

ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO IN VITRO DE DOIS
COMPÓSITOS RESTAURADORES ODONTOLÓGICOS CONTENDO
NANOPARTÍCULAS

Aline Demenciano Costa

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS
PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE
FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS
NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM
ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

Prof. Fernando Luiz Bastian, Ph.D.

Prof. Ivo Carlos Corrêa D.Sc.

Prof^a. Rossana Mara da Silva Moreira Thiré D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL
FEVEREIRO DE 2007

COSTA, ALINE DEMENCIANO

Estudo do Comportamento Mecânico
in vitro de Dois Compósitos Restauradores
Odontológicos Contendo Nanopartículas
[Rio de Janeiro] 2007

XVII, 113 p. 29,7cm (COPPE/UFRJ,
M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de
Materiais, 2007)

Dissertação - 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

À Deus acima de tudo por abençoar a minha vida a cada dia.

À minha mãe, exemplo de mulher, que com a sua força e sensibilidade foi responsável pela formação do meu caráter e a quem devo toda a minha capacidade de sorrir, amar e ter garra para ser feliz a cada instante.

Ao meu pai que me ensinou o valor da honestidade, buscando sempre mostrar a importância dos instantes simples da vida.

Ao Marcos pela companhia e por me escutar nos momentos que mais precisei.

Ao meu irmão pela pessoa serena e surpreendente e que se mostra, a cada dia, mais meu amigo.

À minha avó, pilar de sustentação da família, sempre disposta a ajudar incondicionalmente.

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 Rossana Mara Moreira Thiré 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.

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 Naciff, que sempre acreditou em mim e me apoiou com palavras de incentivo. Obrigada Mestre.

Aos Professores do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Luiz Henrique de Almeida, Flavio Teixeira da Silva, Tsuneharu Ogasawara e José Mauro Granjeiro, pela dedicação e compreensão durante o curso.

Aos amigos Ledjane Sobrinho, Bruna Veiga, Camila Finamore, Rafael Araújo, Marcelo Beltrão, Marília Beltrão, Tais Munhoz, Enrique Castrodeza e Juliana Antonino e Fabíola Cardoso pela amizade, compreensão e ajuda diante de tantas dificuldades.

Especialmente aos amigos Camila Mayworm e João Miguel Giraldes, pelo carinho, pelo apoio técnico e emocional, pelas preciosas dicas e sugestões e por sempre se mostrarem dispostos a contribuir.

Aos funcionários do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Júlio Ferreira, Nelson S. Aguiar, Robson A. dos Santos, Paulo Roberto de Jesus Menezes, Francisco, Carla Gabriel e Felipe Vieira por estarem sempre dispostos a ajudar.

À CAPES pela concessão da bolsa de estudos.

Ao CNPq e à FAPERJ pelo apoio Financeiro.

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

ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO IN VITRO DE DOIS
COMPÓSITOS RESTAURADORES ODONTOLÓGICOS CONTENDO
NANOPARTÍCULAS

Aline Demenciano Costa

Fevereiro/2007

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 – *Ice*[®] (SDI) e *Point 4*[®] (Kerr). As amostras foram polimerizadas de acordo com os fabricantes. A microestrutura foi caracterizada qualitativamente por microscopias eletrônica de varredura e de força atômica. Para tal caracterização, tratamentos superficiais químicos utilizando saliva artificial e HNO₃ foram usados com a proposta de expor as partículas de reforço, melhorando sua visualização. Além disso, a eliminação da matriz orgânica, através de queima, foi utilizada para visualizar as partículas tridimensionalmente em MEV. O teste de microdureza Vickers foi realizado com três amostras (4x8x30 mm³) de cada material (15 indentações). Para o ensaio de compressão, seis amostras cilíndricas de cada compósito (4 mm de diâmetro e 6 mm de altura) foram feitas e calculou-se o limite de resistência, a deformação e o módulo de elasticidade. No ensaio de desgaste esfera sobre placa utilizou-se seis amostras (4x8x30 mm³) de cada material e foi do tipo abrasão de três corpos, sendo o terceiro corpo uma suspensão abrasiva de creme dental com água destilada. Os dados foram analisados estatisticamente utilizando ANOVA. Conclui-se que o *Ice*[®] apresentou valores superiores de dureza, desgaste e módulo de elasticidade. Este material possui uma microestrutura mais bem dispersa e bimodal. Embora as partículas nanométricas de ambos sejam esferoidais, o *Ice*[®] tem suas maiores partículas irregulares em forma de placas, enquanto que o *Point 4*[®], equiaxiais. Métodos de quantificação de distribuição de tamanho de partículas são sugeridos para trabalhos futuros.

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

IN VITRO STUDY ON THE MECHANICAL BEHAVIOR OF TWO
ODONTOLOGICAL RESTORATIVE COMPOSITES WITH NANOPARTICLES

Aline Demenciano Costa

February/2007

Advisor: Fernando Luiz Bastian

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The objective of the present study was to compare the *in vitro* mechanical behavior of two nanoparticulated odontological composites - *Ice*[®] (SDI) and *Point 4*[®] (Kerr). The samples were polymerized according to the manufacture's instructions. The microstructure was qualitatively characterized by SEM – Scanning Electron Microscope and AFM – Atomic Force Microscope. For this characterization, chemical surface treatments using artificial saliva and HNO₃ were used aiming to expose the particles, improving their visualization. Besides that, the organic matrix elimination, through its burning, was used to visualize tridimensionally the particles using SEM. Microhardness Vickers tests were performed in three samples (4x8x30 mm³) of each material (15 indentations). For compression tests, six cylindrical samples for each composite (4 mm diameter and 6 mm high) were made and the tensile strength, deformation and elasticity modulus were calculated. Six samples (4x8x30 mm³) of each material were subjected to over plate ball cratering tests of the type three wear body test, the third body being a suspension of tooth paste in distilled water. The data was statistically analyzed using ANOVA. It was concluded that *Ice*[®] showed higher values of hardness, wear and elasticity modulus. This material has a more dispersed and bimodal microstructure. Although the nanoparticles materials are spheroidized, *Ice*[®] has larger irregular particles in shape of plates, while *Point 4*[®] has more equiaxial particles. Quantification methods of size distribution are suggested for future studies.

SUMÁRIO

1. Introdução	1
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1. Materiais Compósitos	3
2.1.1. Matrizes	4
2.1.2. Fases de reforço	5
2.1.3. Compósitos reforçados com nanopartículas	6
2.2. Compósitos Odontológicos	7
2.2.1. Classificação	12
2.2.2. Composição	13
2.2.3. Compósito <i>Ice</i> [®]	17
2.2.4. <i>Point 4</i> [®]	19
2.3. Fotopolimerizador	21
2.4. Propriedades Mecânicas dos Materiais	23
2.4.1. Desgaste	23
2.4.1.1. Partículas	27
2.4.1.2. Desgaste Esfera sobre Placa	29
2.4.2. Dureza do Material	30
2.4.3. Compressão	31
2.5. Análise Microestrutural	31
2.5.1. Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	31
2.5.2. Microscópio de Força Atômica (AFM)	33
2.5.2.1. Contato Intermitente	38
2.5.2.2. AFM em Compósitos Odontológicos	39
3. Materiais e Métodos	42
3.1. Metodologia para Confeção das Amostras	42
3.1.1. Ensaio de Dureza e Desgaste	42
3.1.2. Ensaio de Compressão	43
3.1.3. Cálculos Microestruturais Quantitativos	45
3.1.4. Análises Microestruturais Qualitativas em MEV	46

3.1.5. Análises Microestruturais Qualitativas em AFM	49
3.2. Metodologia para os Ensaios	50
3.2.1. Análise Microestrutural Quantitativa	50
3.2.2. Análise Microestrutural Qualitativa	52
3.2.2.1. MEV	53
3.2.2.2. AFM	53
3.2.3. Dureza	54
3.2.4. Desgaste Esfera sobre Placa	56
3.2.5. Resistência à Compressão	60
3.2.6. Análise Estatística	63
4. Resultados e Discussão	64
4.1. Análise Microestrutural	64
4.1.1. Análise Microestrutural Quantitativa	64
4.1.2. Análise Microestrutural Qualitativa	66
4.1.2.1. MEV	66
4.1.2.2. AFM	79
4.2. Propriedades Mecânicas	84
4.2.1. Ensaio de Microdureza Vickers	84
4.2.2. Ensaio de Resistência à Compressão	88
4.2.3. Ensaio de Desgaste Esfera sobre Placa	91
5. Conclusões	102
5.1. Sugestões para Trabalhos Futuros	103
6. Referências Bibliográficas	105

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Monômeros utilizados em compósitos dentários (www.3m.com).	14
Figura 2	Molécula de silano.	17
Figura 3	Distribuição do tamanho das partículas do compósito <i>Ice</i> [®] [www.sdi.com.au, outubro, 2005].	17
Figura 4	Fotos de caso clínico usando o compósito <i>Ice</i> [®] em dentes anteriores. [www.sdi.com.au, outubro, 2005].	19
Figura 5	Gráfico de comparação entre o esmalte dentário e o compósito <i>Point 4</i> [®] nas propriedades mecânicas de Resistência à Compressão e Flexão (www.kerrdental.com/products/point4, outubro, 2005).	20
Figura 6	Comparação dos parâmetros de comprimento de onda e intensidade de luz para as lâmpadas halógenas, as canforoquinonas e o LED (<i>Radi</i> [®] - SDI) (http://www.sdi.com.au/radii/radii.asp).	21
Figura 7	Fotopolimerizador <i>Radii</i> (SDI) (http://www.sdi.com.au/radii/radii.asp).	22
Figura 8	Esquema de desgaste adesivo (HOLMBERG e MATTHEWS, 1994)	24
Figura 9	Esquema de desgaste abrasivo (HOLMBERG & MATTHEWS, 1994).	24
Figura 10	Esquema de desgaste por fadiga (HOLMBERG & MATTHEWS, 1994).	25
Figura 11	Esquema de desgaste químico (HOLMBERG & MATTHEWS, 1994).	25
Figura 12	Desgaste de Compósitos. (a) O tamanho das partículas é bem menor que a deformação causada pela superfície oposta. (b) As partículas são grandes e compatíveis com a deformação causada superfície oposta.	26
Figura 13	Média da profundidade de desgaste (µm) em abrasão de cada grupo experimental. As linhas verticais no topo das barras representam os desvios padrão. As linhas horizontais indicam diferenças não significantivas entre os grupos (TURSSI <i>et al.</i> , 2005).	28

Figura 14	Pirâmide de diamante (Microdureza Vickers) (CALLISTER, 2001).	30
Figura 15	Desenho esquemático da coluna do MEV (http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html).	32
Figura 16	Esquema das profundidades de penetração do feixe de elétrons para cada técnica utilizada (http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html).	33
Figura 17	Esquema do funcionamento do AFM	35
Figura 18	Força entre a ponteira e a amostra em função da distância entre elas, com os respectivos regimes de operação (ZANETE, 2006).	37
Figura 19	Deflexão do cantilever operando em não-contato e em contato (ZANETE, 2006).	38
Figura 20	Deflexão do cantilever em função do tempo de aproximação da ponteira (ZANETE, 2006).	38
Figura 21	Imagens topográficas em AFM do compósito <i>Esthet X</i> ® obtidas através do modo não-contato.	40
Figura 22	Imagens topográficas em AFM do compósito <i>Filtek Supreme</i> ® obtidas através do modo não-contato..	41
Figura 23	Matriz de aço inox apoiada na placa de vidro.	42
Figura 24	Dispositivo para a confecção das amostras para o ensaio de compressão.	43
Figura 25	Foto da altura diferenciada dos dois dispositivos de acabamento e polimento utilizados para a amostra de ensaio à compressão.	45
Figura 26	Esquema ilustrativo de visualização dos moldes de polimento da amostra para ensaio de compressão.	45
Figura 27	Gráfico da taxa de aquecimento do forno.	46
Figura 28	Gráfico da taxa de aquecimento do forno.	50
Figura 29	Equipamento <i>JEOL JSM-6460LV</i>	53
Figura 30	AFM <i>Topometrix</i> modelo <i>Accurex II</i> .	54
Figura 31	Microdurômetro Vickers	55
Figura 32	Esquema do Funcionamento do Teste de desgaste esfera sobre placa.	57
Figura 33	Observa-se o equipamento <i>Gentest</i> (a) utilizado no teste de desgaste Esfera sobre Placa, a bomba peristáltica (b) que bombeia	57

a suspensão abrasiva de pasta de dente durante o ensaio e o agitador magnético (c) cuja finalidade é de permitir que as partículas abrasivas da suspensão de pasta de dente não decantem no fundo do recipiente.

- Figura 34 Uma vista aproximada do equipamento *Gentest* permitindo melhor 58
visualização da área do ensaio (observar o catéter que leva a
suspensão abrasiva à esfera metálica que por sua vez se localiza
em contato com o corpo de prova).
- Figura 35 Colgate Máxima Proteção Anticáries. 58
- Figura 36 Máquina EMIC onde foram realizados os ensaios de Resistência à 61
Compressão
- Figura 37 O corpo de prova posicionado na máquina EMIC. 61
- Figura 38 Fotomicrografias (MEV) do compósito *Ice*[®] polimerizado após 67
lixamento, polimento e tratamento com saliva artificial
- Figura 39 Fotomicrografias (MEV) do compósito *Point 4*[®]. 68
- Figura 40 Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*[®] que 69
fora fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 600°C
durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de
eliminar totalmente a matriz orgânica.
- Figura 41 Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*[®] que 70
fora fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 600°C
durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de
eliminar totalmente a matriz orgânica.
- Figura 42 Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*[®] que, 71
sem passar pela etapa de fotopolimerização, fora diretamente
tratado termicamente a 600°C durante 3h e resfriado lentamente
(dentro do forno) a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica.
- Figura 43 Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*[®] que 72
fora fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 600°C
durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de
eliminar totalmente a matriz orgânica.
- Figura 44 Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*[®] 73
que,sem passar pela etapa de fotopolimerização, fora diretamente

- tratado termicamente a 400°C durante 3h e resfriado rapidamente a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica.
- Figura 45 Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*[®] que 73
fora fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 400°C
durante 3h e resfriado rapidamente a fim de eliminar totalmente a
matriz orgânica.
- Figura 46 Fotomicrografias em MEV do compósito *Ice*[®] polimerizado após 74
lixamento, polimento e tratamento com saliva artificial.
- Figura 47 Fotomicrografias em MEV do compósito *Ice*[®] polimerizado após 75
lixamento, polimento e tratamento com saliva artificial, aumento
de 5.000 vezes e 20 KV com a técnica dos elétrons
retroespalhados.
- Figura 48 Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Point 4*[®] 76
que fora fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a
600°C durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de
eliminar totalmente a matriz orgânica (imagem sugestiva de fase
inicial de sinterização do material inorgânico).
- Figura 49 Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Point 4*[®] 76
que fora fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a
600°C durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de
eliminar totalmente a matriz orgânica (imagem sugestiva de fase
inicial de sinterização do material inorgânico).
- Figura 50 Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Point 4*[®] 77
que fora fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a
500°C durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de
eliminar totalmente a matriz orgânica (imagem sugestiva de fase
inicial de sinterização do material inorgânico). A região
fotografada corresponde à seção de fratura (trinca) do corpo de
prova
- Figura 51 Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Point 4*[®] 78
que fora fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a
400°C durante 3h e resfriado rapidamente a fim de eliminar
totalmente a matriz orgânica.

Figura 52	Fotomicrografias em MEV do compósito <i>Point 4</i> [®] polimerizado após lixamento, polimento e tratamento com saliva artificial, aumento de 5.000 vezes e 20 KV com a técnica dos elétrons retroespalhados.	78
Figura 53	(a) - Imagem topográfica de AFM da superfície do compósito <i>Ice</i> [®] polido e sem tratamento ácido; (b) – Gráfico da seção transversal correspondente à região sinalizada em (a).	79
Figura 54	Imagens topográficas de AFM da superfície do compósito <i>Ice</i> [®] polido e tratado com HNO ₃ P.A. diluído a 25%.	80
Figura 55	Imagem topográfica de AFM da superfície do compósito <i>Ice</i> [®] polido e tratado com HNO ₃ P.A. diluído a 50%.	81
Figura 56	Imagem topográfica de AFM da superfície do compósito <i>Point 4</i> [®] polido e sem tratamento ácido.	82
Figura 57	Imagens de contraste de fase em AFM da superfície do compósito <i>Point 4</i> [®] polido e tratado com HNO ₃ P.A. diluído a 25%.	82
Figura 58	Imagens de contraste de fase em AFM da superfície do compósito <i>Point 4</i> [®] polido e tratado com HNO ₃ P.A. diluído a 50%.	83
Figura 59	Indentação observada no MO após ensaio de dureza Vickers realizado no compósito <i>Ice</i> [®] .	84
Figura 60	Indentação observada no MO após ensaio de dureza Vickers realizado no compósito <i>Point 4</i> [®] .	84
Figura 61	Esquema da compressão sofrida por um elemento dentário posterior no movimento de oclusão (SECCO <i>et al.</i> , 1997)..	88
Figura 62	Gráfico de tensão versus deformação do material <i>Ice</i> [®] submetido ao ensaio de compressão.	89
Figura 63	Gráfico de tensão versus deformação do material <i>Point 4</i> [®] submetido ao ensaio de compressão.	90
Figura 64	Foto do ensaio desgaste esfera sobre Placa onde observou-se boa molhabilidade da suspensão sobre os corpos envolvidos no ensaio de desgaste e a formação de espuma de creme dental e água destilada.	93
Figura 65	Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais <i>Ice</i> [®] e <i>Point 4</i> [®] no ciclo com 1500 voltas, ambas obtidas em mesmo	94

aumento em Microscópio Ótico.

Figura 66	Imagem dos corpos-de-prova <i>Ice</i> [®] (direito) e <i>Point 4</i> [®] (esquerdo) após o ensaio de 1500 voltas no equipamento desgaste sobre placa.	94
Figura 67	Fotomicrografia em MEV da cratera no material <i>Ice</i> [®] (CP3).	97
Figura 68	Fotomicrografia em MEV da cratera no material <i>Ice</i> [®] (CP3).	97
Figura 69	Fotomicrografia em MEV da cratera no material <i>Ice</i> [®] (CP3).	98
Figura 70	Fotomicrografia em MEV da cratera no material <i>Point 4</i> [®] (CP3).	98
Figura 71	Fotomicrografia em MEV da cratera no material <i>Point 4</i> [®] (CP2).	99
Figura 72	Fotomicrografia em MEV da cratera no material <i>Point 4</i> [®] (CP2).	100
Figura 73	Fotomicrografia em MO da cratera no material <i>Ice</i> [®] (CP3).	100
Figura 74	Fotomicrografia em MO da cratera no material <i>Point 4</i> [®] (CP6).	101

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Correlação entre o peso molecular e a viscosidade dos monômeros (MOSZNER <i>et al.</i> , 2001).	15
Tabela 2	Características do material <i>Ice</i> [®] .	18
Tabela 3	Indicações para os compósitos <i>Kerr</i>	19
Tabela 4	Características do material <i>Point 4</i> [®] .	20
Tabela 5	Características do aparelho fotopolimerizador utilizado nesta pesquisa (http://www.sdi.com.au/radii/radii.asp).	23
Tabela 6	Caracterização das partículas dos compósitos experimentais testados* (TURSSI <i>et al.</i> , 2005).	28
Tabela 7	Tabela Comparativa dos meios de aumentos existentes (DUARTE, 2006).	34
Tabela 8	Tratamentos utilizados para a caracterização microestrutural dos compósitos estudados em MEV.	47
Tabela 9	Composição da SAGF médium (GAL <i>et al.</i> , 2000).	47
Tabela 10	Variáveis temperatura e tempo de queima, polimerização e tipo de resfriamento usados nos tratamentos térmicos para o compósito <i>Ice</i> [®] .	48
Tabela 11	Variáveis temperatura e tempo de queima, polimerização e tipo de resfriamento usados nos tratamentos térmicos para o compósito <i>Point4</i> [®] .	49
Tabela 12	Tabela da representação das grandezas necessárias para obtenção dos diferentes dados:	51
Tabela 13	Variação da densidade absoluta da água em função da temperatura.	52
Tabela 14	Valores médios percentuais em peso e em volume de partículas presentes nos compósitos estudados, além e seu desvio padrão (DP) e valor p. Estão registrados também os dados fornecidos pelos fabricantes	64
Tabela 15	Valores de média de densidade dos compósitos estudados $d_c(g/cm^3)$, de suas partículas $d_{part}(g/cm^3)$ e de suas matrizes	65

$d_{mat}(g/cm^3)$.

dos materiais *Esthet X*[®] e *Filtek Supreme*[®].

Tabela 16	Valores de microdureza Vickers com a média e o desvio padrão (DP) para cada espécime estudado e valor p dentro de cada grupo de material compósito.	85
Tabela 17	Valores de microdureza Vickers com a média, o desvio padrão (DP) dos materiais estudados e valor p.	87
Tabela 18	Resultado dos ensaios de compressão e análise estatística dos respectivos dados.	90
Tabela 19	Volume de material removido (mm^3) durante os ensaios de desgaste dos materiais <i>Ice</i> [®] e <i>Point 4</i> [®] para o ciclo de 1500 voltas e o valor p para o volume médio removido entre os materiais analisados.	95
Tabela 20	Resultados da taxa de desgaste ($mm^3/N.m$) dos materiais <i>Ice</i> [®] e <i>Point 4</i> [®] para o ciclo de 1500 voltas e o valor p para o volume médio removido entre os materiais analisados.	95

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1	Dureza Vickers.	56
Equação 2	Profundidade da cratera de desgaste..	59
Equação 3	Volume de material removido no desgaste.	59
Equação 4	Distância percorrida em cada ciclo..	60
Equação 5	Taxa de desgaste.	60
Equação 6	Tensão compressiva.	62
Equação 7	Módulo de elasticidade em compressão.	62
Equação 8	Alongamento em compressão.	62
Equação 9	Lei das misturas direta	64

1. Introdução

Conceitos estéticos têm sido particularmente importantes na condução do desenvolvimento de materiais dentários nos últimos tempos. A cada ano, mais e mais dentistas e pacientes estão buscando materiais que possam substituir o amálgama e outros metais enquanto mantém a cor e o brilho tão próximo quanto possível do dente natural (ORÉFICE *et al.*, 2003). Os compósitos restauradores diretos surgiram a fim de suprir esta necessidade.

Inicialmente, estes materiais eram utilizados para restaurar dentes anteriores. Porém, com o aumento do apelo estético, os compósitos restauradores diretos passaram a ser aplicados em dentes posteriores, onde a carga mastigatória é significativamente maior, exigindo grande resistência mecânica desses materiais. Nesta época, falhas comuns como fratura e desgaste excessivo ocorriam frequentemente.

O material restaurador dentário ideal, biológica, estética e mecanicamente, continua a ser um dos grandes objetivos dos pesquisadores de materiais dentários e também dos dentistas clínicos. O critério padrão para analisar a qualidade das restaurações poderia ser considerado o desempenho destas restaurações ao longo do tempo na cavidade oral. Porém, há dificuldade em se quantificar os resultados de desempenho real na boca. Sendo assim, testes laboratoriais são eficientes indicadores do desempenho clínico e têm benefícios práticos.

Há algumas evidências teóricas e experimentais que enfatizam o papel das partículas de preenchimento em aperfeiçoar o compósito em relação às propriedades mecânicas. Com isso, o alvo dos pesquisadores é a microestrutura cada vez mais refinada em termos de dispersão (arranjo), tamanho, geometria e fração volumétrica das partículas (TURSSI *et al.*, 2005).

O prefixo grego *nano* é usado para designar uma unidade de medida, o nanômetro, que equivale a um milionésimo do milímetro. A nanotecnologia pode ser definida como a tecnologia dos materiais, processos e produtos cujas dimensões críticas estão na faixa de 0,1 a 150 nm (SILVA, 2003; SCHIMDT *et al.*, 2002). Esta tecnologia está presente em diversos compósitos odontológicos restauradores modernos. Catálogos de diversos fabricantes prometem materiais com ótima estética e de alto desempenho mecânico. Porém, as ilustrações com fotomicrografias, além de não indicar a escala de tamanho, algumas vezes mostram imagens pouco nítidas, impossibilitando a interpretação das mesmas com relação ao contorno, forma e tamanho das partículas.

Não existe de fato uma metodologia de preparação de amostra para visualização destes materiais. Aumentos abaixo de 20.000 vezes em Microscopia Eletrônica de Varredura não deixam claro a forma destas partículas isoladamente. Além disso, a presença da matriz polimérica mascara a tridimensionalidade destes componentes.

A inserção destas partículas na matriz polimérica, durante o processamento do material, ainda é o grande questionamento dos pesquisadores. Partículas nanométricas possuem grande energia superficial e isto favorece sua aglomeração com outras na tentativa da diminuição da energia total do sistema. Os aglomerados, por sua vez, dificultam a penetração de matriz entre as partículas no momento da mistura das fases. Isto causaria a formação de vazios (em áreas onde o monômero não penetrou) que funcionariam como concentradores de tensão para futuras falhas.

Compósitos reforçados com partículas possuem uma resistência maior quanto maior for a fração volumétrica destes componentes de reforço. Contudo, quanto menor forem as partículas, menor será sua capacidade de inserção na matriz quando comparadas com partículas maiores, pois a área de superfície (que deverá estar aderida à matriz) é maior quanto menor for o tamanho das partículas para o mesmo volume analisado. As partículas da segunda fase que possuem uma distribuição de tamanho bimodal com diferenças maiores entre o maior e o menor tamanho predominante apresentam melhor empacotamento, isto é, as partículas menores tendem a se localizar entre as maiores, e desta forma um maior volume de partículas é inserido e ocorre uma menor distância entre as partículas (DEUK YONG LEE *et al.*, 2003).

Reportando esta linha de raciocínio para os compósitos odontológicos, os materiais classificados como híbridos são aqueles compostos por partículas com pelo menos dois tamanhos predominantes. Sendo assim, os compósitos restauradores odontológicos nanohíbridos são os que apresentam na sua composição partículas tanto na escala nanométrica quanto na micrométrica (distribuição bimodal).

Os materiais estudados, *Ice*[®] (SDI) e *Point 4*[®] (kerr), são compósitos restauradores odontológicos que possuem nanopartículas em sua composição e são classificados como nanohíbridos. O objetivo do estudo foi analisar o comportamento mecânico destes compósitos quando submetidos ao desgaste, à dureza e a tensões de compressão. Através de uma cuidadosa análise microestrutural, dados de frações volumétricas e densidade além de fotomicrografias em Microscópio Eletrônico de Varredura e Microscópio de Força Atômica foram utilizados para melhor entender e correlacionar os resultados encontrados com a microestrutura dos compósitos.

2. Revisão Bibliográfica

2.1. Materiais Compósitos

A classificação dos materiais está baseada principalmente na composição química e na estrutura atômica, e a maioria dos materiais se encaixa em uma das três classificações básicas: metais, cerâmicos e polímeros (CALLISTER, 2002).

As combinações das propriedades dos materiais foram, e ainda estão sendo ampliadas através do desenvolvimento de materiais compósitos. De uma maneira geral, pode-se considerar um compósito como sendo qualquer material multifásico que exiba uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases que a constituem. É projetado para mostrar uma combinação das melhores características de cada um dos materiais que o compõe através do princípio da ação combinada (CALLISTER, 2002).

Não se sabe exatamente quando os humanos descobriram os compósitos. Porém existem diversos exemplos destes materiais na natureza. Por exemplo, a madeira consiste em fibras de celulose resistentes e flexíveis, que são envolvidas e mantidas unidas por meio de um material mais rígido chamado de lignina. Também, os ossos dos mamíferos são compósitos constituídos de fibras colágenas em camadas, orientadas em uma matriz de fosfato de cálcio (CALLISTER, 2002; CHAWLA, 1997; GIBSON, 1994).

Além destes compósitos naturais existem diversos outros materiais de engenharia que são compósitos de uma maneira geral e que têm sido usados há bastante tempo. Asfalto misturado com areia e fibras de vidro com resina são exemplos comuns. Pode-se chegar à conclusão que a idéia dos materiais compósitos não é tão recente. Contudo, um grande marco na origem de uma disciplina distinta de materiais compósitos teve início apenas nos anos sessenta do século passado (CHAWLA, 1997).

Segundo CHAWLA (1997), os compósitos são materiais que satisfazem as seguintes condições:

1. Eles são fabricados;
2. Consistem em dois ou mais materiais distintos física ou quimicamente, convenientemente arrançados 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 a forma, o tamanho, a distribuição e a orientação da mesma (CALLISTER, 2002).

Um esquema simples de classificação dos materiais compósitos consiste em três divisões principais – reforçados com partículas, reforçados com fibras e compósitos estruturais. A diferença básica entre a fase dispersa, a partícula e a fibra é que a primeira não possui nenhum eixo predominante e tende a ser equivalente em suas dimensões. Já as fibras possuem razão elevada entre o comprimento e o diâmetro (CALLISTER, 2002).

2.1.1. Matrizes

Polímeros, metais e cerâmicas são usados como materiais de matriz em compósitos, dependendo de exigências específicas. A matriz envolve a fase de reforço, formando uma unidade estrutural, transfere e distribui a carga aplicada para as fibras e, em diversos casos, contribui com algumas propriedades essenciais como ductilidade, tenacidade ou isolamento elétrico. Uma interface onde há forte adesão entre a segunda fase (partícula ou fibra) e a matriz é obviamente desejável para maximizar a transferência da tensão de uma matriz fraca para o reforço mais forte. Por isso, a matriz deve ser capaz de desenvolver uma ligação mecânica ou química com a segunda fase. Uma compatibilidade química deve existir entre estas duas fases para que não ocorram reações indesejáveis nas interfaces (GIBSON, 1994).

Segundo CALLISTER (2002), a fase matriz possui três principais funções:

- 1- Interliga os componentes da segunda fase e atua como um meio através do qual uma tensão aplicada externamente é transmitida e distribuída para as fibras ou partículas. Apenas uma proporção muito pequena da carga aplicada é suportada pela matriz;
- 2- Protege as fibras individuais contra danos superficiais, como resultado da abrasão mecânica ou de reações químicas com o ambiente.

- 3- Em virtude de sua relativa maciez e plasticidade, previne a propagação de trincas frágeis de uma fibra para outra. Em outras palavras, a fase matriz serve como uma barreira contra propagação de trincas.

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

Polímeros são estruturalmente muito mais complexos que metais ou cerâmicos. Além disso, possuem densidade e módulo de elasticidade e temperatura limite de uso baixos. Exposições prolongadas à luz ultravioleta e alguns solventes podem causar a degradação polimérica. Devido à predominância da ligação covalente, polímeros são, na maioria das vezes, maus condutores de calor e eletricidade. Estruturalmente os polímeros são moléculas com extensa cadeia e, por isso são chamadas de macromoléculas. Os átomos de carbono são unidos por ligação covalente. O processo de obtenção de longas moléculas a partir de pequenas cadeias é chamado de polimerização, isto é, polimerização é o processo no qual várias unidades repetitivas (meros) se unem a fim de formar o polímero (CHAWLA, 1997).

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 estas duas classificações está baseada no mecanismo de 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 (CALLISTER, 2002).

Nos compósitos reforçados por partículas grandes, estas podem ter uma grande variedade de geometrias, porém elas devem possuir dimensões semelhantes em todas as direções (eixos iguais). Para que ocorra um reforço eficaz, as partículas devem ser pequenas e devem estar distribuídas por igual ao longo de toda a matriz. Além do mais, a fração volumétrica das duas fases influencia o comportamento: as propriedades mecânicas são melhoradas com o aumento do teor do material particulado (CALLISTER, 2002).

Para a maioria desses compósitos, a fase particulada é mais dura e mais rígida do que a matriz. Estas partículas de reforço tendem a restringir o movimento da fase matriz na vizinhança de cada partícula e são responsáveis por suportar uma fração da carga (CALLISTER, 2002).

2.1.3. Compósitos Reforçados com Nanopartículas:

Atualmente, as nanopartículas vêm sendo cada vez mais utilizadas como fase dispersa em compósitos poliméricos. Esses compósitos oferecem propriedades mecânicas, elétricas, óticas e térmicas únicas, induzidas pela presença dessas nanopartículas, sua interação matriz/fase dispersa e seu estado de distribuição. Em muitos casos essas melhorias são alcançadas com uma concentração relativamente baixa de fase dispersa, sendo benéfico tanto para as propriedades mecânicas, como para a processabilidade e aparência do produto final (SHI *et al.*, 2004). Além dessas melhorias nas propriedades mecânicas, pode-se citar a melhoria nas propriedades óticas, pois espalham melhor a luz, reduzindo a transmitância do compósito.

Em materiais compósitos de matriz polimérica, as partículas variam de 1-10 μm ou até mais micrômetros, fato que aumenta a dureza do material e sua resistência sob certas condições de tensão. Contudo, a adição de partículas maiores leva a alguns efeitos negativos em propriedades importantes como a resistência ao impacto. Uma provável solução para esse problema seria a aplicação da nanotecnologia, com utilização de fase dispersa em escala nanométrica.

A questão ainda é: de que forma estas nanopartículas devem ser inseridas para que se tenha pleno desempenho das mesmas, e como elas alteram as propriedades destes compósitos (WETZEL *et al.*, 2003; BAUER *et al.*, 2003; ZHANG *et al.*, 2002).

Segundo SHI *et al.* (2004), é extremamente importante que as nanopartículas recebam tratamento prévio à sua inserção na matriz polimérica para que a tendência à aglomeração seja atenuada. Somente dessa forma pode-se alcançar um desempenho pleno do produto final. De acordo com o autor, uma outra técnica de inserção de monômeros, de dimensões minúsculas, seria capaz de quebrar os nanoaglomerados de partículas pela penetração fácil destes monômeros, fazendo separação e reação com as nanopartículas dentro e fora dos aglomerados. Desta forma, não só o aglomerado seria quebrado, mas também a adesão na interface matriz/fase dispersa seria aprimorada.

Já a maneira pela qual pequenas partículas são capazes de melhorar as propriedades dos materiais pode ser explicada através do grande aumento da área de superfície específica. Mantendo-se o volume de fase dispersa constante, consegue-se aumentar em 100 vezes o número absoluto de partículas se o tamanho das mesmas for dividido por 10, por exemplo, de 1 μm para 100 nm. Esse aumento da 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, ZHANG *et al.*, 2004; ZHANG *et al.*, 2002).

2.2. Compósitos Odontológicos

A ciência dos materiais dentários tem a necessidade de acompanhar, conhecer e apreciar certas considerações biológicas que estão associadas com a seleção e uso dos materiais a serem empregados na cavidade bucal, a fim de assegurar que a saúde dos tecidos orais será preservada ou restaurada. Num sentido amplo, um biomaterial é qualquer substância que pode ser usada por qualquer período de tempo, como parte de um sistema que objetiva o tratamento ou a reposição de qualquer tecido, órgão ou função do corpo. Do ponto de vista geral, os materiais dentários se enquadram na definição de biomateriais, e sua biocompatibilidade, no que se concerne aos tecidos orais, é um parâmetro que deve ser considerado para sua formulação e uso (ANUSAVICE, 1998).

Conceitos estéticos têm sido particularmente importantes em guiar o desenvolvimento de materiais dentários nos últimos anos. A cada ano mais e mais dentistas e pacientes estão buscando materiais que possam substituir amálgamas e outros metais enquanto mantém a cor e o brilho tão próximo quanto possível dos dentes naturais. Estas necessidades levam ao uso de compósitos poliméricos em aplicações odontológicas (ORÉFICE *et al.*, 2003).

Compósitos odontológicos contêm uma mistura de uma matriz resinosa orgânica macia com partículas inorgânicas cerâmicas duras. Outros componentes são incluídos para aumentar a eficácia desta combinação e dar início à polimerização. A matriz resinosa é composta por monômeros, um sistema iniciador, estabilizadores e pigmentos. O preenchimento inorgânico consiste em partículas de vidro, quartzo e sílica coloidal. A matriz e as partículas são unidas através de um agente de união (silanos). O desempenho

dos compósitos resinosos depende destes componentes básicos (FERRACANE *et al.*, 1986).

As primeiras resinas autopolimerizáveis foram introduzidas na Alemanha por volta de 1934 e tiveram um incremento no seu uso durante a II Guerra Mundial. Entretanto, careciam de estabilidade de cor, apresentavam um grau elevado de contração de polimerização. Paffernbargger, em 1940, adicionou uma carga à resina acrílica com a finalidade de diminuir a contração e aumentar sua resistência mecânica. Em 1951, Knok e Gleen, baseados em Paffernbargger, juntaram 15% de silicato de alumínio à resina acrílica, obtendo o que chamaram de resina composta. Este material não obteve sucesso, pois o silicato de alumínio funcionava como uma cunha na resina acrílica, fraturando-a com facilidade (BARATIERI, 1992).

A grande revolução neste campo ocorreu por volta de 1960, quando Bowen, após várias pesquisas, juntou a resina epóxica com a resina acrílica, obtendo o Bis-GMA. Uma carga inorgânica unida à matriz através de uma agente de união (silano) foi adicionada, com o objetivo de melhorar as propriedades físicas e mecânicas deste material (BARATIERI, 1992; BOWEN, 1962).

Os compósitos odontológicos atuais ainda são baseados na formulação de Bowen, com algumas modificações. A matriz resinosa é a parte quimicamente ativa e possui monômeros que vão estabelecer ligações cruzadas no momento da polimerização conferindo resistência ao material. É comumente constituída pelo Bis-GMA (Bisfenol-A glicidil metacrilato) ou UDMA (uretano dimetacrilato). Existem ainda diluentes como o TEG-DMA (Trietilenoglicidil dimetacrilato) ou EDMA (Etileno glicol dimetacrilato) que reduzem a viscosidade, porém aumentam a contração de polimerização. Ainda há um inibidor de polimerização para garantir vida útil mais longa, e o mais utilizado é a hidroquinona. Mas hoje em dia já existem compósitos com outros tipos de matrizes, devido à constante busca por parte dos fabricantes por materiais cada vez melhores (ANUSAVICE, 1998).

Segundo CHAIN *et al.* (2001), os 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 550 nm, iniciam o processo de cura.

Compósitos odontológicos fotopolimerizáveis possuem a vantagem de conferir boa estética para restaurações posteriores e são capazes de aderir às estruturas dentárias.

O uso destes materiais para restaurar dentes posteriores tem aumentado significativamente nos últimos anos. Como uma alternativa ao amálgama (mistura de mercúrio com pós de outros metais como prata, cobre e outros), a atenção inicial para a inserção de compósitos em dentes posteriores teve seu sucesso limitado devido somente às insuficientes propriedades mecânicas. Resistência ao desgaste inadequada, resultando em uma perda da forma anatômica segundo a abrasão mastigatória e atrição, fratura no interior do corpo das restaurações e margens e infiltração marginal devido à contração de polimerização são as causas mais comuns de falhas em restaurações posteriores com compósitos. Estes defeitos têm sido amplamente superados nos últimos anos. Melhoras nas propriedades dos materiais juntamente com suas performances clínicas positivas encorajam a continuidade do uso dos compósitos em restaurações posteriores como uma alternativa viável ao amálgama (MANHART *et al.*, 2000).

À matriz são incorporadas partículas de carga (porção inorgânica) para melhorar as propriedades físicas do material, possibilitando: diminuição da contração de polimerização e aumentando a resistência ao desgaste. Só que há um limite, pois pode prejudicar a função estética. As cargas mais utilizadas são: quartzo, sílica coloidal, vidro de fluorsilicato de alumínio, além de bário e estrôncio (proporcionam radiopacidade) (MAIA & PEREIRA, 2005).

O tamanho das partículas vem tendo uma atenção maior na caracterização dos tipos de compósitos odontológicos. Uma importante característica é a área de superfície das partículas. Quanto menor forem as partículas, maior será a área de superfície para um mesmo volume de partículas analisado. Para se conseguir uma grande proporção volumétrica de partículas, uma ampla distribuição de tamanho de partículas deve estar presente (JONES, 1998).

MOHSEN & CRAIG (1995) e LIM *et al.* (2002) sugeriram que a dispersão das partículas na mistura dos monômeros envolve a molhabilidade da superfície da partícula pelo monômero, a dispersão de partículas e estabilização das mesmas.

O agrupamento em cachos das partículas de preenchimento é um dos fatores prejudiciais ao desempenho de compósitos reforçados por partículas. Este agrupamento pode ser gerado durante o processamento e estes aglomerados apresentam uma ligação fraca entre a partícula e a matriz (LIM *et al.*, 2002).

Muitos compósitos microparticulados contêm algumas porções de matriz e partículas pré-polimerizadas inseridas na matriz (clusters). Contudo, ainda existem

compósitos dentários microparticulados homogêneos como o *Concept*[®] (Ivoclar) e *Perfection*[®] (Den-Mat) disponíveis comercialmente (LIM *et al.*, 2002).

Para a caracterização dos compósitos, um dado importante é a proporção das duas fases. Na maioria dos casos, é dada a porcentagem em peso das partículas. Este dado não é tão valioso, pois existem partículas de diversas composições, que apresentam densidades distintas, as quais variam de material para material. Por esta razão, a informação ideal é a porcentagem volumétrica dos componentes do compósito (JONES, 1998).

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

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

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

Recentemente, micropartículas sem de pré-tratamento com agentes de união têm sido adicionadas aos compósitos dentários a fim de reduzir a tensão da contração de polimerização (CONDON & FERRACANE, 1998), porém esta adição em nada beneficia mecanicamente os compósitos dentários, pois contraria a condição para

transmissão eficiente de carga da matriz para as partículas, que é a boa adesão entre matriz e partículas.

Um ponto importante na abrasão de compósitos é a capacidade de realizar uma transmissão de esforços eficiente nesta interface resina-partícula. Esta transferência pode ser otimizada com a melhora na adesão desta interface e/ou pelo aumento da área superficial das partículas. O silano é o agente de união responsável por esta adesão. O silano mais usado em compósitos dentários é o γ -metacrilóil-oxipropil-trimetoxi-silano. A adesão da superfície da partícula inorgânica ocorre via reações de condensação entre os grupos silanol e as moléculas de silano hidrolizadas (LIM *et al.*, 2002; SÖDERHOLM & SHANG, 1993).

No estudo realizado por LIM *et al.* (2002), o efeito do agente de união, silano, foi irrelevante em compósitos com baixos níveis de partículas. Ao contrário, para compósitos com altos teores de partículas, o efeito do agente de união silano demonstrou um efeito positivo na resistência ao desgaste.

Existe uma vantagem conseguida pelo reforço de matriz com partículas com boa adesão, que é a de proteção da matriz contra a abrasão e a propagação de trincas em compósitos com altas taxas de partículas. Esta vantagem não é observada quando as micropartículas não estão bem aderidas à matriz (LIM *et al.*, 2002). Quando estas não estão bem aderidas, a propagação da trinca ocorre exatamente na interface partícula-matriz. Em contrapartida, quando as partículas estão fortemente aderidas à fase contínua (matriz), elas funcionam como obstáculos à propagação de trincas.

Durante o processo de silanização, múltiplas camadas de moléculas de silano formam filme que pode aderir fisicamente ou quimicamente à superfície das partículas. A adesão física das moléculas de silano pode enfraquecer o compósito, pois pode haver uma ligação não muito forte entre as partículas e a matriz. Diferenças na deposição do silano poderiam resultar em diferenças significantes nas propriedades físicas de compósitos dentais. Partículas contendo moléculas de silano condensadas podem formar agrupamentos que não vão se tornar penetráveis pelos monômeros de resina. O pior caso ocorre quando há agrupamentos de partículas formando grandes aglomerados. Embora o espaçamento entre as partículas no interior dos aglomerados seja muito pequeno, o espaçamento entre os aglomerados é relativamente grande. As propriedades mecânicas dos aglomerados são relativamente baixas. Porém, partículas sem tratamento de união não são adequadas como fases de reforço, mesmo possuindo a vantagem de não se aglomerarem (LIM *et al.*, 2002).

Os compósitos odontológicos diretos apresentam um vasto campo de aplicação, de maneira que dificilmente um dentista pode abrir mão de seu uso em sua atividade cotidiana (HENOSTROSA, 2003).

Suas principais aplicações podem resumir-se em:

- Procedimentos preventivos;
- Restaurações de cáries;
- Reparo de diastemas;
- Caracterizações e tratamento de malformações dentárias;
- Facetas estéticas;
- Fixação de dispositivos ortodônticos;
- Núcleos de preenchimento.

2.2.1. Classificação

Os materiais compósitos odontológicos são basicamente divididos entre compósitos restauradores (ou compósitos diretos), que são usados incrementalmente para preenchimento direto de cavidades sendo fotopolimerizáveis e compósitos indiretos ou protéticos que são externamente curados pelo uso de luz ou calor (MATSUMURA, TANOUE *et al.*, 2000).

Segundo CONCEIÇÃO (2000), as resinas compósitas podem ser classificadas quanto ao tamanho das partículas inorgânicas, existindo:

1-Macropartículas: as partículas com tamanho entre 15 e 100 μm , sendo denominadas convencionais.

2- Micropartículas: as partículas possuem tamanho médio de 0,04 μm .

3- Híbridas: são compostas por macro e micropartículas com tamanho entre 1 e 5 μm .

4- Microhíbridas: são uma combinação entre micropartículas (0,04 micrômetros) e partículas maiores de no máximo 2 μm , com tamanho médio de 0,6 e 0,8 μm .

Também podem ser classificadas pelo grau de escoamento:

1- Resinas de alto escoamento (flow);

2- Médio escoamento (microhíbrida e microparticulada);

3- Baixo escoamento (condensável).

KIM *et al.* (2002) fizeram um estudo a fim de classificar os compósitos odontológicos em função da morfologia das partículas e da quantidade relativa entre partículas e matriz, e avaliar a influência e o efeito destes parâmetros na dureza, resistência à flexão, módulo de flexão e tenacidade à fratura destes materiais. Os compósitos têm sido classificados de acordo com o tamanho e a quantidade de partículas. Segundo estes autores, a morfologia das partículas é outro fator importante que deve ser investigado. Eles defendem que deve haver uma classificação por morfologia de partícula, pois a quantidade máxima de partículas possíveis de serem inseridas na matriz depende da morfologia das partículas assim como estes dois fatores juntos influenciam as propriedades mecânicas dos compósitos odontológicos. Partículas irregulares são mais difíceis de serem empacotadas assim como partículas esféricas acomodam mais facilmente.

Segue a classificação proposta por KIM *et al.* (2002):

- Partículas pré-polimerizadas;
- Partículas irregulares;
- Partículas pré-polimerizadas mais partículas irregulares;
- Partículas esféricas.

2.2.2. Composição:

Os compósitos odontológicos modernos são formados basicamente por uma matriz resinosa e uma fase de reforço constituída por partículas inorgânicas. Várias substâncias podem ser introduzidas nestes materiais para melhorar sua eficácia e durabilidade. Sabemos ainda que um agente de união é sempre requerido com a finalidade de fazer a união entre matriz/fase de reforço, além de um ativador/inibidor para promover a polimerização da resina. Contém ainda pigmentos para se aproximar da cor natural dos dentes e aditivos para estabilizar esta cor e prevenir polimerização prematura (PEYTON, 1975; CHAIN *et al.*, 2001; ANUSAVICE, 1998).

Matriz Resinosa: constituída geralmente de monômeros que são diacrilatos alifáticos ou aromáticos, sendo o Bis-GMA (bisfenol α glicidil éter dimetacrilato – e o UDMA (uretano dimetil metacrilato) (Figura 1) ambos de altos pesos moleculares (Tabela 1) os mais utilizados. A presença de dois anéis aromáticos e o alto peso molecular das moléculas de Bis-GMA faz com que este monômero apresente baixa molhabilidade e alta viscosidade e, com isso, reduza tanto a capacidade de incorporação

de partículas quanto o grau de conversão dos monômeros nos materiais compósitos que possuem esta molécula como parte de sua matriz orgânica (MONTE ALTO *et al.*, 2006; FERRACANE *et al.*, 1986). Sendo assim, monômeros de baixo peso molecular como o TEGDMA (tri-etileno glicol dimetacrilato) são adicionados à matriz orgânica para reduzir a viscosidade e permitir o aumento da concentração das partículas (MONTE ALTO *et al.*, 2006). Outras matrizes orgânicas estão sendo desenvolvidas a fim de atender para a melhoria das propriedades destes materiais. UEDMA (uretano dimetacrilato) é um monômero que apresenta uma longa cadeia linear sem anéis aromáticos que lhe confere maior flexibilidade quando comparado com o Bis-GMA, e consequentemente maior grau de conversão (MONTE ALTO *et al.*, 2006; RUYTER & OYSAED, 1987). Monômeros não hidroxilados como Bis-EMA (bisfenol A – polietileno glicol diéter dimetacrilato) são introduzidos para reduzir a sorção de água pela matriz orgânica e portanto melhoram as propriedades mecânicas (MONTE ALTO *et al.*, 2006; SCHMITT *et al.*, 1974). Contudo, a adição de qualquer molécula de baixo peso molecular aumenta a contração de polimerização, pois as macromoléculas passam a se formar a partir de muitas ligações cruzadas. Isto é o que limita a utilização dos dimetacrilatos, como o TEGDMA (tri-etileno glicol dimetacrilato), nos compósitos dentais.

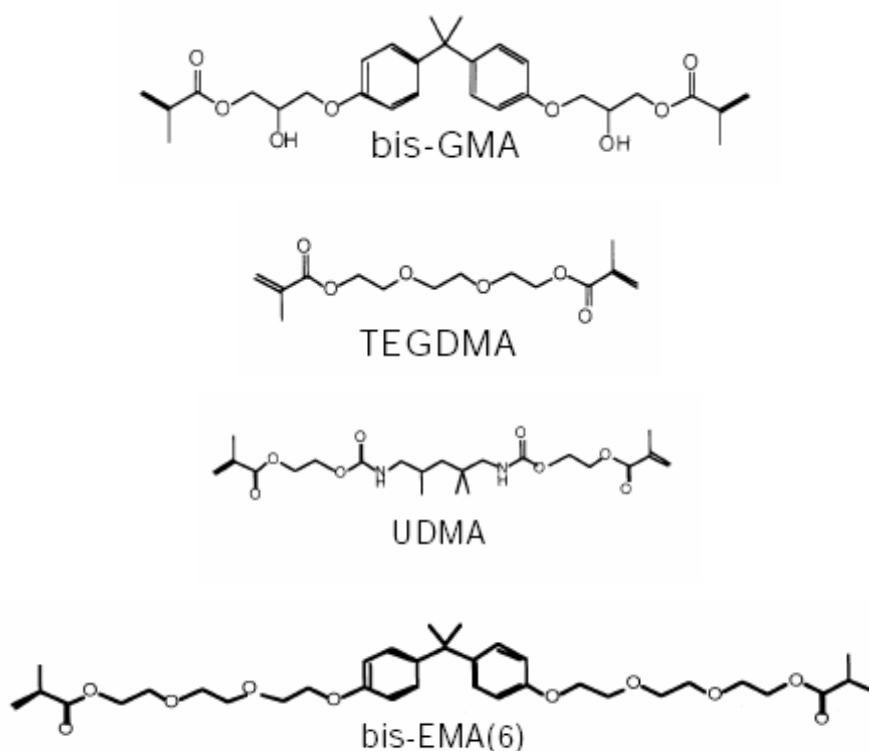


Figura 1- Monômeros utilizados em compósitos dentários (www.3m.com).

Tabela 1 - Correlação entre o peso molecular e a viscosidade dos monômeros (MOSZNER & ULRICH, 2001).

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

Vantagens do uso do TEGDMA (www.3m.com):

- O alto número de duplas ligações por unidade de peso na cadeia principal flexível da molécula proporciona a oportunidade para haver alto grau de conversão das duplas ligações durante a polimerização.
- A baixa viscosidade da resina permite maior incorporação de carga do que somente o sistema bis-GMA.
- O alto grau de ligações cruzadas e moléculas compactas criam uma matriz resinosa muito resistente.

Entretanto, a concentração de TEGDMA também produz algumas desvantagens que podem ser aperfeiçoadas (www.3m.com):

- O peso molecular relativamente baixo do TEGDMA contribui para o envelhecimento do compósito não polimerizado especialmente em cápsulas onde existe uma alta proporção de área superficial por volume de pasta. Este material é instável o suficiente para migrar para o interior da parede da cápsula e produzir o espessamento do compósito.
- O baixo peso molecular e o alto número de duplas ligações por unidade de peso proporcionam um alto grau de ligações cruzadas, produzindo um compósito rígido e denso com alta contração.
- TEGDMA é relativamente hidrófilo. A diferença no conteúdo de umidade da pasta pode contribuir para o seu espessamento ou amolecimento na cápsula. Isto é dependente do conteúdo de umidade do ar no ambiente sob extremas condições climáticas.

Fase dispersa: proporciona estabilidade dimensional à matriz resinosa e melhora suas propriedades (CHAIN *et al.*, 2001; PEYTON, 1975). Estas partículas reduzem a contração de polimerização, a sorção de água e o coeficiente de expansão térmica,

aumentam 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 *et al.*, 2001; ANUSAVICE, 1998; KUGEL, & GARCÍA-GODOY, 2003). Partículas de quartzo ou vidro, obtidas com diferentes tamanhos (0,1 a 100 μm), através de um processo de moagem, são as mais empregadas. Também são usadas partículas de sílica com aproximadamente 0,04 μm (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 μm (ALLEN *et al.*, 2003; CHAIN *et al.*, 2001; ANUSAVICE, 1998, JANDRESEN *et al.*, 1998).

Agente de união: material responsável pela união entre as partículas de carga e a matriz. A incorporação de carga ao polímero melhora consideravelmente as propriedades deste material, desde que haja união entre as fases. Caso contrário, as cargas podem enfraquecer o material, pois funcionariam como defeitos, impurezas neste material, e iriam causar concentrações de tensão. Devido à importância desta adesão, é óbvio que o emprego de um agente de união é extremamente importante para o sucesso de um compósito (ANUSAVICE, 1998). Este é essencial à melhoria das propriedades físicas e mecânicas, pois permite uma transferência de tensões da matriz, que se deforma mais facilmente, para as partículas, que são mais rígidas e praticamente indeformáveis. Os agentes de cobertura, normalmente silanos, ainda previnem a penetração de água na interface resina/carga promovendo estabilidade hidrolítica (CHAIN *et al.*, 2001). A molécula de silano é formada por um átomo de silício no centro contendo um grupo funcional orgânico (ex.: vinil, amino, cloro, etc) e um segundo grupo funcional (ex.: metoxi, etoxi etc). O grupo funcional orgânico liga-se à resina orgânica, enquanto que o outro grupo funcional liga-se ao material inorgânico - Figura 2.

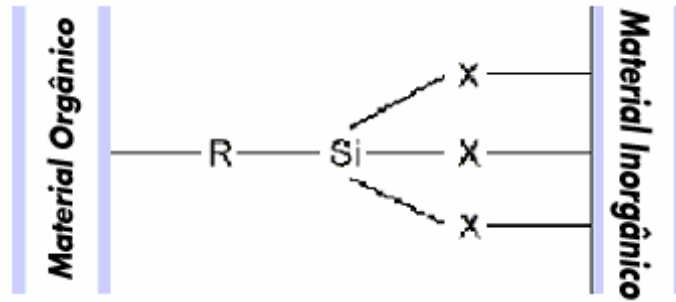


Figura 2 - Molécula de silano.

Iniciadores de polimerização: 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 550 nm, iniciam o processo (CHAIN *et al.*, 2001; CONCEIÇÃO, *et al.*, 2000).

2.2.3. Compósito *Ice*[®]

Segundo a SDI, o compósito *Ice*[®] tem a combinação da nanotecnologia e hibridização para que se torne o compósito ideal para restaurações anteriores e posteriores. Compósitos híbridos são aqueles que possuem partículas com pelo menos dois tamanhos predominantes (distribuição bimodal). O nanômetro é a 1/1000 parte do micron. Nanômeros permitem o brilho duradouro de um compósito. A tecnologia de hibridização resulta em alta carga a fim de garantir resistência. [www.sdi.com.au]. Na Figura 3 é possível observar a distribuição de tamanho de partículas fornecida pelo fabricante, e na Tabela 2 estão as características do material em questão.

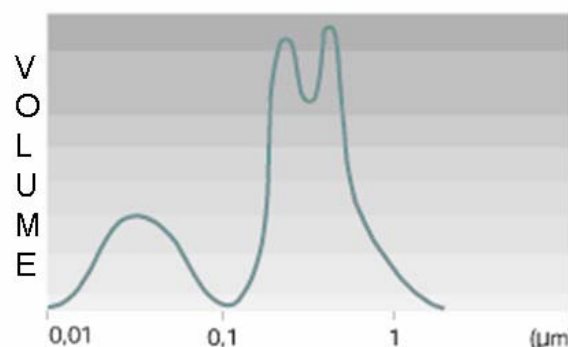


Figura 3 - Distribuição do tamanho das partículas do compósito *Ice*[®]

[www.sdi.com.au, outubro, 2005]

Tabela 2 - Características do material *Ice*[®].

Fabricante	SDI
Classificação	Compósito Restaurador Nanohíbrido
Indicações	Classes I à V, Venners, Inlay e Onlay e núcleos de preenchimento.
Componentes da Matriz	UDMA, BisEMA, TEGDMA
Tipo de Partículas	Aluminossilicato de Estrôncio
Porcentagem de partículas	77,5 % em peso e 61% em volume

Principais vantagens para escolha do compósito *Ice*[®] (www.sdi.com.au, outubro, 2005):

Alta resistência à compressão: aumenta a longevidade do compósito porque este suporta as forças mastigatórias. O alto nível de carga adicionada ao compósito.

Baixa contração: apresenta baixo índice de contração na polimerização. Utilizando monômeros de cadeias mais longas e menos encadeamento de monômeros, *Ice*[®] tem um índice de contração muito baixo. Menos contração significa menor sensibilidade e menos infiltração; um eficaz selamento contra a infiltração, diminuindo a incidência de cáries secundárias.

Alto índice de carga: a excelente resistência de *Ice*[®] deve-se ao alto nível de carga e ao tipo de partícula, o vidro de estrôncio.

Extensiva gama de cores: *Ice*[®] possui 16 cores, o ideal para todo o tipo de restaurações anteriores e posteriores: A1, A2, A3, A3.5, A4, B1, B2, B3, C1, C2, C3, D2, D3, D4, bleach (para pacientes que fizeram clareamento) e incisal.

Translucidez: A translucidez de *Ice*[®] permite que a luz a atravesse, mesclando a cor do compósito e do dente de modo que diferenças de cores entre os dois sejam praticamente imperceptíveis. Quanto menor a opacidade, maior é a translucidez e a naturalidade da restauração. *Ice*[®] é bastante translúcida. Tal propriedade ótica produz semelhança com os dentes próximos (Figura 4).



Figura 4 – Fotos de caso clínico usando o compósito *Ice*® em dentes anteriores.

[www.sdi.com.au, outubro, 2005]

A cor utilizada no estudo foi a cor A2 esmalte e o lote, 050876 com validade em 08/2008.

2.2.4. Compósito *Point 4*®

Introduzido em 2000 após mais de cinco anos de desenvolvimento, *Point 4*® estabeleceu uma nova categoria estética. Utilizando-se da experiência do *Herculite*® e do *Prodigy*®, outros compósitos desenvolvidos pela *Kerr* com indicações específicas (Tabela 3), e aplicando a tecnologia dispersante desenvolvida para o *Prodigy Condensável*®, a *Kerr* patenteou um método para conseguir uma carga com uma média de tamanho de 0,4 µm. Esta pesquisa resultou em um material que, devido ao tamanho ultrapequeno de suas partículas, recebe um polimento tal como um microparticulado, mas graças à sua altíssima carga, é indicado para todos os tipos de cavidade (www.kerrdental.com/products/point4, outubro, 2005).

Tabela 3 – Indicações para os compósitos *Kerr*
(www.kerrdental.com/products/point4, outubro, 2005).

	Classe I	Classe II	Classe III	Classe IV	Classe VI	Facetas Diretas	Tamanho Médio da Partícula
Herculite XR®V	●	●	●	●	●	●	0,6
Prodigy Condensável®	●	●					0,6
Point 4™	●	●	●	●	●	●	0,4
Point 4™ Flowable	●		●		●		0,4
Revolution Fórmula 2®	●		●	●	●		0,6

Point 4[®] possui resistência à compressão semelhante à do esmalte, tornando-se ideal para qualquer tipo de restauração (Tabela 4 e Figura 5).

Tabela 4 - Características do material *Point 4*[®].

Fabricante	<i>Kerr</i>
Classificação	Compósito Restaurador Microhíbrido
Indicações	Classes I à V
Componentes da Matriz	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, EBADMA
Tipo de Partículas	Aluminoborossilicato de Bário
Porcentagem de partículas	76% em peso e 57% em volume

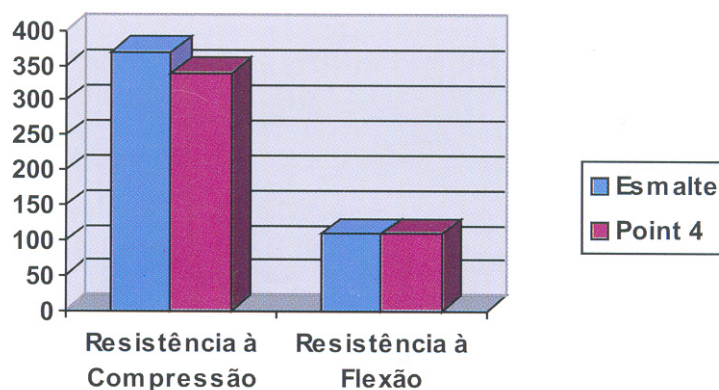


Figura 5 – Gráfico de comparação entre o esmalte dentário e o compósito *Point 4*[®] nas propriedades mecânicas de Resistência à Compressão e Flexão (www.kerrdental.com/products/point4, outubro, 2005).

Segundo o catálogo da *Kerr*, a característica de possuir partículas pequenas confere um polimento rápido e fácil assim como pelo fato de possuir alta porcentagem de carga, possui resistência semelhante à de um compósito híbrido, podendo ser usado em qualquer região e dente (www.kerrdental.com/products/point4).

De acordo com PRANITIS (2005), os compósitos híbridos não são capazes de conferir boa estética em alguns casos, porém possuem um mérito de serem duráveis. *Point 4*[®] surgiu desta necessidade de um compósito durável, bem resistente e com bom polimento.

A cor utilizada no estudo foi A2 e o lote, 420413 com validade em 01/2008.

2.3. Fotopolimerizador

Para se obter compósitos com propriedades físicas e mecânicas adequadas, é necessário que estes atinjam grau de conversão mínimo (ASMUSSEN, 1982). Isto depende de fatores como: formulações dos monômeros (RUYTER & OYSAED, 1987), temperatura da reação (LOVELL *et al.*, 2001), tempo de exposição à luz dos compósitos fotoativados e eficiência do fotoiniciador dentre outros. A irradiação pela fonte de luz e o tempo de exposição são de interesse particular, porque, na prática, estão sujeitos à manipulação pelo clínico (CORRER, 2005).

Os métodos de fotoativação mais utilizados atualmente são por meio de luz de lâmpada halógena. Os aparelhos que utilizam lâmpada halógena para a fotoativação possuem grande variação espectral, de 390 a 520 nm, embora somente uma pequena parte do espectro emitido pelas lâmpadas incandescentes é apropriada para a ativação dos fotoiniciadores (HOFFMANN *et al.*, 2002). Como alternativa a esse tipo de lâmpada para a fotoativação dos compósitos, foram desenvolvidos diodos que emitem luz (LED). Esses dispositivos possuem variação espectral muito pequena (Figura 6), o que os torna altamente eficientes. Além disso, o calor gerado pelo LED é menor que os dispositivos que utilizam luz halógena (HOFFMANN *et al.*, 2002). Outra vantagem do LED em relação às lâmpadas halógenas é sua longa vida útil (cerca de 10.000 horas para LED e 40 a 100 horas para lâmpada halógena) (CORRER, 2005).

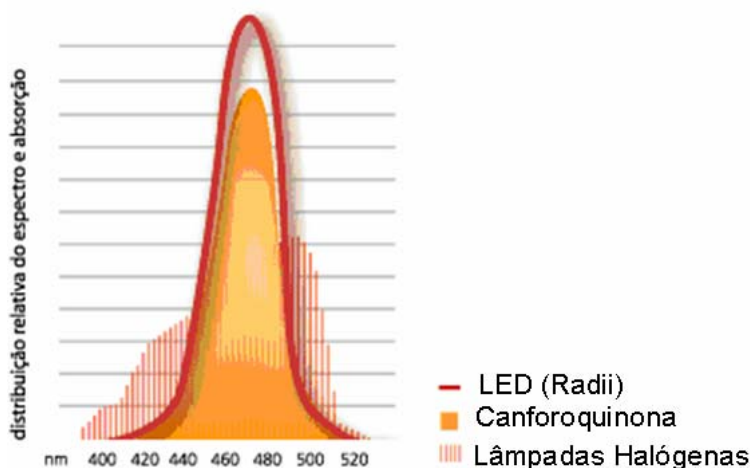


Figura 6 – Comparação dos parâmetros de comprimento de onda e intensidade de luz para as lâmpadas halógenas, as canforoquinonas e o LED (*Radii*®- SDI) (<http://www.sdi.com.au/radii/radii.asp>).

Outro problema dos aparelhos que emitem luz por lâmpada halógena é o tempo necessário para a fotoativação dos compósitos, principalmente quando utilizados em grandes reconstruções (RUEGGEBERG *et al.*,1994). Com o objetivo de reduzir o tempo de fotoativação, os fabricantes estão aumentando a potência dos aparelhos fotoativadores ou utilizando dispositivos de alta intensidade como laser de argônio e arco de plasma. Acredita-se que estes dispositivos de alta intensidade promovam maior velocidade de polimerização e causem pior adaptação marginal do compósito resinoso, porque a tensão na interface dente/restauração é aumentada e, com isso, fendas podem ser formadas entre o compósito e o dente. Essa fenda propicia infiltração de microrganismos e fluidos bucais, bem como manchamento, inviabilizando a restauração. Outra desvantagem é a geração de calor destes aparelhos e, dependendo da profundidade da cavidade e da espessura de material restaurador, pode causar danos ao complexo dentina-polpa (CORRER, 2005).

Para a fotopolimerização dos materiais estudados, foi utilizado o fotopolimerizador *Radii-SDI* (Figura 7) que possui as características presentes na Tabela 5.



Figura 7 – Fotopolimerizador *Radii* (SDI) (<http://www.sdi.com.au/radii/radii.asp>).

Tabela 5 – Características do aparelho fotopolimerizador utilizado nesta pesquisa (<http://www.sdi.com.au/radii/radii.asp>).

Aparelho fotopolimerizador	<i>Radii - SDI</i>
Intervalo do comprimento de onda	440-480 nm
Intervalo do pico de comprimento de onda	460 nm
Tempo de incremento da intensidade da luz	5 segundos
Intensidade de luz	1400 mW/cm ² (pico)

2.4. Propriedades Mecânicas dos Materiais

2.4.1. 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 & MATHEWS, 1994).

O marco na odontologia quanto a investigação e preocupação em relação ao desgaste dentário é atribuído a MILLER (1907), o qual considerou os diversos fatores capazes de produzir este desgaste, como a erosão, a abrasão, a atrição, levando à exposição dentinária, muitas vezes ocasionando defeitos em forma de cunha na região cervical dos dentes. Em suas observações clínicas e laboratoriais, enfatizou a avaliação de ocorrências de desgaste por abrasão nos elementos dentários submetidos à escovação, com grandes variações de escovas dentárias e substâncias abrasivas aplicadas. Verificou menor desgaste em esmalte quando comparado à dentina. Ao avaliar o desgaste em tecido dentário e averiguar a magnitude dos resultados, a curiosidade em relação aos materiais odontológicos restauradores o fez investigar o comportamento de restaurações de ouro fundido, muito utilizado na época, também constatando o seu desgaste. Este trabalho iniciou uma série de levantamentos e estudos referentes ao desgaste considerando diferentes metodologias e substratos a serem pesquisados (WANG, 2001).

O desgaste de compósitos dentários é causado por diversos fenômenos, sendo os mais comuns: adesão, abrasão, degradação química e fadiga. Diversos destes mecanismos podem operar tanto isoladamente como combinados aos outros.

Considerando o complexo meio oral, o processo de desgaste é bem complicado (LIM *et al.*, 2002)

Segue abaixo a classificação de desgaste segundo HOLMBERG & MATTHEWS (1994):

Desgaste adesivo (Figura 8): Ocorre quando uma superfície áspera entra em contato com outra superfície áspera oposta. Elas podem se aderir fortemente, e num movimento tangencial entre estas superfícies, ocorre separação do material mais macio sendo parte do volume deste material removido.

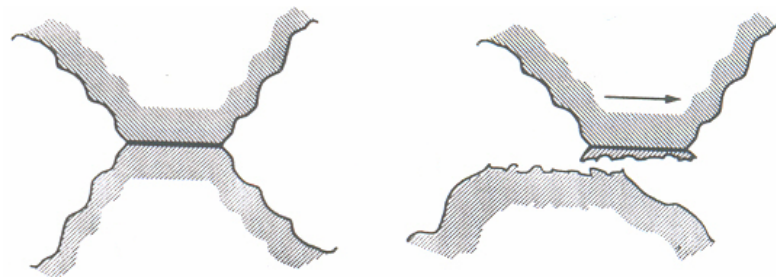


Figura 8 – Esquema de desgaste adesivo (HOLMBERG e MATTHEWS, 1994)

Desgaste abrasivo (Figura 9): Ocorre quando uma das superfícies é consideravelmente mais dura que a outra ou quando partículas duras são introduzidas entre o contato destas duas superfícies (terceiro corpo). A superfície mais dura quando pressionada contra a superfície macia, provoca o escoamento plástico do material macio ao redor do duro. Quando a superfície mais dura se move tangencialmente, há ranhuras e, a remoção do material mais macio, dá origem a sulcos ou arranhões.

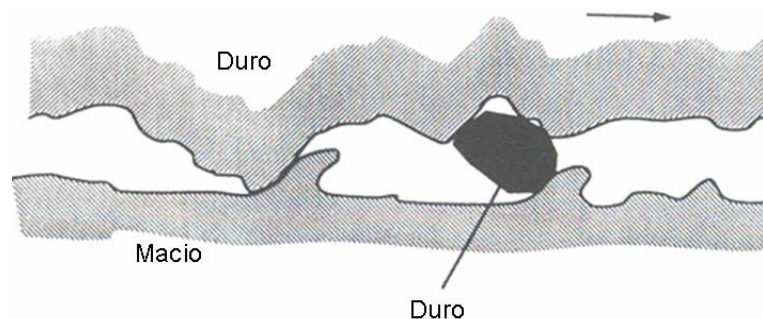


Figura 9 – Esquema de desgaste abrasivo (HOLMBERG & MATTHEWS, 1994).

Desgaste por fadiga (Figura 10): O crescimento da trinca de fadiga é um fenômeno resultante do carregamento e descarregamento de uma superfície a um nível de tensão que o material pode suportar por algumas vezes, mas não por muitas vezes repetitivas. A fadiga pode dar origem a uma série de trincas na superfície do material, cuja propagação causa liberação de diversos detritos, resultando no desgaste.



Figura 10 - Esquema de desgaste por fadiga (HOLMBERG & MATTHEWS, 1994).

Desgaste químico (Figura 11): O mecanismo de desgaste químico é dominado pelas reações químicas que ocorrem nas superfícies, que se inicia pela influência do meio ambiente, em combinação com os mecanismos do contato mecânico.



Figura 11 - Esquema de desgaste químico (HOLMBERG & MATTHEWS, 1994).

De acordo com MAIR *et al.* (1996), a resposta de um compósito à passagem de uma superfície áspera e dura depende do tamanho das partículas do compósito comparada com a escala da deformação causada pela superfície oposta em contato. Se a deformação for maior que o tamanho das partículas duras da matriz e o espaço entre elas, os materiais comportar-se-ão como um sólido homogêneo (Figura 12.a) e a taxa do desgaste será similar àquela da resina. Se as partículas da matriz forem comparáveis no tamanho com a escala da deformação ou maior, então o material comportar-se-á como um contínuo heterogêneo e a taxa do desgaste será menor (Figura. 12.b). Entretanto, pode haver uma separação entre as fases, podendo conduzir a um dano de subsuperfície.

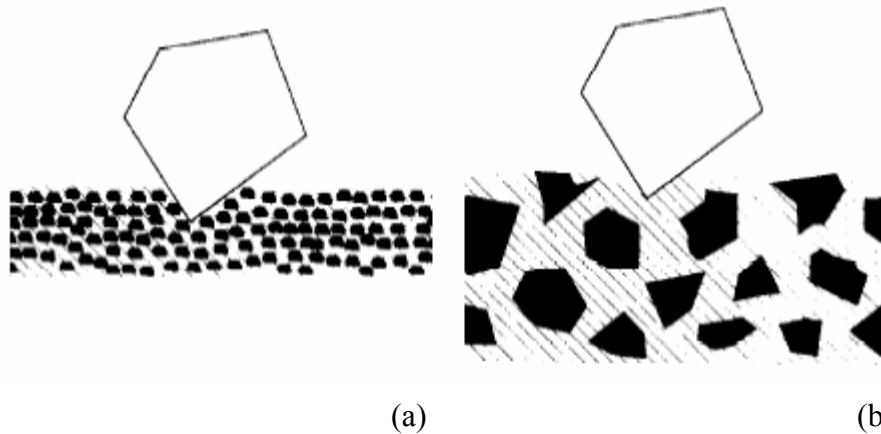


Figura 12 – Desgaste de Compósitos. (a) O tamanho das partículas é bem menor que a deformação causada pela superfície oposta. (b) As partículas são grandes e compatíveis com a deformação causada superfície oposta.

Acredita-se que o desgaste do compósito progride em duas etapas: inicialmente, uma abrasão seletiva da matriz resinsosa causa a exposição das partículas de carga. Posteriormente, quando o compósito é mecanicamente tensionado, as partículas de preenchimento mais grosseiras são facilmente arrancadas (KAWAI *et al.*, 1998).

A abrasão é gerada pelo deslizamento de um dente sobre o outro com a força sendo transmitida através da camada de alimento que funciona como o terceiro corpo. A atrição resultante do contato direto de dentes opostos possui um nível de carregamento excessivamente mais elevado que o carregamento que causa a abrasão (WHITEHEAD *et al.*, 1999).

O processo de abrasão envolve o desgaste do material macio por um material abrasivo mais duro. Portanto, esta é a razão para a adição de partículas inorgânicas duras em uma matriz resinsosa macia a fim de alcançar uma melhor resistência à abrasão (LIM *et al.*, 2002).

Foi sugerido que a tecnologia de partículas de carga, particularmente a composição, o tamanho e o volume ocupado por estas partículas na formulação do compósito, têm um potencial para influenciar a desempenho abrasivo de um compósito (LIM *et al.*, 2002).

2.4.1.1. Partículas

JORGENSEN & ASMUSSEN, (1978) e LIM *et al.* (2002) propuseram que o decréscimo do espaço interpartículas, o qual é melhor obtido com partículas de tamanhos menores, foi a chave para melhorar a resistência a abrasão. Uma redução do espaço entre as partículas dos compósitos é conseguida tanto pelo decréscimo de tamanho quanto pelo acréscimo da fração volumétrica das partículas.

Segundo LIM *et al.* (2002), conforme o volume de partículas aumentava, o desgaste foi reduzido, independente do tratamento com agentes de união.

Os resultados deste estudo sugeriram que a adição de partículas no compósito aumenta sua resistência ao desgaste, mas que a resistência ao desgaste ideal só pode ser alcançada se as partículas forem bem aderidas à matriz resinosa. O compósito microparticulado que apresentou a maior porcentagem de partículas inorgânicas, a dispersão de partículas mais homogênea e a melhor adesão química entre partícula e matriz resinosa foi a que apresentou a melhor resistência ao desgaste (LIM *et al.*, 2002).

TURSSI *et al.* (2005) buscaram avaliar de que maneira os materiais contendo diferentes tamanhos e formas de partículas interferem na resistência ao desgaste (Tabela 6 e Figura 13). Segundo eles, poucas investigações sobre o efeito do tamanho e forma das partículas foram publicadas. Partículas menores têm sido sugeridas para diminuir o espaçamento entre as partículas e reduzir o desgaste. No que se refere à geometria das partículas, diferentes formas representam diferentes áreas de superfície o que afeta a quantidade de matriz resinosa na região entre as partículas. Contudo, mesmo com tantos estudos, nenhum consenso tem sido alcançado sobre de que forma partículas irregulares ou esféricas possuem performances tribologicamente e mecanicamente melhores.

Tabela 6 - Caracterização das partículas dos compósitos experimentais testados*
(TURSSI *et al.*, 2005).

Tamanho (nm)*	Forma	Código
100	Esférica	S-100
250	Esférica	S-250
450	Irregular	I-450
500	Esférica	S-500
700	Irregular	I-700
1000	Irregular	I-1000
1000	Esférica	S-1000
1500	Irregular	I-1500
100:1000 (1:3)	Esférica	S-100/1000
450:1500 (1:3)	Irregular	I-450/1000
100:250:1000 (1:1:2)	Esférica	S-100/250/1000
450:700:1500 (1:1:2)	Irregular	I-450/700/1500

*Todos os compósitos de matriz resinosa tem uma fração volumétrica de carga de 56,7%

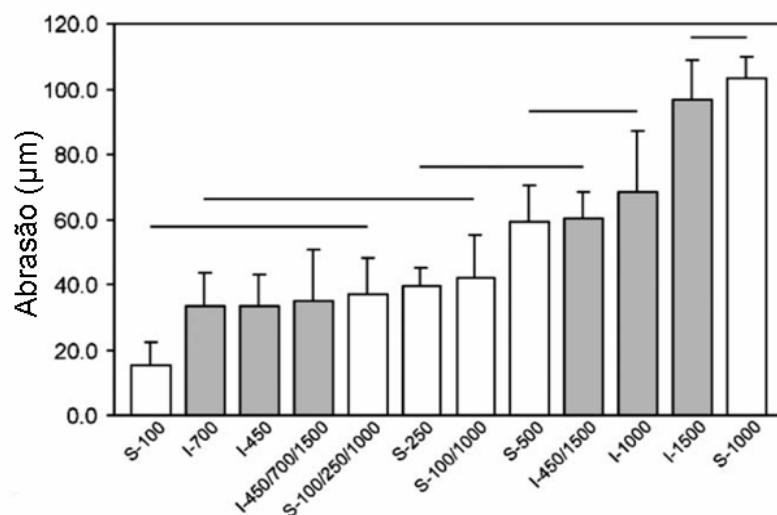


Figura 13 - Média da profundidade de desgaste (μm) em abrasão de cada grupo experimental. As linhas verticais no topo das barras representam os desvios padrão. As linhas horizontais indicam diferenças não significativas entre os grupos (TURSSI *et al.*, 2005).

Através destes resultados, TURSSI *et al.* (2005) observaram:

- Para compósitos monomodais, os de menor tamanho de partículas apresentaram menor desgaste que os de maior tamanho;
- Comparando materiais com partículas de 1000 nm, notou-se que as partículas irregulares foram significativamente mais resistentes ao desgaste que as partículas esféricas de mesmo tamanho;
- Uma vez que a fração volumétrica foi idêntica para todos os compósitos testados, uma explicação para a melhora da resistência à abrasão com as partículas menores é que a distância entre as partículas vizinhas é menor do que com as partículas grosseiras. Esta hipótese foi originalmente descrita por JORGENSEN & ASMUSSEN, (1978) e posteriormente explorada por BAYNE *et al.*, (1992).
- Sem levar em conta a forma da partícula, as misturas trimodais (I-450/700/1500) e (S-100/250/1000) apresentaram menor desgaste quando comparadas com os grupos monomodais contendo partículas grosseiras (I-1500), (I-1000) e (S-100). Este achado deve ser atribuído à redução na quantidade de matriz na região entre as partículas.

Com base neste estudo, TURSSI *et al.* (2005) concluíram que o tamanho e forma de partículas provaram ser capazes de controlar o desempenho no desgaste dos compósitos. Em geral, a magnitude da perda de material deve ser reduzida pelo decréscimo do tamanho das partículas. A presença de pequenas partículas do compósito em uma específica combinação pode melhorar a resistência ao desgaste.

2.4.1.2. Desgaste Esfera sobre Placa

O ensaio de Desgaste Esfera sobre Placa, também conhecido como *Ball Crater*, produz um desgaste abrasivo entre as duas superfícies que estão em contato, provocando um desgaste mais acentuado no material mais macio.

Segundo GEE *et al.* (2003), o teste de microabrasão *ball crater* está se tornando um método popular para testar da abrasão superficial de materiais. Apresenta muitas vantagens em relação aos testes mais convencionais de abrasão. Os principais benefícios incluem a possibilidade de testar pequenos volumes de materiais e revestimentos finos, a facilidade na utilização, o baixo custo do equipamento, além de sua versatilidade.

2.4.2. Dureza do Material

Dureza é uma medida da resistência de um material a uma deformação plástica localizada. Os ensaios de dureza são realizados com mais freqüência do que qualquer outro ensaio mecânico, pois além de serem ensaios simples e baratos também são testes não-destrutivos (CALLISTER, 2002).

Em testes mecânicos de materiais, a dureza significa a resistência à penetração de um material por outro mais duro. Existem três tipos gerais de medida de dureza: dureza ao risco, dureza à penetração e dureza dinâmica ou de rebote. O teste de dureza Vickers é um teste de dureza à penetração que usa como penetrador um diamante de forma piramidal de base quadrada (Figura 14). O ângulo interno entre as faces opostas da pirâmide é de 136° . O índice que mede a dureza deste método é chamado de DPH (*diamond-pyramid hardness number*) ou HV e é definido através da divisão entre a carga utilizada para provocar a indentação (variando entre 1 e 1.000 g) e a área de superfície da mesma. Na prática esta área é calculada a partir das medidas do comprimento das diagonais da impressão analisada em um microscópio

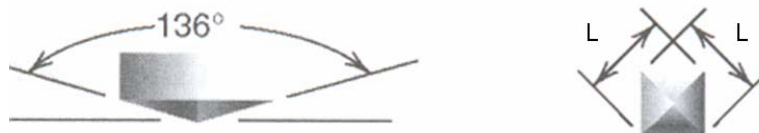


Figura 14 – Indentador da Microdureza Vickers (CALLISTER, 2002).

A impressão resultante é observada sob um microscópio e medida. É necessária uma preparação cuidadosa da superfície do corpo de prova (lixamento e polimento), a fim de assegurar uma impressão bem definida, que possa ser medida com precisão. (CALLISTER, 2002).

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

2.4.3. Compressão

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).

Neste ensaio, um corpo é colocado sob a ação de uma carga que tende a comprimi-lo ou encurtá-lo. A tensão de compressão é sempre acompanhada de uma deformação por compressão. Através desse ensaio, pode-se determinar o módulo de elasticidade e a tensão de fratura em compressão (ANUSAVICE, 1998).

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), como perda de DVO (Dimensão Vertical de Oclusão) e desanatomização do dente, por exemplo.

De acordo com CESAR *et al.* (2001), 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.

2.5. Análise Microestrutural

2.5.1. Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Dentro da coluna de alto vácuo, os elétrons gerados a partir de um filamento termiônico de tungstênio, por aplicação de corrente, são acelerados por uma diferença de potencial entre catodo e anodo entre 0,3 keV a 30 keV. O feixe gerado passa por lentes condensadoras que reduzem o seu diâmetro e por uma lente objetiva que o focaliza sobre a amostra (Figura 15). Logo acima da lente objetiva existem dois estágios de bobinas eletromagnéticas responsáveis pela varredura do feixe sobre a amostra (<http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html>).

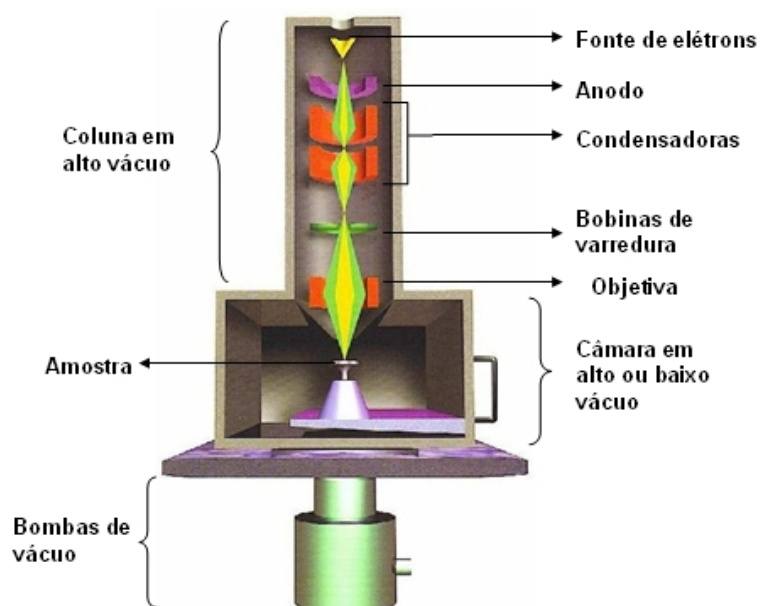


Figura 15 – Desenho esquemático da coluna do MEV

(<http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html>).

Para a realização do EDS (Energy Dispersive Spectroscopy), quando o feixe atinge a amostra (Figura 16), ele pode interagir com um elétron fortemente ligado na camada interna do átomo, retirando-o e deixando uma lacuna nesta camada. O átomo é tido como um íon excitado num estado energético. Para estabilizar este átomo excitado, ocorre uma migração do elétron da camada mais externa para a lacuna resultante da retirada do elétron da camada mais interna, com isso, o átomo relaxa para o seu estado fundamental iônico (estado de mais baixa energia). Esta transição do elétron da camada mais externa para a interna gera um excedente de energia precisamente definida em forma de fóton e característica de cada átomo, que pode ser emitida no comprimento de onda dos Raios-X. O detector de Raios X localizado dentro da câmara de vácuo no MEV identifica este excesso de energia característico para cada átomo presente na amostra (GOLDSTEIN *et al.*, 1992). Desta forma, é possível a análise qualitativa da amostra.

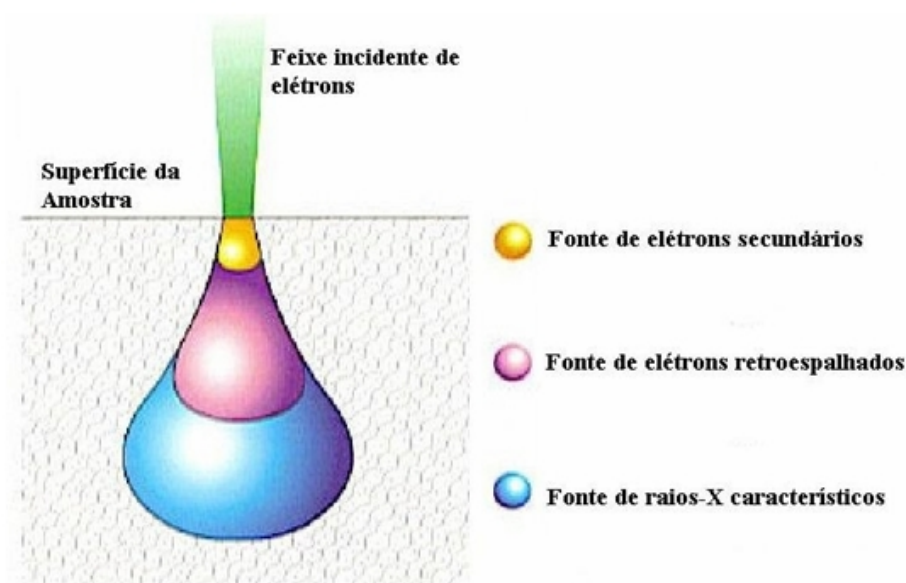


Figura 16 – Esquema das profundidades de penetração do feixe de elétrons para cada técnica utilizada (<http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html>).

2.5.2. Microscópio de Força Atômica (AFM)

Existem diversas técnicas para observação de detalhes ampliados de superfícies como, por exemplo, com lentes, usando um microscópio ótico, inventado no século XVIII. Neste século, foram desenvolvidos métodos de visualização baseados em feixes de íons ou de elétrons. Mas a idéia dos microscópios de sonda é totalmente diferente (DUARTE, 2006).

Os mais novos desenvolvimentos nesta área são os microscópios de varredura por sonda, ou **SPM** (*Scanning Probe Microscope*), que na realidade são grupos de instrumentos compostos basicamente de sonda sensora, cerâmicas piezoelétricas, circuitos de realimentação (para controlar a posição vertical da sonda) e um computador para mover os *scanners* de varredura, armazenar dados e os converter em imagens por meio de *softwares* específicos para esse fim (DUARTE, 2006)

Há diversos tipos de microscópios de sonda: o de tunelamento ou STM (*Scanning Tunneling Microscope*), o de força ou AFM (*Atomic Force Microscope*), o de campo próximo ou SNOM (*Scanning Near-Field Optical Microscope*), entre outros (DUARTE, 2006) (Tabela 7).

O principal componente de um SPM é o sensor, com o qual se consegue sondar as amostras e obter as imagens com aumentos muito altos, de forma tal que podem ser

medidas distâncias com resolução de até 0,1 ângstrom ($1\text{\AA}=10^{-10}\text{ m}$). O sensor usado para o microscópio de força atômica é em forma de ponta condutora ou isolante (DUARTE, 2006).

Tabela 7 - Tabela Comparativa dos meios de aumentos existentes (DUARTE, 2006).

	Aumento	meio	imagem	danos
microsc. Ótico	10^3	ar, líquidos	2-D	nenhum
varredura laser	10^4	ar	2-D	mínimos
feixe de íons	10^5	vácuo	2-D	graves
SEM	10^6	vácuo	2-D	alguns
SPM	10^9	liq., ar, vácuo	3-D	mínimos ou nenhum

Amostras examinadas no AFM não requerem preparação além de fornecer informações de rugosidade abaixo da escala nanométrica, permitindo a descrição discriminativa da topografia de superfície (VERRAN *et al.*, 2000).

Vantagens do uso do AFM:

- Comparada às fotografias do MEV, as figuras provenientes do AFM produzem imagens tridimensionais da topografia da superfície da amostra condicionada, que não é evidenciada em camadas superficiais (LUO *et al.*, 2001);
- O AFM fornece dados numéricos capazes de avaliar a rugosidade superficial e a extensão da degradação do material pelo ataque ácido (LUO *et al.*, 2001);
- A AFM é mais apropriada como um instrumento de medição de topografia (possui uma sonda com ponta de diâmetro na faixa de 10 nm) quando comparada a outros métodos como o perfilômetro de ponta diamantada (25 μm) ou o perfilômetro a laser (um ponto focal menor, com aproximadamente 2 μm) (VERRAN *et al.*, 2000);
- Diferentemente do uso do perfilômetro, ao usar o AFM, é possível avaliar as mudanças nas estruturas cristalinas de cerâmicas seguidas de vários tratamentos superficiais não-destrutivos (LUO *et al.*, 2001);
- O AFM utiliza uma ponta muito fina para varrer a amostra, que, em geral, não causa dano algum à sua superfície, o que ocorreria com o uso do

perfilômetro. Evita também o problema de foco encontrado com o uso do perfilômetro a laser (LUO *et al.*, 2001);

- Permite o acompanhamento de processo in situ;
- O AFM combina várias técnicas em um simples instrumento. Topografia, adesão, viscoelasticidade, dureza, fricção e outras propriedades podem ser obtidas com resolução nanométrica;
- É capaz de analisar materiais em ambiente de vácuo, líquidos ou na atmosfera.

Desvantagens do uso do AFM:

- Superfícies com rugosidades muito grandes não podem ser analisadas;
- Analisa apenas a última superfície do material;
- Não é possível a análise química inequivocamente à análise topográfica;
- A imagem é a convolução da forma da agulha com a topografia da superfície.

De uma maneira geral, os benefícios da combinação da técnica dos dois microscópios (MEV e AFM) são importantes. O MEV nos dá uma visão clara da representação das mudanças da superfície, enquanto que o AFM, além disso, nos dá dados numéricos para quantificar estas mudanças (LUO *et al.*, 2001).

O princípio de funcionamento do AFM é muito simples (Figura 17), e sua melhor propriedade – não compartilhada com nenhum aparelho de observação nessa escala – é a visão dos objetos em três dimensões (SOUZA, 2006).

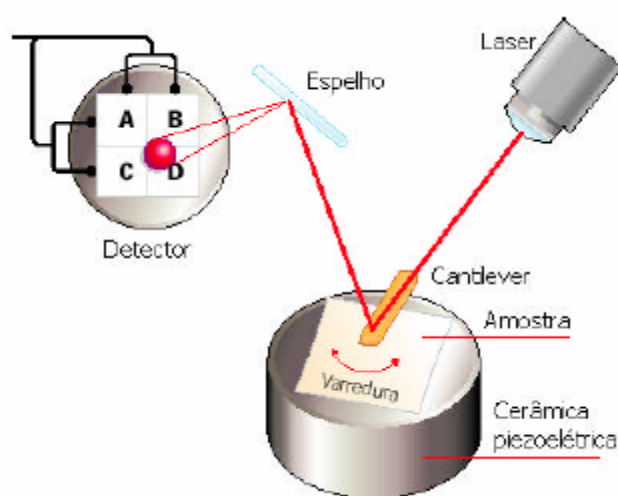


Figura 17 – Esquema do funcionamento do AFM

De acordo com a Figura 17, vemos a amostra (apoiada sobre uma cerâmica piezoelétrica) cuja superfície é percorrida por uma sonda suportada por um braço de apoio, chamado de cantiléver. Nesse braço, incide a luz de um laser, que se reflete na superfície do cantilever, vai para um espelho e finalmente alcança um fotodetector (SOUZA, 2006).

O AFM é composto basicamente por uma ponta (ou sonda) que varre a superfície da amostra em estudo. Assim, mede-se a força de interação entre os átomos da ponta e os da superfície, e os resultados são transformados em imagens, com a ajuda de recursos computacionais (SOUZA, 2006). Durante a varredura, a força entre a agulha e a amostra é mantida constante e as imagens são geradas por meio de um circuito de realimentação entre o sistema ótico (laser) e as cerâmicas piezoelétricas (THIRÉ, R. M. S. M., 2003).

O AFM opera medindo as forças entre a agulha e a amostra, as quais dependem da composição da amostra e da agulha, da distância entre elas, da geometria da agulha e da contaminação que houver sobre a superfície da amostra (THIRÉ, R. M. S. M., 2003). São várias as forças envolvidas nessa varredura, mas fundamentalmente resumem-se em dois tipos: as de atração e as de repulsão. As primeiras, chamadas de forças de Van der Waals, cuja origem é química, atuam a distâncias que variam de 100 nanômetros a algumas unidades dessa escala. Já as forças repulsivas agem quando a ponta entra em contato com a superfície e têm sua origem no princípio de exclusão de Pauli – em termos práticos esse princípio impede que dois corpos ocupem o mesmo lugar no espaço (SOUZA, 2006). Quando a ponteira se aproxima da amostra, é primeiramente atraída pela superfície, devido a uma ampla gama de forças atrativas existentes na região, como as forças de Van der Waals. Esta atração aumenta até que, quando a ponteira aproxima-se muito da amostra, os átomos de ambas estão tão próximos que seus orbitais eletrônicos começam a se repelir (Figura 18). Esta repulsão eletrostática enfraquece a força atrativa à medida que a distância diminui. A força anula-se quando a distância entre os átomos é da ordem de alguns angstroms (da ordem da distância característica de uma união química). Quando as forças se tornam positivas, podemos dizer que os átomos da ponteira e da amostra estão em contato e as forças repulsivas acabam por dominar (DUARTE, 2006).

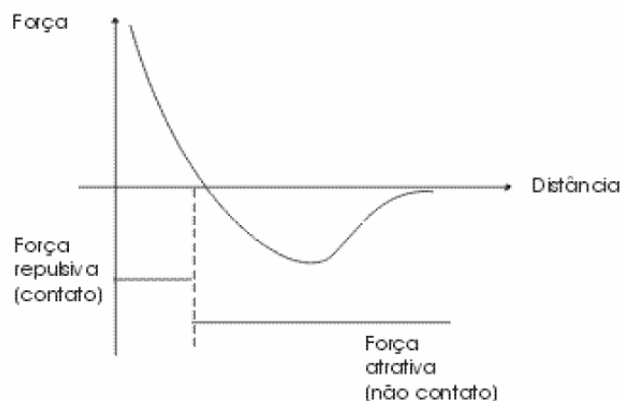


Figura 18 – Força entre a ponteira e a amostra em função da distância entre elas, com os respectivos regimes de operação (ZANETTE, 2006).

O microscópio de força atômica pode ser operado de diversos modos. Entretanto, seu princípio fundamental é a medida das deflexões de um suporte em cuja extremidade livre está montada a sonda, chamado cantiléver (DUARTE, 2006). São necessárias grandes deflexões para atingir alta sensibilidade. Portanto, a mola do cantiléver deve ser tão macia quanto possível. Por outro lado, é preciso uma alta frequência de ressonância para minimizar a sensibilidade a vibrações mecânicas, especialmente quando se está fazendo a varredura (ZANETTE, S. I., 2006). Estas deflexões são causadas pelas forças que agem entre a sonda e a amostra (DUARTE, 2006).

Os modos de fazer as imagens, também chamados modos de varredura ou de operação, referem-se fundamentalmente à distância mantida entre a sonda (ponteira) e a amostra, no momento da varredura, e às formas de movimentar a ponteira sobre a superfície a ser estudada (DUARTE, 2006).

Estes modos de fazer imagens podem ser classificados em três tipos: modo contato, modo não-contato e contato intermitente dependendo das forças líquidas entre a ponteira e a amostra. Quando o aparelho é operado na **região atrativa**, o método chama-se **não-contato**. Nesta região, o *cantilever* do AFM se enverga na direção da amostra. A operação na **região repulsiva** chama-se **contato** e o *cantilever* se dobra, afastando-se da amostra (DUARTE, 2006).

A Figura 19 mostra a deflexão do *cantilever* em ambos modos. No modo de não-contato ele é atraído pelas forças de capilaridade da camada de contaminação ou pelas forças de Van der Waals, quando a amostra é limpa. No modo de contato, vê-se como a deflexão do *cantilever* é na direção oposta à da amostra (DUARTE, 2006).

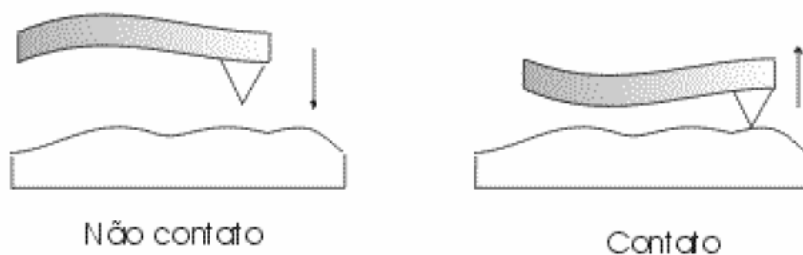


Figura 19 - Deflexão do cantilever operando em não-contato e em contato (ZANETE, 2006).

O fotodetector mede as deflexões do braço causadas pelas rugosidades da amostra quando ela é varrida pela ponteira. Os resultados dessas medidas são transferidos para um computador que, utilizando um software especificamente feito para isso, transforma a informação em uma imagem da superfície.

2.5.2.1. Contato Intermitente

Neste modo de operação o *cantilever* oscila a uma frequência próxima de sua frequência de ressonância enquanto é feita a varredura sobre a amostra (Figura 20). A ponteira é aproximada da amostra até que ela comece a fazer contato intermitente (*Tap*) sobre a superfície. Este modo tem a vantagem de permitir a leitura de amostras de materiais que não aderem muito bem ao substrato, pois com ele pode-se reduzir (e até eliminar) a influência das forças laterais aplicadas à amostra operando em contato, além de romper a camada contaminante evitando erros de leitura.

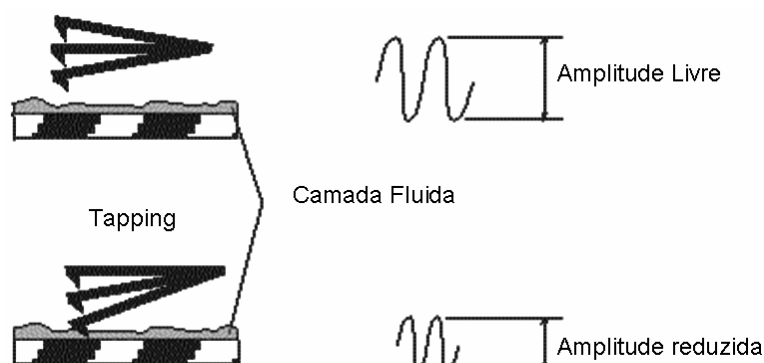


Figura 20 - Deflexão do cantilever em função do tempo de aproximação da ponteira (ZANETE, 2006).

O movimento oscilatório do cantilever se comporta como um oscilador harmônico clássico amortecido. A cada ciclo, a ponteira toca a amostra. As mudanças na amplitude e fase do cantilever causadas por esta interação são utilizadas para produzir a imagem. A amplitude da oscilação decai à medida que a ponteira se aproxima da amostra e isto acontece mesmo levando em conta que existe um grande amortecimento produzido pelo atrito viscoso.

Os danos causados nas amostras em uma varredura de contato intermitente podem ser calculados pelo trabalho feito durante o período de contato e pela energia dissipada sobre a amostra. Os resultados são, de certa forma, intuitivos: as grandezas dependem fundamentalmente das mudanças na amplitude de oscilação, da extremidade da ponteira e da dureza do cantilever. Em conclusão, quanto mais fina é a ponteira e mais duro o cantilever, maiores são os danos nas amostras.

2.5.2.2 AFM em Compósitos Odontológicos

A literatura ainda é muito escassa a respeito da caracterização de compósitos odontológicos pela técnica do AFM, embora saibamos que esta é a técnica ideal para a caracterização destes materiais, principalmente daqueles contendo partículas nanométricas. Não existe uma metodologia definida e isto implica em diversos tratamentos superficiais com soluções ácidas, a fim de degradar a camada mais superficial da matriz e expor as partículas, além de horas de trabalho a fim da obtenção de imagens satisfatórias.

Segundo MAYWORM (2005), 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. Nas Figuras. 21 e 22 podem ser observar exemplos das imagens feitas a partir das amostras atacadas com HNO₃ PA por 1 minuto. Algumas partículas pequenas podem ser visualizadas.

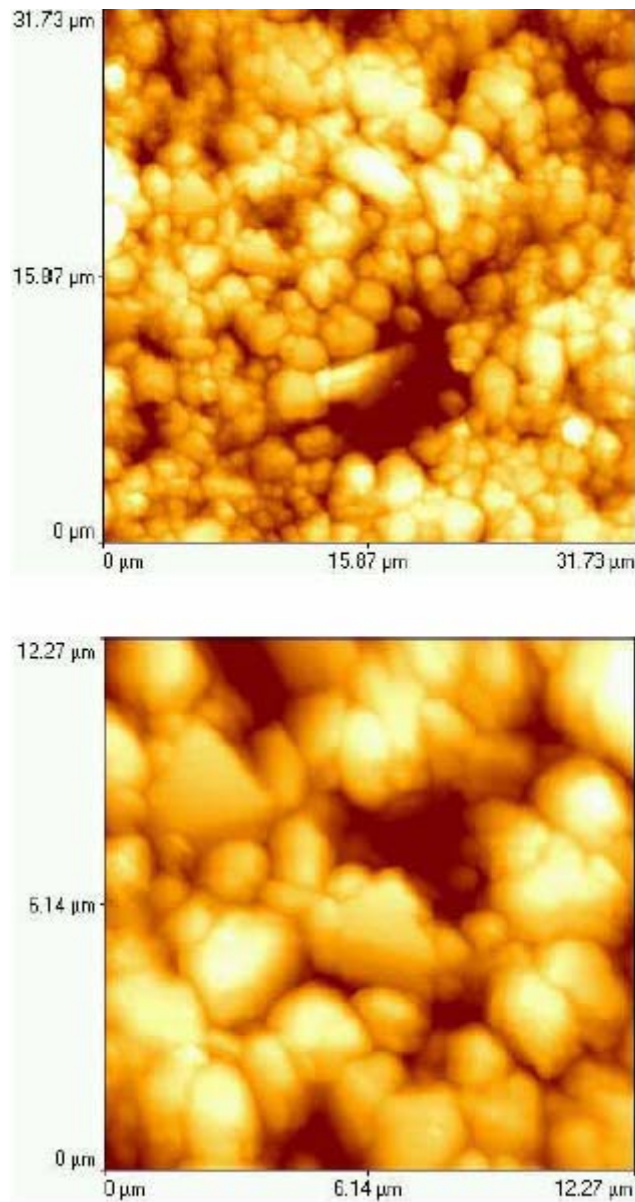


Figura 21 – Imagens topográficas em AFM do compósito *Esthet X*® obtidas através do modo não-contato (MAYWORM, 2005).

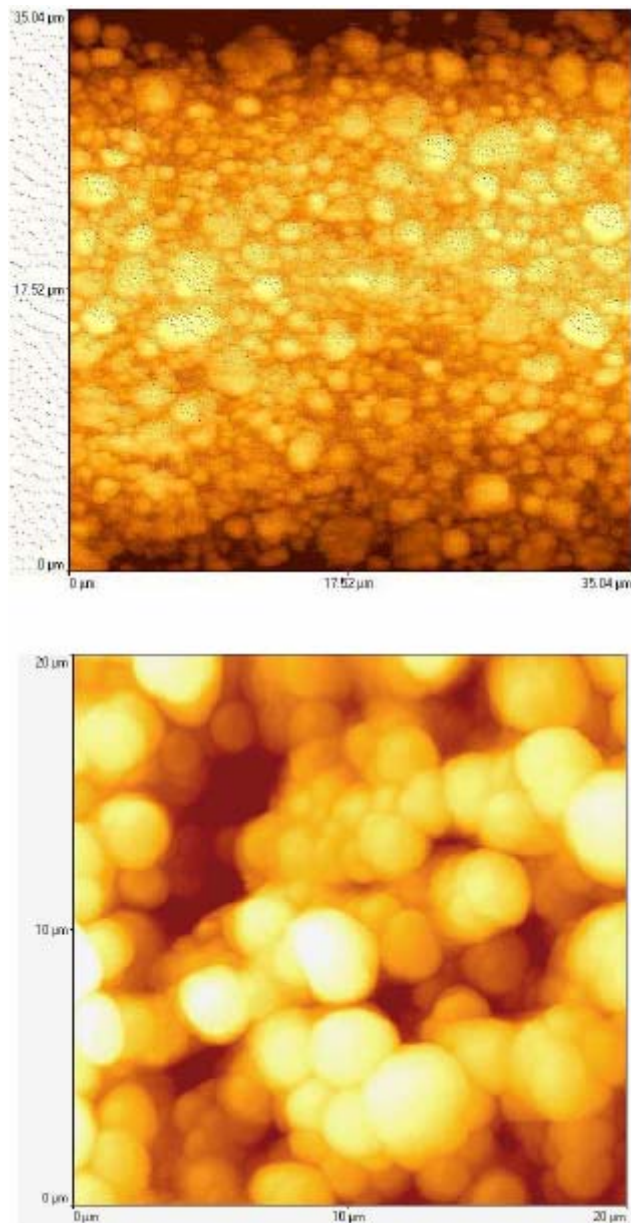


Figura 22 – Imagens topográficas em AFM do compósito *Filtek Supreme*® obtidas através do modo não-contato (MAYWORM, 2005).

3. Materiais e Métodos

3.1. Metodologia para Confecção das Amostras

3.1.1. Ensaios de Dureza e Desgaste.

As amostras foram confeccionadas em um molde metálico (Figura 23) de aço inox que deu origem a corpos-de-prova com as dimensões de 4 mm de espessura, 8 mm de largura e 30 mm de altura. Estes corpos-de-prova foram utilizados nos ensaios de dureza e desgaste. Para ambos os testes, foram feitas 6 amostras de cada material estudado. O molde ficou apoiado sobre uma placa de vidro. A inserção do compósito neste molde, com a ajuda de uma espátula nº 1, se deu em duas etapas: na primeira, o material foi acomodado sobre da placa de vidro na forma de uma lâmina de dimensão 2 x 8 x 30 mm³ e fotopolimerizada. Com a segunda lâmina, o molde foi preenchido em sua totalidade pelo material, recoberto com outra placa de vidro e novamente polimerizado.



Figura 23 – Matriz de aço inox apoiada na placa de vidro.

Os compósitos foram polimerizados com o aparelho *Radii – SDI*, da seguinte forma:

- Tempo de fotopolimerização: 20 segundos;
- Espessura do material: 2 mm por incremento.
- O fotopolimerizador foi acionado em três pontos de cada face: nas duas extremidades e ao centro do molde.

O critério para o tempo de polimerização foram as recomendações dos fabricantes dos materiais *Ice*[®] e *Point 4*[®].

Retirados os corpos-de-prova do molde, cada um recebeu os mesmos cuidados de acabamento e polimento.

As rebarbas que restaram do extravasamento do material pela prensagem, foram removidas com o auxílio de um estilete. Na etapa seguinte, deu-se início a uma seqüência de trabalhos sobre lixas d'água com o objetivo de eliminar imperfeições superficiais e prepará-los para o polimento final. Na seqüência foram utilizadas lixas umedecidas com água destilada de granulação 400, 1200 e 2000, todas da 3M.

Após esse lixamento inicial, as amostras foram polidas com a ajuda de um pano de polimento e suspensão de Alumina QM nº1, (com granulometria de 1µm) com água destilada na concentração de 1:4, nesta ordem, utilizando uma politriz *Prazis APL-4*.

3.1.2. Ensaio de Compressão.

Para o ensaio de resistência à compressão foram utilizadas amostras cilíndricas (dimensões: 4mm de diâmetro e 6mm de altura – norma segundo a ANSI/ADA especificação nº27/1993).

A fim de produzir adequadamente as amostras, foi elaborado um molde em acrílico (Figura 24). O mesmo apresenta borboletas laterais que, ao serem afrouxadas, permitem abrir o molde para que a retirada da amostra seja facilitada. O dispositivo possui ainda duas guias laterais que servem de referência para que o molde se alinhe perfeitamente quando as borboletas são atarraxadas.

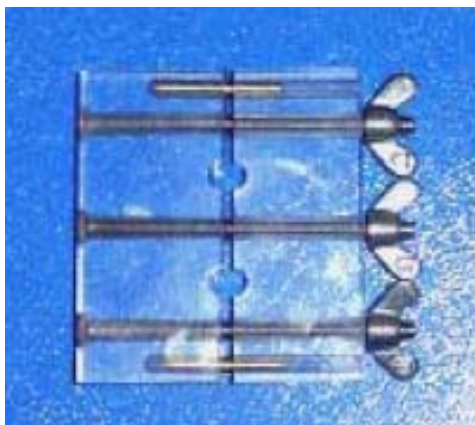


Figura 24 – Dispositivo para a confecção das amostras para o ensaio de compressão.

O molde ficou apoiado em uma placa de vidro. Em seguida, foi preenchido em sua totalidade pelo material, e recoberto com outra placa de vidro. O objetivo das placas de vidro foi servir de base superior e inferior do molde, e desta maneira, permitir a passagem da luz do fotopolimerizador, e ao mesmo tempo deixar as superfícies lisas, facilitando o posterior trabalho de acabamento e polimento.

Os corpos-de-prova foram fotopolimerizados por 20 segundos em cada base do cilindro, conforme recomendações dos fabricantes dos materiais, utilizando o aparelho *Radii – SDI*. Após a remoção dos corpos-de-prova do molde, estes foram fotopolimerizados ao longo de sua altura por 20 segundos cada lado.

Esse molde produziu amostras com 6,2 mm de altura, para que após as etapas de acabamento e polimento, o espécime seja gabaritado em 6 mm.

Com o objetivo de remover as rebarbas, as superfícies superior e inferior das amostras passaram por um processo de lixamento manual com lixa d'água umedecida de granulação 400 (3M), sobre uma superfície lisa.

Com a função de manter as dimensões adequadas de cada amostra durante a etapa de lixamento e polimento, foram desenvolvidos dois dispositivos com as seguintes finalidades:

- regularizar a altura (como mencionado anteriormente, os corpos-de-prova foram fabricados com 6,2 mm de altura);
- aplainar e tornar as superfícies superior e inferior paralelas entre si;

Ambos os dispositivos são cilindros metálicos com 30 mm de diâmetro e 7 mm de altura, os quais possuem uma abertura no centro de 4 mm de diâmetro. A diferença entre os dois está na altura dessa abertura. Em um dos componentes a abertura tem 6,1mm e no outro, 6 mm (Figuras 25 e 26). 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. Foi utilizada lixa d'água 1200 da marca 3M. O próximo passo foi inserir a amostra no outro dispositivo, com abertura cuja altura é de 6 mm, porém virada ao contrário para que sua superfície receba o mesmo tratamento. Após esta etapa, o paralelismo entre as suas superfícies superior e inferior será mantido, além da certeza de que a altura será mesmo de 6 mm, como exige a Norma.



Figura 25 – Foto da altura diferenciada dos dois dispositivos de acabamento e polimento utilizados para a amostra de ensaio à compressão.

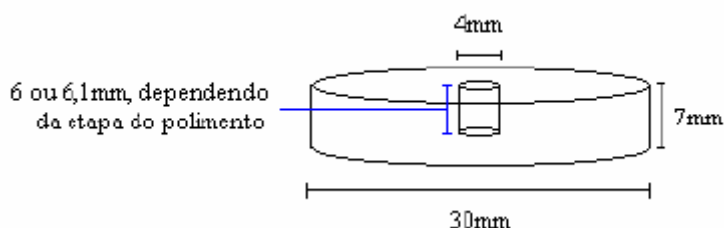


Figura 26 - Esquema ilustrativo de visualização dos moldes de polimento da amostra para ensaio de compressão.

Após esse lixamento inicial, as amostras foram polidas com a ajuda de um pano de polimento e suspensão de Alumina QM nº1 (com granulometria de $1\mu\text{m}$) com água destilada na concentração de 1:4, nesta ordem, utilizando uma politriz *Prazis APL-4*.

O polimento foi feito para eliminar riscos e diminuir ao máximo o atrito entre as superfícies superior e inferior e o equipamento no qual será realizado o ensaio. Finda esta etapa, os corpos-de-prova tiveram suas medidas ratificadas com o auxílio de um paquímetro.

A norma utilizada recomenda estocar o corpo de prova durante 24 h a 36°C . Porém estudos recentes mostram não haver diferença estatística quando estes materiais são analisados a seco.

3.1.3. Cálculos Microestruturais Quantitativos

Os materiais foram fotopolimerizados de acordo com as indicações do fabricante. Os materiais, já curados, seguiram ao ultra-som por 3 minutos, imersos em álcool isopropílico ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$), no interior de beakers independentes para cada compósito, a fim

de remover quaisquer resíduos superficiais. Com o propósito de facilitar a secagem, os corpos-de-prova repousaram sobre folhas de papel absorvente, e finalmente foram levados a uma balança analítica onde suas massas foram aferidas.

Finda esta etapa, os compósitos foram alojados em cadinhos independentes e identificados, sendo conduzidos ao forno a fim de receberem o tratamento térmico que objetivou a eliminação de toda a matriz orgânica.

O ensaio teve início a uma temperatura ambiente de 21°C. O forno aqueceu gradativamente e, aos 51 minutos de ensaio, a temperatura de 600°C foi atingida. A partir deste patamar, os 600°C foram mantidos constantes por 3 horas, até que o forno foi desligado e os materiais foram resfriados lentamente no seu interior, até atingirem a temperatura ambiente. Na Figura 27 é possível observar a taxa de aquecimento do forno.

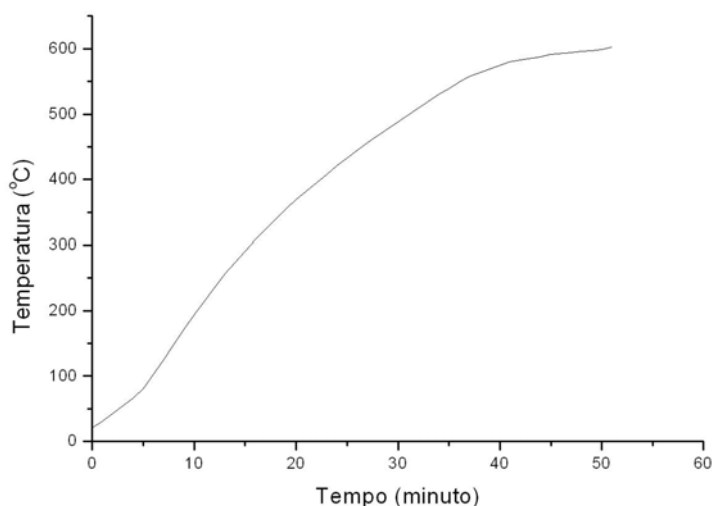


Figura 27 – Gráfico da taxa de aquecimento do forno.

Após a queima da matriz orgânica, restaram apenas as partículas inorgânicas do material, as quais foram analisadas quanto à massa e ao volume.

3.1.4. Análises Microestruturais Qualitativas em MEV

Para a análise microestrutural em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), os corpos-de-prova foram confeccionados seguindo padrão de polimerização dos fabricantes (20 segundos), acabados com lixas d'água 600 e 1200 da 3M e polidos com

a ajuda de um pano de polimento e suspensão de Alumina QM nº1 (com granulometria de 1 µm), com água destilada na concentração de 1:4, nesta ordem, utilizando uma politriz *Prazis APL-4*. Esta etapa foi comum a todos os métodos utilizados.

A partir daí, os materiais passaram por tratamentos a fim de otimizar a visualização da microestrutura, conforme descrito nas Tabelas 8, 9, 10 e 11.

Tabela 8 - Tratamentos utilizados para a caracterização microestrutural dos compósitos estudados em MEV.

MATERIAIS	TRATAMENTOS	
	Químico Superficial	Térmico
<i>Ice</i> [®]	Tabela 9	Tabela 10
<i>Point 4</i> [®]		Tabela 11

No tratamento químico superficial, os compósitos foram imersos em saliva artificial a uma temperatura constante de 36°C durante 30 dias, com o objetivo de atacar a superfície da matriz polimérica e expor as partículas de carga. Para isso, utilizou-se a fórmula de saliva artificial (SAGF médium - ver Tabela 9) sugerida por GAL *et al.* (2000).

Tabela 9 – 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

Ao final desses 30 dias, as amostras foram retiradas e receberam metalização em ouro, necessária para a análise microestrutural em MEV.

Esta análise dos compósitos com a presença da fase matriz (tratamento químico) permitiu a visualização apenas da seção do material que, embora estatisticamente comprove fidelidade da microestrutura, impede a visualização do arranjo tridimensional das partículas.

A fim de resolver esta deficiência, optou-se por remover a matriz orgânica dos materiais compósitos a partir de um tratamento térmico, onde toda a fase polimérica foi eliminada através da queima. Seguindo a metodologia adotada por MAYWORM (2005) para calcular a densidade e as frações volumétricas das fases dos compósitos restauradores odontológicos, as primeiras queimas foram feitas a 600°C. Uma vez atingida esta temperatura, os materiais permanecerem neste patamar térmico por 3h e em seguida o forno foi desligado e o material resfriado. O produto resultante deste tratamento térmico são as partículas inorgânicas. Ao retirar o cadinho, visualizou-se uma estrutura porosa branca de certa resistência mecânica. Estas partículas foram levadas ao porta-amostra, metalizadas e analisadas em MEV através da emissão de elétrons secundários, técnica esta que evidencia o contorno das estruturas.

Nas Tabelas 10 e 11 estão disponíveis os diferentes métodos utilizados quanto à temperatura e tempo de queima, polimerização e tipo de resfriamento. Quanto a este último parâmetro, a diferença entre o resfriamento rápido e o lento é que este primeiro ocorre quando, ao final das 3 horas, o material é retirado do forno e resfriado à temperatura ambiente. Por outro lado, o resfriamento lento é aquele que, ao terminar as 3 horas, o forno é desligado e o material é mantido no seu interior com a porta fechada até que se resfrie por completo.

Tabela 10 – Variáveis temperatura e tempo de queima, polimerização e tipo de resfriamento usados nos tratamentos térmicos para o compósito *Ice*[®].

<i>Ice</i> [®]	Não polimerizado	Polimerizado
Resfriamento Lento	600°C - 3h	600°C - 3h
Resfriamento Rápido	400°C - 3h	400°C - 3h

Tabela 11 - Variáveis temperatura e tempo de queima, polimerização e tipo de resfriamento usados nos tratamentos térmicos para o compósito *Point4*[®].

<i>Point 4</i> [®] Polimerizado	Resfriamento Lento	Resfriamento Rápido
Temperaturas	600°C - 3h	400°C - 3h
	500°C - 3h	

O critério para utilização destes diferentes parâmetros está esclarecido no item 4.1.2.1., onde a microestrutura observada foi discutida.

3.1.5. Análises Microestruturais Qualitativas em AFM

Para análise do material em AFM, foram utilizadas três amostras de cada material, que se diferenciam quanto ao preparo da superfície e que foram fabricadas da seguinte forma:

Com ajuda de uma espátula de metal, o compósito foi inserido em um molde de 20 x 20 x 3 mm. O material foi fotopolimerizado por 20 segundos de cada lado, conforme recomendações dos fabricantes dos materiais, utilizando o aparelho *Radii – SDI*. Após a remoção dos corpos-de-prova do molde, estes foram fotopolimerizados como um todo em ambos os lados.

No acabamento, as superfícies superior e inferior da amostra passaram por um processo de lixamento manual com lixas d'água umedecidas de granulação 400, 600 e 1200 (3M), sobre uma superfície lisa. Em seguida, as amostras foram polidas com a ajuda de um pano de polimento e suspensão de Alumina QM n° 1 (com granulometria de 1 µm) em água destilada, na concentração de 1:4, nesta ordem, utilizando uma politriz Prazis APL-4.

Com o objetivo de atacar a superfície da matriz polimérica e expor as partículas de carga, as amostras receberam tratamento com solução de ácido nítrico em água destilada durante 1 minuto em duas diluições diferentes:

- HNO₃ PA (concentrado) diluído a 50% em água destilada;
- HNO₃ PA (concentrado) diluído a 25% em água destilada.

Para controle, também se analisou um corpo-de-prova sem tratamento ácido.

3.2. Metodologia para os Ensaios

3.2.1. Análise Microestrutural Quantitativa

Para obter a densidade e as frações volumétricas dos materiais foi utilizado um picnômetro conforme mostra a Figura 28.



Figura 28 – Picnômetro sendo pesado na balança analítica de precisão *METTLER TOLEDO*.

O picnômetro é uma vidraria de grande precisão, na forma de um pequeno frasco com tampa. Tem como principal característica a garantia de manter o volume de material de preenchimento (líquido ou sólido e líquido) inalterável, isto é, o volume de material utilizado para preenchê-lo completamente é sempre o mesmo. É usado tanto para medir densidade de líquidos, como densidade de sólidos.

Partindo deste princípio, e com a ajuda de uma balança analítica de alta precisão *Mettler Toledo* modelo AB 204-S, com 10^{-4} g de precisão. Obtiveram-se os dados de densidade e frações volumétricas amostras (compósito e partículas do respectivo compósito) dos materiais utilizando os seguintes passos:

- 1 O picnômetro foi limpo com álcool;
- 2 Determinou-se a massa do picnômetro vazio, após secá-lo. Foi utilizado um pedaço de papel para segurar o picnômetro a fim de não contaminá-lo com gordura;

- 3 Adicionou-se água, em temperatura ambiente conhecida ($21 \pm 1^\circ\text{C}$), até preencher o picnômetro totalmente. Isto se torna necessário, para que, ao tampar o frasco, o excesso de água escorra pelo capilar e não haja formação de bolhas (isso acarretaria erro nos resultados). A fim de garantir a temperatura ambiente da água (equilíbrio térmico), houve uma espera de aproximadamente 15 minutos com o picnômetro mergulhado parcialmente num béquer com água destilada à temperatura ambiente. Em seguida, devidamente seco externamente, o conjunto picnômetro mais água foi pesado;
- 4 As amostras foram pesadas isoladamente;
- 5 A amostra foi inserida no interior do picnômetro e, este por sua vez, preenchido novamente com água destilada até completar a sua capacidade e, a partir daí, os passos foram seguidos de acordo com as instruções da etapa 3. O conjunto picnômetro, amostra e água foi pesado.
- 6 As amostras utilizadas foram os compósitos *Ice*[®] e *Point 4*[®] e suas respectivas partículas, obtidas seguindo os passos descritos no item 3.1.3.

Os dados foram obtidos de acordo com a Tabela 12:

Tabela 12 – Tabela da representação das grandezas necessárias para obtenção dos diferentes dados:

Grandeza	Representação
Massa do picnômetro vazio	m_{PV}
Massa (picnômetro + amostra)	m_{PA}
Massa da amostra	$m_A = (m_{PA}) - (m_{PV})$
Massa (picnômetro + água)	m_{PH_2O}
Massa da água	$m_{H_2O} = (m_{PH_2O}) - (m_{PV})$
Massa (picnômetro+amostra + água de preenchimento)	m_{total}
Massa da água de preenchimento	$m_{H_2Opreenchimento} = (m_{total}) - (m_{PA})$
Volume de água de preenchimento	$V_{H_2Opreenchimento} = \frac{m_{H_2Opreenchimento}}{d_{H_2Opreenchimento}}$
Volume da amostra	$V_A = (V_{H_2O}) - (V_{H_2Opreenchimento})$

Para determinar o volume, torna-se necessário o conhecimento da densidade da água destilada. Esta, por sua vez, sofre influência da temperatura, de acordo com a Tabela 13:

Tabela 13 – Variação da densidade absoluta da água em função da temperatura.

T/ °C	d/(g cm-3)	T/ °C	d/(g cm-3)
10	0,9997	20	0,998203
11	0,999605	21	0,997992
12	0,999498	22	0,99777
13	0,999377	23	0,997538
14	0,999244	24	0,997296
15	0,999099	25	0,997044
16	0,998943	26	0,996783
17	0,998774	27	0,996512
18	0,998595	28	0,996232
19	0,998405	29	0,995944

3.2.2. Análise Microestrutural Qualitativa

Um criterioso estudo foi feito a fim de caracterizar estes materiais quanto à forma, tamanho, dispersão das partículas e, também, uma noção das frações volumétricas, onde a matriz esteve presente. Muitas fotomicrografias em MEV são vistas em artigos científicos e catálogos de empresas, porém muitas vezes a escala não é revelada ou aumentos pequenos tornam as nanopartículas incapazes de serem vistas. O AFM também foi utilizado com este fim, porém, a falta de uma metodologia de caracterização destes materiais, exigiu um maior esmero para obtenção dessas imagens. Estas foram obtidas em parceria com um projeto de iniciação científica (que aluno João Miguel Giralde participou sob a orientação dos professores do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Fernando Luiz Bastian e Rossana Mara da Silva Moreira Thiré), onde a proposta foi desenvolver uma metodologia para caracterização de compósitos odontológicos restauradores em AFM.

A partir destas análises, foi possível entender os comportamentos mecânicos observados e com isso enriquecer a discussão das propriedades destes materiais.

3.2.2.1. MEV

A análise microestrutural utilizou o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) *JEOL JSM-6460LV* (Figura 29). Foram feitas fotomicrografias de imagens obtidas com elétrons secundários. A voltagem utilizada foi de 15 ou 20 KV, nos diferentes aumentos descritos no item 4.1.2.1..



Figura 29 - Equipamento *JEOL JSM-6460LV*.

3.2.2.2. AFM

O Microscópio de Força Atômica utilizado foi o *AFM* (Figura 30), *Topometrix* modelo *Accurex II*, já o método de operação foi contato intermitente ou *Tapping Mode* e as análises foram conduzidas em ar.



Figura 30 – AFM *Topometrix* modelo *Accurex II*.

3.2.3. Dureza

Para o ensaio de dureza, foram confeccionados três corpos-de-prova de cada material de acordo com os métodos descritos no item 3.1.1.. As medidas destes espécimes foram de 4 x 8 x 30 mm. A confecção dos três corpos-de-prova se fez necessária a fim de aumentar a variabilidade dos resultados e não viciar o resultado obtido apenas em uma técnica de fabricação, uma vez que sabemos que o tempo de polimerização e a intensidade de luz, dentre outros fatores, podem interferir nos resultados obtidos.

O tipo de microdureza escolhido foi da dureza Vickers e os ensaios foram realizados em um microdurômetro da marca *Ernest Leitz Wetzlar-Germany* – Figura 31.



Figura 31 - Microdurômetro Vickers

Neste ensaio, um diamante de base piramidal invertida (indentador), sob ação de uma carga, é pressionado de encontro ao material estudado, causando uma impressão (indentação) a qual é utilizada para calcular a dureza superficial do material. Neste ensaio, a carga utilizada foi de 25g e o tempo escolhido foi o de 30 segundos.

Cada indentação feita foi observada em microscópio óptico *Olympus BX60M*. As imagens das impressões de dureza, assim como a escala de tamanho foram fotografadas e arquivadas no computador através do programa *Snap*, pelo fato de não ser possível a visualização diretamente no microdurômetro. Com o auxílio do programa *Adobe Photoshop 5.0*, o comprimento das diagonais das impressões de dureza feitas puderam ser medidas, convertendo o tamanho de cada pixel em mm.

Para que se pudesse chegar aos valores reais de dureza, ao índice de dureza DPH ou HV, fez-se uso da Equação 1 a partir das diagonais previamente medidas.

$$DPH = \frac{2P \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}{L^2} = \frac{1,85P}{L^2} \quad \text{Equação (1)}$$

Onde: P = carga aplicada, Kg

L = comprimento das diagonais, mm

θ = ângulo entre as faces opostas do diamante = 136°

3.2.4. Desgaste Esfera sobre Placa

O ensaio de desgaste foi conduzido no equipamento (modelo/ fabricante *GENTEST /GENCOA*), ilustrado nas Figuras 32, 33 e 34. Este equipamento é constituído de um braço que por sua vez contém um contra-peso e um suporte de cargas. No braço, logo abaixo do suporte de cargas, está localizado o porta amostra. A esfera se posiciona sobre dois eixos de rolamento e entra em contato com a placa quando o braço é colocado na posição horizontal e sob ação da carga. A esfera rotaciona sobre o seu próprio eixo a uma velocidade de 50 voltas por minuto (Figura 34).

O equipamento ainda contém um marcador de ciclos digital e um botão de interrupção de ensaio utilizado em situações onde o teste não ocorre de maneira esperada ou adequada. Uma bomba peristáltica e um agitador magnético compõem juntamente com a máquina de desgaste o conjunto necessário para a realização dos ensaios. A bomba peristáltica transporta com o auxílio de um catéter médico a suspensão abrasiva até o conjunto esfera metálica/placa. Neste estudo, a suspensão abrasiva usada uma suspensão de pasta de dente.

Para cada teste executado, primeiramente faz-se o devido equilíbrio do braço para que nenhuma força a não ser a da carga utilizada interfira no ensaio. A placa é adequadamente fixada no porta-amostra devendo manter-se estática durante o ensaio. A esfera metálica é posta sobre os eixos de rolamento e o braço levado à posição horizontal para que a carga seja colocada no suporte. Assim, a placa entra em contato com a esfera e a bomba peristáltica junto com o agitador magnético é ligada para que a suspensão de pasta de dente seja gotejada no conjunto esfera/placa. A suspensão de pasta de dente foi liberada com um fluxo de aproximadamente 1ml/min. A carga utilizada foi de 32g – Figura 34.

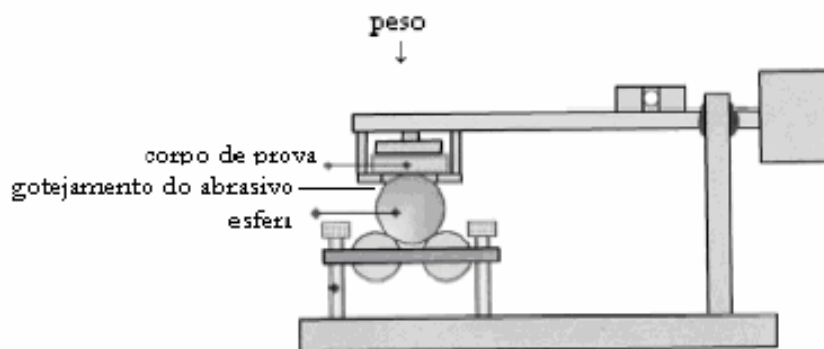


Figura 32 – Esquema do Funcionamento do Teste de desgaste esfera sobre placa.

Ao final de cada ensaio, a máquina pára automaticamente. Então, remove-se a carga, retira-se a placa e a esfera para as mesmas serem limpas com lenço de papel umedecido com álcool. A amostra foi também lavada em água corrente para remover excesso de abrasivo e, posteriormente, levada ao ultra-som imensa em água destilada.

As Figuras 33 e 34 referem-se ao equipamento de desgaste, sendo que a última é uma imagem do equipamento trabalhando no ensaio.

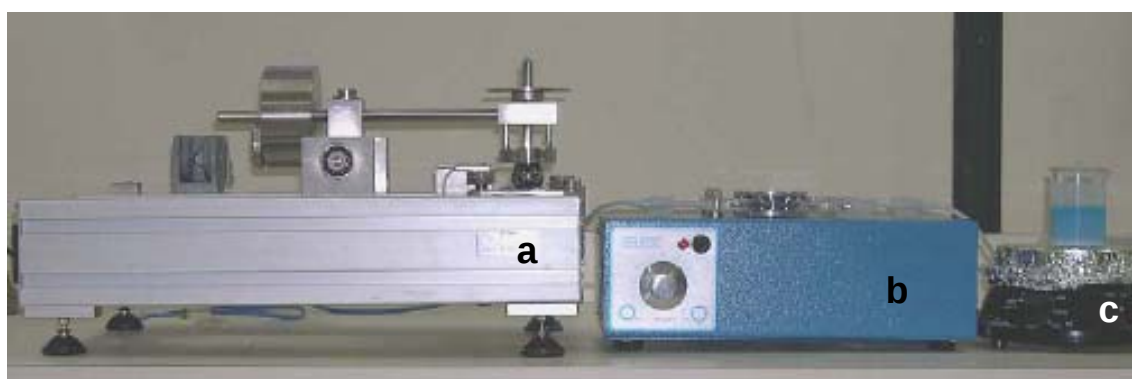


Figura 33 - Observa-se o equipamento *Gentest* (a) utilizado no teste de desgaste Esfera sobre Placa, a bomba peristáltica (b) que bombeia a suspensão abrasiva de pasta de dente durante o ensaio e o agitador magnético (c) cuja finalidade é de permitir que as partículas abrasivas da suspensão de pasta de dente não decantem no fundo do recipiente.



Figura 34 - Uma vista aproximada do equipamento *Gentest* permitindo melhor visualização da área do ensaio (observar o catéter que leva a suspensão abrasiva à esfera metálica que por sua vez se localiza em contato com o corpo de prova).

O creme dental *Colgate Máxima Proteção Anticáries* (Figura 35), considerado creme dental de média abrasividade (WANG, L., 2001), e água destilada eram pesados no interior de beckers e diluídos na proporção em peso de 1:2 (ISO, 1999), isto é, para cada 50g de creme dental eram utilizados 100g de água destilada. Para que esta suspensão não decantasse, o uso do agitador magnético se fez necessário durante todo o ensaio.



Figura 35 – Colgate Máxima Proteção Anticáries.

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.

Uma régua com escala de 1mm também foi fotografada no mesmo aumento, para que se pudesse obter as medidas das crateras posteriormente.

Determinação dimensional das crateras:

Para determinar o valor do diâmetro das crateras, as imagens fotográficas das mesmas e da régua foram passadas para o Programa Photoshop 5.0. Esse programa permite determinar o número de pixels existentes em uma determinada imagem. Dessa forma, primeiro determinou-se o número de pixels existentes na imagem da régua de 1mm e o número de pixels existentes nas crateras. Então sabendo quantos pixels existem em 1 mm, é só relacionar com o número de pixels encontrado em cada cratera analisada e determinar o diâmetro das mesmas em milímetros. De posse dos valores do diâmetro das crateras, pode-se determinar 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 2, 3, 4 e 5:

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

Onde:

h é a profundidade da cratera em cada ciclo (mm);

d é o diâmetro da cratera (mm);

R é o raio da esfera (15mm).

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

Onde:

V é o volume de material removido em cada ciclo (mm^3);

h é a profundidade da cratera em cada ciclo (mm);

d é o diâmetro da cratera (mm).

$$D = 2 \times \pi \times R \times N$$

Equação (4)

Onde:

D é a distância percorrida em cada ciclo (mm);

R é o raio da esfera (15mm);

N é o número de voltas em cada ciclo.

$$T = \frac{V}{Q \times D}$$

Equação (5)

Onde:

T é a taxa de desgaste

V é o volume de material removido em cada ciclo (mm^3);

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

D é a distância percorrida em cada ciclo (mm).

3.2.5. Resistência à Compressão

O ensaio de compressão foi realizado em uma máquina de ensaios universal *EMIC DL 10.000* (Figura 36), com velocidade do travessão de $1\text{mm}.\text{min}^{-1}$ e fundo de escala de 2.000 kgf. Foram ensaiados nove corpos-de-prova de cada material (Figura 37), os quais receberam aplicação de carga uniaxial compressiva.



Figura 36 – Máquina EMIC onde foram realizados os ensaios de Resistência à Compressão.

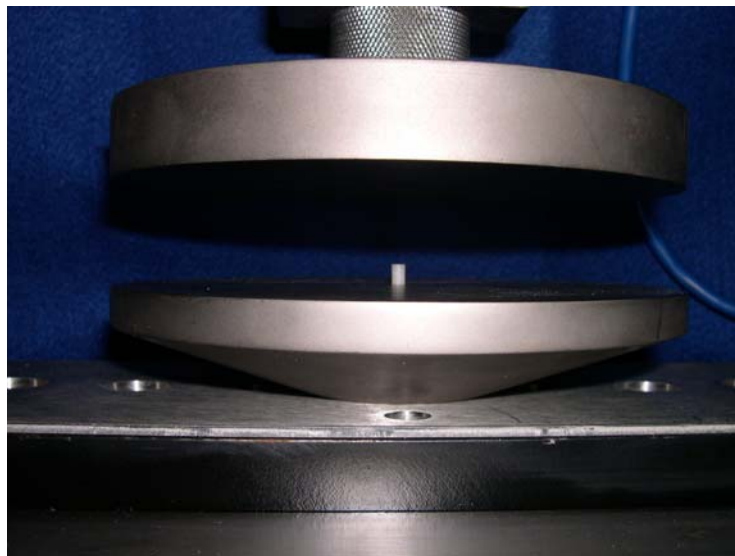


Figura 37 - O corpo de prova posicionado na máquina EMIC.

O cálculo para os valores de tensão compressiva (σ_c), módulo de elasticidade em compressão (E_c) e alongamento (ϵ_c), segundo a norma ANSI/ADA, Especificação N° 27-1993, é efetuado através das Equações 6, 7 e 8:

$$\sigma_c = \frac{F_c}{A_0} \quad \text{Equação (6)}$$

Onde:

σ_c é a tensão compressiva (MPa);

F_c é a carga máxima de fratura (N);

A_0 é a área original da seção transversal antes da aplicação da carga (mm²).

$$E_c = \frac{\sigma_c}{\varepsilon_c} \quad \text{Equação (7)}$$

Onde:

E_c é o módulo de elasticidade (GPa);

σ_c é a tensão compressiva (MPa);

ε_c é o alongamento do corpo-de-prova.

$$\varepsilon_c = \frac{\Delta l}{l_0} \quad \text{Equação}$$

(8)

Onde:

ε_c é o alongamento do corpo-de-prova.

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

l_0 é o comprimento inicial do corpo-de-prova (mm);

Os valores de módulo de elasticidade em compressão (E_c) foram calculados tomando como referência a deformação de 0,05 mm/mm.

3.2.6. Análise Estatística

Inicialmente, os resultados obtidos foram organizados em uma planilha com a ajuda do programa computacional *Excel 2000* da *Microsoft Office*. As médias e os desvios-padrão dos valores de cada grupo foram feitos.

Utilizando a ferramenta análise de dados deste mesmo *software*, a análise estatística de variância (ANOVA) foi realizada com um intervalo de confiança de 95%, ou seja, quando o valor p foi menor que 0,05, considerou-se que houve diferença entre os grupos analisados. As variáveis independentes foram os materiais *Ice*[®] e *Point 4*[®] e a variável dependente foi cada parâmetro em questão (densidade, frações volumétricas, dureza, resistência à compressão e desgaste).

4. Resultados e Discussão

4.1. Análise Microestrutural

4.1.1. Análise Microestrutural Quantitativa

Conhecendo as frações volumétricas das partículas e da matriz, a massa das fases do material e a densidade do compósito e das partículas, obteve-se a densidade da matriz através da lei das misturas direta de acordo com a Equação 9. Os valores obtidos estão discriminados na Tabela 14.

$$\rho_c = \rho_p v_p + \rho_m v_m \quad \text{Equação (9)}$$

Onde:

ρ_c é a densidade do compósito em g/cm³;

ρ_p é a densidade das partículas presentes no compósito em g/cm³;

ρ_m é a densidade da matriz do compósito em g/cm³;

v_p é a fração volumétrica das partículas no compósito;

v_m é a fração volumétrica da matriz do compósito.

Tabela 14 – Valores médios percentuais em peso e em volume de partículas presentes nos compósitos estudados, além de seu desvio padrão (DP) e valor p. Estão registrados também os dados fornecidos pelos fabricantes.

Material	Percentual em peso (experimental)	DP	Percentual em peso (fabricante)	Percentual volumétrico (experimental)	DP	Percentual volumétrico (fabricante)
<i>Ice</i> [®]	75,30	0,11	77,5	58,25	5,37	61,0
<i>Point 4</i> [®]	71,96	0,25	77,0	54,48	0,41	59,0
Valor-p [*]	2,92 x 10 ⁻⁵			0,292		

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

A diferença estatística ocorre apenas nas frações em peso das partículas nos diferentes materiais. Isto ocorre devido à diferença tanto da densidade destes componentes inorgânicos - Tabela 15 - quanto das frações volumétricas presentes. Embora não haja diferença estatística, numericamente os dados de frações volumétricas de partículas são maiores para o compósito *Ice*[®]. O fato do desvio padrão do *Ice*[®] ser pouco maior que 5, explica porque a diferença de aproximadamente 4 pontos percentuais entre os materiais estudados não representou diferença estatística para este parâmetro, enquanto que para o parâmetro de percentual em peso a diferença entre os dois materiais foi a mesma (4 pontos percentuais aproximadamente) e o desvio padrão menor, resultando em diferença estatística entre as amostras analisadas. Os valores de porcentagem em peso e volume fornecidos pelos fabricantes diferem um pouco dos dados obtidos nos experimentos. A maior discrepância diz respeito à porcentagem em peso das partículas encontradas no compósito *Point 4*[®], cuja diferença é de 5,04% com o valor fornecido no catálogo do fabricante. Isto pode ser atribuído à diferença do lote analisado, uma vez que o desvio padrão para este experimento foi de apenas 0,25, o que demonstra a homogeneidade da experiência. Apesar de não haver diferença significativa nas frações volumétricas das partículas, o compósito *Ice*[®] apresenta um maior volume de partículas de carga quando comparado ao compósito *Point 4*[®].

Tabela 15 - Valores de média de densidade dos compósitos estudados $d_c(\text{g/cm}^3)$, de suas partículas $d_{\text{part}}(\text{g/cm}^3)$ e de suas matrizes $d_{\text{mat}}(\text{g/cm}^3)$.

Material	$d_c(\text{g/cm}^3)$	$d_{\text{part}}(\text{g/cm}^3)$	$D_{\text{matriz}}(\text{g/cm}^3)$
<i>Ice</i> [®]	2,01	2,60	1,20
<i>Point 4</i> [®]	1,98	2,61	1,22
Valor p [*]	0,63	0,93	0,93

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

Quanto à densidade dos materiais não há diferença estatística. Ambos possuem densidade em torno de 2g/cm^3 .

4.1.2. Análise Microestrutural Qualitativa

Um criterioso estudo foi feito a fim de caracterizar estes materiais quanto à forma, tamanho e dispersão das partículas. Muitas fotomicrografias em MEV são vistas em artigos científicos e catálogos de empresas, porém muitas vezes a escala não é revelada ou aumentos pequenos tornam as nanopartículas incapazes de serem vistas. O Microscópio de Força Atômica (AFM) também foi utilizado com este fim. Porém, a falta de uma metodologia de caracterização destes materiais dificultou a obtenção dos resultados, embora tenham sido obtidas imagens satisfatórias.

Em função dos grandes aumentos utilizados e também da característica química dos materiais, não foi possível isolar, através de programas de tratamentos de imagens, as partículas da fase matriz a fim de quantificar estes componentes, pois a diferença de tons de cinzas entre estas fases era muito sutil. Já na análise apenas das partículas, o que se via era uma partícula sobre a outra e, por esta razão, a delimitação destas estava comprometida. Porém, a análise qualitativa já mostra muito do material. A escala de tamanho está presente e diversas imagens foram feitas e mostradas neste estudo, de maneira que possa ser identificável por critérios qualitativos, como forma, distribuição e até tamanho médio.

4.1.2.1. MEV

O compósito *Ice*[®], ilustrado na Figura 38, possui partículas irregulares. Através destas imagens é possível verificar a distribuição do tamanho das partículas em três grupos, dos quais dois perfazem os extremos: um em torno de 1-2 μm e outro com partículas em escala nanométrica (até 200 nm). O terceiro figura como intermediário, contendo partículas de aproximadamente 0,5 μm e que constitui o grupo de maior representação. Estes componentes distribuem-se regularmente, de modo que as partículas menores estão localizadas entre as maiores.

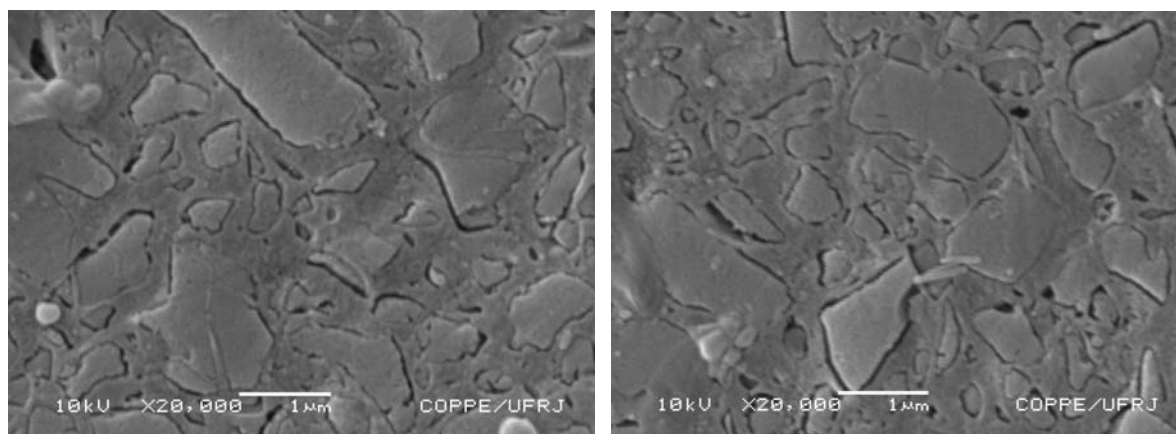


Figura 38 – Fotomicrografias (MEV) do compósito *Ice*® polimerizado após lixamento, polimento e tratamento com saliva artificial.

A visualização das partículas não foi tão facilmente obtida nas fotomicrografias do compósito *Point 4*® - Figura 39. Constatou-se esta dificuldade em todas as análises em MEV deste material, quando comparado ao compósito *Ice*®. Observou-se partículas mais regulares, com uma tendência de ter suas dimensões semelhantes em todas as direções, não prevalecendo, na maioria das vezes, um eixo sobre outro.

Qualitativamente, pode-se observar que este material possui as suas maiores partículas em torno de 0,8 μm . Porém, a maior parte da sua fase de reforço é composta de partículas com 0,5 μm de tamanho aproximadamente, embora sejam notadas imagens que sugerem partículas muito pequenas (até 200 μm), e, em alguns campos, é possível verificar imagens sugestivas de pequenos aglomerados de partículas menores. A sutil diferença de propriedades mecânicas encontradas entre os materiais estudados pode ser relacionada ao fato de que o material *Point 4*® apresenta alguns aglomerados de partículas, e, segundo LIM *et al.* (2003), o agrupamento em cachos das partículas de preenchimento é um dos fatores prejudiciais ao desempenho de compósitos reforçados por partículas. Este agrupamento pode ser gerado durante o processamento do material e estes aglomerados formam uma ligação fraca entre a partícula e a matriz.

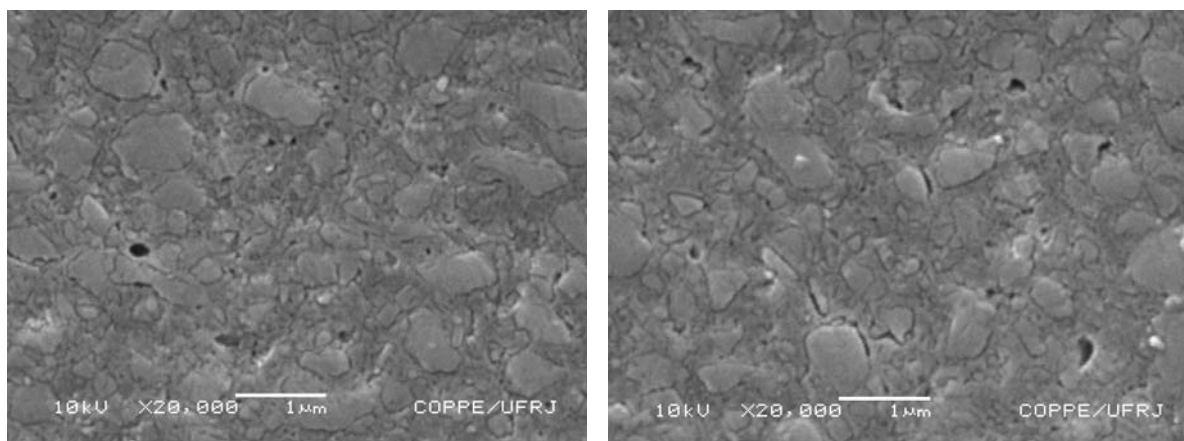


Figura 39 – Fotomicrografias (MEV) do compósito *Point 4*[®].

Um compósito particulado mecanicamente resistente, dentre outros critérios, deve possuir uma fração volumétrica da fase de reforço tanto maior quanto possível. O papel das partículas menores é melhorar a transferência de esforços que ocorre na interface entre a matriz resinosa e a partícula, pois a área de superfície é tanto maior quanto menor forem as partículas, para um mesmo volume analisado. Mas, para que a transferência de esforços ocorra de maneira eficiente, é necessário que as partículas estejam envolvidas pela matriz, ou seja, estejam uniformemente dispersas na matriz.

Esta análise dos compósitos com a presença da fase matriz permite a visualização apenas da seção do material, que, embora comprove a representação da microestrutura, impede de visualização do arranjo tridimensional das partículas.

A fim de resolver esta deficiência, optou-se por remover a matriz orgânica dos materiais compósitos a partir de um tratamento térmico, onde toda a fase polimérica foi queimada. Seguindo a metodologia adotada por MAYWORM (2005), para calcular a densidade e as frações volumétricas das fases dos compósitos restauradores odontológicos, a queima foi feita a 600°C. Uma vez atingida esta temperatura, os materiais permanecerem neste patamar térmico por 3h e em seguida o forno foi desligado, o material foi resfriado lentamente no interior do forno fechado e retirado apenas no dia seguinte.

O produto resultante deste tratamento térmico são as partículas inorgânicas. Ao retirar o cadinho já resfriado do interior do forno, visualizou-se uma estrutura porosa branca de certa resistência mecânica. Estas partículas foram levadas ao porta-amostra, metalizadas e analisadas em MEV através da emissão de elétrons secundários, técnica esta que evidencia o contorno das estruturas.

Ice[®]

A técnica de eliminação da matriz orgânica, através de tratamento térmico preservando o arranjo espacial das partículas inorgânicas, permite uma visualização tridimensional da fase dispersa do material. Na Figura 40 é possível observar a estrutura nanohíbrida deste material, composto por partículas em escala nanométrica localizadas entre as partículas de maior tamanho. As partículas menores possuem formato aproximadamente equiaxial enquanto as partículas maiores são irregulares e em forma de placas. Também pode-se observar nas Figuras 40 e 41 o aspecto liso destas partículas maiores. Na Figura 41 é ainda mais evidente a escala nanométrica das partículas de distribuição de tamanho menor.

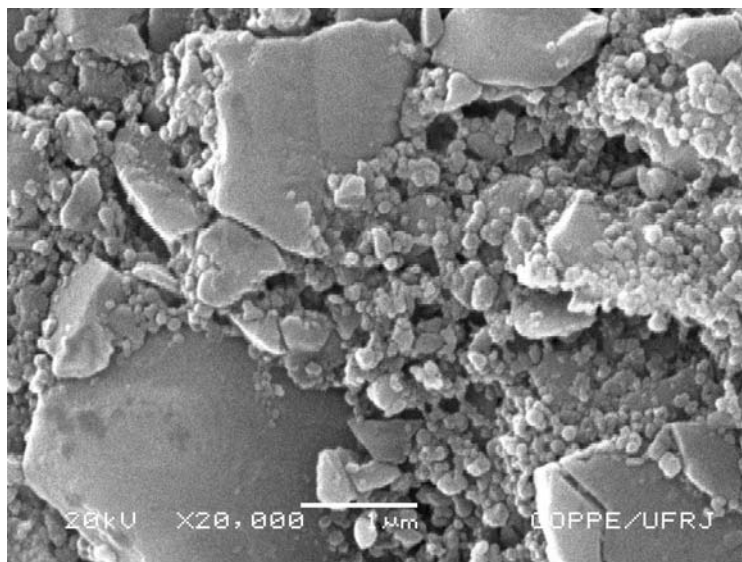


Figura 40 – Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*[®] que foi fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 600°C durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica.

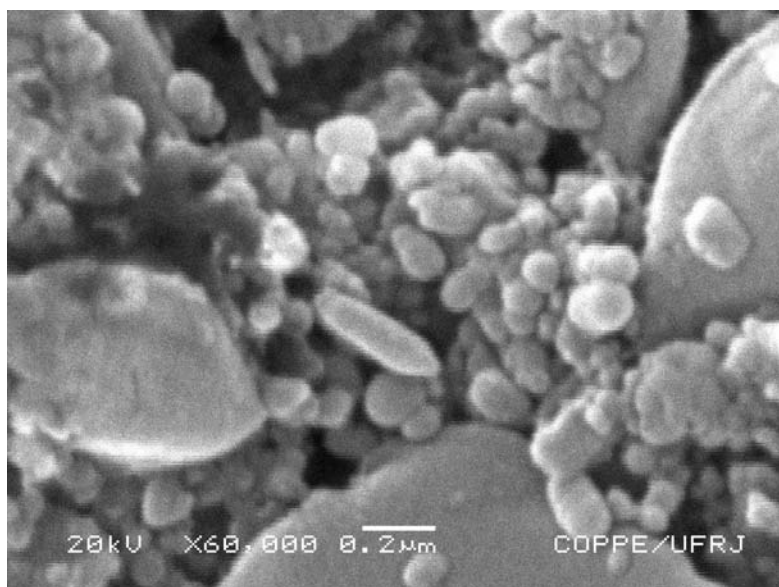


Figura 41 - Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*[®] que foi fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 600°C durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica.

O tratamento térmico do compósito *Ice*[®] polimerizado e tratado a 600 °C revelou partículas irregulares com traços de fratura, conforme pode ser observado na Figura 40. Partindo da hipótese de que as partículas maiores pudessem sofrer trincas resultantes da contração de fotopolimerização, optou-se por realizar a queima sem fotopolimerizar o material. A Figura 42 revela imagens sugestivas de trincas (ver indicações), embora a grande quantidade de partículas nanométricas sobre as partículas maiores dificulte a visualização e a comprovação desta hipótese. Somado a isso, sabe-se que as trincas também podem ocorrer durante o processo de mistura dos componentes do compósito. Portanto, a origem destas trincas deve ser alvo de futuras pesquisas.

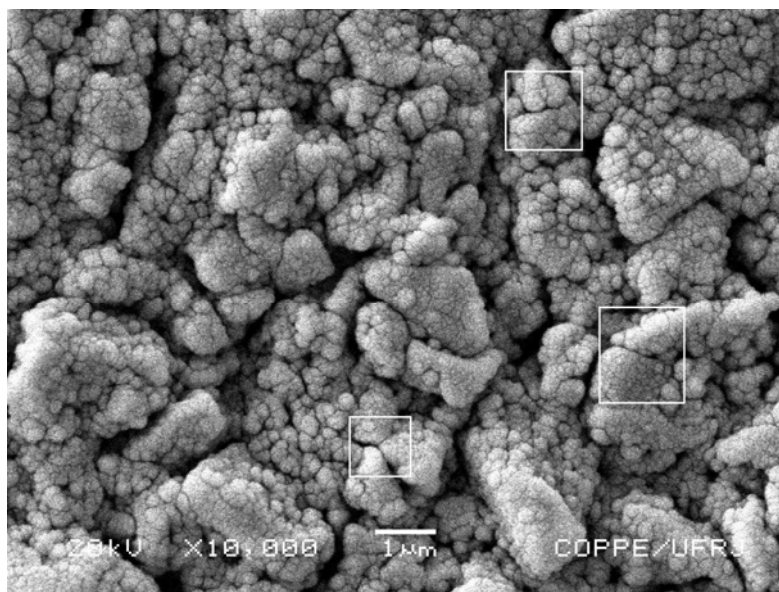


Figura 42 – Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*[®] que, sem passar pela etapa de fotopolimerização, foi diretamente tratado termicamente a 600°C durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica.

Materiais inorgânicos (vidros e cerâmicas) têm temperaturas de início de sinterização que variam de 750°C a 1300°C. Termodinamicamente, sabe-se que pós são instáveis devido à grande área superficial. No caso de partículas nanométricas, são adotadas energias superficiais diferentes das convencionais, pois ocorre diferente arranjo atômico local na superfície. Cineticamente, a sinterização de partículas nanométricas é significativamente melhorada, o que acarreta na redução das temperaturas de sinterização se comparadas a dos pós convencionais (GROZA, 1999; KUANG, 1997).

Espera-se assim que ocorra rápida difusão superficial nos estágios iniciais da sinterização, pois menores energias de ativação que a difusão convencional são observadas (WANG, 2006).

Algumas imagens obtidas no tratamento térmico do compósito *Ice*[®] levaram ao questionamento se a temperatura de 600°C poderia ter pré-sinterizado suas partículas. Na Figura 43, é possível observar aglomerados de partículas pequenas sugestivas de marcas de pré-sinterização, que é caracterizada por rearranjo das partículas e ligações fortes ou pescoço nos pontos de contato.

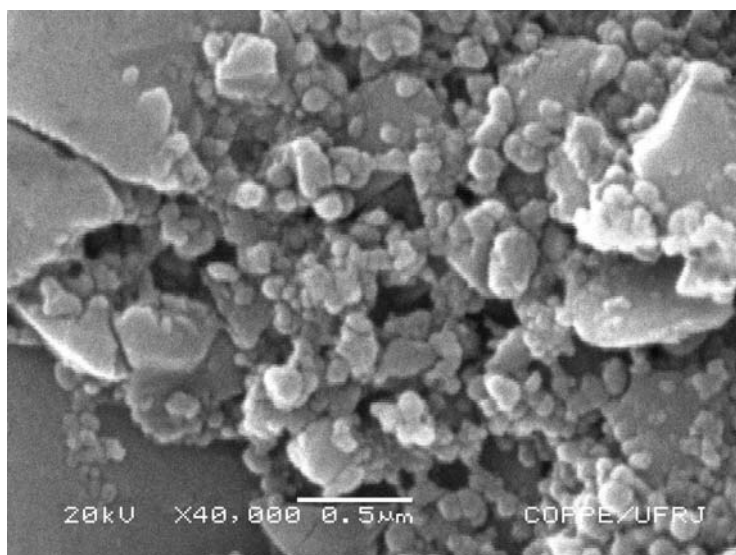


Figura 43 – Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*[®] que foi fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 600°C durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica.

Qualquer descaracterização da fase dispersa tornaria esta análise duvidosa, uma vez que o objetivo da eliminação da fase contínua é o de permitir a visualização completa das partículas. Com a finalidade de evitar este rearranjo irreversível, queimas em temperaturas mais baixas foram feitas e o fator temperatura/tempo mínimo para eliminação de toda a matéria orgânica do material foi o alvo desta etapa da pesquisa.

Nas Figuras 44 e 45 é possível observar a microestrutura do material *Ice*[®] com suas partículas nanométricas mais bem dispersas. Observam-se partículas individualizadas, especialmente sobre as partículas maiores. O resfriamento foi rápido e retirou-se o cadinho do interior do forno ao completar 3h de queima a 400°C. Além disso, pode-se observar que a superfície das partículas irregulares possui uma textura compatível com a estrutura policristalina do material, caracterizada por uma imagem trincada referente aos contornos de grão. Quando o tratamento ocorreu a 600°C, estas partículas se apresentaram com a superfície extremamente lisa, que condiz com mais um efeito térmico de difusão, comprovando a tese de que a queima a 400°C foi mais adequada para caracterização da fase inorgânica deste compósito.

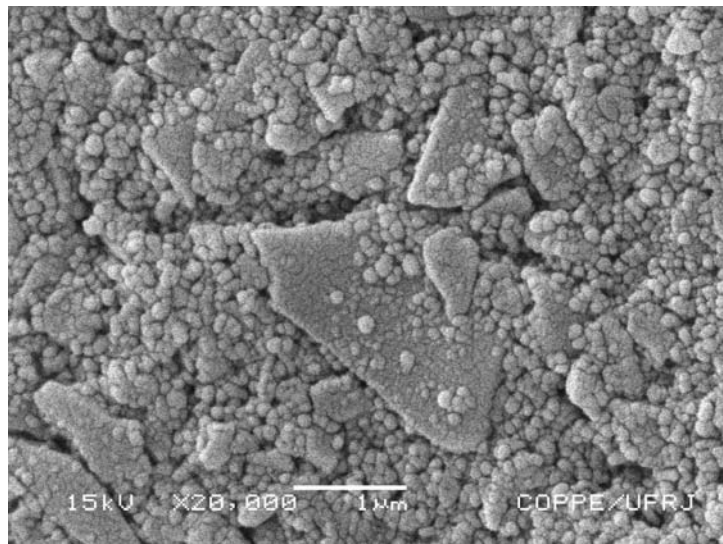


Figura 44 – Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*® que, sem passar pela etapa de fotopolimerização, foi diretamente tratado termicamente a 400°C durante 3h e resfriado rapidamente a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica.

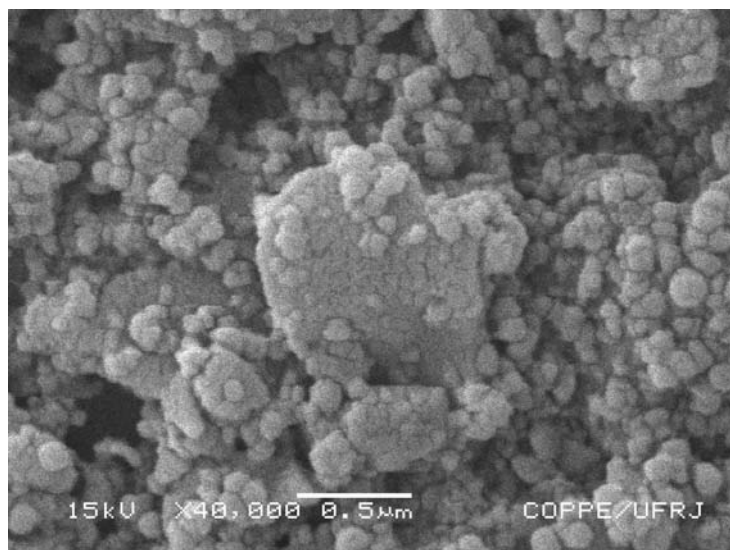


Figura 45 - Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Ice*® que foi fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 400°C durante 3h e resfriado rapidamente a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica.

A confirmação deste relevo se deu na Figura 46, onde depois do ataque superficial com saliva artificial, descrito no item 3.1.4., e com um aumento de 30.000 vezes foi possível observar que a textura na superfície das partículas maiores também ocorre na presença da matriz polimérica, ou seja, sem nenhum tratamento térmico prévio. Neste caso, a observação desta textura se dá na seção destas partículas maiores,

pois estas receberam lixamento e polimento. Naquelas partículas tratadas termicamente a 400°C não houve lixamento, sendo o relevo observado característica da superfície das partículas maiores. Conclui-se que as partículas maiores possuem uma textura característica e que se trata da estrutura policristalina das partículas de formato irregular, pois se repete também nas seções destas visualizadas em diferentes campos.

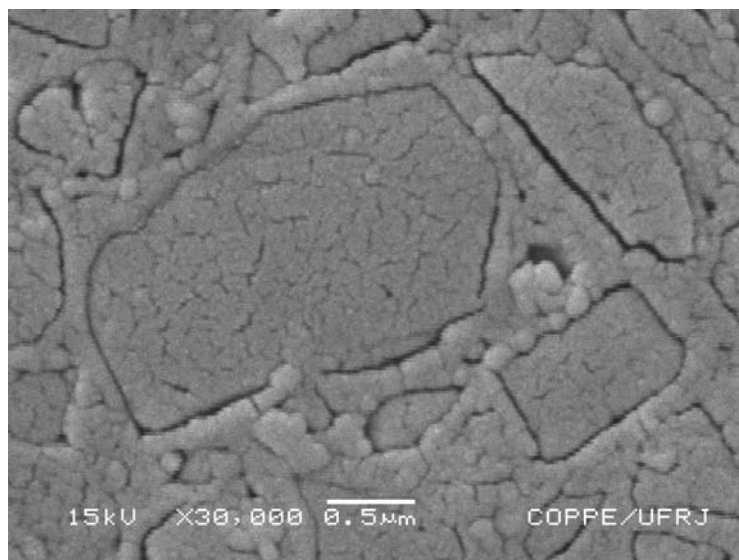


Figura 46 – Fotomicrografias em MEV do compósito *Ice*[®] polimerizado após lixamento, polimento e tratamento com saliva artificial.

Para tentar solucionar o problema da falta de contraste de tons de cinza, optou-se por fazer a análise em MEV mudando a técnica de emissão de elétrons: de elétrons secundários (que evidencia o contorno das estruturas) para elétrons retroespalhados, pois tal técnica indica diferenças composicionais na região ionizada do material fornecendo tons de cinza diferentes para diferentes composições químicas. Sendo assim, estes materiais bifásicos estariam bem representados e o *software* que trata as imagens conseguiria delimitar estas partículas pela diferença de tonalidade. Os corpos-de-prova foram os mesmos que ficaram imersos em saliva artificial e ambos os materiais foram analisados.

A Figura 47 ilustra as imagens do compósito *Ice*[®] pela técnica dos elétrons retroespalhados.

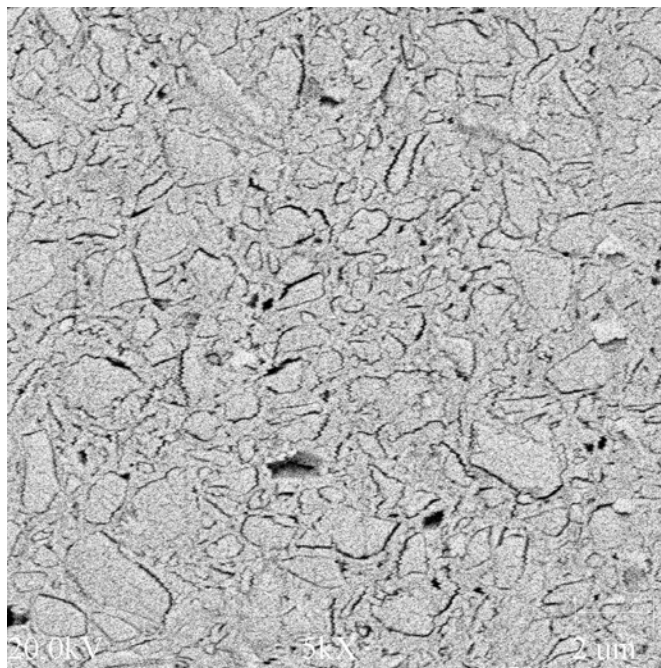


Figura 47 – Fotomicrografias em MEV do compósito *Ice*[®] polimerizado após lixamento, polimento e tratamento com saliva artificial, aumento de 5.000 vezes e 20 KV com a técnica dos elétrons retroespalhados.

Pela Figura 47, vemos que o material não correspondeu às expectativas. O contraste continuou ruim e então, para este estudo não foi possível a quantificação da distribuição de tamanho de partículas.

***Point 4*[®]**

Seguindo a mesma metodologia aplicada aos corpos-de-prova do material *Ice*[®] e descrita sucintamente nas legendas das figuras, é possível observar nas Figuras 48 e 49 que o tratamento térmico a 600°C evidenciou claramente marcas de início de sinterização. As partículas encontram-se pouco definidas e com pontos de contato aumentados entre elas caracterizando os pescoços típicos da pré-sinterização.

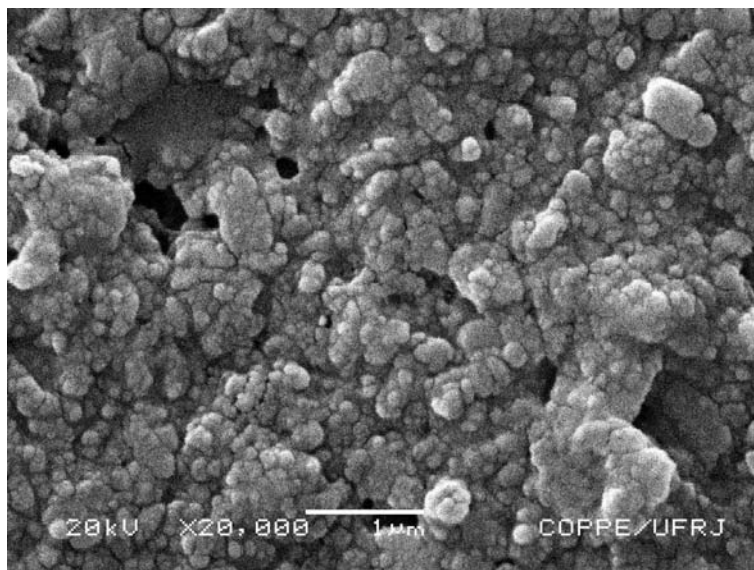


Figura 48 - Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Point 4*[®] que foi fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 600°C durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica (imagem sugestiva de fase inicial de sinterização do material inorgânico).

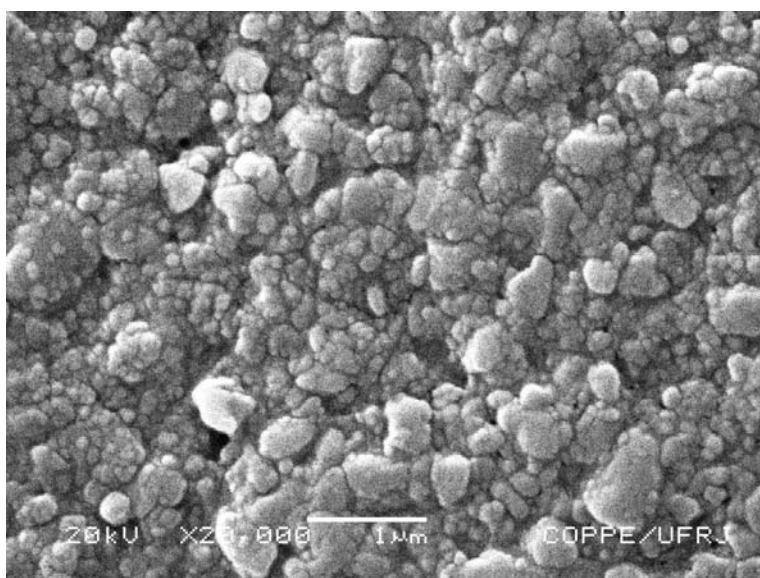


Figura 49 - Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Point 4*[®] que foi fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 600°C durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica (imagem sugestiva de fase inicial de sinterização do material inorgânico).

Como houve claramente a suspeita de sinterização no material *Point 4*[®], optou-se pela queima em uma temperatura mais baixa (500°C) e manteve-se o resfriamento lento no interior do forno. É possível observar na Figura 50 que as imagens sugestivas de estágios iniciais da sinterização mantiveram-se.

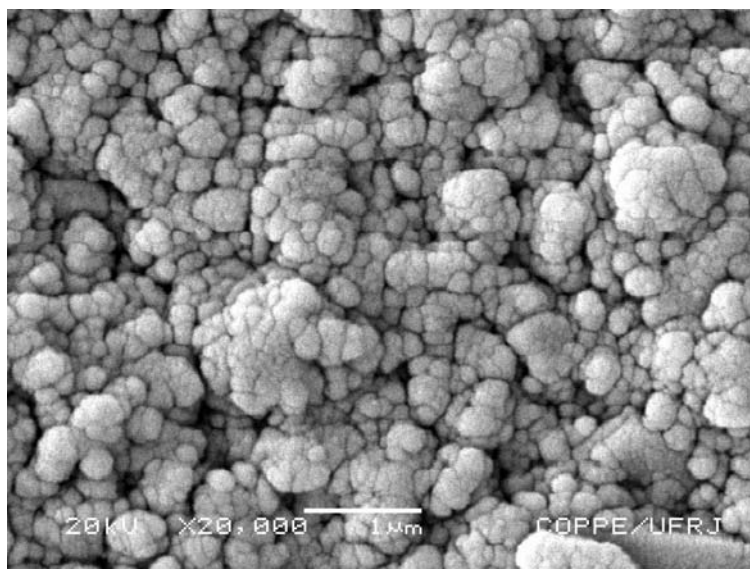


Figura 50 - Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Point 4*[®] que foi fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 500°C durante 3h e resfriado lentamente (dentro do forno) a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica (imagem sugestiva de fase inicial de sinterização do material inorgânico). A região fotografada corresponde à seção de fratura (trinca) do corpo de prova

Partindo deste achado, foi realizada a queima a 400°C, e o resfriamento, que nas queimas anteriores foi lento, passou a ser rápido com a retirada do cadinho imediatamente após findas as três horas à temperatura estipulada de 400°C. Na Figura 51 é possível observar que o material apresenta suas partículas isoladas e algumas aglomeradas, típicas destes compósitos, porém não há indícios de sinterização como o empescoamento das partículas, pois suas delimitações são evidentes; o espaço ocupado pela matriz foi transformado em vazio, as partículas menores estão bem definidas e é possível visualizar partículas em escala nanométrica. As maiores partículas deste material estão próximas de 700nm e, portanto, menores que as maiores partículas do material *Ice*[®].

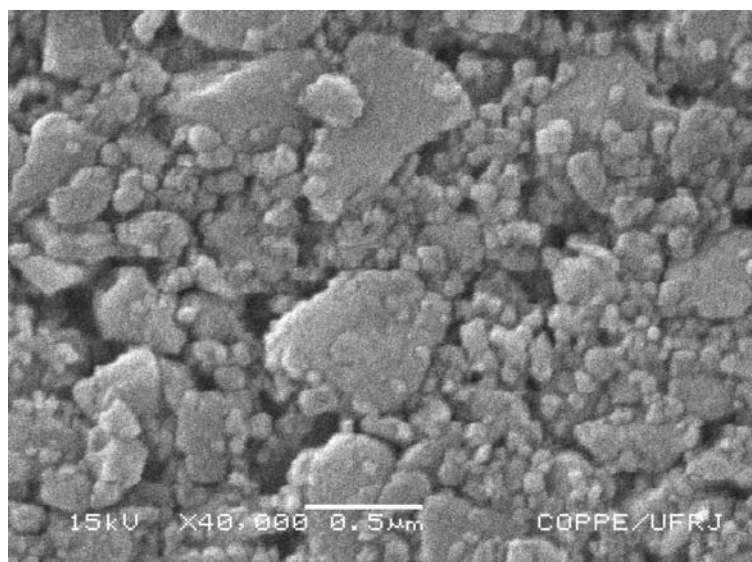


Figura 51 - Fotomicrografia em MEV das partículas do compósito *Point 4*[®] que foi fotopolimerizado e em seguida tratado termicamente a 400°C durante 3h e resfriado rapidamente a fim de eliminar totalmente a matriz orgânica.

Pela Figura 52 vemos que o material *Point 4*[®], quando analisado pela técnica de elétrons retroespalhados também não correspondeu às expectativas. O contraste continuou ruim e então, para este estudo, não foi possível a quantificação da distribuição de tamanho de partículas.

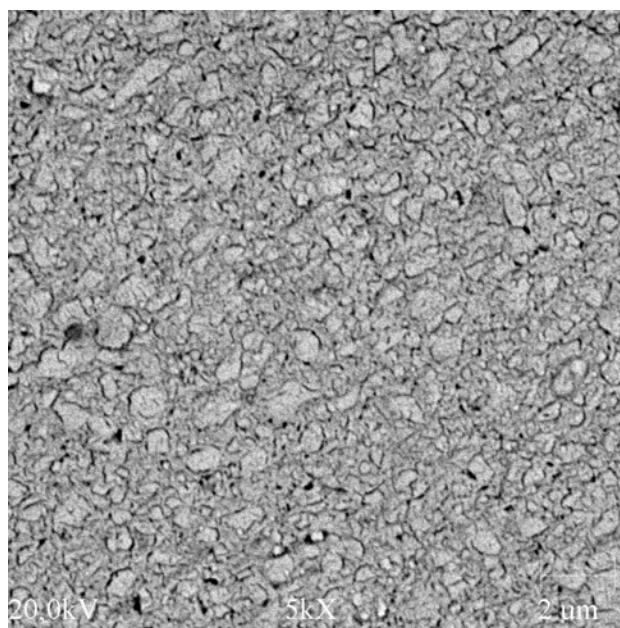


Figura 52 – Fotomicrografias em MEV do compósito *Point 4*[®] polimerizado após lixamento, polimento e tratamento com saliva artificial, aumento de 5.000 vezes e 20 KV com a técnica dos elétrons retroespalhados.

4.1.2.2. AFM

Partindo do princípio de que não havia uma metodologia definida para análise em AFM de Compósitos Restauradores Odontológicos, o ponto de partida escolhido para iniciar esta fase foi a Dissertação de Mestrado de MAYWORM (2005). Segundo MAYWORM (2005), dentre as análises realizadas, aquelas que apresentaram melhores resultados foram as amostras que sofreram ataque químico com HNO_3 . A teoria é que esta solução ataca a fase orgânica do material e assim, expõe as partículas, ou seja, a mesma degradação que ocorre com a utilização da saliva artificial, porém o tratamento com ácido nítrico (HNO_3) tende a ser mais eficiente, pois o resultado é imediato.

A partir daí, resolveu-se usar três diluições diferentes porque as partículas presentes nos materiais estudados são muito refinadas e um ataque ácido muito intenso removeria as partículas menores e poderia descaracterizar a sua microestrutura.

Os corpos-de-prova receberam tratamento superficial químico em diluições de HNO_3 conforme descrito no item 3.1.5., além de um corpo-de-prova sem tratamento ácido (Figura 53).

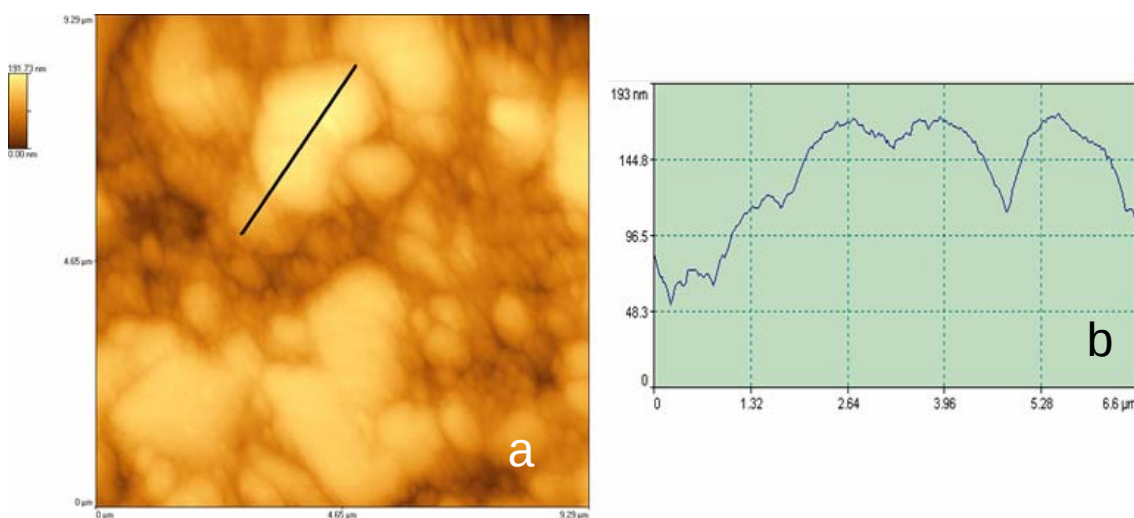


Figura 53 – (a) - Imagem topográfica de AFM da superfície do compósito *Ice*® polido e sem tratamento ácido; (b) – Gráfico da seção transversal correspondente à região sinalizada em (a).

Pelo gráfico da seção transversal (Figura 53), é possível observar que a imagem sugestiva de uma partícula grande, trata-se, na verdade, de aglomerados de partículas

pequenas. Pode-se concluir que, para o material *Ice*[®], a análise com ausência de tratamento superficial químico não favorece a visualização da microestrutura bifásica do material compósito em questão. As partículas inorgânicas ficam em um plano próximo ao da matriz e, por esta razão, não são evidenciadas. A imagem da Figura 53 não é condizente com o que se observou claramente em MEV.

Partindo desta afirmativa, optou-se pelo uso do HNO₃ em duas diluições distintas. A Figura 54 corresponde à análise deste mesmo material após tratamento químico a 25% de diluição.

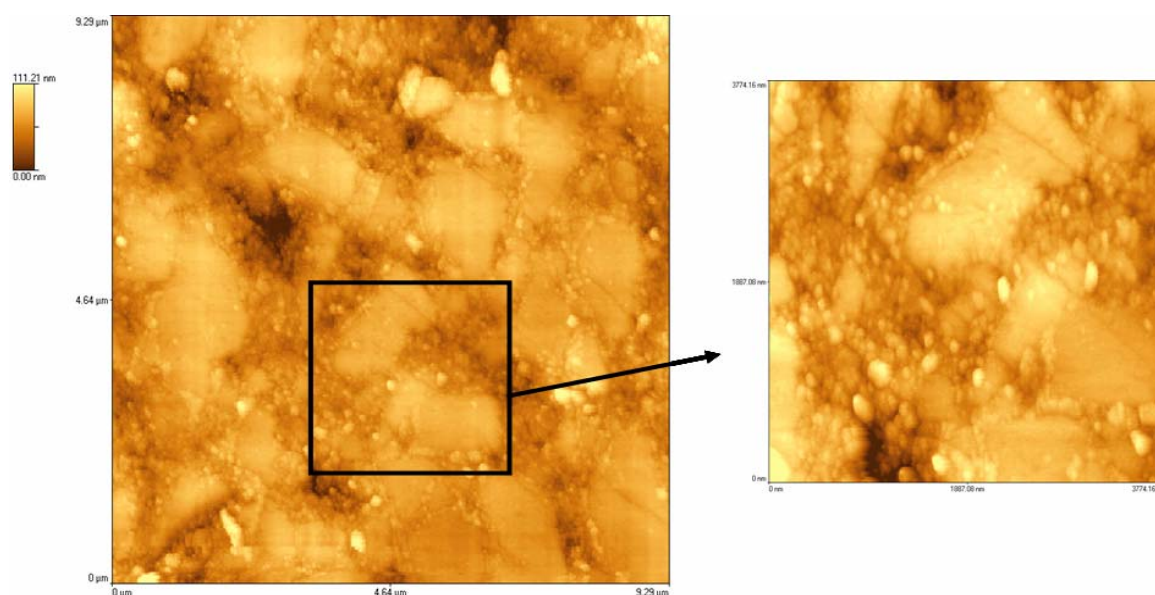


Figura 54 - Imagens topográficas de AFM da superfície do compósito *Ice*[®] polido e tratado com HNO₃ P.A. diluído a 25%. A área aumentada possui 3,8 μm de cada lado.

Nesta etapa a visualização foi mais bem sucedida. Ficou claro que, assim como a caracterização em MEV, na Figura 54, vê-se partículas maiores irregulares e, entre estas, partículas nanométricas. Através de cálculos utilizando o *software* do AFM, as partículas puderam ser medidas e as nanométricas (esferoidais) apresentaram o tamanho médio de aproximadamente 60 nm de diâmetro.

Apesar do resultado satisfatório das amostras condicionadas com ácido a 25%, ainda restavam as amostras de 50% de diluição para serem analisadas. Na Figura 55, encontra-se a amostra que foi tratada com esta última diluição:

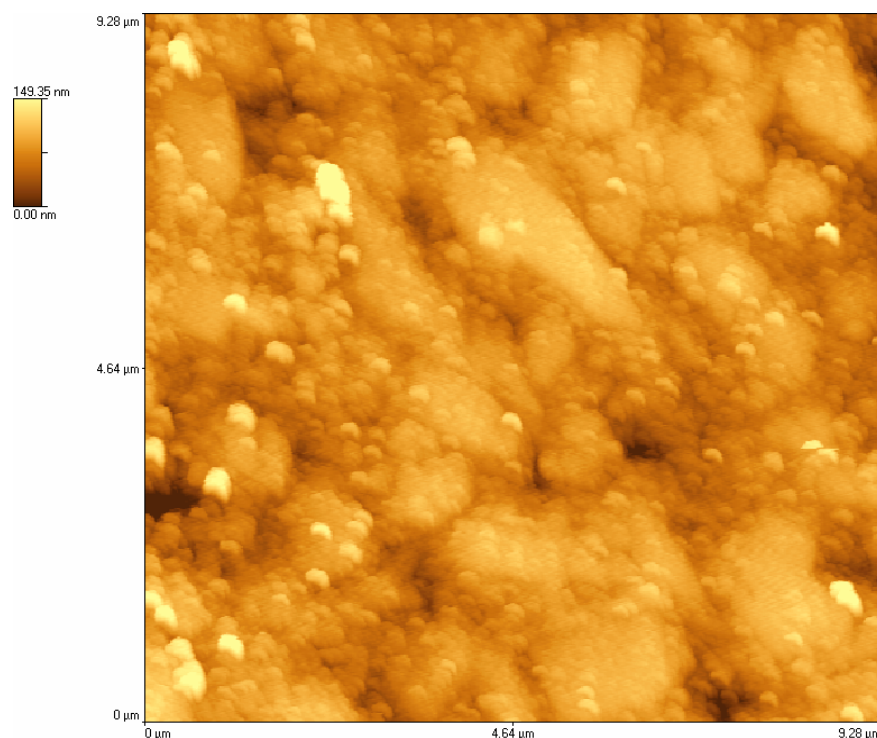


Figura 55 - Imagem topográfica de AFM da superfície do compósito *Ice*[®] polido e tratado com HNO₃ P.A. diluído a 50%.

Conforme pode ser visto, comparando a imagem da Figura 54 com a Figura 55, esta apresenta muitas partículas soltas em sua superfície. Sugestivamente, trata-se de partículas inorgânicas e poliméricas, resultantes da degradação excessiva da matriz pelo ácido e resistentes à lavagem com água destilada realizada subsequente ao ataque.

Para o material *Point 4*[®] (Figuras 56, 57 e 58) foi seguida a mesma metodologia adotada para o material *Ice*[®].

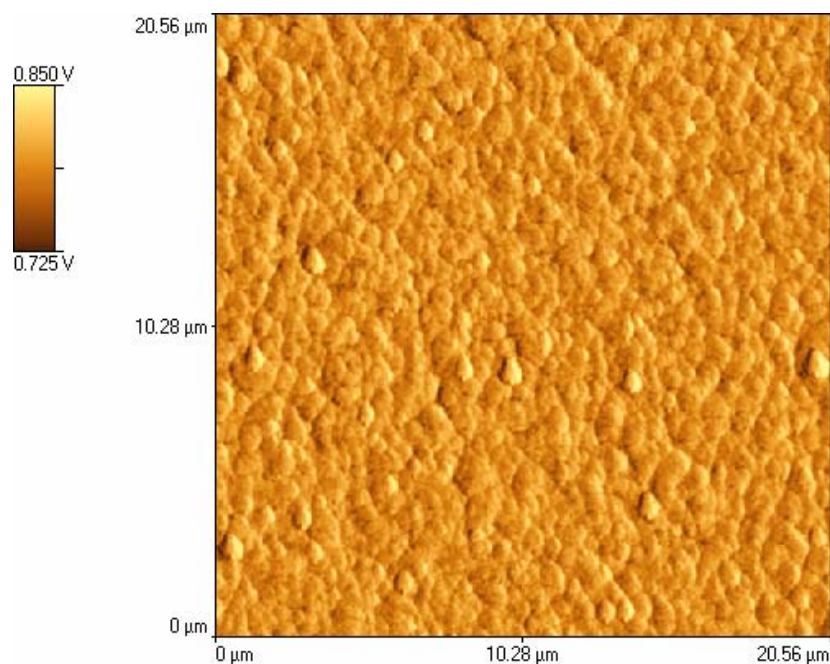


Figura 56 – Imagem de contraste de fase em AFM da superfície do compósito *Point 4*[®] polido e sem tratamento ácido.

Conforme pode ser notado, o material *Point 4*[®] apresenta partículas esferoidais e menores que o *Ice*[®]. O primeiro tem uma distribuição de tamanho de partículas mais estreita quando comparada com o outro compósito em estudo. A Figura 56 acima fornece uma visão da microestrutura do material, embora não esteja evidenciando claramente as partículas nanométricas.

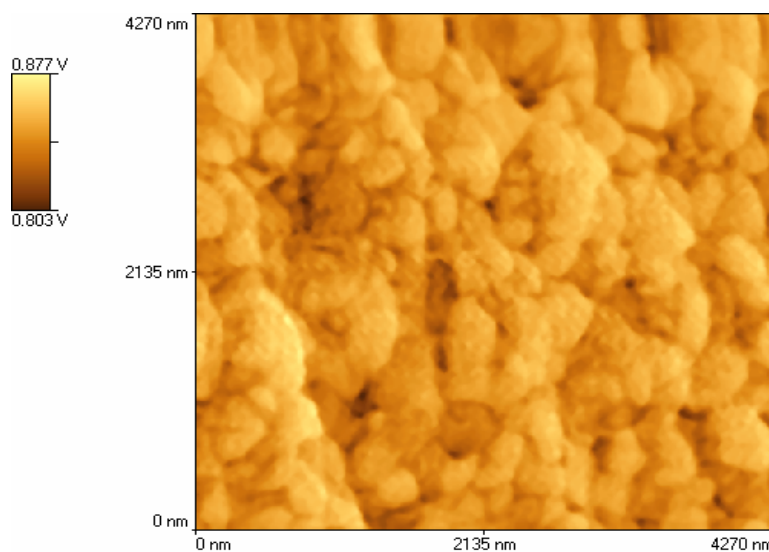


Figura 57- Imagem de contraste de fase em AFM da superfície do compósito *Point 4*[®] polido e tratado com HNO₃ P.A. diluído a 25%.

A Figura 57 diz respeito a um aumento maior que o da figura anterior a esta. Com o tratamento ácido a 25%, houve degradação da matriz polimérica, expondo a fase inorgânica. As partículas de diversos tamanhos são evidentes e a caracterização desta imagem condiz com o visualizado em imagens de MEV (vide item 4.1.2.1.)

Observa-se que nas imagens de contraste de fase há partículas mais claras e mais escuras (Figura 58). Sugere-se que o ataque ácido a 50% tenha sido muito forte e, por isso, tenha degradado também a camada polimérica subsequente. Seguindo este raciocínio, as partículas mais escuras poderiam representar as cargas inorgânicas soltas, sem polímero, enquanto que as partículas mais claras representariam a camada inferior rica em polímero. Esta metodologia é assim indicada para caracterização da microestrutura dos compósitos restauradores odontológicos, pois ataca demasiadamente, degradando uma profundidade de matriz suficiente para desprender as partículas mais superficiais.

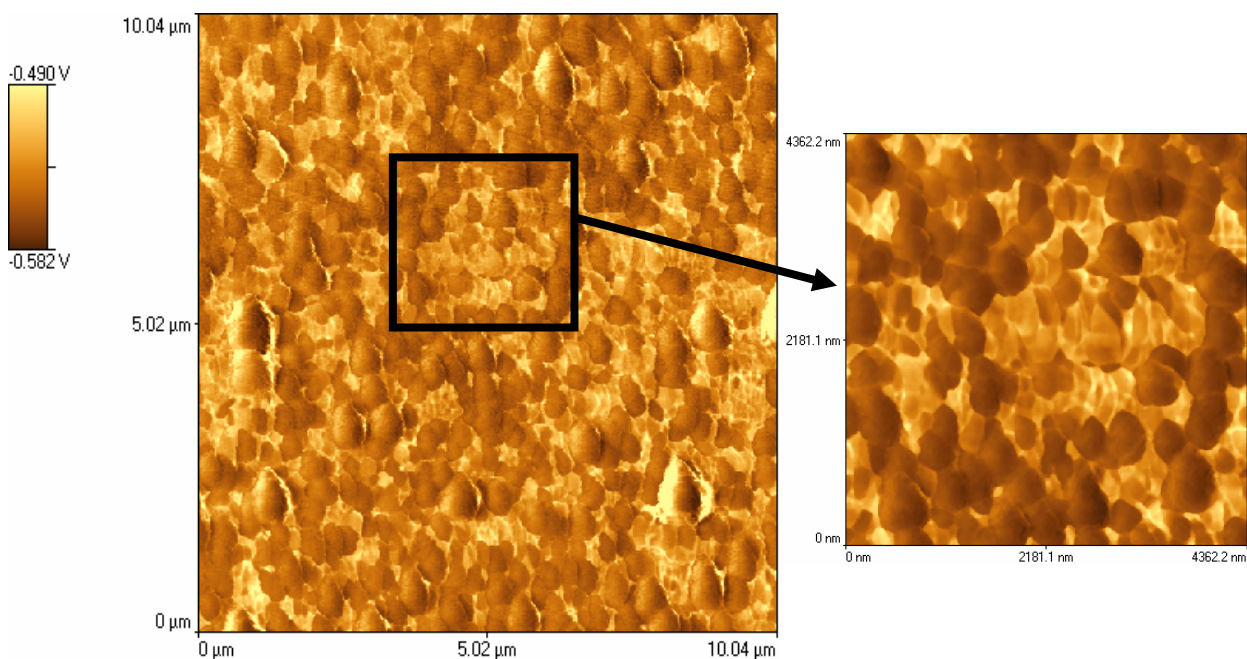


Figura 58 - Imagens de contraste de fase em AFM da superfície do compósito *Point 4*[®] polido e tratado com HNO₃ P.A. diluído a 50%.

4.2. Propriedades Mecânicas

4.2.1. Ensaio de Microdureza Vickers

As Figuras 59 e 60 retratam a impressão deixada pelo indentador nos compósitos estudados. É importante observar que as indentações estão bem demarcadas. Isto significa que a tensão elástica residual após a retirada do indentador foi desprezível e não influenciou de forma significativa os resultados obtidos.

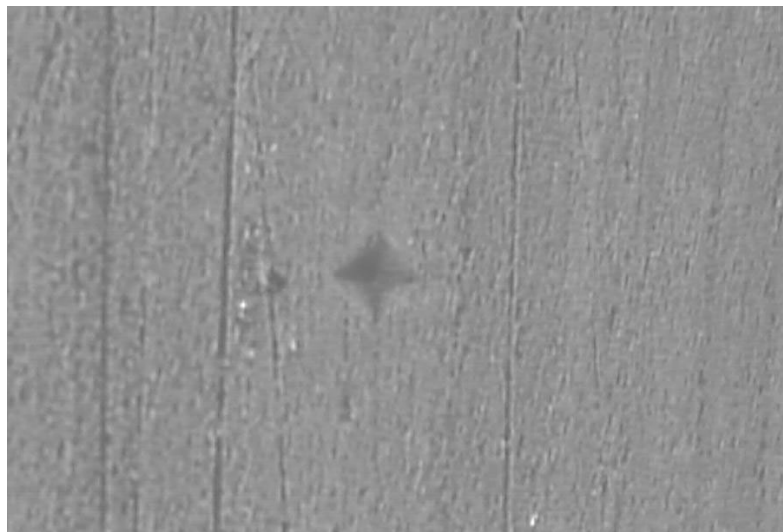


Figura 59 – Indentação observada no MO após ensaio de dureza Vickers realizado no compósito *Ice*[®].



Figura 60 – Indentação observada no MO após ensaio de dureza Vickers realizado no compósito *Point 4*[®].

Na Tabela 16 é possível observar que dentre os corpos-de-prova confeccionados de forma independente, isto é, inseridos no molde e curados um por vez, os correspondentes ao material *Ice*® apresentaram diferença estatística entre eles ($p < 0,05$). Isto reforça a importância de calcular a dureza através de espécimes que passaram por processos de fabricação independentes, uma vez que fatores como a intensidade de luz e tempo de exposição podem estar relacionados a esta diferença encontrada assim como ocorre *in vivo*, uma vez que em determinadas regiões da boca a luz responsável pela ativação da polimerização da matriz não atinge tão facilmente algumas regiões. Sabe-se que outros fatores como tempo de cura e de pós-cura, armazenamento em soluções diversas, diferenças térmicas, dentre outros podem estar relacionados à diferença de dureza encontrada.

Tabela 16 - Valores de microdureza Vickers com a média e o desvio padrão (DP) para cada espécime estudado e valor p dentro de cada grupo de material compósito.

MATERIAL		1	2	3	4	5	MÉDIA	DP
<i>Ice</i>®	CP1	61,67	65,06	66,86	59,04	59,04	62,21	3,54
	CP2	85,30	79,44	81,88	86,20	81,05	82,72	2,87
	CP3	88,02	77,87	74,16	74,16	78,65	78,34	5,67
						Valor p	1,32E-5	
<i>Point 4</i>®	CP1	65,06	64,47	59,55	66,25	60,07	62,99	3,06
	CP2	46,64	45,94	60,07	66,25	68,11	56,19	10,57
	CP3	64,47	63,33	65,06	65,06	62,77	64,12	1,04
						Valor p	0,240	

No corpo-de-prova 1 do material *Ice*®, o valor de dureza foi menor em todas as indentações. Em se tratando de um material compósito constituído por partículas duras e matriz polimérica macia, poderia surgir o questionamento se esta impressão teria atingido apenas áreas predominantemente compostas por matriz e, se isto influenciaria o resultado.

De fato, se isso ocorresse, os resultados seriam discrepantes, fato que não ocorre nas indentações dos corpos-de-prova do compósito *Ice*® (DP menor que 10% da média). A explicação é mais bem compreendida quando se retoma as imagens da microestrutura

dos materiais no item 4.1.2.1. A média das maiores partículas dos compósitos *Ice*[®] é de 2 µm. A distribuição das partículas de tamanhos diferentes é regular e a média das diagonais das indentações é de aproximadamente 23 µm. Portanto, em nada pode ser relacionado o valor de dureza com o ponto da indentação. Independentemente de onde a impressão foi feita, os valores encontrados devem ser equivalentes, pois a área dos materiais em contato com o indentador é significativa para os materiais estudados, ou seja, as partículas maiores e menores que se deslocaram e a matriz polimérica que sofreu deformação plástica são capazes de refletir a propriedade de dureza do material estudado.

Nos compósitos híbridos tradicionais a chance de ter resultados discrepantes é maior, pois suas partículas são irregulares e grandes (8-30µm) (VENHOVEN *et al.*, 1996). Quando se misturam partículas irregulares e grandes, há dificuldade de inserir grande volume de partículas, pois o formato, juntamente com o tamanho, prejudica o empacotamento; o que se tem são espaços entre as partículas muito grandes preenchidos por matriz. Neste caso, o indentador poderia penetrar ora em regiões predominantemente poliméricas, ora em regiões de partícula.

A mesma linha de raciocínio pode ser dada ao compósito *Point 4*[®], pois suas partículas maiores estão na faixa de 1 µm. Apenas no corpo-de-prova 2 (Tabela 16) encontramos valores de dureza, nas indentações 1 e 2, muito abaixo da média e um desvio padrão alto, de mais de 20%, que refletem a irregularidade desta propriedade neste corpo-de-prova. As indentações foram feitas da periferia do corpo-de-prova em direção ao meio. Neste corpo-de-prova observamos que, os valores de dureza aumentam conforme se aproxima do centro, ou seja, entre as indentações 1 e 5 os valores aumentam gradativamente. Sugere-se que houve desvio no posicionamento da luz de polimerização, de maneira que o feixe de luz estaria direcionado mais para o centro do corpo-de-prova, embora três posições de incidência para cada lado da amostra tenham sido feitas. Vale ressaltar que o tempo de incidência do feixe luminoso foi sempre o mesmo para todos os materiais, ou seja, de 20 segundos conforme indicação do fabricante.

Segundo CORRER (2005), para que o compósito apresente propriedades mecânicas adequadas, é necessário que ele atinja alto grau de conversão. O grau de conversão depende da quantidade de energia que é fornecida ao compósito através da fotoativação. Deste modo, eles polimerizam até certa profundidade, que varia com a

penetração de luz no material. A profundidade de polimerização dos compósitos fotoativados é dependente da composição do material (CORRER, 2005; RUYTER & OYSAED, 1982), de sua cor e translucência (CORRER, 2005; FERRACANE *et al.*, 1986), da intensidade da fonte de luz (CORRER, 2005; RUEGGEBERG *et al.*, 1994) ou da distância da ponta do aparelho fotoativador (CORRER, 2005; SWARTZ *et al.*, 1983).

A Tabela 17 relata a média de todos os valores de dureza encontrados para ambos os materiais. Podemos ver que o material *Ice*[®] é mais duro que o material *Point 4*[®] ($p < 0,05$). A microestrutura do material reflete suas propriedades. Na caracterização quantitativa (item 4.1.1.) a fração volumétrica de partículas se mostrou superior assim como a fração em peso desta mesma fase. Portanto os valores de dureza são coerentes, pois quanto maior o volume de partículas no material, maior a área superficial responsável pela transferência de esforços, que por sua vez torna o material resistente mecanicamente.

Tabela 17 – Valores de microdureza Vickers com a média, o desvio padrão (DP) dos materiais estudados e valor p.

MATERIAL		1	2	3	4	5	MÉDIA	DP
<i>Ice</i>[®]	CP1	61,67	65,06	66,86	59,04	59,04	74,56	9,92
	CP2	85,30	79,44	81,88	86,20	81,05		
	CP3	88,02	77,87	74,16	74,16	78,65		
<i>Point 4</i>[®]	CP1	65,06	64,47	59,55	66,25	60,07	61,54	6,65
	CP2	46,64	45,94	60,07	66,25	68,11		
	CP3	64,47	63,33	65,06	65,06	62,77		
						Valor p	2,3E-4	

Contudo, o volume de inserção de partículas deve obedecer a uma quantidade máxima, pois, para que um compósito tenha um desempenho previsto, todas as partículas devem estar em contato com a fase matriz. Deste modo, a transferência das cargas, que ocorre através da interface matriz-partícula, se dará de maneira eficaz.

Quanto menor o tamanho das partículas, maior a sua área de superfície e, conseqüentemente, maior o volume de matriz necessária para envolver todas estas

partículas. Segundo DEUK YONG LEE (2003), as partículas da segunda fase que possuem uma distribuição de tamanho bimodal com diferenças maiores entre o maior e menor tamanho predominante possuem melhor empacotamento, isto é, as partículas menores tendem a se localizar entre as maiores, e desta forma um maior volume de partículas é inserido e uma menor distância entre as partículas é alcançado.

Dentro destes critérios, podemos concluir que, dentre os materiais estudados, o material *Ice*[®] foi o que mostrou resultados que mais se aproximam do material ideal.. Sua distribuição e tamanho é predominantemente bimodal com um bom distanciamento das maiores partículas (de 1-2 μm) e as partículas em escala nanométrica (de 100-300 nm). Já o material *Point 4*[®] possui uma distribuição de tamanho muito homogênea. É possível identificar desde partículas na escala nanométrica, como partículas de até 1 μm sem, no entanto, determinar os tamanhos predominantes. Somado a isso, o volume de fase inorgânica é inferior frente ao material que possui as características de tamanho ideais para a maior incorporação de partículas.

Logo, a justificativa a diferença dureza encontrada está na fração volumétrica das partículas de ambos os materiais.

4.2.2. Ensaio de Resistência à Compressão

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) (Figura 61).

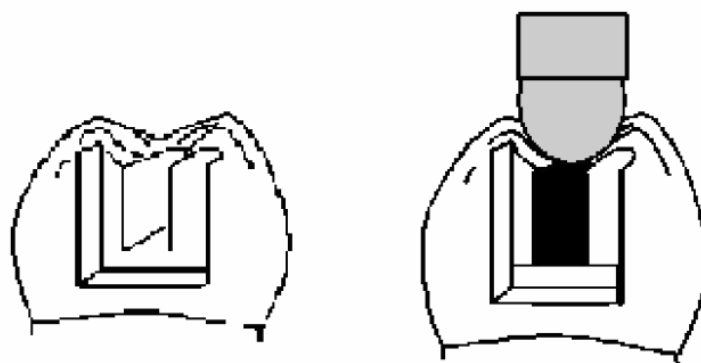


Figura 61 – Esquema da compressão sofrida por um elemento dentário posterior no movimento de oclusão (SECCO *et al.*, 1997).

Neste ensaio, um corpo é colocado sob a ação de uma carga que tende a comprimi-lo ou encurtá-lo. A tensão de compressão é sempre acompanhada de uma deformação por compressão. Através desse ensaio, pode-se determinar o módulo de elasticidade e a tensão de fratura em compressão (ANUSAVICE, 1998).

Segundo CORRER (2005), para que o compósito apresente propriedades mecânicas adequadas, é necessário que ele atinja alto grau de conversão. O grau de conversão depende da quantidade de energia que é fornecida ao compósito através da fotoativação. Deste modo, eles polimerizam até certa profundidade, que varia com a penetração de luz no material. A profundidade de polimerização dos compósitos fotoativados é dependente da composição do material (CORRER, 2005; RUYTER & OYSAED, 1982), de sua cor e translucência (CORRER, 2005; FERRACANE *et al.*, 1986), da intensidade da fonte de luz (CORRER, 2005; RUEGGEBERG *et al.*, 1994) ou da distância da ponta do aparelho fotoativador (CORRER, 2005; SWARTZ *et al.*, 1983). Todas estas variáveis foram observadas e padronizadas para as diferentes amostras, durante a confecção dos corpos-de-prova, garantindo alto grau de conversão.

As Figuras 62 e 63 revelam o comportamento frágil dos materiais quando submetidos à cargas compressivas. Como se pode observar, o material *Ice*[®] suportou, de um modo geral, maior tensão que o material *Point 4*[®].

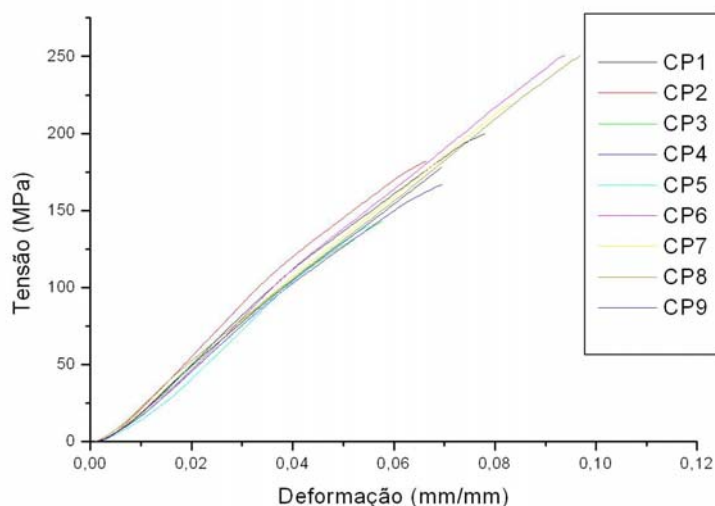


Figura 62 – Gráfico de tensão versus deformação do material *Ice*[®] submetido ao ensaio de compressão.

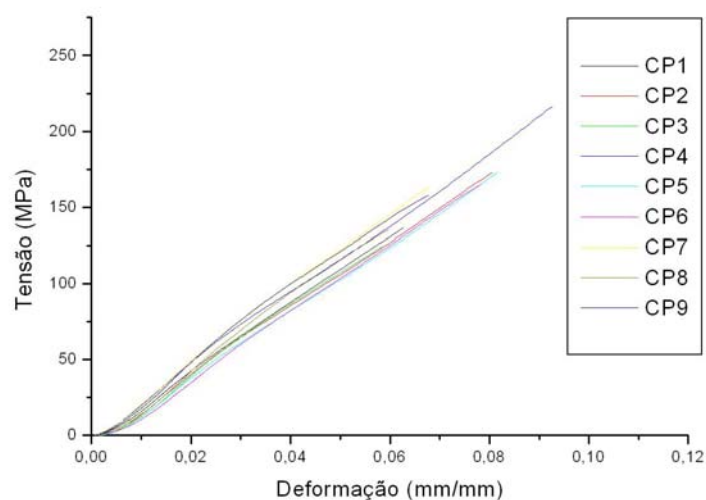


Figura 63 – Gráfico de tensão versus deformação do material *Point 4*[®] submetido ao ensaio de compressão.

A partir dos gráficos das Figuras 62 e 63 foram obtidos os valores de limite de resistência à compressão, módulo de elasticidade e alongamento dos materiais estudados, como mostra a Tabela. 18.

Tabela 18 – Resultado dos ensaios de compressão e análise estatística dos respectivos dados.

Propriedades mecânicas		<i>Ice</i>[®]	<i>Point 4</i>[®]
Limite de resistência à compressão (σ) em MPa	Média	192,48	160,94
	Desvio padrão	41,29	29,22
	Valor p	0,074	
Módulo de elasticidade (E) em GPa	Média	2,659	2,227
	Desvio padrão	0,121	0,148
	Valor p	$0,045 \times 10^{-8}$	
Alongamento em mm/mm	Média	0,08	0,07
	Desvio padrão	0,01	0,01
	Valor p	0,790	

Através dos dados obtidos nos ensaios, foi realizada uma análise estatística das médias, onde as variáveis independentes foram os materiais *Ice*[®] e *Point 4*[®] e a variável dependente foi cada propriedade mecânica analisada, ou seja, limite de resistência à compressão, alongamento na fratura e módulo de elasticidade. O teste estatístico adotado foi o ANOVA fator único, com nível de significância de 95%.

Pode-se afirmar com 95% de confiança que não houve diferença estatisticamente significativa ($p \geq 0,05$) na propriedade mecânica de limite de resistência à compressão e alongamento, embora o material *Ice*[®] tenha apresentado, nessas variáveis dependentes, valores médios superiores ao compósito *Point 4*[®]. Por outro lado, no módulo de elasticidade, houve diferença estatisticamente significativa ($p \leq 0,05$). Neste parâmetro, o material *Ice*[®] apresentou módulo de elasticidade maior que o compósito *Point 4*[®].

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), como perda de DVO (Dimensão Vertical de Oclusão) e desanatomização do dente, por exemplo.

BROSH *et al* (1999) calcularam a resistência à compressão de vários compósitos odontológicos microhíbridos (Tamanho médio das partículas – 0,04 μ m e 2 μ m), 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.

4.2.3. Ensaio de Desgaste Esfera sobre Placa

O desgaste é um fenômeno comum no ramo da odontologia, dependente de diferentes fatores que ocorrem simultaneamente. Partindo do princípio que o mecanismo de desgaste intrabucal é um fenômeno multifatorial, já que abrange fatores químicos como a composição salivar, tipo de bactérias e ácidos produzidos, pH, dieta alimentar; fatores motores, como o padrão de oclusão e força dos músculos orofaciais, presença de hábitos parafuncionais, como bruxismo e apertamento, e também os tipos de materiais restauradores presentes na boca, o estudo dessa propriedade tribológica é hoje objeto de muitas pesquisas (HEINTZE *et al.*, 2006). Além disso, é 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 (RATLEDGE *et al.*, 1994; MAGNE *et al.*, 1999).

O ensaio no equipamento esfera sobre placa simula o desgaste abrasivo. De acordo com MAIR *et al.*, (1996), é possível distinguir três tipos principais de desgaste nos dentes e nos materiais dentários: atrição, abrasão e erosão. A abrasão é o desgaste que ocorre nos sítios que estão fora do contato oclusal. Existem dois mecanismos de desgaste abrasivo reportado na literatura. O que se denomina desgaste abrasivo de dois corpos pode ser exemplificado quando uma restauração cerâmica oclui contra um dente hígido ou restaurado. O desgaste abrasivo de três corpos é caracterizado pela interposição de alguma substância entre as superfícies dos dentes. Um exemplo deste mecanismo é a própria escovação, onde se tem o creme dental funcionando como um abrasivo e a escova dental fazendo um movimento de deslizamento sobre o dente ou material restaurador odontológico. Um outro exemplo seria a presença do bolo alimentar entre dentes antagonistas. Este desgaste pode estar associado às propriedades do material como porosidade, estabilidade do agente de união, grau de conversão do monômero, tipo e tamanho das partículas de carga. Variações entre os pacientes, como as diferenças nos padrões alimentares, níveis de força mastigatória, meio ambiente bucal, irregularidade da superfície dental como fôssulas, cristas e sulcos também interferem no desgaste do material (ANUSAVICE, 1998).

De acordo com LIM *et al.* (2002) e JAARDA *et al.* (1993), 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.

A resistência ao desgaste está relacionada com a longevidade da restauração na boca. Problemas como perda da anatomia, acúmulo de placa, perda do brilho, aumento da rugosidade, dentre outros, são conseqüências do desgaste e são determinantes para a troca da restauração. Desta forma, critérios como dureza semelhante ao esmalte dentário e boa estética são também parâmetros importantes buscados por dentistas e empresas fabricantes de materiais odontológicos.

A Figura 64 foi registrada no momento do ensaio. Observa-se a boa molhabilidade da suspensão abrasiva com a esfera e o corpo-de-prova. Além da natureza química da

suspensão, o correto posicionamento do catéter, de maneira que este nem esbarre na esfera e nem se localize distante da mesma, foi de grande importância para garantir o fluxo constante de abrasivo entre os dois corpos (esfera e compósito). Uma outra observação diz respeito à espuma formada durante o ensaio. O creme dental tem esta característica de formar espuma quando estimulado mecanicamente. No ensaio não foi diferente.

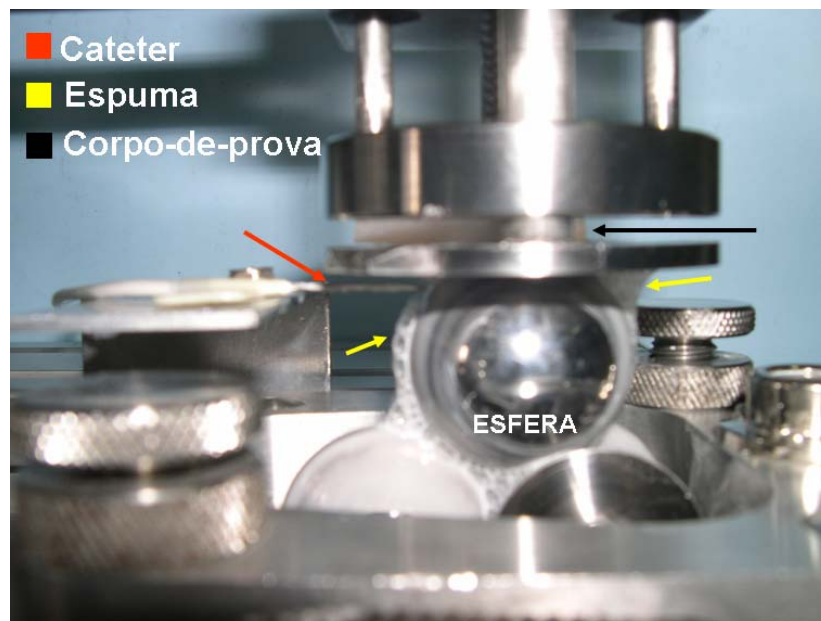
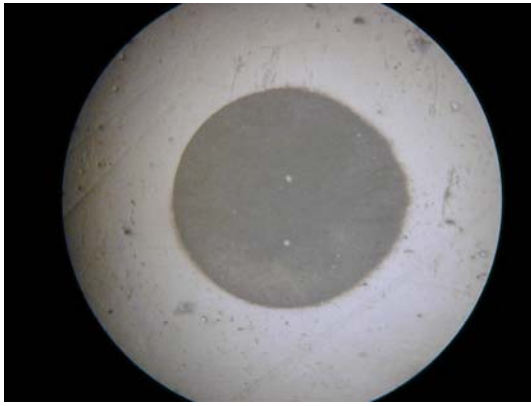
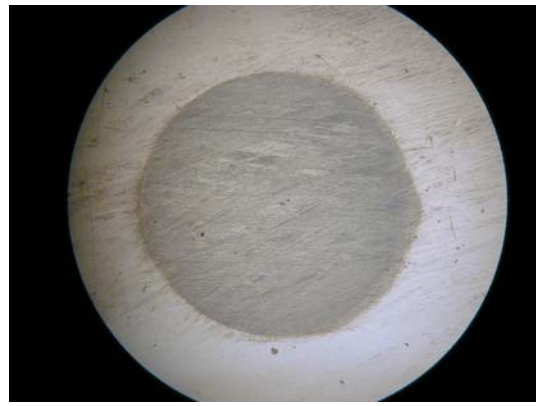


Figura 64 – Foto do ensaio de desgaste de esfera sobre placa onde observou-se boa molhabilidade da suspensão sobre os corpos envolvidos no ensaio de desgaste e a formação de espuma de creme dental e água destilada.

A seguir, na Figura 65 estão ilustradas as crateras resultantes do desgaste da esfera sobre os compósitos *Ice*[®] e *Point 4*[®] respectivamente. Já na Figura 66 está retratado a visualização das impressões dos materiais, sem aumento.



Ice® - 1500 voltas



Point 4® - 1500 voltas

Figura 65 - Fotomicrografias comparativas das crateras dos materiais *Ice®* e *Point 4®* no ciclo com 1500 voltas, ambas obtidas em mesmo aumento em Microscópio Ótico.



Figura 66 – Imagem dos corpos-de-prova *Ice®* (direito) e *Point 4®* (esquerdo) após o ensaio de 1500 voltas no equipamento desgaste sobre placa.

As Tabelas 19 e 20 quantificam os resultados deste teste quanto aos parâmetros volume de material removido (mm³) e taxa de desgaste (mm³/N.m).

Quando comparados estatisticamente, os valores de volume médio removido (Tabela 19) e taxa de desgaste dos materiais (Tabela 20) para o ciclo de 1500 voltas, existe diferença significativa ($p \leq 0,05$). Pode-se afirmar então, com 95% de confiança que, comparando os materiais em estudo num ciclo de 1500 voltas e usando como terceiro corpo uma suspensão de creme dental e água destilada, o volume de material perdido pelo compósito *Ice®* foi menor, assim como a taxa de desgaste do material *Point 4®* foi maior.

Tabela 19 – Volume de material removido (mm³) durante os ensaios de desgaste dos materiais *Ice*[®] e *Point 4*[®] para o ciclo de 1500 voltas e o valor p para o volume médio removido entre os materiais analisados.

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	MÉDIA	DP
<i>Ice</i> [®]	3 x 10 ⁻²	4 x 10 ⁻²	4X 10-2	3 x 10 ⁻²	4 x 10 ⁻²	4 x 10 ⁻²	4 x 10⁻²	5 x 10⁻²
<i>Point 4</i> [®]	8 x 10-2	8x 10 ⁻²	7X 10-2	7 x 10 ⁻²	5 x 10 ⁻²	7 x 10 ⁻²	7 x 10⁻²	1 x 10⁻²
						Valor p	6,9 x 10⁻³	

Tabela 20 - Resultados da taxa de desgaste (mm³/N.m) dos materiais *Ice*[®] e *Point 4*[®] para o ciclo de 1500 voltas e o valor p para o volume médio removido entre os materiais analisados.

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	MÉDIA	DP
<i>Ice</i> [®]	7 x 10 ⁻⁷	9 x 10 ⁻⁷	1 x 10 ⁻⁷	7 x 10 ⁻⁷	9 x 10 ⁻⁷	8 x 10 ⁻⁷	8 x 10⁻⁷	1 x 10⁻⁷
<i>Point 4</i> [®]	17 x 10 ⁻⁷	19 x 10 ⁻⁷	15 x 10 ⁻⁷	12 x 10 ⁻⁷	12 x 10 ⁻⁷	16 x 10 ⁻⁷	16 x 10⁻⁷	2 x 10⁻⁷
						Valor p	3 x 10⁻⁵	

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 2 x 10⁻⁶ a 1 x 10⁻⁵ mm³/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).

MAYWORM (2005) relatou que 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. Desta forma, achou-se melhor optar por creme dental, um dos abrasivos comuns na cavidade oral.

Na Figura 66 é possível observar as crateras resultantes do desgaste abrasivo. Nota-se a olho nu, pelo tamanho das crateras, que o material *Ice*[®] desgastou menos que o *Point 4*[®]. Além disso, qualitativamente, a cratera do *Ice*[®] é fosca, sem brilho, enquanto que a impressão deixada no *Point 4*[®], apesar de maior, possui brilho intenso. Vale observar que já na preparação dos corpos-de-prova levava-se maior tempo para conseguir dar brilho ao material *Ice*[®]. Diferentemente, o *Point 4*[®] tinha seu polimento e brilho garantidos facilmente. Por este motivo, uma vez que ambos os materiais possuem partículas finas em sua composição, o brilho era alcançado nas duas situações. Apenas o tempo para obtê-lo era diferente. Em função desta diferença, já era esperado o maior desgaste e menor dureza do material *Point 4*[®].

Clinicamente, o material *Point 4*[®] pode ser indicado principalmente em restaurações de dentes anteriores, onde o brilho tem grande importância devido ao grande apelo estético. Já o material *Ice*[®] tem sua indicação mais adequada em dentes posteriores (áreas de maior stress oclusal), devido à alta resistência ao desgaste, embora seu uso em elementos anteriores não seja contra-indicado.

Na Figura 67 é possível notar muitas regiões de desgaste com perda de partículas e de matriz polimérica, resultando em vazios na superfície do material *Ice*[®]. Contudo, a visualização de trincas não é evidenciada. A área ilustrada refere-se ao interior da cratera.

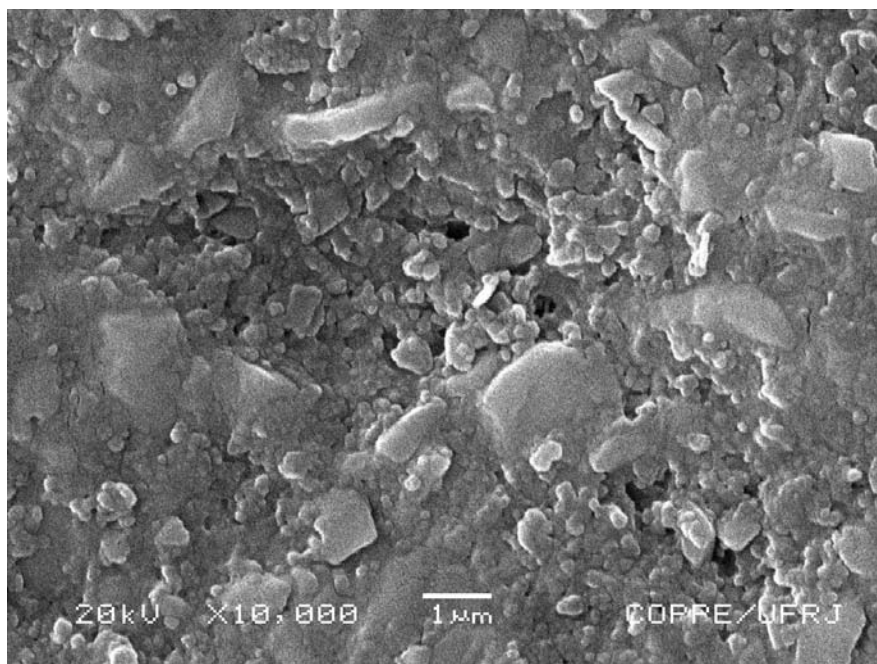


Figura 67 – Fotomicrografia em MEV da cratera no material *Ice*[®] (CP3).

Na fotomicrografia por MEV da Figura 68, observa-se outra região do mesmo material, onde se pode visualizar a severa descontinuidade da matriz polimérica decorrente do processo de desgaste com arrancamento de partículas e formação de vazios.

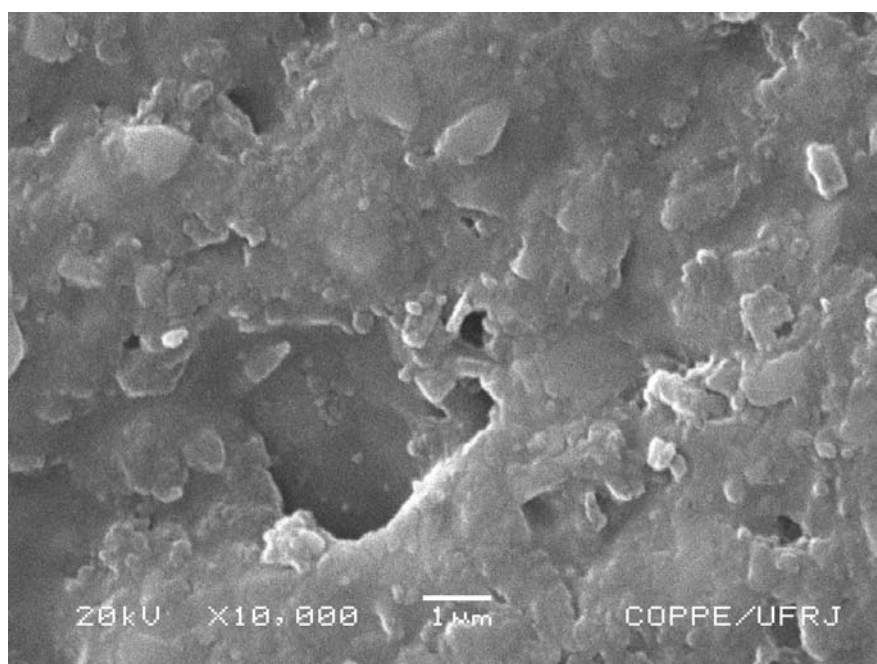


Figura 68 – Fotomicrografia em MEV da cratera no material *Ice*[®] (CP3).

Em um aumento menor (Figuras 69 e 70), pode-se observar a presença de sulcos, que seguem a direção do deslizamento da esfera (indicada pela seta), provocados pelas partículas abrasivas do terceiro corpo (suspensão de creme dental).

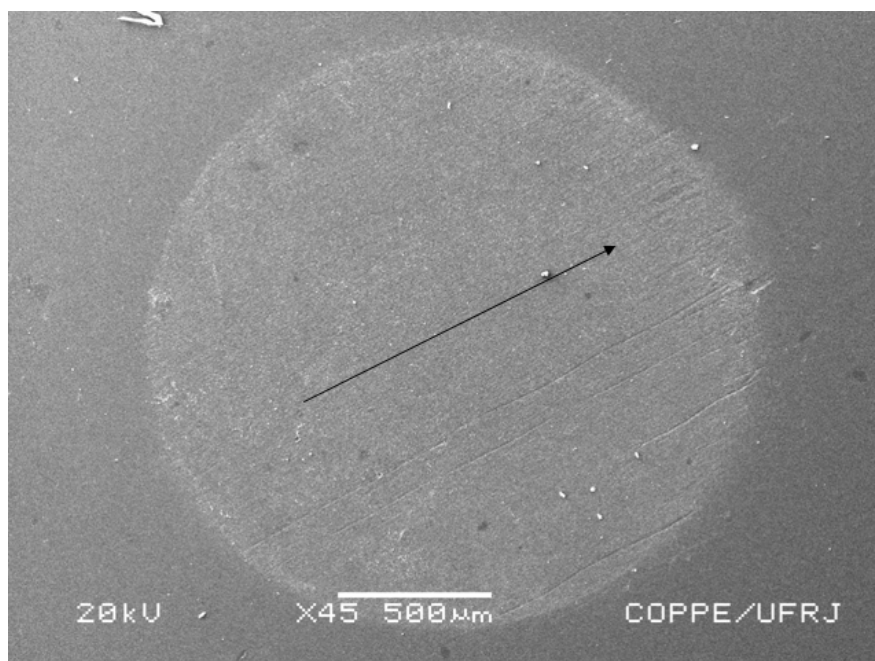


Figura 69 – Fotomicrografia em MEV da cratera no material *Ice*® (CP3).

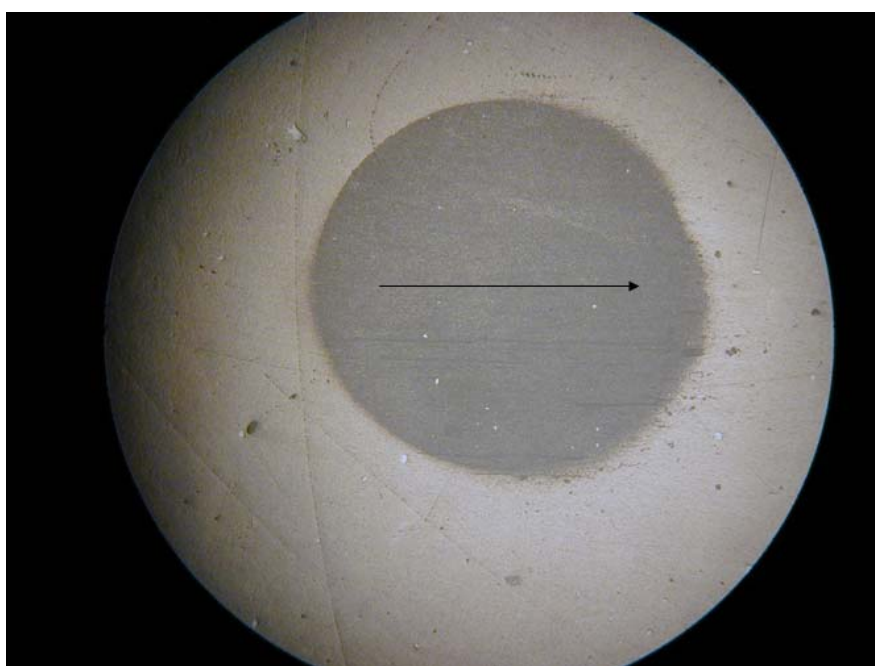


Figura 70 – Fotomicrografia em MEV da cratera no material *Point 4*® (CP3).

Nota-se nas Figuras 71 e 72 o padrão de desgaste do material *Point 4*[®]. Diferentemente do *Ice*[®], que possui uma distribuição de tamanho bimodal nítida e partículas irregulares, o *Point 4*[®], por apresentar uma distribuição de tamanho mais homogênea, isto é, não há grande diferença entre as partículas maiores e menores, juntamente ao fato de suas partículas serem equiaxiais (tendência de serem esféricas), apresentou a superfície de desgaste mais homogênea, com menor diferença de relevo. Não é evidente o deslocamento de matriz mais partículas assim como os espaços vazios, apenas o arrancamento de partículas. O que se observa são partículas resultantes do desgaste em sua superfície assim como resto de abrasivo, embora os corpos-de-prova tenham sido lavados em ultra-som.

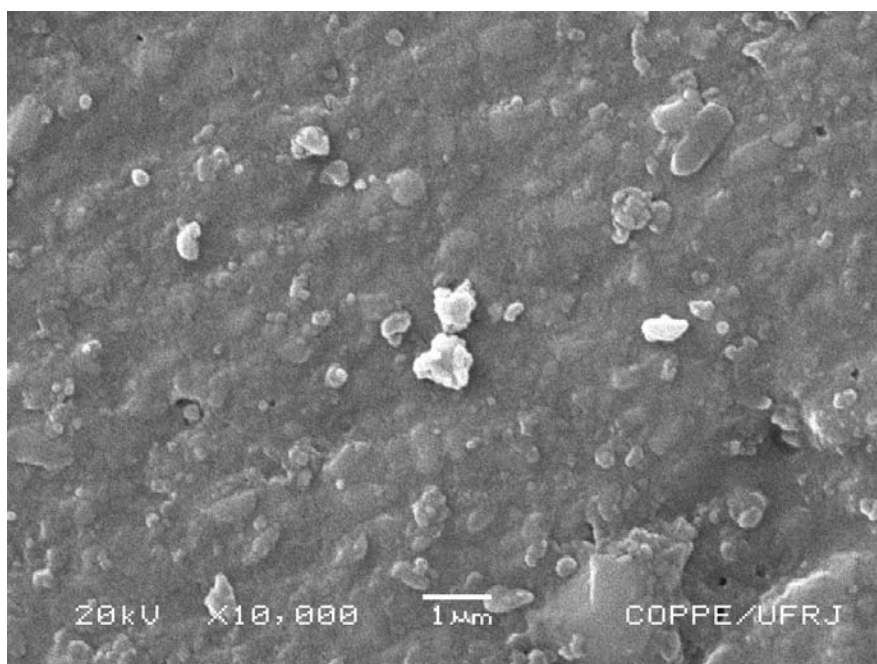


Figura 71 - Fotomicrografia em MEV da cratera no material *Point 4*[®] (CP2).

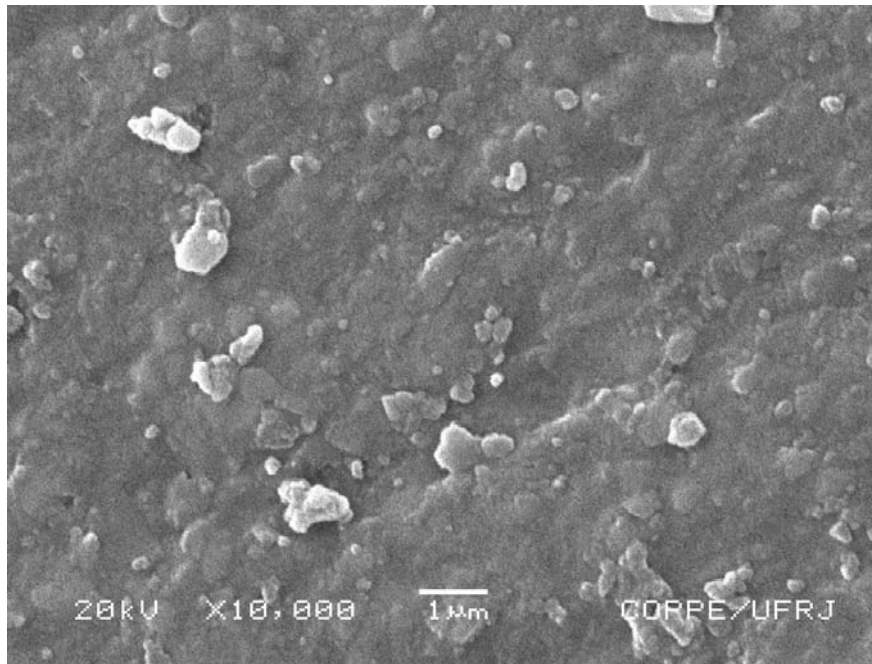


Figura 72 - Fotomicrografia em MEV da cratera no material *Point 4*[®] (CP2).

Em um aumento menor (Figura 73 e 74), pode-se observar a presença de sulcos, que seguem a direção do deslizamento da esfera (indicada pela seta), provocados pelas partículas abrasivas do terceiro corpo (suspensão de creme dental).

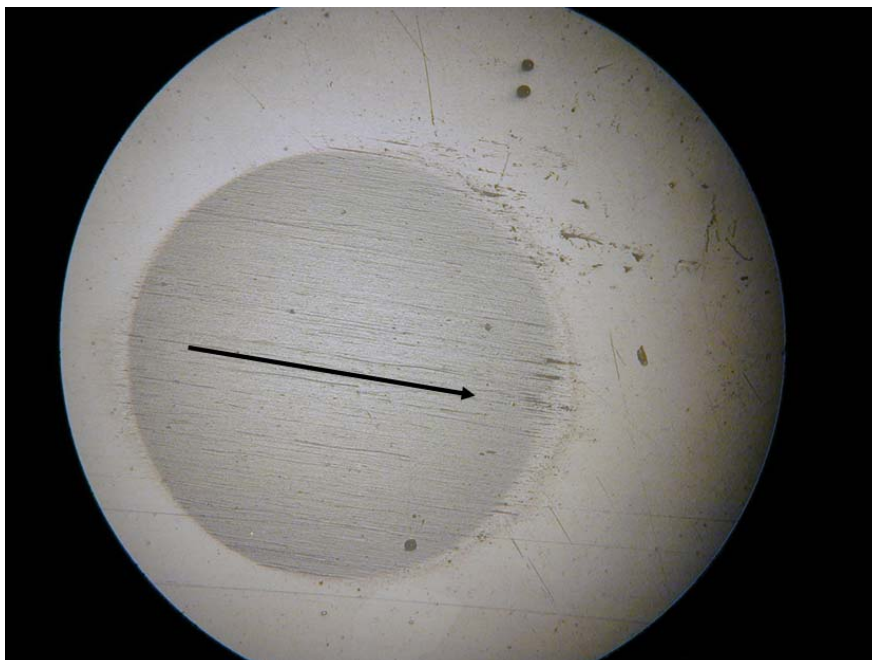


Figura 73 – Fotomicrografia em MO da cratera no material *Ice*[®] (CP3).

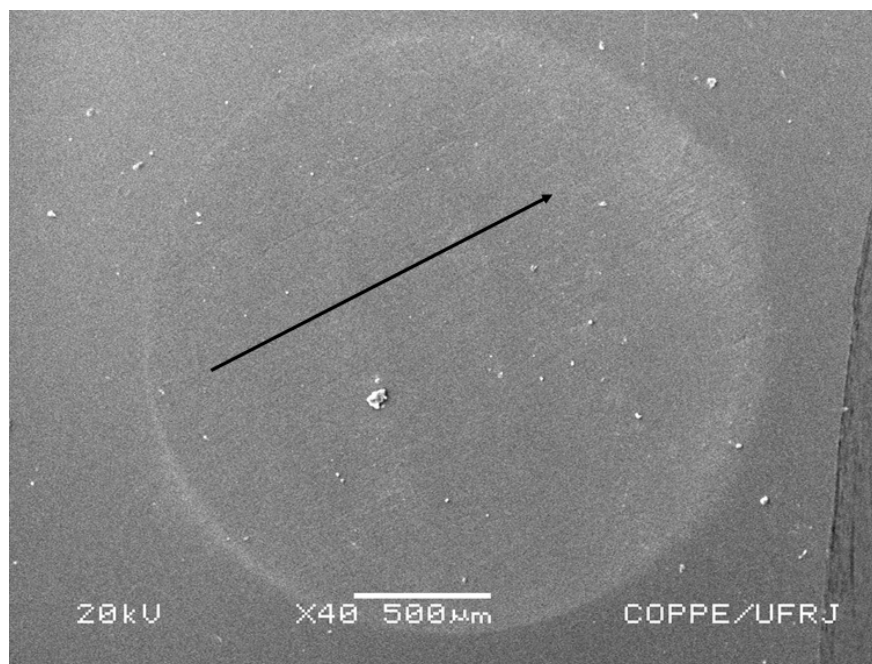


Figura 74 – Fotomicrografia em MO da cratera no material *Point 4*[®] (CP6).

Podemos concluir que, com base no estudo de TURSSI *et al.* (2005), o tamanho e forma de partículas provaram ser capazes de controlar o desempenho no desgaste dos compósitos. Em geral, a magnitude da perda de material deve ser reduzida pelo decréscimo do tamanho das partículas. A presença de pequenas partículas do compósito, em combinação de tamanhos diferentes (híbridos), pode melhorar a resistência ao desgaste, assim como as partículas irregulares foram significativamente mais resistentes ao desgaste que as partículas esféricas de mesmo tamanho;

Os materiais compósitos que possuem partículas duras, como partículas cerâmicas, e matriz macia, como as poliméricas, apresentam um desgaste abrasivo característico, com arrancamento de partículas. Deste modo, quanto menor forem as partículas, menor será a rugosidade após o desgaste, pois os espaços vazios resultantes do arrancamento serão menores. Na Odontologia, transportando este raciocínio para os compósitos restauradores dentários podemos inferir que quanto menor for a rugosidade menor será o acúmulo de biofilme, pigmentação, infiltração marginal e perda do brilho.

5. Conclusões

- No material *Ice*[®] o percentual em peso de partículas foi maior do que no *Point 4*[®], porém não houve diferença estatística ao comparar o percentual volumétrico de partículas de reforço entre os compósitos estudados. Também, quando comparou-se as densidades dos materiais em estudo entre si com relação à partículas, matriz e material como um todo, não houve diferença estatística entre os materiais *Ice*[®] e *Point 4*[®] em nenhum dos três critérios analisados.
- As partículas do material *Ice*[®] apresentam uma distribuição bimodal que favorece um melhor empacotamento, além das partículas estarem bem dispersas na matriz. Não houve a visualização de aglomerados. Suas partículas maiores são irregulares e em forma de placas (1-2 μm) enquanto que as menores partículas são esferoidais em escala nanométrica, confirmando sua classificação de nanohíbrido.
- O material *Point 4*[®] apresenta partículas equiaxiais, sendo as menores, tendendo a esferoidais. As maiores partículas têm aproximadamente 0,8 μm , as menores, por sua vez, estão na escala nanométrica. Assim este material também pode ser caracterizado como compósito nanohíbrido (algumas imagens sugeriram pequenos aglomerados de partículas).
- Em AFM, a visualização da microestrutura do material foi mais bem observada quando a amostra foi atacada com ácido nítrico (HNO_3). O corpo-de-prova apenas polido fornece imagens de topografia onde a delimitação das partículas não é evidente.
- Na preparação das amostras para análise em AFM, o tratamento superficial ácido com a solução de HNO_3 diluído a 25%, ou seja, pra cada volume de ácido, misturou-se 3 volumes de água destilada, durante um minuto, foi o que agiu de maneira mais eficiente na degradação da matriz polimérica e consequentemente cumpriu o objetivo de expor apenas uma camada superficial das partículas inorgânicas, evidenciando suas delimitações.

- O material *Ice*[®] apresentou valores superiores ao material *Point 4*[®] nas propriedades de dureza, desgaste esfera sobre placa (volume de material removido e taxa de desgaste) e módulo de elasticidade em compressão. Apenas nos parâmetros de resistência à compressão e alongamento não houve diferença estatisticamente significativa entre os materiais, embora o compósito *Ice*[®] tenha apresentado valores superiores.
- Quanto aos parâmetros de desgaste, clinicamente, o material *Point 4*[®] pode ser indicado principalmente em restaurações de dentes anteriores, onde o brilho tem grande importância devido ao grande apelo estético, ao aspecto liso resultante do processo de desgaste abrasivo, e, comparativamente, por apresentar uma resistência menor ao desgaste. Já o material *Ice*[®] tem sua indicação mais adequada em dentes posteriores (áreas de maior stress oclusal), devido à alta resistência ao desgaste e por ter apresentado aspecto rugoso e fosco resultante do ensaio desgaste esfera sobre placa, embora seu uso em elementos anteriores não seja contra-indicado.
- As propriedades mecânicas superiores do material *Ice*[®] podem ser explicadas pelo seu alto índice de partículas associado à sua boa dispersão e ao caráter híbrido evidente nas análises da microestrutura. Isto sugere que este material poderia ser indicado para as regiões de grande esforço oclusal.

5.1. Sugestões para Trabalhos Futuros

- Métodos de quantificação de distribuição de tamanho de partículas e tamanho médio exato de partículas, para estes compósitos que contém partículas nanométricas.
- O uso do tratamento químico superficial com HNO₃ a 25% de diluição em tempos superiores e inferiores a 1 minuto a fim de determinar um tempo ideal de ataque ácido que degrade apenas a camada mais superficial da matriz polimérica

dos compósitos restauradores odontológicos e exponha as partículas mais superficiais para posterior análise em AFM.

- 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.
- A análise em AFM do interior das crateras resultantes do desgaste esfera sobre placa a fim de obter dados numéricos de rugosidade.

6. Referências Bibliográficas

ALLEN, E. P., BAYNE, S. C. *et al.*, 2003, “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.

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

ASMUSSEN, E., 1982. “Restorative resins: hardness and strength vs. quantity of remaining double bonds”. *Scand Journal Dental Restorative*, v.90 n.6, pp.484-489.

BARATIERI, L. N., 1992, *Procedimentos Preventivos e Restauradores*, 2^a ed., Quintessence.

BAUER, F., GLÄSEL, H-J, DECKER, U, *et al.*, 2003. “Trialkoxysilane grafting onto nanoparticles for the preparation of clear coat polyacrilate systems with excellent scratch performance”. *Progress in organic coatings*, v.47, n.2, pp 147-153.

BAYNE, S., C., TAYLOR, D., F., HEYMANN, H., O., 1992, “Protection hypothesis for composites wear”, *Dental Materials*, v. 8, n.5, pp. 305-9.

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

BOWEN, R. L., 1962, *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.

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

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

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

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

CONCEIÇÃO, E. N. *et al*, *Dentística: Saúde e Estética*, Porto Alegre: Artes Médicas Sul. 2000

CONDON, J. R., FERRACANE, J. L., 1998, “Reduction of composite contraction stress through non-bonded microfiller particles”, *Dental Materials*. v. 14, n.8, pp. 256-260.

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

CORRER, A. B., 2005, *Avaliação da Dureza Knoop de Compósitos Restauradores Odontológicos Fotoativados por Diferentes Métodos*. Tese de M. Sc., Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de São Paulo, Piracicaba, SP, Brasil.

DEUK YONG LEE, DAE-JOON KIM, BAE-YEON KIM, YO-SEUNG SONG, 2003. “Effect of alumina particle size and distribution on infiltration rate and fracture toughness of alumina glass composites prepared by melt infiltration.” *Materials Science and Engineering A*, v.341, n.1-2, pp. 98-105.

DUARTE, F. C., “Microscópio de Tunelamento com Varredura (STM) e Microscópio de Força Atômica (AFM). fafe@mii.zaz.com.br. http://www.dsif.fee.unicamp.br/~furio/IE607A/STM_AFM.pdf Disponível em 12/09/2006.

FERRACANE, J. L., ADAY, P., MATSUMOTO, H., *et al.*, 1986, “Relationship between shade and depth of cure for light-activated dental composite resins. *Dental Materials*, v. 2, n. 2, pp. 80-84.

FERRACANE, J. L., GREENER, E. H., 1986. “The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins.” *Journal of Biomedical Materials Research*. v.20, n.1, pp.121-131.

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

GEE, M. G., GANT, A., HUTCHINGS, I., *et al.*, 2003, “Progress towards standardization of ball cratering”. *Wear*. v. 255, n.1-6, pp. 1-13.

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

GOLDSTEIN, J. I., NEWBURRY, D. E., ECHLIN, P., *et al.*, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, 2^o ed., New York, Ed. Plenum, 1992.

GROZA, J. R., 1999, “Nanosintering”, *Nanostructured Materials*. v.12, n.5-8, pp.987-992.

HEINTZE, S. D., ZELLWEGER, G., CAVALLERI, A., *et al.*, 2006, “Influence of the antagonist material on the wear of different composites using two different wear simulation methods”. *Dental Materials*, v.22, n.2, pp.166-175.

HENOSTROSA, G. H., 2003, *Adhesión en Odontología Restauradora*, 1 ed., Curitiba, Brasil, Editora Maio.

HOFMANN, N., HUGO, B., KLAIBER, B., 2002, “Effect of irradiation type (LED or QTH) on photo-activated composite shrinkage strain kinetics, temperature rise, and hardness”, *Europe Journal Oral Science*. v.110, n.6, pp.471-479.

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

<http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html>. Disponível on line em dezembro de 2006.

<http://www.3m.com/intl/br/espe/catalogos/Z250.pdf>. Perfil Técnico do Produto Filtek Z250[®]. Disponível on line em dezembro de 2006.

<http://www.sdi.com.au/radii/radii.asp>, Disponível on line em dezembro de 2006.

<http://www.sdi.com.au/radii/radii.asp>. Disponível on line em dezembro de 2006.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO), 1999, Technical specification 14569-1. *Dental Materials – Guidance on testing of wear resistance – Part 1: wear by tooth brushing.*, Switzerland.

JANDRESEN, M.D., ALLEN, E.P., BAYNE, S.C., *et al.*, 1998, “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.

JONES, D. W., 1998, "Dental Composites Biomaterial". *J. Canadian Dental Association*. v.64, pp.732-4. <http://www.cda-adc.ca/jcda/vol-64/issue-10/732.html>, Disponível on line em janeiro de 2007.

JØRGENSEN, K. D., ASMUSSEN E., 1978, "Occlusal abrasion of a composite restorative resin with a ultra-fine filler _ an initial study", *Quintessence Int*, v. 9, pp. 303-13.

KAWAI, K., IWAMI, Y., EBISU, S., 1998, "Effect of resin monomer composition on toothbrush wear resistance", *Journal of Oral Rehabilitation*, v. 25, pp. 264-268.

KIM, K-H., ONG, J. L., OKUNO, O., 2002, "The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites", *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 87, pp. 642-649.

KUANG, X.; CAROTENUTO, G.; NICOLAIS, L., 1997, A Review of Ceramic Sintering and Suggestions on Reducing Sintering Temperatures. *Advanced Performance Materials*. v. 4, pp.257 – 274.

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

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

LOVELL, L. G., LU, H., ELLIOTT, J. E., *et al.*, 2001. "The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins". *Dental Materials*, v.17 n.6, pp.504-511.

LUO, X-P, SILIKAS, N., ALLAF, *et al.*, 2001, “AFM and SEM study of the effects of etching on IPS- Empress 2TM dental ceramic”. *Surface Science*, v. 491, pp. 388-394.

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

MAIA, R. M. F., PEREIRA, G. B., “Resina Composta para uso em dentes posteriores.” www.medcenter.com, Disponível on line em dezembro de 2005.

MAIR, L. H., STOLARSKI, R. W., VOWLES, *et al.*, 1996, “Wear: mechanisms, manifestations and measurement. Report of a workshop”, *Journal of Dentistry*, v.24, pp. 141-148.

MANHART, J., KUNZELMANN, K.-H., CHEN, H., Y., *et al.*, 2000, “Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins”. *Dental Materials*, v. 16, pp. 33-40.

MATSUMURA, H, TANOUE, N., ATSUTA, M., *et al.*, 2000, “Wear and surface roughness of current prosthetic composites after toothbrush/dentrifice abrasion”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v . 84, n^o1, pp.93-97.

MAYWORM, C. D., 2005, *Comparação in vitro das propriedades mecânicas de dois compósitos odontológicos com partículas nanométricas*, Tese de Mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.

MILLER, W. D, 1907, “Experiments and observations on the wasting of tooth tissue variously designated as erosion, abrasion, chemical abrasion, denudation, etc.” *Dent. Cosmos*, v. 49, n. 01, pp. 1-23.

MOHSEN, N. M., CRAIG, R., G., 1995, “Effect of silanation of fillers on their dispersability by monomer systems”, *Journal Oral Rehabil.* v.22, pp. 183-9.

MONTE ALTO, R. V., GUIMARÃES, J. G. A., PORKUS, L. T., *et al.*, 2006, “Depth of cure of dental composites submitted to different light-curing modes”. *Journal of Applied Science*. v. 14, n. 12, pp. 71-76.

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

ORÉFICE, R. L., DISCACCIATI, J. A. C., NEVES, A. D., *et al.*, 2003, “In situ evaluation of the polymerization kinetics and corresponding evolution of the mechanical properties of dental composites”, *Polymer testing*, v. 22, pp. 77-81.

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

PRANITIS, L., 2005, www.ormco.com/learning/seminarsOnline, Disponível on line em Dezembro de 2005.

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

RUEGGERBERG, F. A., CAUGHMAN, W.F., CURTIS JR, J.W., 1994, “Effect of Light Intensity and Exposure Duration on Cure of Resin Composite.” *Operative Dentistry*. v. 19, n. 1, pp. 26-32.

RUYTER, I. E., ØYSAED, H., 1982. “Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials.” *Acta Odontologica Scandinavica*. v.40, n. 3, pp. 179-92.

RUYTER, I. E., ØYSAED, H., 1987. “Composites for use in posterior teeth: composition and conversion”, *Journal of Biomedical Materials Research*, v.21 pp. 11-23.

SCHIMDT, D., SHAH, D., GIANNELIS, E. P., “New advances in polymer/layered silicates nanocomposites”, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, v.6, n.3, pp. 205-12, 2002.

SCHMITT, W., PURRMANN, R., JOCHUM, P., *et al.*, 1974, “Novel diacrylic and dimethacrylic acid esters”, *US Patent* 3,810,938.

SECCO, A. S., MARTINS, L.R.M., De GOES, M.F., CONSANI, S., SPINELLI, D., TAKEYA, T., “Sustentação de esmalte com ionômeros de vidro e resina composta. Efeito na resistência à fratura das cúspides de dentes restaurados”. *Revista de Odontologia da Universidade de São Paulo*, v.11, n.4, São Paulo, Out./Dec., 1997.

SHI, G., ZHANG, M. Q., RONG, M. Z., *et al.*, 2004. “Sliding wear behavior of epoxi containing nano- Al_2O_3 particles with different pretreatments”. *Wear*, v.256. n.11-12, pp.1072-1081.

SILVA, C. G., 2003, “Rumo ao nanomundo”, *Ciência Hoje*, v.33, n. 93; p.6-11.

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

SOUZA, U. L., “Microscopia de Varredura: a Microscopia do Novo Milênio”, <http://www.eletrica.ufpr.br/piazza/materiais/UilianSouza.pdf>. Disponível on line em setembro de 2006.

SWARTZ, M. L., PHILLIPS, R W., RHODE, B. F., 1983, “Visible light activated resins – depth of cure.” *Journal American Dental Association*, v.106, n. 5, pp. 634-637.

TANOUE, N., MATSUMURA, H., ATSUTA, M., 2000, “Analysis of composite type and different sources of polymerization light on in vitro

toothbrush/ dentrifice abrasion resistance”, *Journal of Dentistry*, v. 28, pp. 355-359.

THIRÉ, R. M. S. M., 2003, *Obtenção e Caracterização de Filmes Biodegradáveis à Base de Amido de Milho com Reduzida Sensibilidade à Água*, Tese de Doutorado, Faculdade de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.

TURSSI, C. P., FERRACANE, J.L., VOGEL, K., 2005, “Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites”, *Biomaterials*, v. 26, pp. 4932-4937.

VENHOVEN, B. A. M., GEE, A. J., WERNER, A., *et al.*, 1996, “Influence of filler parameters on the mechanical coherence of dental restorative resin composites”, *Biomaterials*, v. 17, pp. 735-740.

VERRAN, J., ROWE, D. L., COLE, D., *et al.*, 2000, “The use of the atomic force microscope to visualise and measure wear of food contact surfaces”, *International Biodeterioration & Biodegradation*, v. 46, pp. 99-105.

WANG, L., 2001, *Avaliação da resistência à abrasão de resinas compostas “condensáveis” submetidas à escovação simulada, através da alteração de massa e da rugosidade superficial*, Dissertação de Mestrado em Odontologia, Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, São Paulo, Brasil.

WANG, Y. U., 2006, “Computer modeling and simulation of solid-state sintering: A phase field approach”, *Acta Materialia*. v.54 pp.953–961.

WEIG, K.M., 2004, *Avaliação da Contração de Polimerização e Desgaste de Compósitos Odontológicos para Restauração Indireta*. Tese de Mestrado, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.

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

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

WITEHEAD, S. A., SHEARER, A. C., WATTS, D. C., et al., 1999, “Comparison of two stylus methods for measuring surface texture”, *Dental Materials*, v. 15, pp. 79-86.

ZANETTE, S. I., “Funcionamento de um Microscópio de Força Atômica”, DCP/Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas/MCT, <http://www.cbpf.br/~nanos/Apostila/00.html>. Disponível on line em setembro de 2006.

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