], sua densidade é menor (tabela 9). Acontece que o compósito *Esthet X*[®] é preenchido com partículas menores com maior área de superfície de contato com a matriz, tal fato faz com que sua densidade aumente e seja até mesmo mais difícil dispersar suas cargas.

De acordo com WILLEMS et al (1992) e KRAUSE et al (1989), uma grande quantidade de partículas pequenas aumenta a viscosidade do material, dificultando a homogeneização da mistura e o manuseio do material. Tal fato também pode justificar a maior presença de partículas aglomeradas no compósito *Esthet X*[®].

Na confecção das amostras foi constatada uma nítida diferença no que se refere à viscosidade dos materiais. Uma maior dificuldade de manuseio foi encontrada no *Esthet X*[®].

Os fabricantes não informam os valores de densidade dos compósitos estudados.

4.2. Influência do Envelhecimento em Saliva Artificial

4.2.1. Absorção de Saliva Artificial

Os materiais compósitos restauradores utilizados em Odontologia devem possuir durabilidade em longo prazo na cavidade oral. Este possui um ambiente hostil no qual os materiais estão em contato com a saliva, um fluido que contém uma variedade de compostos inorgânicos e orgânicos, associados a uma flora bacteriana complexa (OKADA et al, 2000).

A natureza da matriz polimérica é um parâmetro fundamental o qual é responsável pela absorção de água pela estrutura dos materiais compósitos odontológicos. Monômeros hidrofílicos, como os metacrilatos existentes na matriz polimérica, contribuem para esse processo. Porém, não apenas a composição da matriz, mas também o agente de união (silano), os vazios (bolhas) na matriz e até mesmo a degradação das partículas são responsáveis nesse caso. Na prática, a absorção de fluido por qualquer material compósito é controlada por uma variedade de mecanismos, e a ocorrência desse fenômeno leva a um aumento de pressão interna no material, o qual está confinado a uma cavidade, podendo causar a formação de trincas no interior do compósito e prejudicar suas propriedades mecânicas (McCABE et al, 2003).

A porcentagem em peso de saliva artificial absorvida pelos dois compósitos em cada um dos intervalos está apresentada na tabela 10, com seus respectivos valores-p.

Pode-se afirmar que, em todos os intervalos de tempo testados, houve diferença estatística significativa entre os materiais pesquisados, sendo que o *Filtek Supreme*[®] apresentou maior absorção de saliva artificial.

O gráfico da figura 44 mostra a evolução dos dois materiais em função do tempo de envelhecimento.

Tabela 10 – Porcentagem de aumento em peso devido à absorção de saliva artificial pelos compósitos estudados e os respectivos valores-p.

Tempo (dias)	3	8	20	38	62
<i>Esthet X</i> [®] (% em peso de saliva artificial absorvida)	0,3074	0,3867	0,3938	0,5039	0,5140
<i>Filtek Supreme</i> [®] (% em peso de saliva artificial absorvida)	0,6031	0,8224	0,9431	1,0716	1,2018
Valor-p	4E-4*	9E-4*	3E-4*	2E-4*	7E-4*

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

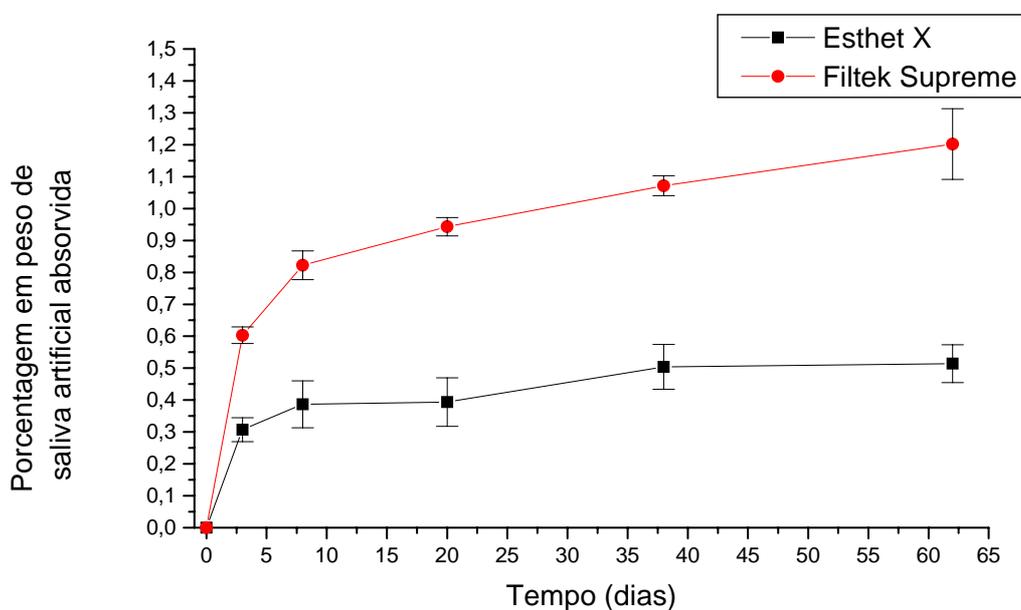


Figura 44 – O gráfico mostra a porcentagem em peso de saliva artificial absorvida pelos materiais em função do tempo de envelhecimento.

De posse desses valores, é possível calcular o coeficiente de difusão do fluido para os compósitos (ver tabela 11). Observa-se que o coeficiente de difusão para o *Esthet X*[®] é ligeiramente menor comparado ao *Filtek Supreme*[®].

As matrizes desses materiais possuem praticamente os mesmos componentes, apenas o UDMA está presente só no *Filtek Supreme*[®]. Como este apresentou maior absorção de saliva artificial poderia ser que o monômero UDMA estivesse contribuindo para esse processo. Porém, não se pode ter certeza de tal fato já que não se sabe (o fabricante não informa) qual proporção de cada monômero está presente nos materiais.

O material *Esthet X*[®] possui partículas menores que o *Filtek Supreme*[®] (ver caracterização microestrutural qualitativa). Como foi abordado em capítulos anteriores, para um mesmo volume, quanto menor for o tamanho das partículas maior será a área superficial a qual se encontrará em contato com a matriz. Como os compósitos estudados possuem, praticamente, o mesmo volume em partículas pode-se concluir que *Esthet X*[®] tenha maior área superficial de partículas, ou seja, maior área de interface entre partícula-matriz.

MUSANJE et al (2003) afirmaram que a água pode causar degradação hidrolítica do adesivo (silano) presente na interface entre as partículas e a matriz levando à perda das partículas e aumentando a rugosidade da superfície do material.

Como o material *Esthet X*[®] possui maior área de interface, o mesmo deve ter sido mais afetado com essa perda de partículas que o *Filtek Supreme*[®], o que poderia ter causado uma diminuição no seu peso, o que, no balanço com o ganho de peso pela absorção de saliva, levaria a um ganho de peso final menor que o *Filtek Supreme*[®].

Tabela 11 – Coeficiente de difusão (*Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®]).

Material	Coeficiente de difusão (m ² /s)
<i>Esthet X</i> [®]	8,2E-13
<i>Filtek Supreme</i> [®]	9,8E-13

McCABE et al (2003) estudaram o compósito *Xeno*[®] (Dentsply) quanto à absorção de água destilada por 15 dias. Encontraram o coeficiente de difusão de 1,36E-13m²/s, menor do que o encontrado na presente pesquisa para os dois materiais em estudo. Essa diferença pode ser explicada pelo diferente meio utilizado na armazenagem

dos materiais. Possivelmente a saliva artificial utilizada nesse estudo acarreta uma maior degradação dos compósitos do que água destilada.

MARTIN et al (2003) avaliaram a absorção de saliva humana pelo compósito *Spectrum^{TPH}*[®] (Dentsply, com partículas híbridas, submicrométricas e presente em 80% em volume). Encontraram 0,6% de aumento em peso, menor que o *Filtek Supreme*[®], porém maior que o *Esthet X*[®].

4.3. Propriedades Mecânicas

4.3.1. Ensaio de Microdureza Vickers

Esse ensaio teve como objetivos medir e comparar a dureza dos dois compósitos pesquisados, avaliar se o envelhecimento em saliva artificial tem influência significativa nessa propriedade dos materiais e verificar a ocorrência de alguma forma de encruamento através da utilização de três tipos de cargas diferentes (10, 25 e 50g).

Segundo YAP et al (2004) a dureza e o módulo de elasticidade estão entre as várias propriedades mecânicas pesquisadas a fim de determinar a resistência dos materiais às forças oclusais.

A dureza tem sido relacionada à resistência e à ductilidade dos materiais, além de estar sendo utilizada para prever a resistência à abrasão de um material e sua capacidade de desgastar ou ser desgastado pelo dente oposto ou por outros materiais (ANUSAVICE, 1998).

A microdureza oferece informações relevantes em aplicações que envolvem deformação localizada, não-uniforme ou em ponto de contato, que ocorrem em contatos oclusais com o dente oposto, e desgaste superficial a três corpos durante a mastigação e atividades parafuncionais como bruxismo (YAP, 2004).

De acordo com POSKUS et al (2004) a dureza dos materiais compósitos odontológicos depende de vários fatores, entre eles estão: o grau de conversão do monômero – o qual varia com a distância do fotopolimerizador da superfície do compósito, a espessura dos incrementos, a cor utilizada para a restauração –, a quantidade e o tamanho das partículas (quanto maior a quantidade e menor o tamanho das partículas, maior será a dureza dos compósitos).

Influência da Variável Material (*Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®])

A dureza Vickers média de cada material (grupo A – não exposto à saliva artificial / grupo B – exposto à saliva artificial) está representada na tabela 12.

Tabela 12 – Resultados das medidas de dureza Vickers para cada tipo de material, em cada situação (Grupo A – não envelhecido e Grupo B – envelhecido em saliva artificial) e para os três diferentes pesos utilizados no ensaio. Valores médios, valor-p e desvio padrão (entre parênteses). Enfatizando o tipo de material.

Tratamento	Materiais	Dureza HV (média)			Valor-p	
		10g	25g	50g		
Grupo A	<i>Esthet X</i> [®]	62,8 (4,0)	65,3 (2,0)	64,8 (2,3)	64,3	1,2E-8*
	<i>Filtek Supreme</i> [®]	60,5 (0,8)	61,0 (1,1)	60,8 (1,5)	60,8	
Grupo B	<i>Esthet X</i> [®]	49,6 (1,5)	53,6 (3,1)	53,3 (1,6)	52,2	0,13
	<i>Filtek Supreme</i> [®]	51,8 (3,1)	53,3 (1,3)	54,1 (1,2)	53,1	

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

Quando se compara os dois materiais estudados quanto à sua dureza, dentro do grupo A (amostras não expostas à saliva artificial), pode-se afirmar que existe diferença estatisticamente significativa entre os mesmos, tendo o *Esthet X*[®] uma dureza maior que o *Filtek Supreme*[®]. Porém, ao se analisar os materiais após o envelhecimento, conclui-se que não há diferença significativa entre os dois. Pode-se afirmar, com isso, que o compósito *Esthet X*[®] é mais sensível ao meio ao qual foi submetido que o *Filtek Supreme*[®], pois sua dureza, que era maior quando comparada à dureza do *Filtek Supreme*[®] antes do envelhecimento, tornou-se a mesma, estatisticamente, após o envelhecimento. A figura 45 mostra esta relação entre os dois compósitos. Nela pode-se reparar como a diferença entre os valores de dureza se torna menor na situação de envelhecimento dos materiais.

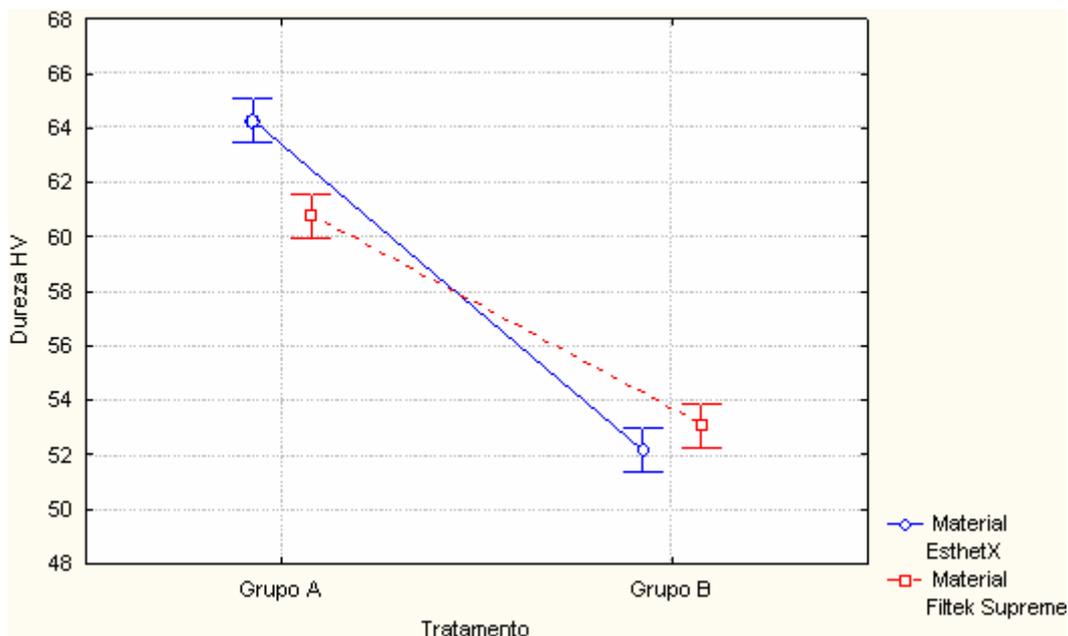


Figura 45 – O gráfico mostra a influência do envelhecimento dos materiais em saliva artificial nos seus respectivos valores de dureza.

Influência da Variável Tratamento (envelhecimento em saliva artificial)

Através dos dados da tabela 13 pode-se concluir que o envelhecimento em saliva artificial causou uma diminuição nos valores de dureza estatisticamente significativa, ao se analisar cada compósito em separado. Sabendo-se, porém, que o *Esthet X*[®] teve sua dureza mais afetada pela saliva artificial em 62 dias quando comparado com o *Filtek Supreme*[®], como mostra a figura 45.

Tabela 13 – Valores-p para a variável tratamento (envelhecimento em saliva artificial) para cada tipo de material em separado.

Material	Variável	Média (HV)	Valor-p
<i>Esthet X</i> [®]	Tratamento	Grupo A	0*
		Grupo B	
<i>Filtek Supreme</i> [®]	Tratamento	Grupo A	0*
		Grupo B	

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

Influência da Variável Peso (10, 25 e 50g)

A dureza é uma propriedade intrínseca do material e, como tal, deve apresentar o mesmo valor independentemente do peso utilizado para a realização do ensaio. Analisando os resultados, pode-se constatar realmente que, dentro do mesmo grupo (envelhecido ou não em saliva artificial) os valores de dureza estão bem próximos considerando cada material isoladamente, não havendo diferença estatisticamente significativa em nenhum caso, como mostra a tabela 14 e a figura 46.

Tabela 14 – Valores-p para a variável peso (10, 25 e 50g) para cada tipo de material em separado envelhecido e não envelhecido em saliva artificial.

Material	Variável		Média (HV)	Valor-p	
<i>Esthet X</i> [®]	Peso	Grupo A	10g	62,8	0,09
			25g	65,3	
			50g	64,8	
	Grupo B	10g	49,6	0,07	
		25g	53,6		
		50g	53,3		
<i>Filtek Supreme</i> [®]	Peso	Grupo A	10g	60,5	0,56
			25g	61,0	
			50g	60,8	
	Grupo B	10g	51,8	0,08	
		25g	53,3		
		50g	54,1		

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

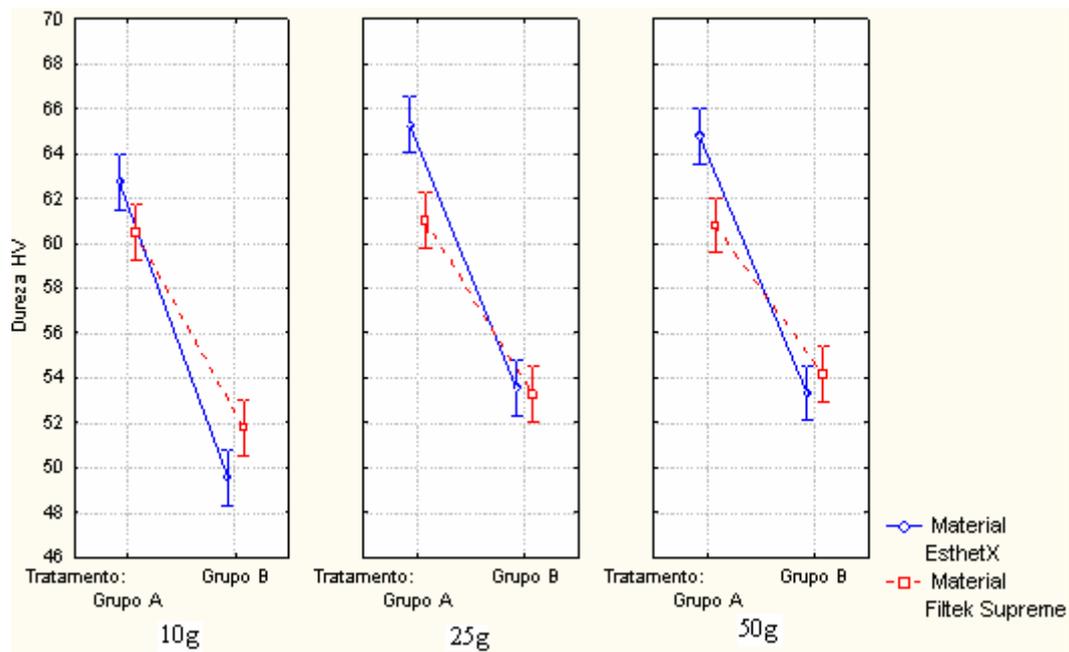


Figura 46 – O gráfico demonstra que o comportamento dos materiais mantém aproximadamente o mesmo perfil ao se variar os pesos.

Interação entre as Variáveis Material e Tratamento

Como a variável peso não influenciou o experimento de maneira significativa, descartou-se a sua interação com as outras variáveis.

O valor-p para a interação Material/Tratamento foi de 1,16E-8, demonstrando haver diferença estatisticamente significativa. Pode-se afirmar, então, que o envelhecimento em saliva artificial influencia os dois materiais de forma diferente. Isso pode ser constatado na figura 45, através dos diferentes ângulos de inclinação obtidos nas retas que caracterizam o comportamento de cada material, ocasionando o cruzamento das mesmas, ou seja, os compósitos pesquisados evoluíram de maneira diferente no meio ao qual foram expostos.

Na prática, esse dado confirma o que foi concluído anteriormente: que o material *Esthet X*[®] é mais sensível à saliva artificial (em se tratando da propriedade dureza) a qual foi submetido e teve uma queda maior em seu valor de dureza que o *Filtek Supreme*[®].

Uma provável explicação para este fato seria o menor tamanho médio de partículas encontrado no material *Esthet X*[®], proporcionando uma maior área superficial de partículas em contato com a matriz. Conseqüentemente, há maior área de interface com agente de união (silano) o qual estaria sendo degradado pela saliva artificial nesse

material, causando maior perda de partículas no compósito *Esthet X*[®] do que no *Filtek Supreme*[®] e levando a uma diminuição mais acentuada em sua dureza.

Porém, isso não quer dizer que *Esthet X*[®] tenha absorvido mais fluido que o *Filtek Supreme*[®], pois como já foi mostrado ocorreu exatamente o contrário. O que pode ter acontecido foi que a matriz do compósito *Filtek Supreme*[®] absorveu uma quantidade maior de líquido, todavia, teria perdido menos partículas, e a matriz do compósito *Esthet X*[®] absorveu menos fluido e teria perdido mais partículas, justificando o maior ganho de peso pelo *Filtek Supreme*[®] e o maior efeito (diminuição) na dureza do *Esthet X*[®].

Os fabricantes de *Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®] não informaram nenhum valor para a microdureza de seus materiais.

YAP et al (2004) pesquisaram a microdureza de seis diferentes marcas de compósitos odontológicos, inclusive o *Esthet X*[®], antes e após armazenamento em água destilada a 37°C. Esses autores encontraram uma pequena queda na dureza do referido material, a qual passou de 65,65HV para 64,42HV.

Contraopondo-se aos resultados dessa pesquisa, OKADA et al (2000) constataram em seus estudos um aumento na dureza Vickers de materiais compósitos quando estocados em saliva humana após 7 dias. A dureza do material *Estio LC*[®] (GC Corporation, Japão), compósito microparticulado com alta porcentagem em volume de partículas, aumentou de 63,5HV para 67,9HV em 7 dias. Os autores acreditam que tal fato se deve à incorporação de íons cálcio e fósforo, os quais se difundiram para a matriz polimérica.

POSKUS et al (2004) estudaram vários compósitos odontológicos, inclusive o *Filtek A110*[®] (microparticulado – 0,01 a 0,09µm – com 56% em peso de partículas) e o *Solitaire 2*[®] (com partículas que vão de 2 a 20 µm, e em 72% em peso). Encontraram dureza de 50,9HV para o primeiro e 67,4HV para o segundo. Mostrando que a quantidade de partículas influenciou bastante na dureza.

Efeito de Encruamento nos Materiais

A figura 47 mostra o aumento médio no diâmetro das endentações produzidas no ensaio de microdureza em função do peso utilizado. Como se pode observar, a inclinação de todas as curvas diminuiu ligeiramente quando o peso aumentou de 25 para

50g (situação II na figura 47), quando comparada com a inclinação das curvas da situação I (peso aumenta de 10 para 25g). Com isso, conclui-se que os materiais ofereceram, proporcionalmente, maior resistência à penetração do endentador com o aumento do peso, considerando os dois materiais, armazenados ou não em saliva artificial.

Provavelmente, ao se aplicar um peso maior, as partículas teriam oferecido maior resistência ao seu deslocamento em meio à matriz polimérica. Sabe-se também que a utilização de maiores pesos provoca maiores área e profundidade de penetração do endentador, esse fato poderia estar contribuindo para dificultar a ação do endentador.

Ao se analisar apenas as amostras que não sofreram envelhecimento, percebe-se que a curva dos materiais se distancia sugerindo haver diferença na resposta dos compósitos com o aumento do peso. Tal fato pode ser atribuído ao maior tamanho médio de partículas encontrado no *Filtek Supreme*[®], proporcionando um material menos denso, facilitando assim a penetração do endentador, quando comparado ao material *Esthet X*[®], cujas partículas possuem menor tamanho médio. Em sendo maior o peso aplicado, acredita-se que a resposta do material se torne mais pronunciada, aumentando a diferença entre os mesmos.

Nas amostras armazenadas em saliva artificial, não se consegue fazer nenhuma distinção entre os dois materiais em nenhum dos pesos utilizados nos ensaios. Acredita-se que, com (1) a degradação superficial da matriz devido à absorção de água e talvez outros elementos, tenha ocorrido (2) desagregação entre as partículas e a matriz através da decomposição do agente de união (silano) desses dois componentes. Portanto, devido a esses dois mecanismos associados (1) e (2), pode-se sugerir que a resposta, tanto da matriz como da fase dispersa, tenha sido muito diminuída. Com isso, as partículas já não atuam mais tão bem como reforço, logo, não se consegue distinguir os dois materiais (*Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®]), pois sua microestrutura, pelo menos na superfície, foi deteriorada.

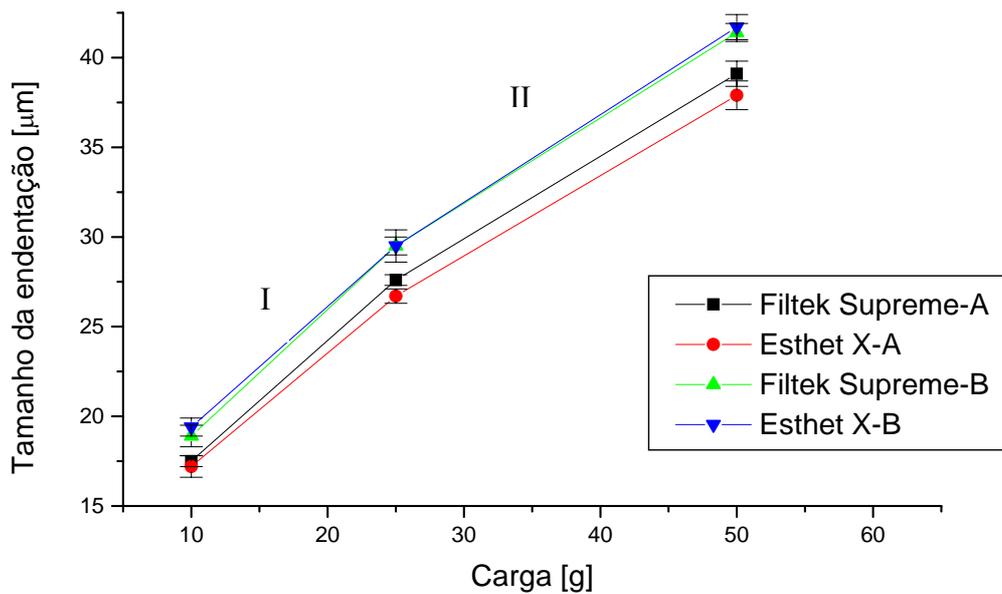


Figura 47 – Valores médios e desvio padrão do tamanho das endentações produzidas durante o ensaio dos materiais compósitos testados em função da carga utilizada no ensaio. Grupo A - compósitos não envelhecidos em saliva artificial, Grupo B - compósitos envelhecidos em saliva artificial.

4.3.2. Resistência à Compressão

A resistência à compressão é uma importante propriedade mecânica relacionada aos materiais dentários porque ela indica a habilidade do material de suportar carga vertical, o que é vital em áreas de grande esforço (WILLEMS et al, 1992). Segundo a empresa 3M (fabricante do compósito *Filtek Supreme*[®]), essa propriedade é particularmente importante devido às forças mastigatórias.

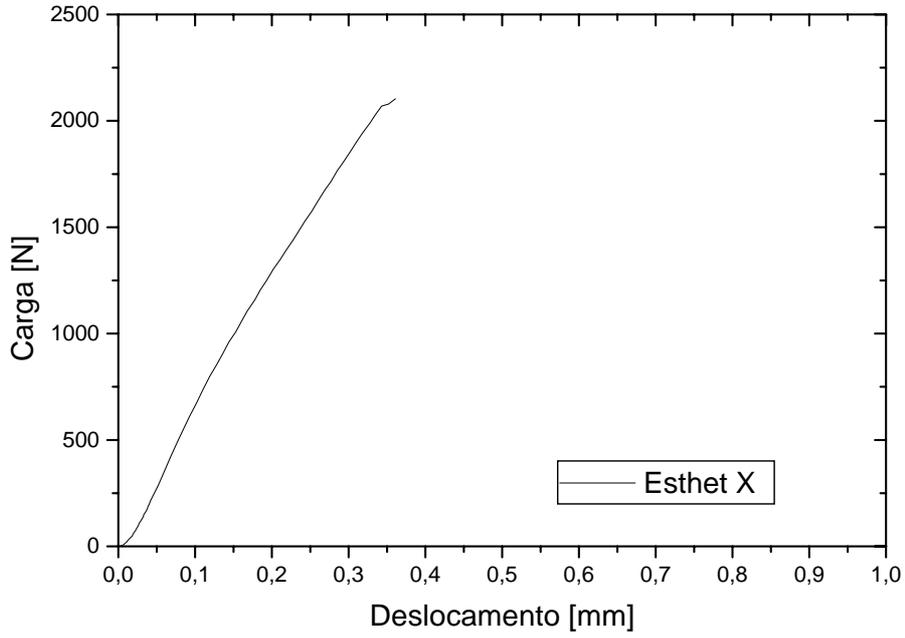
O módulo de elasticidade descreve a rigidez de um material. Junto às propriedades adesivas (ligação entre restauração e estrutura dentária), o módulo de elasticidade atua na prevenção de microinfiltração, de cáries secundárias e deslocamento de partículas. Em áreas que recebem grande carga oclusal, materiais com baixo módulo de elasticidade sofrem maior deformação durante a mastigação, podendo resultar em falhas (LAMBRECHTS, 1987). É necessário um alto módulo de elasticidade a fim de aumentar a resistência do material à deformação e à fratura de cúspide. Para restaurar

áreas cervicais é preferível que os materiais possuam baixo módulo, para permitir que o material sofra flexão junto com o dente durante a mastigação (YAP, 2004).

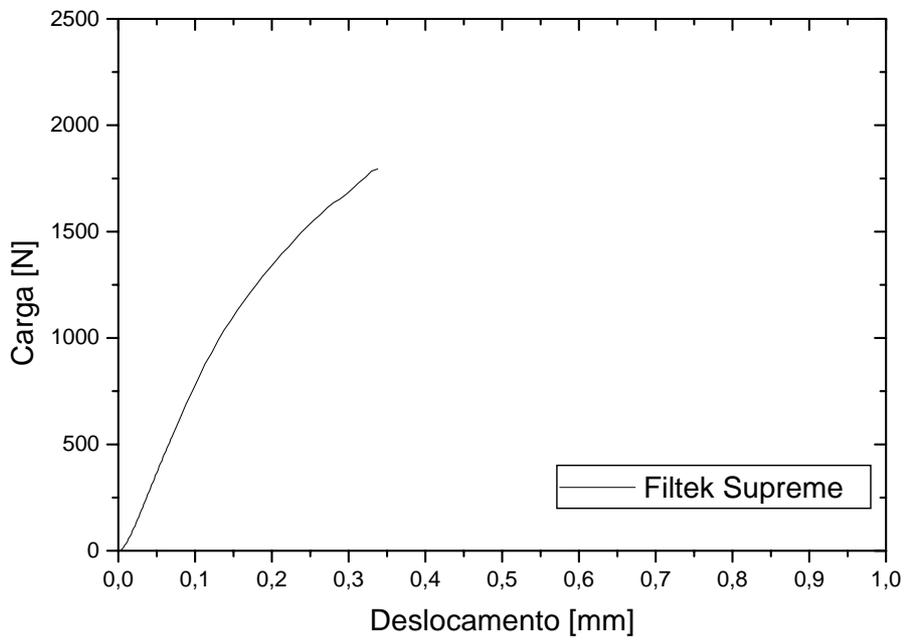
De acordo com MAGALHÃES FILHO (2004) e ABU-BAKR et al (2000), não houve influência significativa na resistência à compressão de compósitos odontológicos armazenados em diferentes meios (água destilada, suco de laranja, whisky e coca-cola). Por esse motivo, na presente pesquisa o ensaio de compressão não foi realizado em amostras envelhecidas em saliva artificial.

Os gráficos da figura 48 mostram exemplos do comportamento dos materiais para o teste de resistência à compressão. Comparando os gráficos de carga/deslocamento observa-se que o *Esthet X*[®] suportou maior carga que o *Filtek Supreme*[®].

A figura 49 apresenta uma amostra no momento do ensaio, enquanto que a figura 50 mostra o corpo de prova após a ruptura. Os dois materiais apresentaram fratura frágil.



(a)



(b)

Figura 48 – Gráficos dos ensaios de compressão onde estão relacionados os valores de carga/deslocamento para uma amostra de cada material. Em (a) *Esthet X*[®] e em (b) *Filtek Supreme*[®].

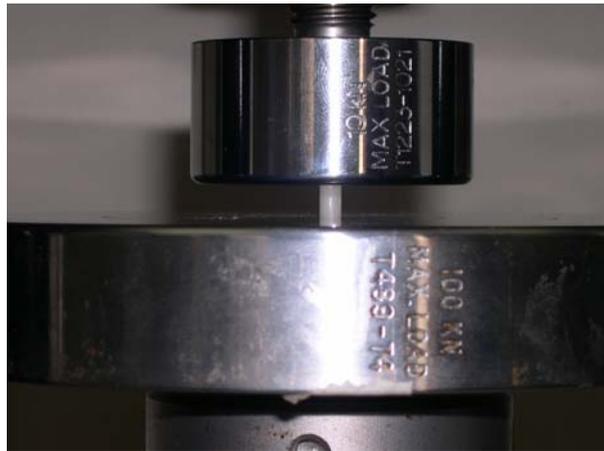


Figura 49 – Amostra no momento do ensaio.



Figura 50 – Amostra após a ruptura.

Os resultados obtidos através do teste de compressão estão relacionados na tabela 15.

Tabela 15 – Resultado dos ensaios de compressão: a média, o valor-p e o desvio padrão (D.P.) para o limite de resistência à compressão, deformação em compressão e módulo de elasticidade dos materiais *Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®].

Propriedades	Material	Média	Valor-p	D.P.
Limite de resistência à compressão (σ) em MPa	<i>Esthet X</i> [®]	187,37	0,039*	40,85
	<i>Filtek Supreme</i> [®]	141,49		8,60
Deformação (ϵ)	<i>Esthet X</i> [®]	0,07	0,075	0,023
	<i>Filtek Supreme</i> [®]	0,06		0,018
Módulo de elasticidade (E) em GPa	<i>Esthet X</i> [®]	2,74	0,132	0,32
	<i>Filtek Supreme</i> [®]	2,46		0,30

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

Como pode se observar há diferença significativa em relação aos valores médios de resistência à compressão para os dois materiais estudados. Pode-se afirmar, então, com 95% de confiança que o compósito *Esthet X*[®] é mais resistente à compressão que o *Filtek Supreme*[®] (ver figura 51).

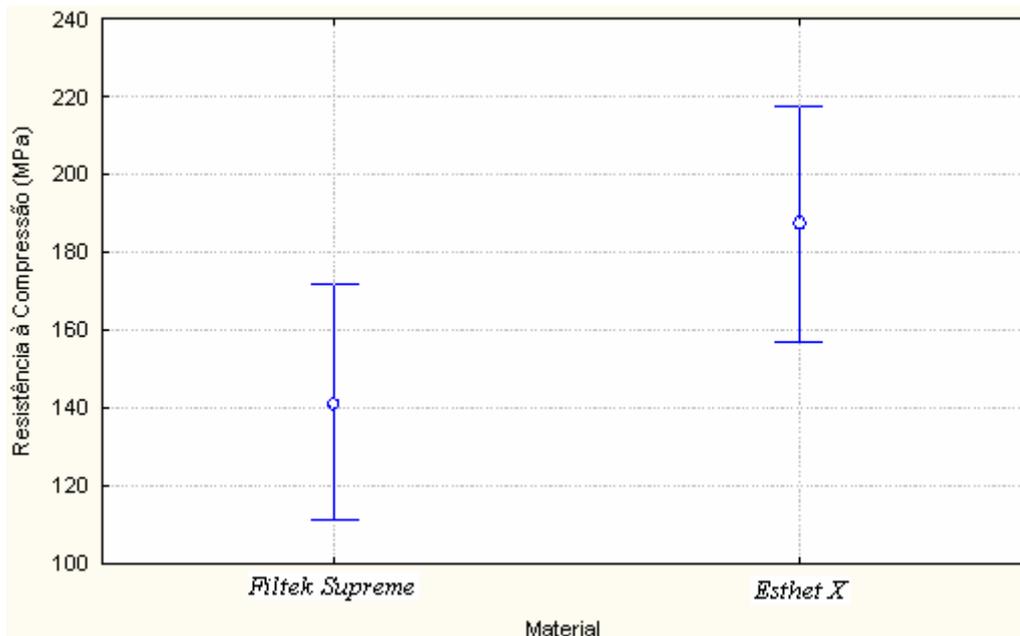


Figura 51 – Gráfico da Resistência à compressão em função da marca dos compósitos estudados. Verificar o maior Limite de resistência à compressão do material *Esthet X*[®].

Quando comparados estatisticamente, os valores médios de módulo de elasticidade e deformação em compressão não apresentam diferença significativa.

Ao se realizar uma correlação entre microestrutura e propriedades mecânicas dos compósitos pesquisados, pode-se afirmar que aquele que apresentou menor tamanho médio de partículas mostrou maior resistência à compressão. Esta afirmação está de acordo com pesquisas de WILLENS et al (1992), JANDRESEN et al (1998), ALLEN et al (2003), MANHART et al (2000) e SOUZA JR et al (2001). Ou seja, o material *Esthet X*[®] suportou maior carga quando comparado com o *Filtek Supreme*[®].

O compósito *Esthet X*[®] possui partículas de formatos mais irregulares, enquanto que o *Filtek Supreme*[®] mostrou partículas mais arredondadas. Apesar de as cargas irregulares apresentarem concentradores de tensão, acredita-se que elas promovam maior ancoragem na matriz aumentando a resistência desses compósitos. Além disso, as partículas irregulares possuem maior superfície de contato com o polímero, permitindo maior transferência de carga.

De acordo com pesquisas realizadas pela empresa 3M (fabricante do *Filtek Supreme*[®]), o limite de resistência à compressão médio para o compósito *Filtek Supreme*[®],

Supreme[®] está bem acima do encontrado nesse estudo, em torno de 420MPa. Esta mesma empresa encontrou o valor de, aproximadamente, 410MPa para o limite de resistência à compressão do material *Esthet X*[®], da mesma forma muito acima do valor atingido nesse estudo. A empresa Dentsply (fabricante do *Esthet X*[®]) não informou o valor de resistência à compressão para o seu material.

BROSH et al (1999) calcularam a resistência à compressão de vários compósitos odontológicos microhíbridos (Tamanho médio das partículas – 0,04µm e 2µm), entre eles: *TPH*[®] - 172MPa, *Filtek Z100*[®] - 121MPa, *Charisma*[®] - 152MPa, *Herculite XRV*[®] - 107MPa, *Tetric*[®] - 118MPa, *Amelogen*[®] - 178MPa. Esses autores encontraram valores próximos aos da presente pesquisa.

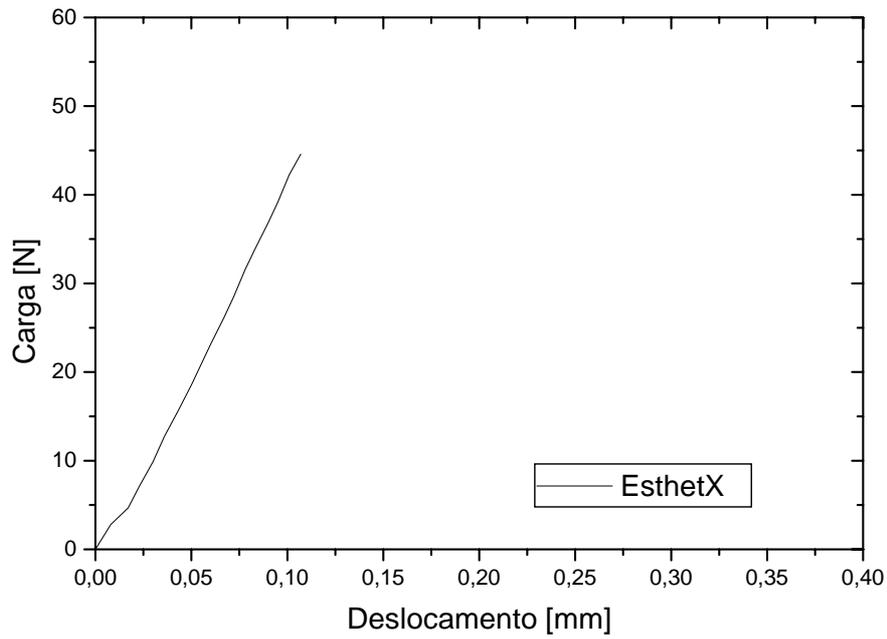
COPELLO (2003) pesquisou dois compósitos de uso indireto, o *Artglass*[®] (70% em peso de partículas com tamanho médio de 1µm) e o *Solidex*[®] (53% em peso de partículas com tamanho médio de 10 µm). Encontrou o valor de 197,36MPa para a resistência à compressão do primeiro e 115,9 MPa para o segundo. Os materiais estudados nessa pesquisa apresentaram valores próximos, possibilitando, com isso, seu uso também em restaurações indiretas.

4.3.3. Tenacidade à Fratura

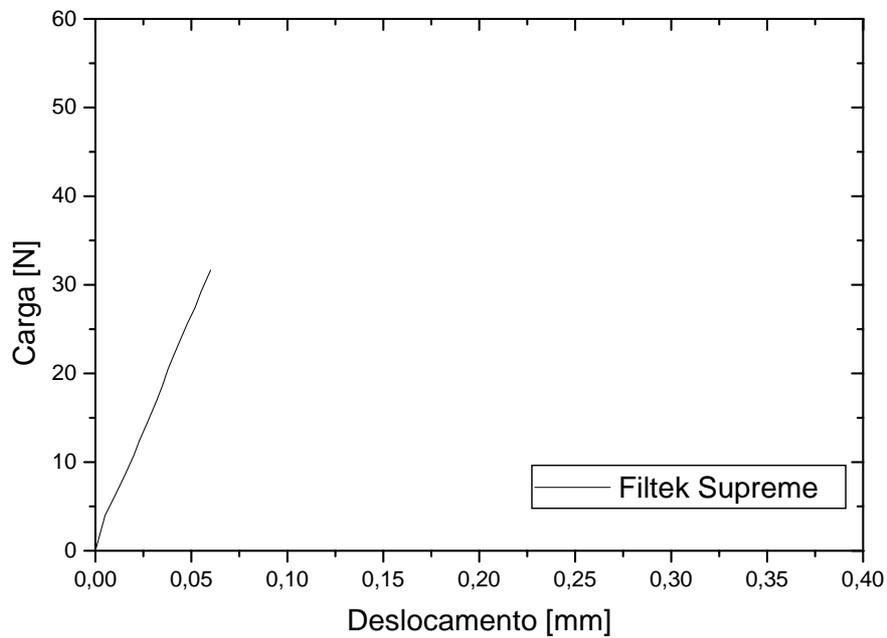
A resistência à fratura de uma restauração descreve sua capacidade de resistir à propagação catastrófica de trincas sob as cargas de mastigação. Uma maior resistência à fratura implica numa menor taxa de degradação marginal.

Analisando os gráficos do comportamento de fratura dos materiais (figuras 52 e 53) observa-se que a curva carga/deformação exibe uma aparência linear até a fratura, confirmando o comportamento frágil desses materiais. Essa característica está presente tanto para as amostras submetidas à saliva artificial quanto para aquelas que não sofreram envelhecimento. Pode-se perceber inclusive que a deformação é bem pequena.

De acordo com os dados levantados, constata-se que o *Esthet X*[®] suportou maior carga que o *Filtek Supreme*[®], nas duas situações (amostras envelhecidas ou não). Quando se considera cada compósito em separado, percebe-se que a carga suportada pelas amostras antes do envelhecimento é um pouco maior que a suportada depois do envelhecimento. Mais adiante, através do parâmetro K_C , há informações acerca da relevância estatística na diferença entre os materiais.

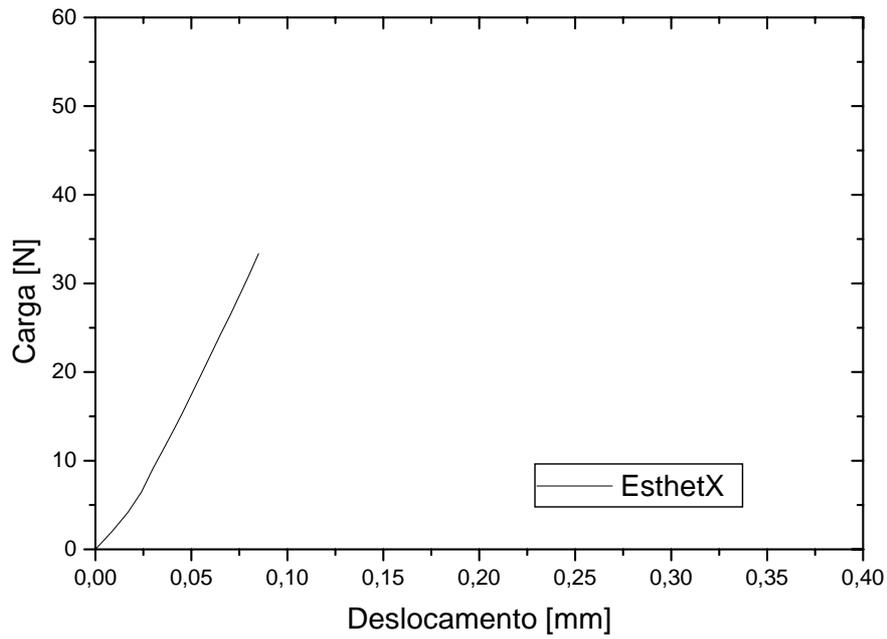


(a)

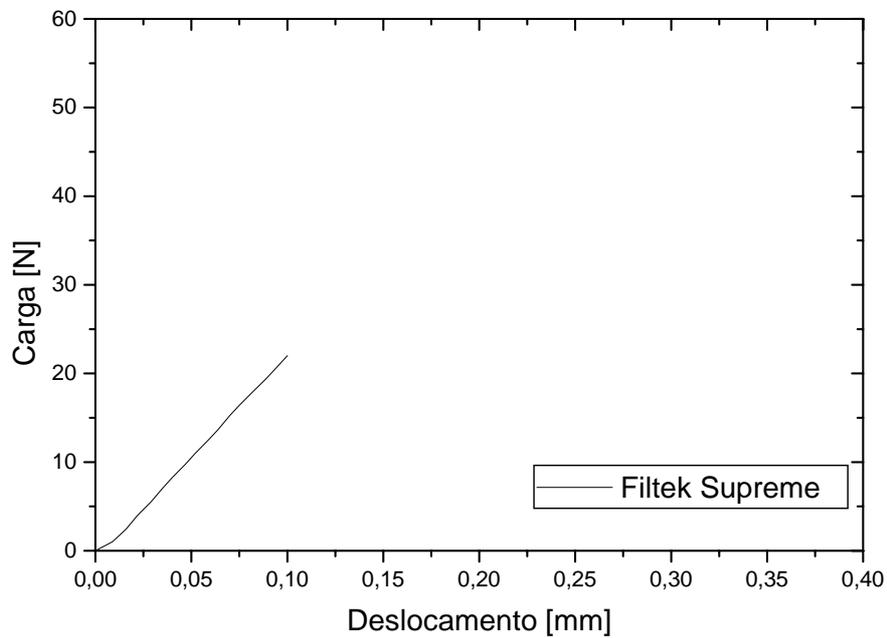


(b)

Figura 52 – Gráficos dos ensaios de tenacidade à fratura (carga X deslocamento) para uma amostra de cada material não envelhecida em saliva artificial. Em (a) o *Esthet X*[®] e em (b) o *Filtek Supreme*[®].



(a)



(b)

Figura 53 – Gráficos dos ensaios de tenacidade à fratura (carga X deslocamento) para uma amostra de cada material envelhecida em saliva artificial. Em (a) o *Esthet X*[®] e em (b) o *Filtek Supreme*[®].

A figura 54 apresenta uma amostra no momento do ensaio, enquanto que a figura 55 mostra o corpo de prova após a ruptura. Os dois materiais apresentaram fratura frágil.



Figura 54 – Amostra no momento do ensaio.

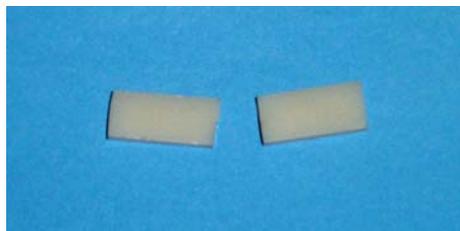


Figura 55 – Corpo de prova após a ruptura.

Para os dois materiais estudados, a fratura ocorreu no mesmo plano do entalhe pré-existente. Isto está de acordo com KOVARIK e ERGLE (1993), os quais observaram que para as diferentes técnicas de confecção das amostras, seja em camadas ou corpo único, a fratura ocorre no mesmo plano do entalhe. Uma observação importante feita por eles é que, na técnica de confecção em camadas, um plano de baixa tenacidade à fratura é criado se o entalhe é feito paralelo às camadas. Para as diferentes técnicas usadas por eles, a tenacidade à fratura foi maior quando o entalhe foi feito perpendicular às camadas. Logo, a fratura depende da orientação desse plano de baixa tenacidade à fratura e da direção e magnitude da força aplicada. Isto sugere que os

dentistas devam observar, na confecção da restauração, a relação entre a direção das camadas e a aplicação das forças oclusais.

Influência da Variável Material (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*)

O valor médio, o desvio padrão e o valor-p para a tenacidade à fratura dos compósitos *Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]* são mostrados na tabela 16. O grupo A corresponde às amostras não submetidas ao envelhecimento em saliva artificial, já o Grupo B é o das amostras envelhecidas.

Tabela 16 – Resultados do ensaio de tenacidade à fratura: a média, o valor-p e o desvio padrão (DP) para a tenacidade à fratura (K_C) em $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ dos materiais *Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*.

Propriedade	Tratamento	Material	Média	Valor-p	D.P.
Tenacidade à fratura (K_C) em $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	Grupo A	<i>Esthet X[®]</i>	1,41	6E-3*	0,22
		<i>Filtek Supreme[®]</i>	1,00		0,19
	Grupo B	<i>Esthet X[®]</i>	1,33	2E-4*	0,19
		<i>Filtek Supreme[®]</i>	0,82		0,10

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

Quando se comparam os dois materiais estudados quanto à sua tenacidade à fratura, dentro do grupo A, pode-se afirmar que existe diferença estatística significativa entre os mesmos, tendo o *Esthet X[®]* K_C maior que o *Filtek Supreme[®]* (ver figura 56).

O mesmo acontece entre os dois compósitos após o armazenamento em saliva artificial (grupo B). A tenacidade à fratura do material *Esthet X[®]* é maior que a do *Filtek Supreme[®]* (ver figura 56).

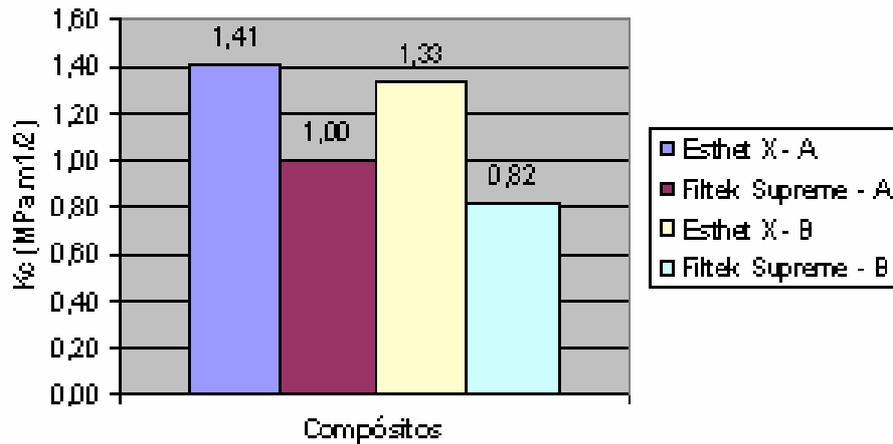


Figura 56 – Resumo dos valores de K_C para os materiais em estudo nas duas situações estudadas (Grupo A – amostras não envelhecidas e Grupo B – amostras envelhecidas).

Influência da Variável Tratamento (envelhecimento em saliva artificial)

Através dos dados da tabela 17 pode-se concluir que o envelhecimento em saliva artificial não causou nenhuma influência significativa nos valores de tenacidade à fratura ao se analisar cada compósito em separado. Apesar de que, numericamente, tenha ocorrido uma diminuição nos valores.

Tabela 17 – Valores-p para a variável tratamento (envelhecimento em saliva artificial) para cada tipo de material em separado.

Material	Variável	Média (K_C)	Valor-p
<i>Esthet X</i> [®]	Tratamento	Grupo A	0,52
		Grupo B	
<i>Filtek Supreme</i> [®]	Tratamento	Grupo A	0,07
		Grupo B	

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

Como foi discutido anteriormente, a porcentagem em peso de saliva artificial absorvida pelos dois materiais após 62 dias foi relativamente pequena (*Esthet X*[®] - 0,5% / *Filtek Supreme*[®] - 1,2%), e acredita-se que esse fenômeno ocorra apenas na superfície do material. Tal fato explicaria a não influência do envelhecimento em saliva artificial

na tenacidade à fratura dos materiais estudados, tendo em vista que a propagação da trinca de fratura ocorreu em uma área com profundidade e altura de 4mm (figura 57), onde, apenas em sua superfície houve penetração de saliva artificial, o que não causou modificações significativas na microestrutura do material na área afetada por esse ensaio.

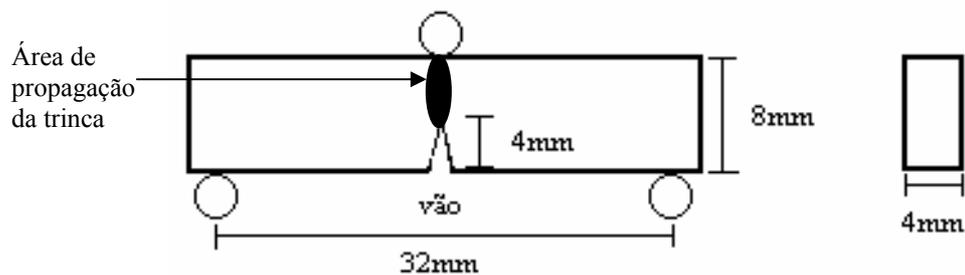


Figura 57 – Esquema com o local da propagação da trinca de fratura.

Interação das Variáveis Material e Tratamento

O valor-p para a interação Material/Tratamento foi de 0,50. Em vista disso, pode-se afirmar que a interação entre essas duas variáveis não influencia de maneira estatisticamente significativa a tenacidade à fratura dos compósitos pesquisados. Ou seja, tanto o *Esthet X*[®] como o *Filtek Supreme*[®] evoluíram da mesma forma ao envelhecimento em saliva artificial a 37°C durante 62 dias (ver figura 58).

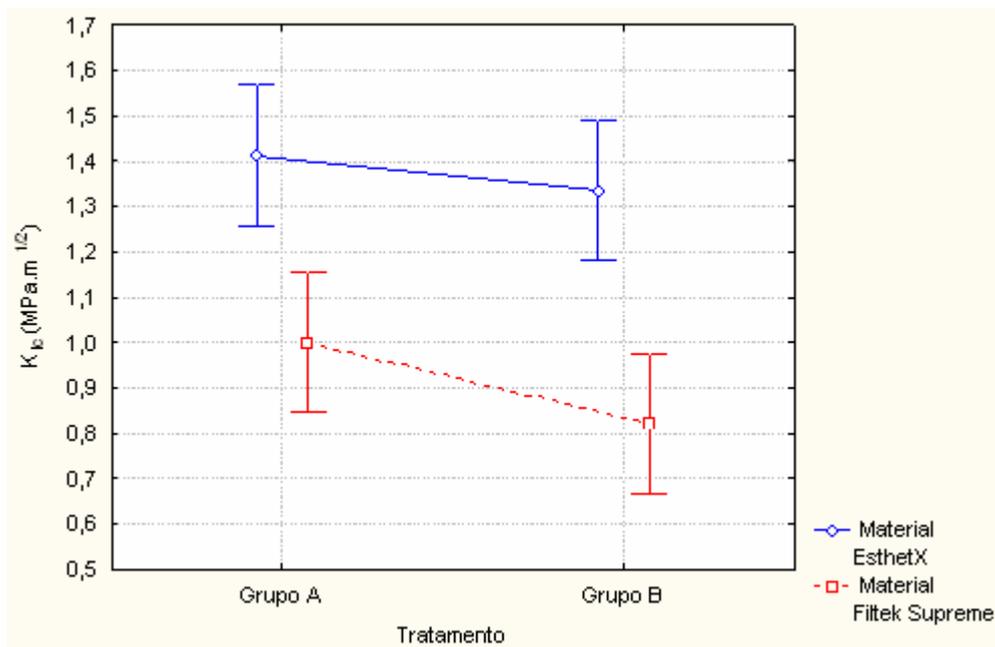


Figura 58 – O gráfico demonstra que o comportamento dos materiais mantém aproximadamente o mesmo perfil em função do envelhecimento em saliva artificial.

As mesmas considerações feitas para o ensaio de compressão podem ser realizadas para o ensaio de tenacidade à fratura ao se realizar uma correlação entre microestrutura e propriedades mecânicas dos compósitos pesquisados. Pode-se afirmar que aquele que apresentou menor tamanho médio de partículas mostrou maior tenacidade à fratura, apesar do mecanismo de falha ser diferente. Esta afirmação está de acordo com pesquisas de WILLENS et al (1992), JANDRESEN et al (1998), ALLEN et al (2003), MANHART et al (2000) e SOUZA JR et al (2001). Ou seja, o material *Esthet X*[®] suportou maior carga quando comparado com o *Filtek Supreme*[®].

Ao ser iniciada uma trinca, ela precisa propagar-se em meio ao material. A maior ou menor facilidade de propagação dessa trinca dependerá dos obstáculos (partículas) que a mesma encontrar pelo caminho. Ou seja, quanto mais partículas, mais difícil seria para o material fraturar. Além disso, a trinca pode se propagar de duas maneiras quando encontra uma partícula, ou passa pela interface entre a carga e a matriz, ou provoca a ruptura também da partícula, nesse caso, quanto menor a partícula, mais difícil seria para quebrá-la.

O compósito *Esthet X*[®] possui partículas de formatos mais irregulares, enquanto que o *Filtek Supreme*[®] mostrou partículas mais arredondadas. Apesar de as cargas irregulares apresentarem concentradores de tensão, podendo iniciar uma trinca, acredita-

se que elas promovam maior ancoragem na matriz, aumentando sua resistência. Além disso, as partículas irregulares possuem maior superfície de contato com o polímero, permitindo maior transferência de carga.

De acordo com a 3M (fabricante do compósito *Filtek Supreme*[®]) a tenacidade à fratura dos materiais estudados está em torno de $1,2\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, valor próximo aos encontrados nesse estudo. Esse valor está acima dos estimados para compósitos microparticulados – partículas com tamanho de $0,04\mu\text{m}$ (*Durafill*[®] - $0,68\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, *Heliomolar*[®] - $0,7\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, *Renamel Microfill*[®] - $0,75\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$), porém, se aproxima dos compósitos microhíbridos – combinação entre partículas com $0,04\mu\text{m}$ e $2\mu\text{m}$ (*TPH*[®] - $1,38\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, *Filtek Z250*[®] - $1,4\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, *Renamel Hybrid*[®] - $1,5\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$).

Já a Dentsply informa um valor de $2,7\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para o K_C do compósito *Esthet X*[®], valor muito acima do encontrado nesse estudo. E para o material *Filtek Supreme*[®], $1,2\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

MANHART et al (2000), mencionaram que o valor típico de K_C para os tecidos dentários está na faixa de $0,6 - 1,8\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para o esmalte e $3,1\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para a dentina, respectivamente. Os resultados apresentados nessa pesquisa mostram que os materiais estudados têm comportamento semelhante ao esmalte dentário no que se refere à tenacidade à fratura.

BONILLA et al (2001) pesquisaram vários compósitos odontológicos e encontraram maiores valores de K_C para aqueles que tinham maior quantidade de partículas de tamanho pequeno. O valor mais alto foi de $1,4\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, para o compósito *Surefill*[®] (Dentsply – com 82% em peso de partículas de tamanho $0,01-1\mu\text{m}$), mesmo valor encontrado para o *Esthet X*[®] antes do envelhecimento.

PILLIAR et al (1987) não encontraram diferença estatisticamente significativa no valor de tenacidade à fratura em compósitos não armazenados e armazenados em água destilada e etanol, durante 28 dias.

No apêndice II pode ser encontrada a tabela LSD Fisher, com todos os valores-p possíveis para cada combinação das variáveis material/tratamento para o K_C dos materiais estudados.

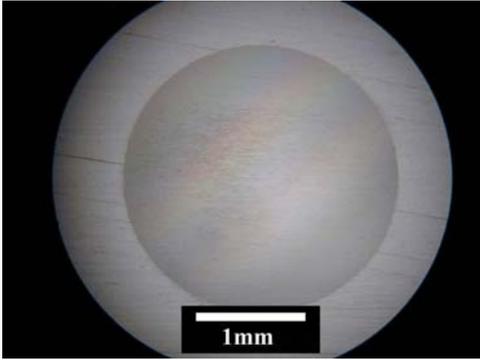
4.3.4. Ensaio de Resistência ao Desgaste

Devido às restaurações, especialmente em dentes posteriores, estarem sujeitas à severa abrasão causada pelas cúspides de dentes antagonistas, a resistência ao desgaste de um material restaurador correlaciona-se com sua longevidade.

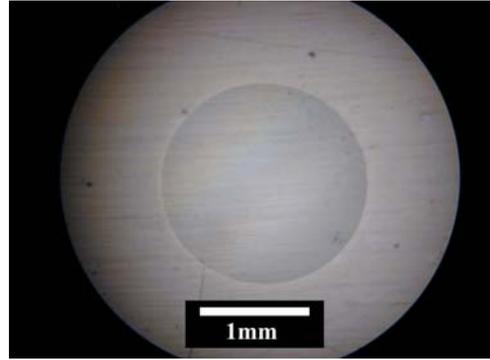
De acordo com LIM et al (2002) e JAARDA et al (1993) adaptação marginal e desgaste oclusal são assuntos de grande interesse clínico dos compósitos odontológicos. Esses mesmos autores afirmam que a composição, o tamanho, a dispersão e o volume ocupado pelas partículas influenciam muito a resistência ao desgaste desses materiais. Quando se aumenta o tamanho e diminui o volume ocupado pelas partículas, aumenta-se também o desgaste produzido nesses compósitos. Além disso, uma boa adesão entre as partículas e a matriz é fundamental para diminuir a abrasão nesses materiais.

RATLEDGE et al (1994) e MAGNE et al (1999) afirmaram ser difícil fazer comparações entre estudos de desgaste dos materiais dentários porque esses testes não são padronizados. Isso acontece porque as pesquisas são feitas com uma grande variedade de abrasivos, instrumentos de medida e métodos. Não existe um teste de desgaste padrão que simule a boca do paciente.

Nas figuras 59, 60, 61, 62 e 63 pode-se observar fotomicrografias das crateras produzidas no ensaio de desgaste de cada material para ciclos diferentes. É perceptível a diferença entre os dois materiais. O *Filtek Supreme*[®] demonstra ter desgaste maior que o *Esthet X*[®] em todos os ciclos escolhidos. Essas imagens são dos materiais sem o envelhecimento em saliva artificial. Porém, a mesma relação acontece entre os compósitos que sofreram envelhecimento; apenas os dois apresentam uma resistência ao desgaste um pouco maior nessa situação.

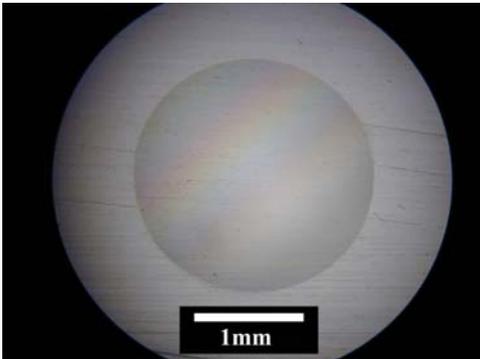


Filtek Supreme[®] - 1500 volts

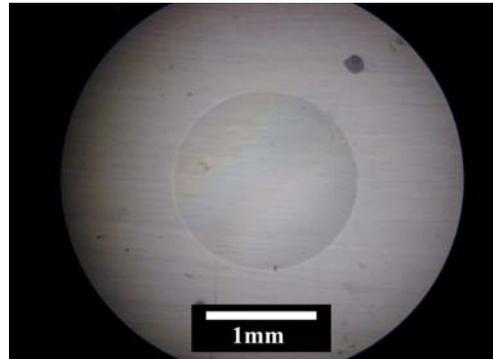


Esthet X[®] - 1500 volts

Figura 59 – Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais *Filtek Supreme*[®] e *Esthet X*[®] no ciclo com 1500 volts.

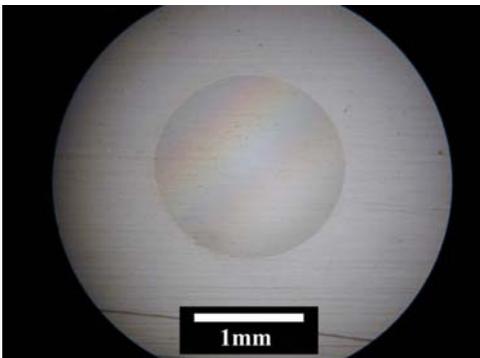


Filtek Supreme[®] - 1000 volts

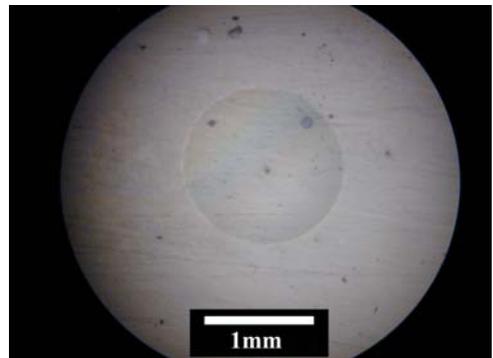


Esthet X[®] - 1000 volts

Figura 60 – Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais *Filtek Supreme*[®] e *Esthet X*[®] no ciclo com 1000 volts.

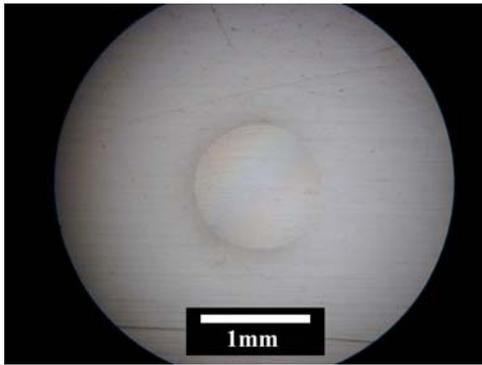


Filtek Supreme[®] - 500 volts



Esthet X[®] - 500 volts

Figura 61 – Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais *Filtek Supreme*[®] e *Esthet X*[®] no ciclo com 500 volts.

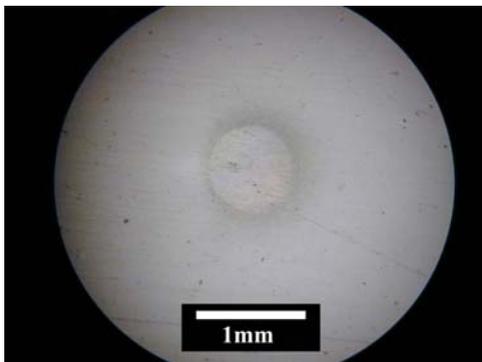


Filtek Supreme[®] - 200 voltas

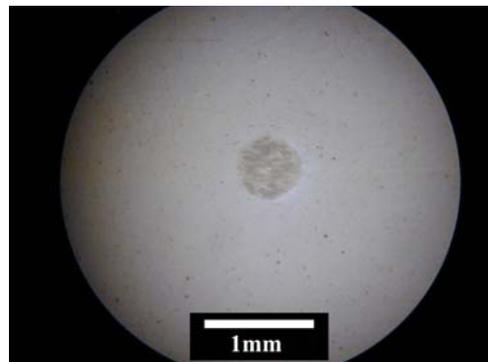


Esthet X[®] - 200 voltas

Figura 62 – Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais *Filtek Supreme*[®] e *Esthet X*[®] no ciclo com 200 voltas.



Filtek Supreme[®] - 50 voltas

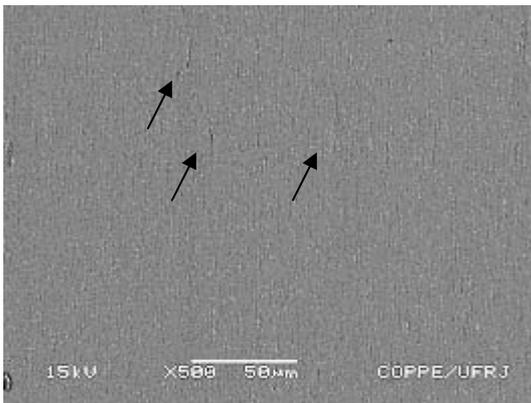


Esthet X[®] - 50 voltas

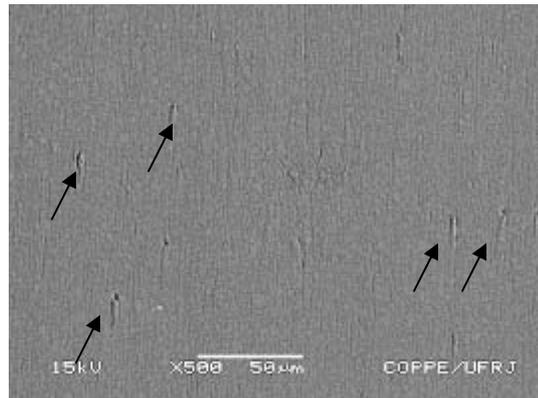
Figura 63 – Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais *Filtek Supreme*[®] e *Esthet X*[®] no ciclo com 50 voltas.

Nas figuras 64, 65 e 66 pode-se observar fotomicrografias em MEV do interior das crateras produzidas no ensaio de desgaste de cada material. O *Filtek Supreme*[®] possui partículas maiores que o *Esthet X*[®] e o arrancamento dessas partículas durante o ensaio de desgaste produziu maiores irregularidades (vazios ou crateras) no compósito *Filtek Supreme*[®], o que provavelmente provocou uma taxa de desgaste também maior nesse material, além de uma maior rugosidade. Essas imagens são dos materiais não envelhecidos em saliva artificial. O mesmo acontece entre os compósitos ao se analisar as amostras que sofreram envelhecimento; apenas os dois apresentam uma resistência ao desgaste um pouco maior nessa situação.

Pode-se concluir, então, que o mecanismo de desgaste desses materiais ocorre não apenas pela abrasão de sua matriz, mas também pelo arrancamento de suas partículas. Esse fato acarreta uma menor resistência ao desgaste nos materiais com maiores partículas que, nesse trabalho, é o caso do material *Filtek Supreme*[®]. Pode-se associar a maior resistência ao desgaste também à maior área de superfície de contato existente entre as partículas e a matriz do material *Esthet X*[®], proporcionando melhor adesão entre as mesmas.

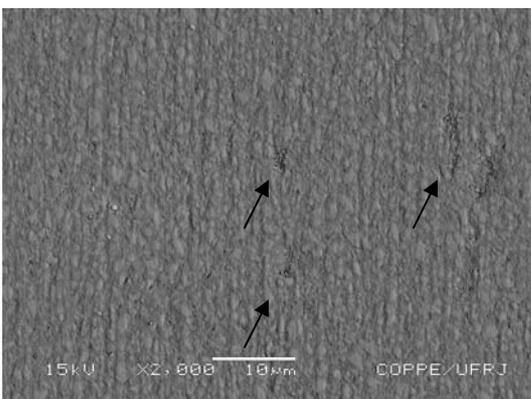


Esthet X[®]

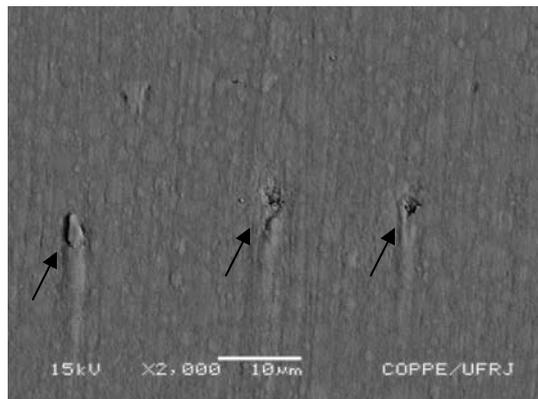


Filtek Supreme[®]

Figura 64 – Fotomicrografias comparativas do interior das crateras produzidas no ensaio de desgaste dos materiais *Filtek Supreme*[®] e *Esthet X*[®]. Reparar o maior arrancamento de partículas no compósito *Filtek Supreme*[®].

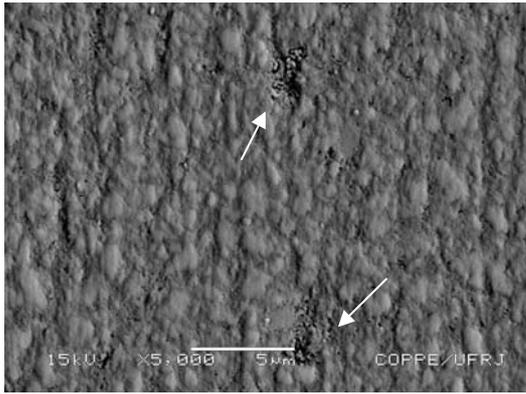


Esthet X[®]

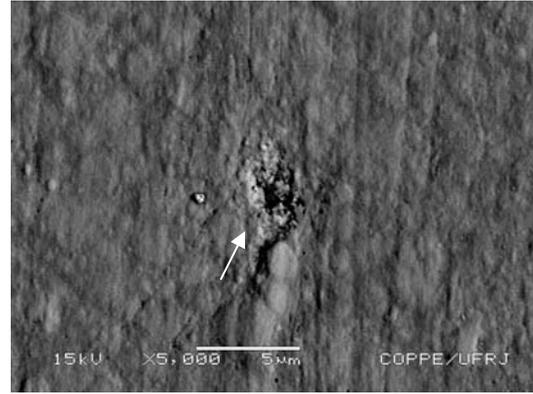


Filtek Supreme[®]

Figura 65 – Fotomicrografias comparativas do interior das crateras produzidas no ensaio de desgaste dos materiais *Filtek Supreme*[®] e *Esthet X*[®]. Reparar o maior arrancamento de partículas no compósito *Filtek Supreme*[®].



Esthet X[®]



Filtek Supreme[®]

Figura 66 – Fotomicrografias comparativas do interior das crateras produzidas no ensaio de desgaste dos materiais *Filtek Supreme*[®] e *Esthet X*[®]. Reparar o maior arrancamento de partículas no compósito *Filtek Supreme*[®].

A fim de quantificar a resistência ao desgaste dos materiais, pode-se utilizar alguns parâmetros. A seguir, analisar-se-á dois deles.

4.3.4.1. Parâmetro Taxa de Desgaste

A taxa de desgaste informa o volume de material removido em função da carga utilizada no ensaio e da distância percorrida pela esfera correspondente a cada ciclo. Por isso, a taxa de desgaste de cada material pesquisado, a princípio, deveria ser a mesma para todos os ciclos estudados.

Todavia, como pode ser constatado no gráfico da figura 67, a taxa de desgaste varia com a mudança de ciclos, tendendo a se estabilizar a partir do ciclo de 500 voltas.

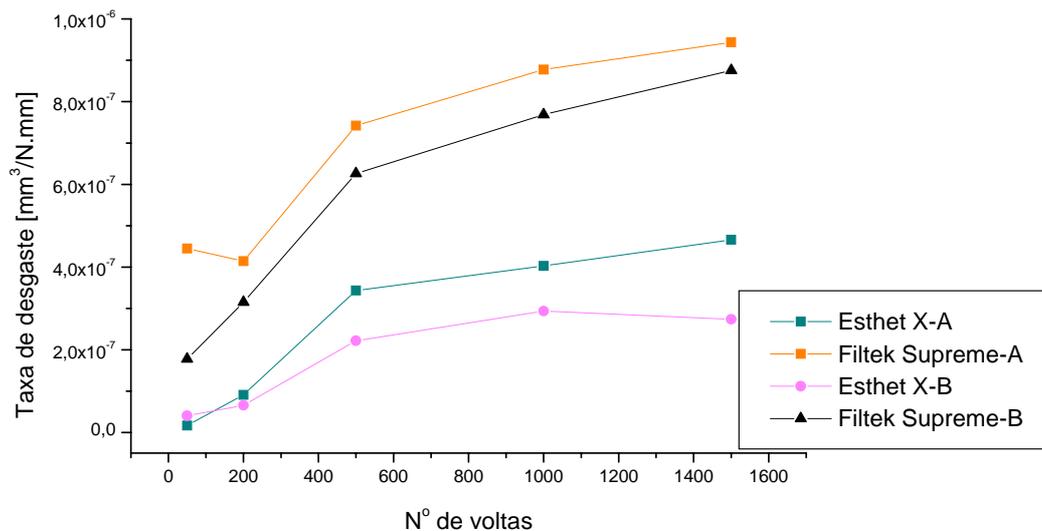


Figura 67 – O gráfico mostra a evolução da taxa de desgaste média para cada material em função dos ciclos (número de rotações) escolhidos para o ensaio. Verificar também a influência do envelhecimento em saliva artificial na taxa de desgaste dos materiais.

Na tabela 18 encontra-se a ANOVA para cada variável e suas interações para a taxa de desgaste dos materiais.

Tabela 18 – Tabela ANOVA / taxa de desgaste.

Efeitos	SS	Grau de liberdade	MS	F	p
Material	384,41	1,00	384,41	524,97	0,00*
Ciclo	410,04	4,00	102,51	139,99	0,00*
Tratamento	42,85	1,00	42,85	58,52	0,00*
Material*Ciclo	22,94	4,00	5,74	7,83	0,00*
Material*Tratamento	4,21	1,00	4,21	5,75	0,02*
Ciclo*Tratamento	11,83	4,00	2,96	4,04	0,00*
Material*Ciclo*Tratamento	3,41	4,00	0,85	1,16	0,33
Error	73,22	100,00	0,73		

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

Influência da Variável Material (*Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®])

Pode-se observar na tabela 18 que o efeito da variável material é significativo, pois seu valor-p é menor que 0,05. Isto é, nesse caso, há diferença estatisticamente significativa na taxa de desgaste entre os materiais *Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®].

O valor médio e o valor-p para a taxa de desgaste dos compósitos *Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®] em cada grupo e para cada ciclo são mostrados na tabela 19. O grupo A corresponde às amostras não submetidas ao envelhecimento em saliva artificial, já o Grupo B é o das amostras envelhecidas.

Tabela 19 – Resultados da taxa média de desgaste dos materiais *Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®]: ciclos (número de voltas), taxa média de desgaste para cada compósito, em cada ciclo, levando-se em consideração as amostras envelhecidas e não-envelhecidas por saliva artificial, e o valor-p.

	Ciclos (número de voltas)	50	200	500	1000	1500	Média (ciclos)
Grupo A (taxa de desgaste - mm ³ /N.mm)	<i>Esthet X</i> [®]	2E-8	8E-8	3E-7	4E-7	5E-7	3E-7
	<i>Filtek Supreme</i> [®]	3E-7	3E-7	7E-7	9E-7	9E-7	6E-7
Valor-p		2E-3*	3E-3*	2E-6*	4E-9*	2E-6*	
Grupo B (taxa de desgaste - mm ³ /N.mm)	<i>Esthet X</i> [®]	4E-8	6E-8	2E-7	3E-7	3E-7	2E-7
	<i>Filtek Supreme</i> [®]	2E-7	3E-7	6E-7	6E-7	7E-7	5E-7
Valor-p		2E-6*	2E-6*	4E-9*	2E-5*	3E-5*	

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

Ao se comparar os dois materiais estudados quanto à sua taxa de desgaste, dentro do grupo A, pode-se afirmar que existe diferença estatisticamente significativa entre os mesmos para todos os ciclos testados, tendo o *Esthet X*[®] resistência ao desgaste maior que o *Filtek Supreme*[®], pois sua taxa de desgaste é menor.

O mesmo acontece entre os dois compósitos após o armazenamento em saliva artificial (grupo B). A resistência ao desgaste do material *Esthet X*[®] é maior que a do *Filtek Supreme*[®].

Influência da Variável Tratamento (envelhecimento em saliva artificial)

De acordo com a tabela 18 há diferença estatisticamente significativa entre as amostras envelhecidas e não envelhecidas em saliva artificial. Porém, ao analisar o envelhecimento para cada situação específica (por exemplo, se há diferença significativa entre os tratamentos apenas para o material *Esthet X*[®] considerando o número de ciclos 50 voltas), ou seja, sem variar os fatores material e ciclo, encontra-se resultados interessantes (ver tabela no apêndice III, onde pode ser encontrada a tabela LSD Fisher, com todos os valores-p possíveis para cada combinação das variáveis material/tratamento/ciclo para a taxa de desgaste dos materiais estudados).

De uma forma geral, o envelhecimento em saliva artificial diminuiu a taxa de desgaste dos compósitos pesquisados, quando se analisa cada material individualmente (ver tabela 19 e figura 67). Todavia, para o material *Filtek Supreme*[®] não houve diferença significativa entre os tratamentos no ciclo de 200 voltas. O mesmo acontece com *Esthet X*[®] para os ciclos de 50 e 200 voltas (ver tabela no apêndice III), mostrando-se até mesmo fora do padrão do experimento (ver figura 67).

No caso do *Esthet X*[®], no ciclo de 50 voltas, as curvas das amostras envelhecidas e não envelhecidas em saliva artificial se cruzam, resultando em uma resistência ao desgaste menor para as amostras armazenadas em saliva, ao contrário do restante do experimento (ver figura 67).

Já no compósito *Filtek Supreme*[®], o ciclo de 50 voltas apresentou taxa de desgaste maior que o ciclo de 200 voltas nas amostras não envelhecidas em saliva artificial, configurando também uma alteração em relação ao restante do experimento (ver figura 67).

Como nos ciclos a partir de 500 voltas, comparando-se o mesmo material em tratamentos diferentes, houve diferença significativa na taxa de desgaste, além das curvas da figura 67 estarem mais regulares e próximas do ideal (taxa de desgaste constante). A partir desse ciclo, pode-se sugerir que com ciclos de poucas voltas, menos de 200 voltas, ainda não há regularidade no desgaste devendo ser evitados nesse tipo de experimento.

Após processar os resultados do ensaio de desgaste, constatou-se que a resistência ao desgaste dos materiais estudados aumentou depois que as amostras sofreram envelhecimento em saliva artificial, ao contrário da dureza que se tornou menor. A princípio, esse fato pode parecer uma contradição, porém, ao se analisar o tipo de

impressão deixada nos dois diferentes ensaios, percebe-se que a endentação provocada pelo ensaio de dureza é mais superficial (entorno de 10µm – referente à altura, da porção média que penetra no material, da pirâmide de diamante usada como penetrador no ensaio de microdureza Vickers), já a cratera produzida pelo ensaio de desgaste é mais profunda (aproximadamente 40µm – profundidade calculada através da equação 10).

Esse fato sugere que o ensaio de dureza teria ocorrido a uma profundidade na superfície das amostras afetada pela saliva artificial onde, possivelmente, aconteceu difusão de água e, talvez, outras substâncias químicas para a matriz polimérica, causando um amolecimento da mesma, como sugerem alguns autores (MARTIN et al, 2003 e FERRACANE, 1998). Com isso, justificar-se-iam os valores menores de dureza encontrados para os materiais após o envelhecimento em saliva artificial.

Por outro lado, acredita-se que a cratera provocada durante o ensaio de desgaste ultrapasse, em profundidade, a região da amostra afetada pela saliva artificial através da difusão de seus elementos. Então, o ensaio aconteceu, em grande parte, em compósito não exposto à saliva artificial, o que resultaria em valores de resistência ao desgaste maiores até mesmo do que aqueles encontrados para as amostras testadas anteriormente ao envelhecimento, pois acredita-se que o material tenha sofrido pós-cura, já que o mesmo foi mantido durante 62 dias a 37°C.

Com a finalidade de comprovar a ocorrência da pós-cura, o ensaio de dureza foi repetido em uma amostra de cada compósito pesquisado que tenha sido mantida em saliva artificial. Entretanto, antes da realização das medidas de dureza, os corpos de prova sofreram novo acabamento e polimento, a fim de que a camada superficial das amostras, afetada pelo envelhecimento, fosse retirada. Com isso, objetivou-se medir a dureza da parte interna da amostra, a qual não teve contato com a saliva artificial. Os resultados desse teste podem ser vistos na tabela 20. Foram feitas 5 endentações em cada amostra utilizando-se o peso de 50g.

Tabela 20 – Resultado do ensaio de dureza feito para a confirmação da pós-cura.

Material	Dureza HV (média) – 50g
<i>Esthet X</i> [®]	74,26
<i>Filtek Supreme</i> [®]	70,03

Realmente, pode-se constatar que os valores obtidos nesse novo ensaio de dureza foram maiores do que aqueles alcançados no ensaio realizado anteriormente nas amostras não-envelhecidas em saliva artificial (comparar com a tabela 12). Pode-se afirmar, então, que a pós-cura de fato ocorreu, o que justifica a maior resistência ao desgaste nas amostras envelhecidas em saliva artificial.

Influência da Variável Ciclo (número de voltas)

De acordo com a tabela 18 (ANOVA) há diferença estatisticamente significativa entre os diferentes ciclos estudados. O que, teoricamente, não poderia ocorrer, pois, como foi explicado anteriormente, a taxa de desgaste deveria ser constante.

Pelos motivos já abordados acima, talvez através da utilização de ciclos com número de voltas acima de 1500, conseguir-se-á resultados mais próximos do esperado, ou seja, taxa de desgaste constante. Pois assim espera-se obter um desgaste mais regular, mais homogêneo em cada ciclo testado, o que não aconteceu com ciclos de número de voltas pequeno (ver figura 68).

Verificar na figura 68 como a taxa de desgaste se torna bem mais regular para os ciclos com 1000 e 1500 voltas.

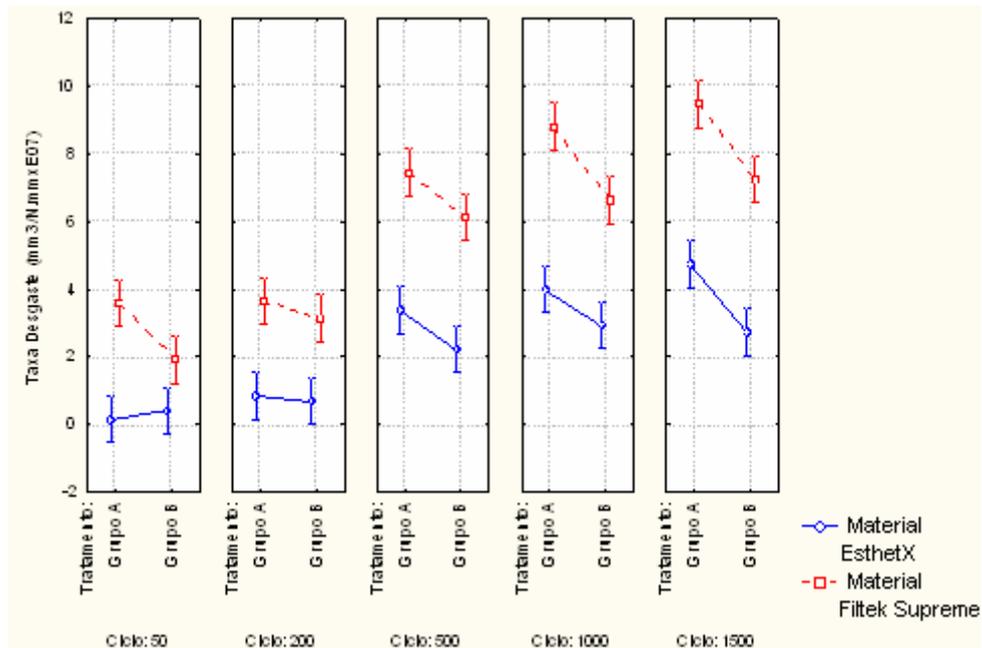


Figura 68 – Gráfico mostrando como varia a taxa de desgaste em função de cada ciclo estudado para cada material envelhecido ou não em saliva artificial.

Influência da Interação entre as Variáveis Material e Tratamento

Na tabela 18 (ANOVA) pode-se observar que a interação entre material e tratamento é significativamente diferente. Porém, nesse resultado pode estar embutido um erro devido à grande variação ocorrida nos ciclos com 50 e 200 voltas. Por isso, uma nova tabela ANOVA foi construída, retirando-se os valores correspondentes a esses ciclos (tabela 21), e como se pode perceber, a interação entre material e tratamento tornou-se não significativa, reforçando tudo o que foi explicado anteriormente.

Tabela 21 – Tabela ANOVA / Taxa de desgaste – sem os ciclos com 50 e 200 voltas.

Efeito	SS	Grau de liberdade	MS	F	p
Material	328,73	1,00	328,73	577,81	0,00*
Ciclo	19,15	2,00	9,57	16,83	0,00*
Tratamento	48,74	1,00	48,74	85,66	0,00*
Material*Ciclo	1,21	2,00	0,60	1,06	0,35
Material*Tratamento	1,14	1,00	1,14	2,00	0,16
Ciclo*Tratamento	2,27	2,00	1,14	2,00	0,14
Material*Ciclo*Tratamento	0,82	2,00	0,41	0,72	0,49
Error	34,14	60,00	0,57		

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

Sendo a interação entre essas duas variáveis não significativa, pode-se afirmar que a resposta dos dois materiais ao envelhecimento em saliva artificial é semelhante, considerando a taxa de desgaste. Como mostra o gráfico da figura 69, as curvas representativas de cada material são quase paralelas, mostrando que evoluíram da mesma forma frente ao envelhecimento em saliva artificial.

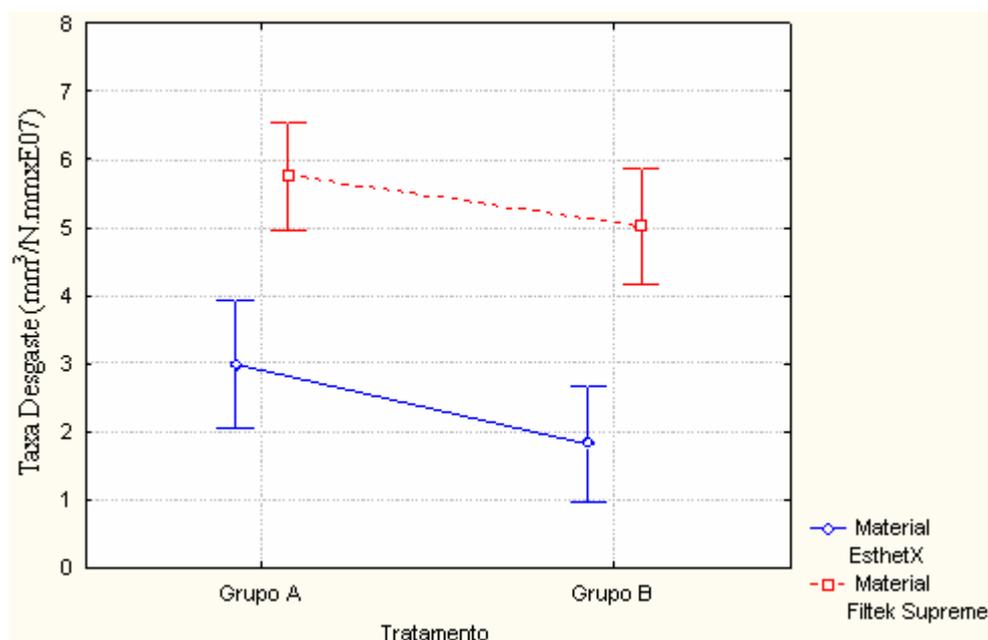


Figura 69 – Gráfico mostrando como varia a taxa de desgaste em função do envelhecimento em saliva artificial, para cada compósito.

As interações entre as variáveis tratamento e material com a variável ciclo não serão analisadas devido ao fato de a mudança no número de voltas não ser significativa na taxa de desgaste.

4.3.4.2. Parâmetro Volume de Material Removido

Informa o volume de material removido em cada ciclo, em mm^3 . Na figura 70 pode-se observar o aumento de volume de material removido conforme aumenta-se o número de voltas a cada ciclo.

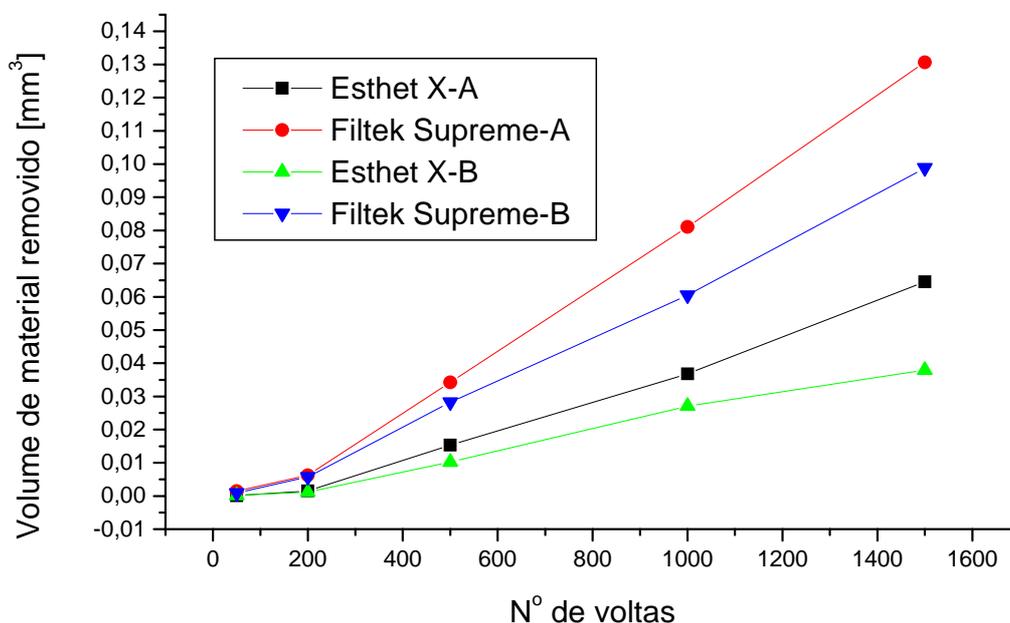


Figura 70 – O gráfico mostra o volume médio de material removido em função de cada ciclo (número de voltas) escolhido para o ensaio. Verificar também a influência do envelhecimento em saliva artificial.

As curvas de cada material no gráfico da figura 70 são praticamente retas com a mesma inclinação ao longo dos diferentes ciclos após o ciclo de 200 voltas, confirmando a regularidade no desgaste do material.

As médias do volume de material removido em cada situação estão apresentadas na tabela 22.

Tabela 22 – Volume médio de material removido durante o ensaio de desgaste dos materiais *Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®]: ciclos (número de voltas), volume médio de material removido de cada compósito e os valores-p em cada ciclo, levando-se em consideração as amostras envelhecidas e não-envelhecidas por saliva artificial.

Tratamento	Ciclos (número de voltas)	50	200	500	1000	1500
		Grupo A (volume de material removido – mm ³)	<i>Esthet X</i> [®]	7E-5	1E-3	1E-2
	<i>Filtek Supreme</i> [®]	1E-3	6E-3	3E-2	8E-2	1E-1
Valor-p		2E-3*	2E-3*	2E-6*	4E-9*	2E-6*
Grupo B (volume de material removido – mm ³)	<i>Esthet X</i> [®]	2E-4	1E-3	1E-2	3E-2	4E-2
	<i>Filtek Supreme</i> [®]	9E-4	6E-3	3E-2	6E-2	1E-1
Valor-p		2E-6*	2E-6*	4E-10*	2E-5*	3E-5*

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

Quando comparados estatisticamente os valores de volume médio perdido pelos materiais em cada ciclo, existe diferença significativa. Pode-se afirmar, então, com 95% de confiança que, para todos os ciclos testados, o volume de material perdido pelo compósito *Esthet X*[®] foi menor que o material *Filtek Supreme*[®].

Através do gráfico da figura 70, conclui-se que para um mesmo compósito o volume de material perdido durante o ensaio de desgaste foi maior para aquelas amostras não armazenadas em saliva artificial, para os dois materiais.

COPELLO (2003) realizou testes de desgaste com dois compósitos odontológicos de uso indireto e encontrou diferença estatística significativa entre os compósitos apenas a partir do ciclo com 500 voltas.

WEIG (2004) utilizou três compósitos odontológicos em testes de desgaste a três corpos (ball cratering), com suspensão de alumina como abrasivo sendo gotejada sucessivamente. Encontrou valores que variaram de 2E-6 a 1E-5mm³/N.mm, causando

taxas de desgaste maiores do que as encontradas na presente pesquisa. Os materiais pesquisados por WEIG (2004) foram *Ormocer*[®] (54% em peso de partículas), *Concept*[®] (77,5% em peso de partículas – 0,4 a 2µm) e *Surefill*[®] (82% em peso de partículas).

Os testes de desgaste utilizando abrasivos como pastas de diamante ou suspensão de alumina são úteis para comparar materiais entre si, porém não refletem o mecanismo de desgaste que ocorre na cavidade oral (através da mastigação, escovação, com influência de saliva). Por isso, esses testes devem ser aperfeiçoados a fim de tentar reproduzir o meio ambiente oral.

5. Conclusões

- O compósito *Esthet X*[®] apresenta partículas com formatos um pouco mais irregulares que o *Filtek Supreme*[®] e com tamanho médio menor. Provavelmente, por isso, o *Esthet X*[®] tenha mostrado valores superiores nas propriedades mecânicas testadas.
- As partículas nanométricas estão presentes nos dois materiais, porém se encontram bastante aglomeradas. As técnicas utilizadas no presente trabalho para a visualização das mesmas precisam ser aperfeiçoadas, a fim de que se possa quantificá-las melhor, principalmente seus menores tamanhos.
- A densidade do compósito *Esthet X*[®] é superior a do *Filtek Supreme*[®], mesmo tendo frações volumétricas de carga semelhantes. Possivelmente, devido ao fato das partículas presentes no *Esthet X*[®] serem menores.
- Na análise química em XPS e EDS das partículas do material *Esthet X*[®] não foi encontrado o elemento Boro, o qual deveria estar presente de acordo com o fabricante.
- Na análise química em XPS e EDS das partículas do material *Filtek Supreme*[®] foram encontrados todos os elementos químicos indicados pelo fabricante.
- Durante o envelhecimento em saliva artificial, o compósito *Filtek Supreme*[®] apresentou maior porcentagem de aumento de peso que o *Esthet X*[®], ou seja, maior absorção de fluido.
- O material *Esthet X*[®] apresentou valores superiores em todas as propriedades testadas – microdureza, resistência à compressão, tenacidade à fratura e resistência ao desgaste.
- O valor de tenacidade à fratura dos materiais não se alterou de forma significativa com o envelhecimento em saliva artificial.

- Após o envelhecimento em saliva artificial a taxa de desgaste dos compósitos estudados diminuiu, sugerindo ter ocorrido pós-cura na matriz polimérica dos materiais, devido à temperatura e ao tempo a que foram expostos.
- O envelhecimento em saliva artificial provocou uma diminuição na microdureza dos dois compósitos. Porém, esse efeito foi mais acentuado no *Esthet X*[®], tornando sua dureza equivalente à do *Filtek Supreme*[®], a qual era significativamente maior antes do envelhecimento.
- Apesar da presença das nanopartículas, as propriedades mecânicas dos compósitos estudados não apresentaram valores significativamente superiores comparados aos de compósitos microhíbridos já existentes no mercado há mais tempo. Esse fato se deve, principalmente, à aglomeração maciça dessas partículas nos dois materiais, mais acentuada no *Esthet X*[®], e à presença de partículas maiores (aproximadamente até 4 μ m) no compósito *Filtek Supreme*[®].

Sugestões para trabalhos futuros

- Aperfeiçoamento das técnicas de visualização de partículas de tamanho nanométrico para que se possa obter informações como: tamanho médio exato de partículas, distribuição do tamanho das partículas, dispersão, etc.
- Melhorias na fabricação desse tipo de compósito envolvendo o estudo de técnicas para facilitar a dispersão das nanopartículas em meio à matriz polimérica, tornando-o mais homogêneo.
- Pesquisas acerca da padronização dos ensaios de resistência ao desgaste, a fim de torná-lo um reflexo do desgaste que ocorre na cavidade oral, além de fornecer subsídios para que resultados de diferentes autores possam ser comparados.
- Envelhecimento de compósitos odontológicos em saliva humana e por períodos mais longos, a fim de se obter resultados mais próximo do que ocorre realmente em ambiente oral.

Referências Bibliográficas

ABU-BAKR, N., HAN, L., OKAMOTO, A. et al, “Changes in the properties and surface texture of compomer immersed in various media”. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v.84, n.4, pp 444-451, Out. 2000.

ALLEN, E. P. et al, “Annual review of selected dental literature: Report of the Committee on Scientific Investigation of the American Academy of Restorative Dentistry”. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v.90, n.1, p.50-80, 2003.

ANTUNES, P.V., RAMALHO, A., “Study of abrasive resistance of composites for dental restoration by ball-cratering”. *Wear*, v.255, pp 990-998, 2003.

ANUSAVICE, K. J., *Philips: Materiais Dentários*. 10° ed., Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 1998.

BAUER, F. et al, “Trialkoxysilane grafting onto nanoparticles for the preparation of clear coat polyacrilate systems with excellent scratch performance”. *Progress in organic coatings*, v.47, pp 147-153, Jun. 2003.

BERASTEGHI, E. et al. “Surface roughness of finished composite resins”, *J. Prosthet. Dent.*, v.68, n.5, pp 742-749, 1992.

BONILLA, E. D., MARDIROSSIAN, G., CAPUTO, A. A., “Fracture toughness of posterior resin composites”. *Quintessence International*, v.32, n.3, pp 206-210, 2001.

BOTTINO, M. A., QUINTAS, A. F., MIYASHITA, E., et al., *Estética em Reabilitação Oral – METAL FREE*. 1° ed., São Paulo, Editora Artes Médicas Ltda, 2001.

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

BROSH, T., GANOR, Y., BELOV, I., PILO, R., “Analysis of strength properties of light-cured resin composites.” *Dental Materials*, v.15, pp 174-179, Dez. 1999.

CALLISTER, Jr., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, 5º ed., Rio de Janeiro, LTC, 2002.

CESAR, P. F., MIRANDA JÚNIOR, V. G., BRAGA, R. R., “Influence of shade and storage time on the flexural strength, flexural modulus, and hardness of composites used for direct and indirect restorations”, *JPD*, v.86, n.3, pp 289-296, Set. 2001.

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

CHAWLA, K. K., *Composite Materials Science and Engineering*. 1º ed., New York, Springer – Verlag, 1997.

CHOU, T. W., “Structure and Properties of Composite”, In Cahn, R. W., Haasen, P., Kramer, E. J., *Material Science and Technology*, 1º ed., volume 13, New York VHC Publishers Inc., 1993.

CONCEIÇÃO, E. N. et al, *Dentística: Saúde e Estética*, 2º ed., Porto Alegre, Editora Artmed, 2002.

CONCHA, M. L., CASTILLO, A., LIEBANA, J., GUTIERREZ, J., GARCIA, A., “Initial pH as a determining factor of glucose consumption and lactic and acetic acid production in oral streptococci”. *Microbios*, v.87, n.353, pp 207-216, 1996.

COOK, W. D. et al, “Structure and properties of methacrylate based dental restorative materials”, *Biomaterials*, v.6, pp 362-368, Nov. 1985.

COPELLO, R.C.T. “Análise comparativa das propriedades mecânicas de dois compósitos para uso indireto em restaurações dentárias”. Tese de MSc. COPPE – UFRJ, Rio de Janeiro, 2003.

DELONG, G. R., SASIK, C., et al, “The wear of enamel when opposed by ceramic systems”. *Dental Materials*, v.5, pp 266-271, Jul. 1989.

DIETER, G. E., *Metalurgia Mecânica*. 2º ed., Rio de Janeiro, Editora Guanabara, 1981

FERRACANE, J. L., BERGE, H. X., CONDON, J. R., “*In vitro* aging of dental composites in water - Effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling”. *J. Dent. Res.*, Jun., pp 465472, 1998.

FORTUNA, C.R. “Clareamento dos dentes vitais com gel de peróxido de carbamida a 10% com carbopol e a possível alteração na força de adesão por cisalhamento de resinas compostas fotopolimerizáveis aplicadas ao esmalte clareado”. Tese de M.Sc., Faculdades de Odontologia, Universidade de São Paulo. São Paulo, SP, 1996.

FOVET, Y. et al, “Tin passivation by copper in dental amalgams”, *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIC – Chemistry*, v.3, n. 5, pp 379-385, Mai. 2000.

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

GEE, A. J., WENDT, S. W., WERNER, A., DAVIDSON, C. L., “Influence of enzymes and plaque acids on *in vitro* wear of dental composites”. *Biomaterials*, v.17, pp 1327-1332, 1996.

GIBSON, R, F., *Principles of Composite Material Mechanics*. 1º ed., New York, McGraw-Hill International Editions, 1994.

GOMES, J. C., GOMES, O. M. M., “Novas opções de materiais restauradores posteriores indiretos cerômeros”, *Odontologia Integrada: Atualização Multidisciplinar para o Clínico e o Especialista*, 1º ed., capítulo 5, Rio de Janeiro, Editora Pedro I, 2001.

GREGORY et al, “Physical properties and repair bond strength of direct and indirect composites resins”. *JPD*, v.68, n.3, pp 406-411, Set. 1992.

HIRAISHI, N. et al, “Effect of artificial saliva contamination on pH value change and dentin bond strength”, *Dental Materials*, v.19, pp 420-434, 2003.

HOLMBERG, K., MATTHEWS, A., “*Tribology of coatings*”. *Coatings Tribology-Properties, Techniques and Applications in Surface Engineering*. 1º ed, Amsterdam, Elsevier Science B.V., 1994.

HONORATO, M., CARVALHO, R. M., MONDELLI, R. F., *Odontologia estética. Fundamentos e aplicações clínicas*. 1º ed., São Paulo, ed. Santos, 2001.

HUMPHREY, S. P., et al, “A review of saliva: Normal composition, flow and function”. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.85, n.2, pp 162-169, 2001.

JAARDA, M.J., LANG, B.R., WANG, R.F., EDWARDS, C.A., “Measurement of composite resin filler particles by using scanning electron microscopy and digital imaging”. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.69, n.4, pp 416-424, abr 1993.

JANDRESEN, M.D., ALLEN, E.P., BAYNE, S.C., et al, “Annual review of selected dental literature: Report of the Committee on Scientific Investigation of the American Academy of Restorative Dentistry”. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.80, n.1, pp 110-111, jul 1998.

KIM, K. et al, “The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites”. *JPD*, v.87, n.6, Jun. 2002.

KOCZOROWSKI, R., WLOCH, S., “Evaluation of wear of selected prosthetic materials in contact with enamel and dentin”. *JPD*, v.81, n.4, pp 453-459, Abr.1999.

KOVARIK, R. E., ERGLE, J. W., “Fracture Toughness of posterior composite resins fabricated by incremental layering”. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.69, n.6, pp 557-560, jun. 1993.

KRAUSE, W.R., PARK, S.H., STRAUP, R.A. “Mechanical properties of BIS-GMA resin short glass fiber composites”, *Journal of Biomedical Material Research*, v.23, pp 1195-1211, 1989.

KUGEL, G., GARCÍA-GODOY, F., “Direct and Indirect Esthetic Adhesive Restorative Materials: A Review”. *YBP-HOME – Healthmantra Home*. www.healthmantra.com/ypb, 2003

LAMBRECHTS, P., BRAEM, M., VANHERLE, G., “Evaluation of clinical performance for posterior composite resins and dentin adhesives”. *Operative Dentistry*, v.12, pp 53-78, 1987.

LEINFELDER K. F., “Composite Resins in Posterior Teeth”. *The Dental Clinics of North America.*, v.25, n.2, Abr. 1981.

LEINFELDER K. F., “Resinas Compostas”. *Dentística Restauradora – Clin. Odont. Am. do Norte.*, 1º ed., cap.9, Livraria Roca Ltda, 1988.

LEINFELDER K. F., “Using composite resin as a posterior restorative material”. *Journal of American Dental Association.*, v.122, pp 65-70, Apr. 1991.

LEUNG, V. W. H., DARVELL, B. W., “Artificial salivas for *in vitro* studies of dental materials”. *Journal of Dentistry*, v.25, n.6, pp 475-484, 1997.

LEVALLOIS, B. et al, “In vitro fluoride release from restorative materials in water versus artificial saliva medium (SAGF)”, *Dental Materials*, v.14, n.6, pp 441-447, Nov. 1998.

LIM et al, “Effect of filler fraction and filler surface treatment on wear of microfilled composites.” *Dental Materials*, v.18, pp 1-11, Ago. 2002.

LUTZ, F., PHILIPS, R.W., “A classification and evaluation of composite resin systems”. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.50, n.4, pp 480-488, Out. 1983.

MAGALHÃES FILHO, T.R., “Avaliação Mecânica de Resinas Compósitas Dentárias Utilizadas em Restauração Direta”. Tese de MSc. COPPE – UFRJ, Rio de Janeiro, 2004.

MAGNE, P., PINTADO, M. R., DELONG, R. “Wear of enamel and veneering ceramics after laboratory and chairside finishing procedures”. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.82, n.66, pp 669-679, Dez 1999.

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.

MARSHALL, J. M., HOPE, P. S. e WARD, I. M., “Sorption and Diffusion in Highly Oriented Polyethylene”. *Polymer Reports*, v.23, pp. 22-23, Jan 1982.

MARTIN M., JEDYNAKIEWICZ, M. N., FISHER, C. A., “Hygroscopic expansion and solubility of composite restorative”. *Dental Materials*, v.19, pp 77-86, 2003.

McCABE, J. F., RUSBY, S., “Water absorption, dimensional change and radial pressure in resin matrix dental restorative materials”. *Biomaterials*, Out. 2003.

MOHD, Z. A. et al, “Wear of materials used in dentistry: A review of the literature”. *JPD*, v.63, n.3, pp 342-349, Mar. 1990.

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

MOURA, A. H., SOUZA, D. F., BOTTINO, M. A., KIMPARA, E. T., “Estudo rugosimétrico entre materiais estéticos indiretos”. *Rev. Bras. de Prótese Clínica e Laboratorial*, v.1, n.4, 351-355, 1999.

MUSANJE, L., DARVELL, B. W., “Aspects of water sorption from the air, water and artificial saliva in resin composite restorative materials”. *Dental Materials*, v.19, pp 414-422, 2003.

OKADA et al, “Surface hardness change of restorative filling materials stored in saliva”. *Dental Materials*, v.17, pp 34-39, Maio, 2000.

OTTENI, J. C., ANCELLIN, J. B., FEISS, P., “Anaesthetic machine: fresh gas delivery units. I. Mechanical units with rotameter block and calibrated vaporizers: Appareil d'anesthésie : systèmes d'alimentation en gaz frais. I. Systèmes mécaniques avec rotamètres et vaporisateurs calibrés”, *Annales Françaises d'Anesthésie et de Réanimation*, v.18, n.9, pp 956-975, Nov. 1999.

PEYTON, F. A., “History of resins in dentistry”. *Dental Clinics of North America*, v.19, n.2, pp 211-233, Apr., 1975.

PILLIAR, R. M., VOWLES, R., WILLIAMS, D. F., “The effect of environmental aging on the fracture toughness of dental composites”. *J. Dent. Res.*, v.66, n.3, pp 722-726, 1987.

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

POWER CHEMICAL PRODUCTS, “Silane Coupling Agent”, www.powerchemical.net/coupling1.html, 2003.

RATLEDGE, D. K., SMITH, B. G., WILSON, R. F., “The effect of restorative materials on the wear of human enamel”. *JPD*, v.72, n.2, pp 194-203, Ago. 1994.

RONG, M. Z. et al, “Graft polymerization onto inorganic nanoparticles and its effects on tribological performance improvement of polymer composites”. *Tribology*, v.36, pp 697-707, Fev. 2003.

SCHMIDT, G., MALWITZ, M. M., “Properties of polymer-nanoparticle composites”. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, v.8, pp 103-108, 2003.

SHI, G., ZHANG, M. Q., RONG, M. Z., WETZEL, B., FRIEDRICH, K., “Sliding wear behavior of epoxy containing nano-Al₂O₃ particles with different pretreatments”. *Wear*, Jul. 2003.

SMITH, J. S., BEDROV, D., SMITH, G. D., “A molecular dynamics simulation study of nanoparticle interactions in a model polymer-nanoparticle composite”. *Composites Science and Technology*, v.63, pp 1599-1605, Dez. 2002.

SOUDER, W., SWEENEY, W. T., *Dental Cosmos*, v.123, pp 1145, 1931.

SODERHOLM, K-JM, MUKHERJEE, R., LONGMATE, J., “Filler leachability of composites stored in distilled water or artificial saliva”. *Journal of Dental Research*, v.75, n.9, pp 1692-9, 1996.

SOUZA JR., M.H.S., CARVALHO, R.M., MONDELLI, R.F.L., et al, *Estética: Fundamentos e Aplicações Clínicas. Restaurações Indiretas sem Metal: Resinas Compostas e Cerâmicas*. 1º Ed., São Paulo, Editora Santos, 2001.

SULONG, M. Z., AZIZ, R. A., “Wear of materials used in dentistry: A review of the literature”. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v.63, n.3, pp 342-349, March, 1990.

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

VENHOVEN, A. J. G., WERNER, A., DAVIDSON, C. L., “Influence of filler parameters on the mechanical coherence of dental restorative resin composites”. *Biomaterials*, v.17, pp 735-740, 1996.

VIEIRA, G.F. et al., “*Facetas laminadas*”. São Paulo, ed. Santos, 1994.

WEIG, K.M., “Avaliação da Contração de Polimerização e Desgaste de Compósitos Odontológicos para Restauração Indireta”. Tese de MSc. COPPE – UFRJ, Rio de Janeiro, 2004.

WELLINGHOFF, S. T., “New polymer composites could replace traditional dental restorative materials”. www.swri.edu/3pubs/today/spring98/bite.htm, 2003.

WETZEL, B., HAUPERT, F., ZHANG, M. Q., “Epoxy nanocomposites with high mechanical and tribological performance”. *Composites Science and Technology*, v.63, pp 2055-2067, Mar. 2003.

WILLEMS, G., LAMBRECHTS, P., BRAEM, M., et al., “A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics”. *Dental Materials*, v.8, pp 310-319, September, 1992.

ZHANG, M. Q., RONG, M. Z., YU, S. L., WETZEL, B., FRIEDRICH, K., “Effect of particle surface treatment on the tribological performance of epoxy based nanocomposites”. *Wear*, v.253, pp 1086-1093, Ago. 2002.

ZHANG, M., SINGH, R. P., “Mechanical reinforcement of unsaturated polyester by Al₂O₃ nanoparticles”. *Materials Letters*, v.58, pp 408-412, 2004.

ZHAO, D., BOTSIS, J., DRUMMOND, J. L., “Fracture studies of select dental restorative composites”. *Dental Materials*, v.13, pp 198-207, Mai. 1997.

YAP, A. U., CHEW, C.L., ONG, L.F., TEOH, S. H., “Environmental damage and occlusal contact area wear of composite restoratives”. *J. Oral Rehabil.*, v.29, n.1, pp 87-97, Jan. 2002.

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

Apêndice I

- Caracterização Microestrutural Quantitativa

Variável independente:

Material (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*).

Variáveis dependentes:

Porcentagem em peso de partículas.

Porcentagem em volume de partículas.

- Absorção de Saliva Artificial

Variável independente:

Material (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*).

Variável dependente:

Porcentagem de aumento de peso.

- Ensaio de Microdureza Vickers

Variáveis independentes:

Material (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*).

Tratamento (amostras envelhecidas e não envelhecidas em saliva artificial).

Peso (10, 25 e 50g).

Variável dependente:

Dureza Vickers.

- Ensaio de Resistência à Compressão

Variável independente:

Material (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*).

Variáveis dependentes:

Limite de resistência à compressão.

Deformação em compressão.

Módulo de elasticidade.

- Ensaio de Tenacidade à Fratura

Variáveis independentes:

Material (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*).

Tratamento (amostras envelhecidas e não envelhecidas em saliva artificial).

Variável dependente:

K_C .

- Ensaio de Resistência ao Desgaste

Variáveis independentes:

Material (*Esthet X[®]* e *Filtek Supreme[®]*).

Tratamento (amostras envelhecidas e não envelhecidas em saliva artificial).

Ciclo (50, 200, 500, 1000 e 1500 voltas).

Variável dependente:

Taxa de desgaste.

Apêndice II

Tabela LSD Fisher – nessa tabela podem ser encontrados todos os valores-p possíveis para cada combinação das variáveis material/tratamento para o K_C dos materiais estudados.

	Material	Tratamento	{1}	{2}	{3}	{4}
1	<i>Esthet X</i> [®]	Grupo B		0,464183	0,000086*	0,004653*
2	<i>Esthet X</i> [®]	Grupo A	0,464183		0,000016*	0,000826*
3	<i>Filtek Supreme</i> [®]	Grupo B	0,000086*	0,000016*		0,101095
4	<i>Filtek Supreme</i> [®]	Grupo A	0,004653*	0,000826*	0,101095	

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

Apêndice III

Tabela LSD Fisher – nessa tabela podem ser encontrados todos os valores-p possíveis para cada combinação das variáveis material/tratamento/ciclo para a taxa de desgaste dos materiais estudados.

	Material	Ciclo	Tratamento	{1}	{2}	{3}	{4}	{5}	{6}	{7}	{8}	{9}	{10}	{11}	{12}	{13}	{14}	{15}	{16}	{17}	{18}	{19}	{20}
				0,16	0,42	0,86	0,70	3,37	2,23	4,00	2,94	4,73	2,74	3,59	1,92	3,64	3,15	7,44	6,12	8,79	6,62	9,45	7,24
1	<i>EsthetX</i> [®]	50	Não		0,62	0,16	0,29	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2	<i>EsthetX</i> [®]	50	Sim	0,62		0,37	0,57	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
3	<i>EsthetX</i> [®]	200	Não	0,16	0,37		0,73	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,04	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
4	<i>EsthetX</i> [®]	200	Sim	0,29	0,57	0,73		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5	<i>EsthetX</i> [®]	500	Não	0,00	0,00	0,00	0,00		0,02	0,21	0,38	0,01	0,21	0,67	0,00	0,59	0,65	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
6	<i>EsthetX</i> [®]	500	Sim	0,00	0,00	0,01	0,00	0,02		0,00	0,16	0,00	0,30	0,01	0,53	0,01	0,07	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
7	<i>EsthetX</i> [®]	1000	Não	0,00	0,00	0,00	0,00	0,21	0,00		0,03	0,14	0,01	0,41	0,00	0,47	0,09	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
8	<i>EsthetX</i> [®]	1000	Sim	0,00	0,00	0,00	0,00	0,38	0,16	0,03		0,00	0,70	0,19	0,04	0,16	0,66	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
9	<i>EsthetX</i> [®]	1500	Não	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,14	0,00		0,00	0,02	0,00	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00
10	<i>EsthetX</i> [®]	1500	Sim	0,00	0,00	0,00	0,00	0,21	0,30	0,01	0,70	0,00		0,09	0,10	0,07	0,41	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
11	<i>Filtek S</i> [®]	50	Não	0,00	0,00	0,00	0,00	0,67	0,01	0,41	0,19	0,02	0,09		0,00	0,92	0,38	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12	<i>Filtek S</i> [®]	50	Sim	0,00	0,00	0,04	0,01	0,00	0,53	0,00	0,04	0,00	0,10	0,00		0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
13	<i>Filtek S</i> [®]	200	Não	0,00	0,00	0,00	0,00	0,59	0,01	0,47	0,16	0,03	0,07	0,92	0,00		0,33	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14	<i>Filtek S</i> [®]	200	Sim	0,00	0,00	0,00	0,00	0,65	0,07	0,09	0,66	0,00	0,41	0,38	0,01	0,33		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
15	<i>Filtek S</i> [®]	500	Não	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		0,01	0,01	0,10	0,00	0,69
16	<i>Filtek S</i> [®]	500	Sim	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01		0,00	0,31	0,00	0,03
17	<i>Filtek S</i> [®]	1000	Não	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00		0,00	0,19	0,00
18	<i>Filtek S</i> [®]	1000	Sim	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,10	0,31	0,00		0,00	0,22
19	<i>Filtek S</i> [®]	1500	Não	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,19	0,00		0,00
20	<i>Filtek S</i> [®]	1500	Sim	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,69	0,03	0,00	0,22	0,00	

Os valores em negrito mostram diferença significativa.