

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E COMPORTAMENTO MECÂNICO
IN VITRO DE TRÊS COMPÓSITOS ODONTOLÓGICOS UTILIZADOS EM
RESTAURAÇÕES INDIRETAS

Bruna Costa Veiga

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 DE
ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

Prof. Fernando Luiz Bastian, Ph.D.

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

Prof. Hélio Rodrigues Sampaio Filho, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL
DEZEMBRO DE 2007

VEIGA, BRUNA COSTA

Caracterização Microestrutural e
Comportamento Mecânico in vitro de Três
Compósitos Odontológicos Utilizados em
Restaurações Indiretas [Rio de Janeiro]
2007

XVI, 137 p. 29,7cm (COPPE/UFRJ,
M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de
Materiais, 2007)

Dissertação - Universidade Federal do
Rio de Janeiro, COPPE

1. Compósitos odontológicos
2. Propriedades mecânicas
3. Análise microestrutural

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

DEDICATÓRIA

Em primeiro lugar a Deus por estar sempre ao meu lado, iluminando minha vida todos os dias.

A meus pais, Maria da Conceição e Carlos Alberto, por sempre me mostrarem os valores mais importantes de uma pessoa, formando meu caráter, sempre me incentivando. Estando do meu lado incondicionalmente, me guiando, me ensinando e me apoiando em todas as minhas decisões. É a eles que agradeço tudo que sou e tenho hoje.

Ao meu irmão, Carlos Eduardo, por estar ao meu lado e entender meus momentos mais difíceis, se mostrando um grande amigo.

Ao Daniel pela companhia e pela paciência nas horas em que mais precisei.

A todos da minha família e amigos que acreditaram em mim e estiveram comigo durante todo o tempo.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Professor Fernando Luiz Bastian, pelos ensinamentos e pela dedicação aos seus alunos, compreendendo as dificuldades individuais e orientando a todos com firmeza e paciência.

À Professora Rossana Mara Moreira Thiré pela ajuda fundamental para a realização da análise microestrutural em Microscopia de Força Atômica.

Aos Professores do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Gloria Dulce de Almeida Soares, Luiz Henrique de Almeida, Flavio Teixeira da Silva, Tsuneharu Ogasawara, Luiz Marcelo Marques Tavares e Marysilvia Ferreira da Costa, pela dedicação durante o curso.

Aos amigos Marta Dantas, Ledjane Sobrinho, Camila Finamore, Ana Angélica Faro, Rafael Araújo, Marcelo Beltrão, Marília Beltrão, Carolina Motta, Doris Campos, Tais Munhoz, Juliana Antonino e Fabíola Cardoso pela amizade, companheirismo e ajuda imprescindíveis diante de todas as dificuldades.

Em especial as amigas Aline Costa e Camila Mayworm pelo carinho, pelo apoio, pelas dicas e sugestões e por sempre estarem dispostas a ajudar.

Ao Vinícius Bemfica pela ajuda essencial na realização dos ensaios mecânicos.

Aos funcionários do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Júlio Ferreira, Nelson S. Aguiar, Paulo Roberto de Jesus Menezes, Francisco Assis, Laércio, Carla, Manoel, Ivan e Adriana por estarem sempre dispostos a colaborar.

Às empresas Dentsplay e 3M pela doação de material para a pesquisa.

Ao CNPq e à FAPERJ pela concessão de bolsa de estudos e 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.)

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E COMPORTAMENTO MECÂNICO
IN VITRO DE TRÊS COMPÓSITOS ODONTOLÓGICOS UTILIZADOS EM
RESTAURAÇÕES INDIRETAS

Bruna Costa Veiga

Dezembro/2007

Orientador: Fernando Luiz Bastian

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O presente estudo teve como objetivo comparar o comportamento mecânico *in vitro* do compósito *Artglass*[®], indicado para restaurações indiretas, com dois compósitos “universais” *TPH3*[®] e *Z350*[®], correlacionando os resultados com suas características microestruturais, analisadas por MEV – microscopia eletrônica de varredura e AFM – microscopia de força atômica. Foi realizado teste de microdureza Vickers, ensaio brasileiro de compressão diametral, onde se calculou o limite de resistência à compressão diametral, e ensaio de flexão em três pontos, onde se calcularam o limite de resistência à flexão, o módulo de elasticidade e o alongamento. Foram feitos ensaios após 2500 ciclos de temperatura oscilante entre 5° C e 50° C. Os dados foram analisados estatisticamente utilizando ANOVA ($p \leq 0,05$). O material *Z350*[®] apresentou valores superiores de resistência e módulo de elasticidade, porém foi o mais afetado pelo ciclo térmico. Ele apresenta uma microestrutura bem dispersa e homogênea, com partículas nanométricas esferoidais em toda extensão das superfícies estudadas. Seus valores de dureza foram semelhantes aos do material *TPH3*[®], que micro-estruturalmente se mostrou nanohíbrido, com partículas maiores na ordem dos microns e menores, na ordem nanométrica, bem distribuídas, ocupando os espaços entre as maiores. O material *Artglass*[®] foi o que apresentou desempenho inferior em todos os testes, o que pode ser explicado por sua microestrutura composta de partículas maiores e empacotamento deficiente das mesmas, com pequena quantidade de partículas pequenas, deixando espaços vazios, sem preenchimento, na matriz polimérica.

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 MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION AND MECHANICAL
BEHAVIOR OF THREE DENTAL COMPOSITES USED IN INDIRECT
RESTORATIONS

Bruna Costa Veiga

December/2007

Advisor: Fernando Luiz Bastian

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The objective of the present study was to compare the mechanical behavior *in vitro* of three dental composites: *Artglass*[®], used in indirect restorations and *TPH3*[®] and *Z350*[®] both used in “universal” restorations, correlating the results with their microstructures. The microstructure was qualitatively characterized by SEM – Scanning Electron Microscope and AFM – Atomic Force Microscope. Micro hardness Vickers tests, Brazilian diametral compression tests and three point bending tests were made. The indirect tensile strength in diametral compression, the tensile strength, deformation and elasticity modulus in the tree point bending test were calculated. The materials were subjected also to 2500 temperature cycles between 5° C e 50° C. The data was statistically analyzed using ANOVA ($p \leq 0,05$). It was concluded that *Z350*[®] showed higher values of tensile strength and elasticity modulus although it was more affected by the temperature cycle. This material has a more dispersed and homogeneous microstructure with spherical nanoparticles on all surfaces analyzed. Its hardness values were similar to *TPH3*[®] which is a nanohybrid material, with larger particles and the smallest ones fulfilling the spaces in the polymeric matrix. *Artglass*[®] was the material with worst results in all tests, in addition to having the largest particle sizes and inefficient packing, with a few small particles leaving empty spaces in the polymeric matrix.

SUMÁRIO

1 – Introdução	1
2 – Revisão Bibliográfica	4
2.1 – Materiais Compósitos	4
2.1.1 – Matriz	6
2.1.2 – Fase Dispersa	7
2.1.3 – Nanopartículas	7
2.2 – Compósitos Odontológicos	9
2.2.1 – Classificação	15
2.2.2 – Compósitos Diretos	18
2.2.3 – Compósitos Indiretos	19
2.2.4 – Análise dos Constituintes	21
2.2.5 – THP 3®	24
2.2.6 – Filtek Z 350®	25
2.2.7 – Artglass®	26
2.3 – Propriedades Mecânicas	28
2.3.1 – Dureza	28
2.3.2 – Resistência à Compressão	31
2.3.2.1 – Compressão Diametral	31
2.3.3 – Resistência à flexão	36
2.4 – Fotopolimerização	38
2.5 – Análise Microestrutural	39
2.5.1 – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	39
2.5.2 – Microscópio de Força Atômica (AFM)	40
2.5.3 – Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	46

2.6 – Ciclagem Térmica	47
3.1 – Preparação das amostras	50
3.1.1 – Ensaio de dureza	50
3.1.2 – Ensaio de Compressão diametral	51
3.1.3 – Ensaio de Flexão a três pontos	52
3.1.4 – Análise Microestrutural Quantitativa	53
3.1.5 – Análises Microestruturais Qualitativas	54
3.1.5.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	54
3.1.5.2 – Microscopia de Força Atômica (AFM)	55
3.1.5.3 – Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	55
3.2 – Metodologia para os Ensaios	55
3.2.1 – Ensaio de dureza	55
3.2.2 – Ensaio de Compressão diametral	57
3.2.3 – Ensaio de Flexão a três pontos	58
3.2.4 – Análise Microestrutural Quantitativa	60
3.2.5 – Análises Microestruturais Qualitativas	63
3.2.5.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	63
3.2.5.2 – Microscopia de Força Atômica (AFM)	64
3.2.5.3 – Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	65
3.2.6 – Análise Estatística	65
4 – Resultados e Discussão	66
4.1 – Propriedades Mecânicas	66
4.1.1 – Ensaio de Dureza	66
4.1.2 – Ensaio de Compressão Diametral	70
4.1.3 – Ensaio de Flexão a três pontos	72
4.2 – Análises Microestruturais	75

4.2.1 – Cálculos Microestruturais Quantitativos	75
4.2.2 – Análises Microestruturais Qualitativas	77
4.2.2.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	77
4.2.2.2 – Microscopia de Força Atômica (AFM)	90
4.2.2.3 – Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	97
5 – Conclusões	105
De acordo com os resultados, nas condições de trabalho:	105
5.1 – Propostas para trabalhos futuros	106
Referências Bibliográficas	107
ANEXO I	120
ANEXO II	127
ANEXO III	128
ANEXO IV	133

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática das diversas características geométricas e espaciais das partículas da fase dispersa que podem influenciar as propriedades: concentração (a), tamanho (b), forma (c), distribuição (d) e orientação (e), em ordem (CALISTER JR., 2002).

Figura 2 - Esquema para classificação dos vários tipos de compósitos (CALISTER JR., 2002).

Figura 3 - Correlação entre os valores de tenacidade a fratura ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) e a fração volumétrica de partículas (%) (ZHANG *et al.*, 2004).

Figura 4 - Dimetacrilatos usados em compósitos dentários (MOSZNER e ULRICH, 2001).

Figura 5 - Reação de silanização, molécula de silano (Power Chemical Products, 2003).

Figura 6 - Apresentação comercial *TPH 3*[®].

Figura 7 - Apresentação comercial *Filtek Z350 Restaurador Universal*[®].

Figura 8 - Esquema do deslocamento da Igreja de São Pedro (BRESCIANI, *et al.*, 2004).

Figura 9 - Esquema de fratura vertical no ensaio proposto de compressão diametral (BRESCIANI *et al.*, 2004).

Figura 10 - Esquema do ensaio de tração por compressão diametral e distribuição de tensões ao longo do diâmetro do corpo de prova.

Figura 11 - Esquema de distribuição de tensões no ensaio de compressão diametral utilizando o método de elementos finitos.

Figura 12 - Relação entre altura e diâmetro do corpo de prova (LIMA, 1999).

Figura 13 - Relação entre tração direta e compressão diametral.

Figura 14 - Esquema do ensaio de flexão a três pontos, demonstrando sessões circulares e retangulares (CALISTER JR., 2002).

Figura 15 - Demonstração da coluna de MEV (<http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html>).

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

Figura 17 - Esquema de funcionamento do **AFM** (COSTA, 2007).

Figura 18 - Forças entre a ponteira e a amostra em função da distância entre elas (ZANETE, 2006).

Figura 19 - Deflexão do cantilever em operação de não-contato e contato (ZANETTE, 2006).

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

Figura 21 - Imagens topográficas de AFM da superfície do compósito *Ice*[®] polido e tratado com HNO₃ P.A. diluído a 25% (COSTA, 2007).

Figura 22 - Demonstração de um espectro típico gerado por EDS (<http://www.mee-inc.com/eds.html>).

Figura 23 - Fotografia da máquina utilizada para ciclagem térmicas dos corpos de prova.

Figura 24 - Molde para confecção de corpos de prova para ensaio de dureza (7 mm x 5 mm)

Figura 25 - Moldes para confecção de corpos de prova para ensaio de compressão diametral (3 mm x 6 mm).

Figura 26 - Molde para confecção de corpos de prova para ensaio de flexão (25 mm x 2 mm x 2 mm).

Figura 27 - Gráfico da taxa de aquecimento do forno.

Figura 28 - Microdurômetro Vickers.

Figura 29 - Esquema do ensaio de compressão diametral.

Figura 30 - Máquina EMIC onde foram realizados os ensaios de Resistência à Compressão Diametral.

Figura 31 - Esquema do ensaio de flexão, aonde o vão é a distância entre os pontos de suporte (L).

Figura 32 - Esquema da fratura no ensaio de flexão em três pontos.

Figura 33 - Balança analítica de precisão *GEHAKA – AG200*.

Figura 34 - Equipamento *JEOL JSM-6460LV*.

Figura 35 - AFM *Topometrix* modelo *Accurex II*.

Figura 36 - Indentação observada no MO (500x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito *TPH 3*[®] antes da ciclagem térmica.

Figura 37 - Indentação observada no MO (500x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito *TPH 3*[®] após ciclagem térmica.

Figura 38 - Indentação observada no MO (200x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito Z350[®] antes da ciclagem térmica.

Figura 39 - Indentação observada no MO (200x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito Z350[®] após ciclagem térmica.

Figura 40 - Indentação observada no MO (200x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito Artglass[®] antes da ciclagem térmica.

Figura 41 - Indentação observada no MO (200x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito Artglass[®] após ciclagem térmica.

Figura 42 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers dos materiais TPH3[®], Z350[®] e Artglass[®] em função do tratamento térmico recebido.

Figura 43 - Gráfico dos resultados de resistência à flexão dos materiais TPH3[®], Z350[®] e Artglass[®] em função do tratamento térmico recebido.

Figura 44 - Gráfico dos resultados de módulo de elasticidade em flexão dos materiais TPH3[®], Z350[®] e Artglass[®] em função do tratamento térmico recebido.

Figura 45 - Gráfico dos resultados de deformação em flexão dos materiais TPH3[®], Z350[®] e Artglass[®] em função do tratamento térmico recebido.

Figura 46 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura do ensaio de compressão diametral do material Artglass[®] com aumento de 100 X.

Figura 47 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura do ensaio de compressão diametral do material TPH3[®] com aumento de 100 X.

Figura 48 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura do ensaio de compressão diametral do material Z350[®] com aumento de 500 X.

Figura 49 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura do ensaio de compressão diametral do material Artglass[®] com aumento de 400 X.

Figura 50 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura do ensaio de compressão diametral do material Artglass[®] com aumento de 5.000 X.

Figura 51 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura do ensaio de compressão diametral do material TPH3[®] com aumento de 10.000 X.

Figura 52 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura do ensaio de compressão diametral do material Z350[®] com aumento de 10.000 X.

Figura 53 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura do ensaio de flexão a três pontos do material Artglass[®] com aumento de 20.000 X.

Figura 54 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura do ensaio de flexão a três pontos do material TPH3[®] com aumento de 20.000 X.

Figura 55 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura do ensaio de flexão a três pontos do material *Z 350*[®] com aumento de 20.000 X.

Figura 56 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (600° C) do material *Artglass*[®] com aumento de 20.000X.

Figura 57 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (600° C) do material *TPH3*[®] com aumento de 20.000X.

Figura 58 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (600° C) do material *Z350*[®] com aumento de 20.000X.

Figura 59 - Imagem dos corpos de prova após queima a 400° C.

Figura 60 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (500° C) do material *Artglass*[®] com aumento de 10.000X.

Figura 61 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (450° C) do material *Artglass*[®] com aumento de 20.000X.

Figura 62 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (450° C) do material *Artglass*[®] com aumento de 30.000X.

Figura 63 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material *TPH3*[®] com aumento de 10.000X.

Figura 64 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material *TPH3*[®] com aumento de 20.000X.

Figura 65 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material *TPH3*[®] com aumento de 30.000X.

Figura 66 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material *Z 350*[®] com aumento de 10.000X.

Figura 67 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material *Z 350*[®] com aumento de 20.000X.

Figura 68 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material *Z 350*[®] com aumento de 30.000X.

Figura 69 - Imagem topográfica (a) 10 µm x 10 µm e (c) 5 µm x 5 µm e de contraste de fase (b) 10 µm x 10 µm e (d) 5 µm x 5 µm de AFM da superfície do composto *Artglass*[®] polido e tratado com HNO₃ P.A. diluído a 25 %.

Figura 70 - Imagem topográfica (a) 10 µm x 10 µm e (c) 5 µm x 5 µm e de contraste de fase (b) 10 µm x 10 µm e (d) 5 µm x 5 µm de AFM da superfície do composto *TPH3*[®] polido e tratado com HNO₃ P.A. diluído a 25 %.

Figura 71 - Imagem topográfica (a) 10 μm x 10 μm e (c) 5 μm x 5 μm e de contraste de fase (b) 10 μm x 10 μm , (d) 5 μm x 5 μm e (e) – 1,5 μm x 1,5 μm de AFM da superfície do compósito *Z 350*[®] polido e tratado com HNO_3 P.A. diluído a 25 %.

Figura 72 - Micrografia do campo observado com aumento de 100X e espectro gerado pelo EDS do material *Artglass*[®].

Figura 73 - Micrografia do campo observado com aumento de 100X e espectro gerado pelo EDS do material *TPH3*[®].

Figura 74 - Micrografia do campo observado com aumento de 100X e espectro gerado pelo EDS do material *Z 350*[®].

Figura 75 - Micrografia do campo observado com aumento de 25000X e espectros 1, 2, 3 e 4 (selecionados no campo) do material *Artglass*[®].

Figura 76 - Micrografia do campo observado com aumento de 10000X e espectros 1 e 2 (selecionados no campo) do material *TPH3*[®].

Figura 77 - Micrografia do campo observado com aumento de 25000X e espectro selecionado do material *Z 350*[®].

LISTA DE TABELAS

- Tabela 1 - Classificação dos compósitos segundo WILLEMS *et al.* (1992).
- Tabela 2 - Classificação dos compósitos segundo ANUSAVICE (1998).
- Tabela 3 - Propriedades dos compósitos (ANUSAVICE, 1998).
- Tabela 4 - Correlação entre o peso molecular e a viscosidade dos monômeros (MOSZNER e ULRICH, 2001).
- Tabela 5 - Propriedades do *Artglass*® segundo FREIBERG e FERRACANE (1998).
- Tabela 6 - Propriedades do *Artglass*® segundo Laboratório da *Shofu*.
- Tabela 7 - Técnicas de ensaios de dureza (CALISTER JR., 2002).
- Tabela 8 - Tabela da representação das grandezas.
- Tabela 9 - Variação da densidade absoluta da água em função da temperatura.
- Tabela 10 - Resultados de Microdureza Vickers (HV) e valores de p .
- Tabela 11 - Resultados dos ensaios de compressão diametral: a média, o desvio padrão (D.P.) e o *valor p* do limite de resistência à compressão diametral dos materiais *TPH 3*®, *Z 350*® e *Artglass*®.
- Tabela 12 - Resultados dos ensaios de resistência à flexão: média, desvio padrão e *valor p* para o limite de resistência à flexão (σ_f), deformação em flexão (ϵ) e módulo de elasticidade (E_f) dos materiais *TPH 3*®, *Z 350*® e *Artglass*®.
- Tabela 13 - Valores médios percentuais em peso e em volume de partículas registrados pelos fabricantes e os presentes nos compósitos estudados, além de seus desvios padrões e valores p .
- Tabela 14 - Valores médios das densidades – compósitos, partículas e matriz.
- Tabela 15 - Valores médios percentuais em área de partículas presentes nos compósitos estudados, além de seus desvios padrões e valores p .
- Tabela 16 - Distribuição dos elementos do material *TPH3*®.
- Tabela 17 - Distribuição dos elementos do material *Artglass*®.
- Tabela 18 - Distribuição dos elementos do material *Z 350*®.

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 - Microdureza Vickers.

Equação 2 - Resistência à compressão diametral.

Equação 3 - Relação entre resistência à compressão diametral e tração direta.

Equação 4 - Relação entre resistência à flexão e tração direta.

Equação 5 - Resistência à flexão para corpos de prova de seção reta.

Equação 6 - Resistência à flexão para corpos de prova de seção circular.

Equação 7 - Microdureza Vickers.

Equação 8 - Resistência à compressão diametral.

Equação 9 - Resistência à flexão para corpos de prova de seção reta.

Equação 10 - Módulo de elasticidade em flexão.

Equação 11 - Deformação do corpo-de-prova em flexão.

Equação 12 - Fração volumétrica das partículas.

Equação 13 - Fração volumétrica da matriz.

Equação 14 - Fração em peso das partículas.

Equação 15 - Fração em peso da matriz.

Equação 16 - Lei das misturas direta.

1 – Introdução

A cada ano a procura por materiais restauradores odontológicos estéticos vem crescendo mais e mais, tanto por parte dos profissionais como também dos pacientes (CHAIN *et al.*, 2001). A busca por materiais que possam substituir o amálgama de prata e as restaurações metálicas fundidas, utilizadas ainda hoje por grande parte da população, é cada vez maior. A ânsia por soluções para suprir e agradar este mercado estético é grande, e com isso surgem no cenário odontológico, a cada ano, uma imensa gama de produtos com novas promessas e grandes inovações. Contudo, as dificuldades para se alcançar um resultado clínico satisfatório, a médio e longo prazo, impedem a permanência de alguns destes materiais no mercado por um período prolongado de tempo. O desgaste superficial intenso após alguns anos, a descoloração de margens, assim como a fratura do corpo ou das margens da restauração influem na durabilidade da restauração e, conseqüentemente, no conforto do paciente.

No início, utilizados apenas em restaurações diretas anteriores, os compósitos odontológicos foram tomando força no mercado. Evoluindo rapidamente e, melhorando suas propriedades mecânicas, estes materiais passaram a ser indicados também para restaurar cavidades, de tamanho pequeno a médio, na região posterior da cavidade oral. Na década de 90, surgiram os compósitos fotopolimerizáveis para uso indireto, com indicação de uso tanto na região anterior quanto posterior da cavidade oral, em dentes extensamente destruídos. Desde então, os compósitos tornaram-se uma opção para as restaurações indiretas do tipo incrustação (*inlays*) e com cobertura de cúspides (*onlays*) originalmente, somente confeccionadas com ligas metálicas. Denomina-se restauração indireta àquela confeccionada sobre modelo de gesso, em consultório ou em laboratório de prótese dental. Foram criadas desta forma classes específicas desses materiais, ou seja, compósito para uso direto na cavidade oral e compósito para uso indireto. Para que seja utilizado na região posterior da cavidade oral, onde a carga mastigatória é alta, este material exige um elevado grau de polimerização e alto conteúdo de partículas, a fim de que suas propriedades físicas e resistência à abrasão sejam melhoradas (SOUZA *et al.*, 2001). Devido à sua composição e estrutura, os compósitos para uso indireto unem as vantagens das cerâmicas – estética, resistência à abrasão, elevada estabilidade – com as vantagens dos modernos materiais compósitos diretos – fácil aplicação, excelente polimento, baixa fragilidade, resistência à fratura, possibilidade de reparo na boca e união química com cimento resinoso (GOMES e GOMES, 2001).

No final da década de 90, surgem no mercado novos compósitos capazes de desempenhar ambos papéis: utilizados para restaurações diretas de todas as classes e também indiretas do tipo incrustação (*inlays*) e com cobertura de cúspides (*onlays*), sendo denominados compósitos restauradores “universais”. Esses novos compósitos deveriam suprir a necessidade de maior resistência mecânica para áreas posteriores, onde seus antecessores haviam falhado, devido à grande carga mastigatória da região. Outra vantagem desses materiais foi a introdução de uma grande variedade de cores, que imitam com grande perfeição o matiz, o croma e o valor da estrutura dentária. Esses materiais são empregados de forma que o compósito de maior croma seja utilizado como dentina, o corpo ou porção interna da restauração e, o compósito de menor croma e mais alto valor, utilizado como recobrimento da superfície, substituindo o esmalte dental. Essa praticidade na confecção da restauração permite ao cirurgião-dentista utilizar o mesmo material tanto para restaurações diretas quanto para as indiretas.

Com tantas opções no mercado e, devido à falta de padronização na avaliação da qualidade desses compósitos ao longo do tempo, torna-se cada vez mais difícil a escolha de um material pelo cirurgião-dentista. Como o ideal de avaliação seria a análise do seu desempenho clínico ao longo do tempo na cavidade oral e, como ainda não há um consenso nos critérios para essa medição, testes laboratoriais cada vez mais específicos são indicadores confiáveis para a escolha mais apropriada.

Desta forma, este estudo se propôs a analisar *in vitro* o comportamento mecânico de um compósito indireto microhíbrido bem estabelecido no mercado, *Artglass*[®] (Heraeus Kulzer) – Alemanha, em comparação a dois compósitos diretos, um nano híbrido, *TPH 3*[®] (Dentsply) – nacional, e um nano particulado, *Filtek Z 350*[®] (3M) - EUA, denominados “universais”. Segundo os fabricantes, todos esses compósitos se diferenciam basicamente em relação à distribuição no tamanho de partículas.

Análises comparativas de dureza, resistência à flexão e à compressão diametral (Ensaio Brasileiro) serão realizadas a fim de verificar a viabilidade destes compósitos “universais” serem utilizados para restaurações indiretas. Os mesmos testes serão aplicados ao material compósito indicado para restaurações indiretas, a fim de avaliar se de fato possui características que justifiquem seu uso. Análise micro estrutural também será realizada a fim de avaliar suas diferenças e correlacionar as mesmas com seus comportamentos mecânicos.

Complementando os testes anteriores, será realizado um estudo de ciclagem térmica nesses materiais, a fim de simular os choques térmicos que os mesmos

receberiam na cavidade oral, com o objetivo de verificar se os mesmos são sensíveis ou não a esse choque térmico. Posteriormente, nessas mesmas amostras, que sofreram exposição a ciclos repetidos de temperatura oscilante, serão realizados os ensaios mecânicos de dureza e flexão a três pontos.

2 – Revisão Bibliográfica

2.1 – Materiais Compósitos

Hoje, as tecnologias modernas exigem materiais com combinações incomuns de propriedades, que não podem ser encontradas em materiais convencionais; o que é real para aplicações nas áreas aeroespacial, subaquática, de transporte e biomédica. Assim, desenvolvem-se os materiais compósitos, caracterizados como sendo qualquer material multifásico – metal, polímero ou cerâmica – que exiba uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases, melhorando seu desempenho mecânico (CALISTER JR., 2001).

Contudo, sabemos que desde os primórdios da humanidade existem vestígios da utilização destes materiais, como os tijolos de argila reforçados com palha feitos pelos israelitas (GIBSON, 1994). Na natureza podem-se encontrar vários exemplos de compósitos: a madeira, o granito, o osso, o esmalte dentário, a dentina, etc (CALISTER JR., 2002). Com isso, fica difícil precisar quando estes materiais foram utilizados pela primeira vez.

Durante a década de 60, quando houve um aumento na demanda por materiais resistentes e leves, foi desenvolvido o primeiro compósito avançado, a fibra de boro. A partir de seu desenvolvimento a importância desses materiais em relação aos tradicionais vem crescendo significativamente até os dias atuais.

Tornou-se possível projetar materiais que possuam propriedades melhores do que aquelas encontradas em ligas metálicas, em materiais cerâmicos e poliméricos. Para isso se faz necessário conhecer a ampla variedade dos materiais compósitos, assim como a dependência do seu comportamento em relação às características, quantidades relativas de acordo com sua geometria/distribuição e propriedades das fases constituintes. De acordo com o princípio de ação combinada, cada vez mais surgem no mercado novos materiais através da junção criteriosa de dois ou mais constituintes, quimicamente diferentes e com interfaces distintas (CALISTER JR., 2001). Esses novos materiais apresentam propriedades tais como: baixa expansão térmica, alta resistência mecânica, segurança e economia (WETZEL *et al.*, 2003).

CHAWLA (1997) completa o conceito de CALISTER JR. (2002), salientando que os compósitos são os materiais que satisfazem as seguintes condições:

1. São fabricados;

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

Muitos materiais compósitos são formados por apenas duas fases; uma é chamada de matriz, que é contínua e envolve a outra fase, chamada de fase dispersa. As propriedades destes são uma função das propriedades das fases constituintes, das suas quantidades relativas e da geometria da fase dispersa. Neste contexto, por geometria entende-se a forma das partículas, seu tamanho, sua distribuição e sua orientação – Figura 1.

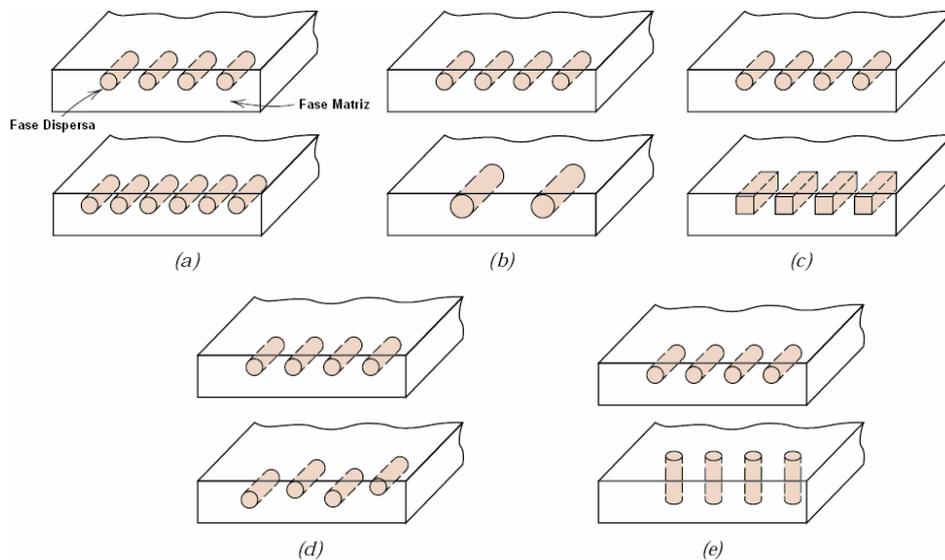


Figura 1 - Representação esquemática das diversas características geométricas e espaciais das partículas da fase dispersa que podem influenciar as propriedades: concentração (a), tamanho (b), forma (c), distribuição (d) e orientação (e), em ordem (CALISTER JR., 2002).

O esquema abaixo consiste na classificação dos compósitos em três divisões principais, com suas subdivisões (CALISTER JR., 2002) – Figura 2:

1. Compósitos reforçados por fibras;
2. Compósitos reforçados por partículas;
3. Compósitos estruturais.



Figura 2 - Esquema para classificação dos vários tipos de compósitos (CALISTER JR., 2002).

2.1.1 – Matriz

A fase matriz pode ser constituída tanto por metais, como por cerâmicas ou polímeros. Em geral, são utilizados os metais e polímeros, pois se exige alguma ductilidade proveniente da matriz. No caso de compósitos com matriz cerâmica, o componente de reforço é adicionado para melhorar a tenacidade à fratura (CALISTER JR., 2001).

Esta fase desempenha várias funções: une e protege a fase de reforço ou fase dispersa contra danos externos superficiais, transfere e distribui as cargas aplicadas ao material, já que apenas uma pequena porção da carga é suportada pela matriz. Além de que a fase matriz separa as fibras ou partículas umas das outras, em virtude da sua baixa viscosidade e flexibilidade, prevenindo a propagação de trincas frágeis entre elas. A matriz e a fase dispersa formam uma unidade estrutural, que para pleno funcionamento devem estar intimamente ligadas pela sua interface, seja química ou fisicamente.

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

Para CHAWLA (1997) os polímeros são estruturalmente materiais muito mais complexos que os metais ou as cerâmicas e, normalmente são mais baratos e fáceis de processar do que esses. No entanto, apresentam baixa resistência mecânica e baixo módulo de elasticidade, além de não terem indicação de uso a altas temperaturas.

Um grande número de formulações de resinas proporciona uma ampla variedade de propriedades para estes polímeros. Dentre elas podemos citar: as resinas epóxi, mais

caras e com propriedades mecânicas superiores, os poliésteres, as resinas vinílicas, as resinas poliamidas, para aplicação a altas temperaturas e, as resinas termoplásticas, estudadas para aplicações aeroespaciais (CALISTER JR., 2002).

Estruturalmente, os polímeros são macromoléculas constituídas por átomos de carbono ligados covalentemente formando o corpo da cadeia, que possui unidades menores repetitivas. O processo pelo qual estas grandes moléculas são formadas, a partir de outras menores, é chamado de polimerização. Polimerização é o processo pelo qual vários monômeros se unem a fim de formar o polímero.

2.1.2 – Fase Dispersa

Como visto anteriormente, CALISTER JR. (2002) classifica os compósitos em três categorias principais: reforçados por fibras, reforçados por partículas e estruturais. A fim de direcionar o propósito do presente estudo serão empregados compósitos reforçados por partículas. Esses compósitos podem ser subdivididos em duas classes: reforçados por partículas grandes (partículas acima de 0,1 μm) e os reforçados por dispersão (partículas menores que 0,1 μm). A distinção entre eles está baseada no mecanismo de reforço ou aumento da resistência.

No caso de compósitos reforçados por partículas grandes a interação matriz/fase dispersa não pode ser tratada a nível atômico, em vez disso é aplicada a mecânica do contínuo. Para a maioria desses compósitos a fase particulada é mais dura e mais rígida do que a matriz, o que tende a restringir o movimento da fase matriz na vizinhança de cada partícula. A matriz, ao receber uma tensão, transfere parte desta tensão aplicada às partículas, que devem suportar uma fração dessa carga. Assim, o grau de melhoria no comportamento mecânico depende diretamente da forte ligação na interface matriz/partícula.

Já nos compósitos reforçados por dispersão, pode-se analisar a interação matriz/fase dispersa a nível atômico ou a nível molecular, o que garante significativa melhora nas propriedades mecânicas destes materiais.

2.1.3 – Nanopartículas

Atualmente, nanopartículas vem 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 entre 1-10 ou até mais micrometros, fato que aumenta a dureza do material e sua resistência sob certas condições de tensão. Contudo, a adição de partículas maiores leva à 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 e SINGH, 2002).

Segundo SHI *et al.* (2004), é extremamente importante que as nanopartículas recebam tratamento prévio à sua inserção na matriz polimérica para que se evite a sua tendência à aglomeração. 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 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 aperfeiçoar 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 nanopartículas 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 *et al.*, 2004, ZHANG e SINGH, 2002).

O tamanho em escala nanométrica das partículas da fase dispersa leva também a um aumento na tenacidade à fratura em compósitos de matriz polimérica (ZHANG *et*

al., 2004). Isto é, quanto menor for o tamanho da partícula mais resistente o material será à fratura. Porém, este fato não ocorre quando se trata de reforços convencionais para polímeros, através de partículas micrométricas de vidro, os quais aumentam moderadamente ou nem mesmo influenciam na tenacidade à fratura. Outro ponto importante citado por ZHANG *et al.* (2004) se refere ao uso de um silano organofuncional a fim de aumentar a adesão entre partículas e matriz, pois sem este fator também não se conseguiria melhoras mecânicas – Figura 3.

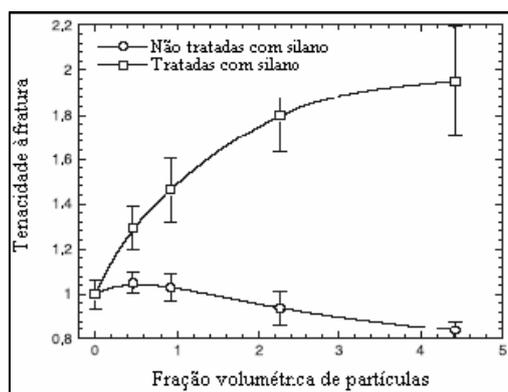


Figura 3 - Correlação entre os valores de tenacidade a fratura (MPa.m^{1/2}) e a fração volumétrica de partículas (%) (ZHANG *et al.*, 2004).

2.2 – Compósitos Odontológicos

Os materiais compósitos odontológicos pertencem a uma classe maior de materiais denominada biomateriais. Esta consiste em qualquer substância que pode ser usada por qualquer período de tempo como parte de um sistema que objetiva o tratamento ou reposição de qualquer tecido, órgão ou função do corpo (ANTUNES e RAMALHO, 2003). Sendo assim se faz necessário conhecer e analisar cuidadosamente as considerações biológicas associadas à cavidade oral, na totalidade de seus tecidos e estruturas.

Como guia de desenvolvimento destes materiais, a questão estética tem se destacado bastante nos últimos tempos. A cada ano a procura por materiais dentários que possam substituir o amálgama de prata e as restaurações metálicas fundidas indiretas cresce mais e mais, o que levou a um desenvolvimento crescente de compósitos poliméricos para suprir este mercado (ORÉFICE *et al.*, 2003).

Os compósitos poliméricos são empregados como materiais dentários desde o final dos anos 40 e início dos anos 50 por serem insolúveis, de fácil manipulação, baixo custo e estéticos. Contudo, eram vistos com certo ceticismo, porque apesar de apresentarem similaridade de cor com a estrutura dental e insolubilidade em fluidos orais ainda demonstravam alta taxa de contração de polimerização e alto coeficiente de expansão térmica.

A grande revolução neste campo ocorreu no início da década de 60 quando BOWEN (1962) juntou uma resina epóxica com uma resina acrílica, obtendo o Bis-GMA (bisfenol-A glicidil metacrilato). Uma carga inorgânica, representando a fase dispersa, unida à matriz por um agente de união (silano) foi adicionada, com o objetivo de aprimorar as propriedades físicas e mecânicas destes materiais (BARATIERI, 1992).

Os compósitos odontológicos são formados pela mistura de uma matriz resinosa orgânica macia com partículas cerâmicas inorgânicas duras. A matriz resinosa é composta por monômeros, um sistema iniciador e pigmentos, enquanto o preenchimento inorgânico, ou fase dispersa, consiste em partículas de vidro, quartzo e sílica coloidal. A união destas partes é feita por um agente de união chamado de silano (FERRACANE *et al.*, 1986).

Estes podem se diferenciar em tipo de matriz, polimerização e preenchimento (BRAEM, 1985). A estrutura molecular e quantidade dos diferentes monômeros, bem como a quantidade e tipo de fase dispersa usada, afetam as propriedades destes materiais. Alguns podem ser mais resistentes mecanicamente, outros podem permitir que sua superfície seja mais bem polida, ou até possuir baixos coeficientes de expansão térmica. Todas essas nuances fazem com que se tenha no mercado, desde o advento dessa classe de materiais, uma imensa gama de produtos, deixando ao profissional a escolha e julgamento do melhor material para seu uso, baseado em suas performances laboratoriais (LAMBRECHTS *et al.*, 1987).

De acordo com WELLINGHOFF (2003), o material ideal para restaurações odontológicas não deveria apresentar contração de polimerização, deveria ter resistência ao desgaste próxima ao esmalte, aderir não só ao esmalte, mas, também à dentina, ser biocompatível e possuir a coloração dos dentes naturais. Deveria selar facilmente a interface dente/restauração e, ter alta resistência mecânica. Contudo até hoje nenhum compósito mostrou possuir tal conjunto de propriedades.

Compósitos foram inicialmente usados em pequenas cavidades de dentes anteriores, onde o esforço mecânico é mínimo. Com o surgimento da era da estética se

fez necessário a evolução destes materiais para sua utilização em dentes posteriores (BOTTINO *et al.*, 2001).

Segundo LEINFELDER (1981), dois anos depois do lançamento do primeiro compósito para dentes anteriores (Addent 35), foi lançado um compósito para dentes posteriores (Addent 12), com algumas modificações no material inicial. Este mesmo autor ainda cita, em uma publicação de 1995, que diversas indústrias encorajadas pelo grande potencial destes materiais investiram em seu aprimoramento.

A primeira grande modificação veio com a introdução de partículas pequenas, com o compósito P-10 (3M), uma modificação do compósito Concise (3M), que já havia se consolidado no mercado como material restaurador de dentes anteriores. O compósito P-10 teve sua resistência ao desgaste melhorada em duas vezes com a introdução de partículas em torno de 50 μm .

A segunda grande modificação ocorreu com a introdução no mercado dos compósitos foto-curados ou fotopolimerizáveis, sendo o Prisma Fill (Dentsply), na década de 70, o seu primeiro representante. A fotopolimerização ocorria através da exposição do compósito a luz ultravioleta que permitia polimerizar o material em 30 segundos, a uma profundidade mínima de 1,5 mm. Diversos estudos vêm demonstrando que esses compósitos são mais resistentes ao desgaste e mais estáveis em relação à coloração. O aumento desta resistência pode ser associado a uma diminuição da quantidade de ar ou oxigênio dentro do material, o que era comum nos sistemas auto polimerizáveis, devido à manipulação das pastas. Na década de 80, a empresa ICI introduziu no mercado o compósito Foto-Fill, o primeiro compósito odontológico indicado para restaurações diretas, fotopolimerizado por luz visível. Uma das grandes vantagens da luz visível é proporcionar uma polimerização mais profunda e eficiente. Hoje todos os compósitos resinosos são fotopolimerizados por luz visível.

A terceira grande modificação, ainda na década de 70, foi representada pela introdução de micropartículas de sílica coloidal como fase dispersa (Ivoclar N. A.) com o intuito de melhorar o polimento dessas restaurações. Como o tamanho da partícula de sílica coloidal apresenta-se menor que o comprimento de onda da luz visível, a superfície da restauração poderia ser polida de forma a obter uma superfície mais lisa, com maior brilho final. Contudo, surgiram problemas na incorporação dessas micropartículas na matriz resinosa, estas provocavam redução na viscosidade desses materiais, o que dificultava a inserção na cavidade dentária. Devido a essa pegajosidade aumentada não se conseguia uma estabilização dos contatos interdentais, levando a

impacção alimentar e problemas gengivais. Assim, posteriormente, o próprio fabricante desenvolveu um sistema específico para incorporação destas partículas, solucionando o problema. São exemplos desses primeiros compósitos o Helioprogress e Heliomolar RO (Ivoclar N. A.), Durafill e Dentacolor (Kulzer, Inc.) e Silux Plus (3M).

A última grande revolução citada por LEINFELDER (1995) veio com a chegada no mercado dos compósitos diretos universais, para restaurações de dentes anteriores e posteriores de todas as classes, na forma do Herculite XR (Kerr) – sistema de partículas de aproximadamente 0,6 µm. A escala em micron das partículas forneceu ao compósito a resistência mecânica e ao desgaste necessário para ser usado em dentes posteriores, e com características que permitiam um polimento superficial tal que o indicava para uso também em dentes anteriores. Esse novo conceito foi criado devido à demanda clínica de um material único para todas as classes cavitárias. Como exemplos podem-se citar: APH e TPH (Dentsply), Charisma (Kulzer, Inc.), Z 100 (3M), Tetric (Vivadent, Ivoclar N. A.) e claro o Herculite XRV (Kerr).

No decorrer da década de 80, na tentativa de suprir as carências de polimento e desgaste acelerado que os compósitos apresentavam após alguns anos, foram criados os compósitos resinosos laboratoriais cimentados com material adesivo direto. Estes apresentaram além da boa estética, facilidade de obtenção de contornos anatômicos e contatos interdentais, sendo utilizados para cavidades maiores onde a técnica direta havia falhado. Como exemplo destes citamos o Artglass (Kulzer, Inc.) e o Solidex (Shofu).

Hoje, com a evidência da nanotecnologia, e a necessidade de cada vez melhores resultados mecânicos, encontramos os novos restauradores “universais”, que englobam todas as mais novas tecnologias em obtenção de nanopartículas, incorporação e produção de compósitos odontológicos, abrangendo todo o mercado:

- Restaurações diretas de dentes anteriores e posteriores de todas as classes;
- Reparo de diastemas;
- Procedimentos preventivos;
- Caracterizações e tratamento de malformações dentárias;
- Fixação de dispositivos ortodônticos;
- Núcleos de preenchimento;
- Facetas estéticas;
- Restaurações indiretas do tipo onlay/inlay;

- Coras do tipo Veneers.

Isto nos faz acreditar que este tipo de compósito irá representar em breve a grande maioria dos materiais usados nos consultórios odontológicos (ALLEN *et al.*, 2003).

Atualmente, os compósitos odontológicos resistem a um esforço oclusal 10 a 15 vezes maior do que os compósitos originais (LEINFELDER 1991). Esses novos compósitos ainda são baseados na formulação de Bowen, mas apresentam algumas modificações. A matriz resinosa, porção quimicamente ativa, é comumente constituída pelo Bis-GMA (bisfenol-A glicidil metacrilato) ou UDMA (uretano dimetacrilato). Existem ainda diluentes como o TEG-DMA (trietileno glicidil dimetacrilato) ou EDMA (etileno glicol dimetacrilato), responsáveis pela redução da viscosidade que, no entanto, levam a um aumento na contração de polimerização. Para proporcionar vida útil mais longa há a adição de um inibidor da polimerização, sendo o mais utilizado - a hidroquinona. Felizmente hoje, já há outras matrizes sendo utilizadas, isto, devido a constante busca por parte dos fabricantes por materiais cada vez melhores (ANUSAVICE, 1998).

O processo de polimerização se dá quando os iniciadores, agentes químicos, são ativados, ou excitados, por luz visível de comprimento de onda entre 420-550 nm, iniciando o processo de cura. Nos compósitos odontológicos são em sua maioria canforoquinonas ou outras diquinonas (CHAIN *et al.*, 2001).

À matriz são incorporadas partículas de fase dispersa inorgânica para melhorar as propriedades físicas do material. Como exemplo dessa melhoria pode-se citar o aumento da resistência ao desgaste e a diminuição da contração de polimerização. No entanto, essa incorporação apresenta um limite estético. As cargas mais usadas são: quartzo, sílica coloidal, vidro de fluorsilicato de alumínio, além de bário e estrôncio – proporcionam radiopacidade (MAIA e PEREIRA, 2005).

Uma das forças mais destrutivas que os compósitos poliméricos diretos causam na estrutura resina/dente é o estresse causado pela polimerização.

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

Uma importante característica relacionada às partículas é sua área de superfície. Quanto menor forem as partículas, maior será a área de superfície para um mesmo volume de partículas. Para se conseguir uma grande porção volumétrica de partículas, deve estar presente uma ampla distribuição de tamanho de partículas. Fazendo com que a informação da fração volumétrica dos componentes do compósito seja extremamente importante (JONES, 1998).

Nos últimos anos o tamanho das partículas tem diminuído consideravelmente, de 8-30 μm em compósitos tradicionais para escala nanométrica em compósitos modernos. Uma das razões para isso, além daquelas que já foram discutidas, é a dificuldade encontrada em se obter polimento nos materiais com partículas grosseiras. Rugosidades e imperfeições superficiais são consequência disto, levando a um aumento na retenção de placa, irritação gengival, manchamento e necessidade de repolimento das restaurações (VENHOVEN *et al.*, 1996).

Outro ponto importante nos compósitos dentais é a união entre matriz/fase dispersa, para que possa existir uma eficiente transmissão de carga nesta interface, melhorando a resistência à fratura e a abrasão. Esta adesão é feita através de um agente de união chamado de silano, sendo o mais comum utilizado nos compósitos odontológicos 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 hidrolisadas (LIM *et al.*, 2002).

Um estudo de FERRACANE *et al.* (1998) propôs a adição de micropartículas sem pré-tratamento com agentes de união (silanos) a fim de reduzir a contração de polimerização, porém isto não beneficiou em nada o material, já que se faz necessária a boa adesão matriz/carga para que haja melhor transferência dos esforços mastigatórios.

Uma outra vantagem obtida pela boa adesão matriz/carga é a não propagação de trincas em materiais, com altas taxas de partículas, pois essa interface funcionaria como um obstáculo. Já, quando não se tem essa boa adesão, a propagação de trincas ocorre exatamente nesta interface.

Durante o processo de silanização é formado um filme, por múltiplas camadas de moléculas de silano, que pode aderir física ou quimicamente à superfície das partículas. A adesão física pode enfraquecer o compósito, pois pode causar uma adesão não muito forte entre partícula e matriz. As diferenças na deposição do silano podem resultar em diferenças significantes nas propriedades físicas dos compósitos dentais. Partículas contendo moléculas de silano condensadas podem formar agrupamentos que

não vão se tornar penetráveis pelos monômeros. Embora o espaçamento das partículas dentro dos aglomerados seja pequeno, o espaçamento entre os aglomerados é relativamente grande, e as propriedades mecânicas destes aglomerados são de fato baixas, podendo prejudicar o desempenho final do material. Porém, partículas sem tratamento não são adequadas como fase dispersa, mesmo possuindo a vantagem de não formarem aglomerados (LIM *et al.*, 2002).

A grande batalha, que vem sendo vencida ao longo dos anos na evolução dos compósitos odontológicos, consiste no aprimoramento de propriedades como: resistência ao desgaste, evitando na cavidade oral perda da forma anatômica pela abrasão mastigatória e atrição; resistência mecânica que possa impedir a fratura do corpo da restauração e suas margens; redução na contração de polimerização, a fim de evitar infiltrações marginais que possibilitem o aparecimento de cárie secundária e a sensibilidade pós-operatória. Todos esses aprimoramentos fazem com que estes materiais sejam bem aceitos no uso em restaurações anteriores e posteriores, diretas e indiretas.

2.2.1 – Classificação

A fim de acompanhar o desenvolvimento dos novos materiais e qualificar os antigos, várias classificações têm sido propostas. A classificação mais comum é a que diferencia os compósitos restauradores – ou diretos – usados através da técnica incremental pelo preenchimento direto das cavidades, e os compósitos laboratoriais – ou indiretos – confeccionados em laboratório através de um molde, também por incrementos, ambos curados por luz ou calor (MATSUMURA *et al.*, 2000).

No início da década de 80 foi introduzido um sistema de classificação para os compósitos baseado no tamanho médio das partículas de fase dispersa, na técnica de fabricação, como visto acima, e na composição química das partículas (LUTZ e PHILLIPS, 1983). Desde então muitos sistemas de classificação são propostos, e a nomenclatura varia de autor para autor.

A Tabela 1 mostra a classificação fornecida por WILLEMS *et al.* (1992). Ele catalogou 89 compósitos existentes no comércio em função do tamanho médio de partícula, sua distribuição e morfologia, além de módulo de elasticidade e rugosidade superficial. O material foi analisado em MEV, e o equipamento para a quantificação

pode analisar partículas numa faixa de 0,4 – 800 μm . Foram listados os diâmetros médios e tamanhos mais frequentes.

Tabela 1 - Classificação dos compósitos segundo WILLEMS *et al.* (1992).

Categoria	Média do tamanho das partículas (μm)
1- Compósitos Microfinos	0,04
2- Compósitos Híbridos	
Ultrafino	0,8 – 3,6
Fino	4,2 – 9,3
3-Compósitos de Micropartículas	
Ultrafino	1,0 – 3,6
Fino	3,6 – 8,9

Na Tabela 2 podemos ver a classificação segundo ANUSAVICE (1998). Para ele os compósitos odontológicos são frequentemente classificados com base também no tamanho médio de suas partículas de fase dispersa. Além disso, a fração volumétrica destas, sua distribuição por tamanho, seu índice de refração, sua radiopacidade e sua dureza são importantes fatores na distribuição das propriedades e na aplicação clínica do compósito.

Tabela 2 - Classificação dos compósitos segundo ANUSAVICE (1998).

Categoria	Média do tamanho das partículas (μm)
1-Compósitos tradicionais	8 – 12, podendo chegar a 50.
2-Micropartículas	0,04 – 0,4
3-Partículas finas	0,5 – 1,0
4-Compósitos híbridos	0,06 – 1,0

Ele considera os compósitos *tradicionais* como macropartículas, cuja carga normalmente usada é de quartzo moído variando muito no tamanho e a quantidade em peso está entre 70 e 80 % ou entre 60 e 65 % em volume total. Como principais desvantagens têm alta rugosidade superficial e baixa resistência ao desgaste, não são indicadas para dentes posteriores e são pouco usadas atualmente.

Nos compósitos de *micropartículas* a fase dispersa é formada de sílica coloidal de tamanho aproximado de 0,04 μm . Isso deixa a superfície mais lisa. Durante a mistura, as partículas de sílica tendem a se aglomerar. Essa dificuldade na fabricação é responsável pela variação do tamanho das partículas que variam de 0,04 a 0,4 μm . A sílica coloidal não é misturada diretamente à matriz, elas são incorporadas sob uma variedade de formas: partículas pré-polimerizadas, aglomeradas e aglomeradas por sinterização. Esses compósitos têm propriedades mecânicas e físicas inferiores à dos compósitos tradicionais. A quantidade de resina é de 50 a 70 % em volume.

Os compósitos de *partículas finas* possuem mais fase dispersa inorgânica – 80 % em peso ou 60 a 65 % em volume – e as partículas variam entre 0,5 a 1,0 μm . A maioria das partículas é de vidro de óxidos de metais pesados e sílica coloidal.

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

Os compósitos *híbridos* possuem macro e micropartículas em sua fase dispersa. Os compósitos híbridos modernos consistem na sua maioria de 10 a 20 % em peso de micropartículas de sílica coloidal e 50 a 60 % em peso de partículas de vidros de metais de óxidos pesados, totalizando um percentual de carga de 70 a 80 % em peso. Os vidros têm um tamanho médio de cerca de 0,6 a 1,0 μm . Neste aspecto, as micropartículas também contribuem significativamente para as propriedades. A fase dispersa de partículas finas, bem como as de micropartículas, levam a um aumento da área superficial. Assim a quantidade de partículas total não é maior do que a dos compósitos de partículas finas.

A combinação de macro e micropartículas, isto é, partículas de tamanhos variados permitem uma melhor distribuição e um empacotamento mais denso das partículas (ANUSAVICE, 1998, LEINFELDER, 1991). Acredita-se que isso melhore as propriedades físicas e mecânicas, inclusive resistência ao desgaste (LUTZ e PHILLIPS, 1983, MANHART *et al.* 2000) – Tabela 3.

Tabela 3 - Propriedades dos compósitos (ANUSAVICE, 1998).

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

Podemos classificá-los ainda de acordo com seu grau de escoamento, o que para muitos consiste em um critério importante de escolha do material:

1. Alto escoamento – flow;
2. Médio escoamento (microhíbrida e microparticulada);
3. Baixo escoamento – condensáveis.

Com a grande evolução na busca por materiais cada vez melhores surge no mercado os compósitos odontológicos que utilizam nanotecnologia. Estes são hoje divididos em: *nanohíbridos* – possuem partículas em escala nanométrica, mas também em escala micrométrica, e *nanoparticulados* – se propõem a apresentar 100 % de nanopartículas como sua fase dispersa. Assim caracterizamos mais um objetivo deste estudo, que consiste em comprovar a existência e a distribuição destas nanopartículas nos compósitos modernos.

2.2.2 – Compósitos Diretos

Compósitos para uso direto são aqueles mais comumente usados em consultório e se caracterizam pela sua inserção direta na cavidade dentária, sendo necessário apenas uma etapa clínica.

São frequentemente classificados de acordo com o tamanho médio das suas partículas de fase dispersa. Além disso, sua distribuição, fração volumétrica, índice de refração, radiopacidade e dureza também influenciam suas propriedades e na aplicação clínica dos mesmos. Hoje são utilizados em dentes anteriores e posteriores, em

restaurações classe I, II, III, IV e V. Contudo, são limitados pelo tamanho das cavidades, pois ainda falham em preparos maiores, onde o esforço mastigatório se intensifica na restauração.

Embora esta classe de materiais venha se desenvolvendo bastante, fatores como a contração de polimerização, baixa resistência ao desgaste e dificuldade de obtenção de contornos ideais levam a falha precoce da restauração.

Estudos clínicos e laboratoriais indicam que as propriedades físicas poderiam ser modificadas de acordo com uma polimerização mais eficaz e controlada, com uso de pressão e/ou calor, ou com uma fotopolimerização intensa. De acordo com essas constatações surgiram técnicas restauradoras indiretas com compósitos submetidos a uma polimerização extra-oral.

Com os novos materiais vem a proposta de um compósito único para uso tanto na clínica como em laboratório, capaz de fornecer as propriedades desejadas de acordo com a aplicação, é isso que vamos estudar neste trabalho.

2.2.3 – Compósitos Indiretos

Como já vimos estes compósitos são aqueles confeccionados em laboratório e cimentados na estrutura dentária em um segundo momento clínico.

Foram introduzidos no início dos anos 80. Esses materiais foram desenvolvidos na tentativa de superar a contração de polimerização e desgaste acelerado experimentados com os materiais restauradores adesivos diretos.

No início se caracterizavam por uma matriz resinosa carregada com micro partículas, o que veio evoluindo, sendo hoje compostos por uma matriz resinosa preenchida com um material híbrido contendo cerâmicas de diferentes tamanhos sub-micrométricos. Estas partículas cerâmicas finas são introduzidas na matriz orgânica produzindo uma estrutura inorgânica tridimensional homogênea (KOCZARSKY, 1998, GOMES e GOMES, 2001). Esta característica é muito importante porque segundo MANHART *et al.* (2000) o conteúdo de partículas, o tamanho e a distribuição determinam alta influência nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos. A fração volumétrica de fase dispersa e os níveis de carga desta fase nos compósitos estão relacionados com a resistência mecânica, o módulo de elasticidade e com a fratura dúctil do material.

São indicados para incrustações (*inlays/onlays*), coroas unitárias anteriores, face estética de coroas metaloplásticas, pontes fixas com armação metálica e próteses fixas reforçadas com fibras (KREJCI *et al.*, 1998, BOTTINO *et al.*, 2001, KUGEL, 2001). São indicados ainda para coroas sobre implantes, devido ao fato desses materiais absorverem melhor as forças mastigatórias, gerando menor impacto ao osso peri implantar quando comparados com as cerâmicas (SILVA e CARVALHO, 1998). É o material ideal para pacientes com alergias ou sensibilidade aos metais de uso odontológico (PENCHAS, 1997).

A matriz orgânica destes materiais, comumente chamados de cerômeros, na maioria das vezes é baseada na molécula bifuncional Bis-GMA, porém novas matrizes orgânicas poliméricas estão sendo usadas em algumas marcas comerciais, como o PCDMA (resina de policarbonato) (GOMES e GOMES, 2001).

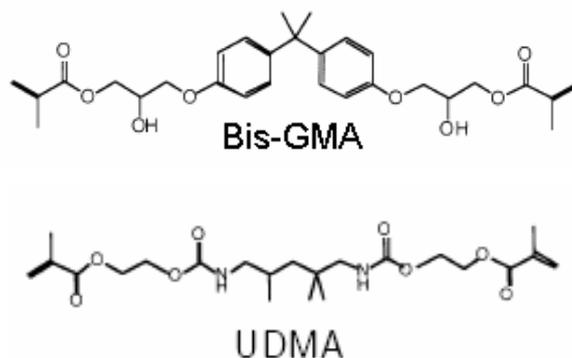
Podemos citar algumas modificações importantes nestes cerômeros:

- Aumento na quantidade de partículas inorgânicas - 58 a 86 % em peso, (BOTTINO *et al.*, 2001);
- Redução no volume da matriz orgânica (GOMES e GOMES, 2001);
- Resistência à flexão em torno de 120 MPa a 160 MPa;
- Módulo de elasticidade de 8.500 MPa a 12.000 MPa;
- Adesão ao substrato dental, formas de preparos variados, redução do risco de fratura durante a prova e a cimentação, melhora no acabamento após a cimentação e requer apenas um jateamento interno como tratamento superficial antes da cimentação (TOUATI, 1996, DENTAL ADVISOR, 1999b, GOMES e GOMES, 2001).
- União química com os cimentos resinosos e facilidade de execução de eventuais reparos após a cimentação. (DENTAL ADVISOR, 1999b);
- Fácil fabricação;
- Polimerização por diversos sistemas tais como: fotoativação, fotoativação com polimerização adicional por calor, fotoativação com polimerização adicional por calor e luz e fotoativação com polimerização adicional por calor e pressão (GOMES e GOMES, 2001).

2.2.4 – Análise dos Constituintes

Os compósitos odontológicos modernos são formados basicamente por uma *matriz resinosa* e uma *fase dispersa* 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 *et al.*, 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 metacrilato – Figura 4) e o UDMA (uretano dimetil metacrilato – Figura 4) ambos de alto peso moleculares (Tabela 3) os mais utilizados. Nela existem também monômeros diluentes de baixo peso molecular, principalmente o TEGDMA (dimetacrilato de trietilenoglicol – Figura 4), os quais diminuem a viscosidade dos monômeros de alto peso molecular a fim de permitir a incorporação de grande quantidade de carga (COOK *et al.*, 1985, ANUSAVICE, 1998, CHAIN *et al.*, 2001, MOSZNER e ULRICH, 2001). Contudo a adição de qualquer molécula de baixo peso molecular aumenta a contração de polimerização, pois estas possuem maior concentração de ligações duplas em sua cadeia, e isto que limita a utilização dos dimetacrilatos, como o TEGDMA, nos compósitos dentais – Figura 4/ Tabela 4.



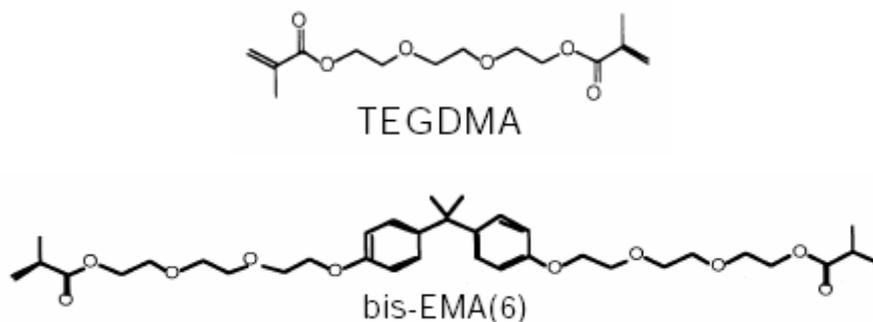


Figura 4 - Dimetacrilatos usados em compósitos dentários (MOSZNER e ULRICH, 2001).

Tabela 4 - Correlação entre o peso molecular e a viscosidade dos monômeros (MOSZNER e ULRICH, 2001).

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

- *Fase dispersa*: proporcionam estabilidade dimensional à matriz resinosa e melhoram 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 aprimoramentos ocorrem com o aumento da fração volumétrica de partículas (CHAIN *et al.*, 2001, ANUSAVICE, 1998, KUGEL, 2003). Partículas de quartzo e vidro, obtidas através de um processo de moagem, são as mais empregadas. Também são usadas partículas de sílica de 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 da fase dispersa e a matriz. A incorporação de carga ao polímero melhora consideravelmente as propriedades desta matriz, se as partículas forem bem unidas a ela. Caso contrário, a fase dispersa pode enfraquecer o material. Devido à importância desta adesão, é óbvio que o emprego de um agente de união seja extremamente importante para o sucesso de um compósito (ANUSAVICE, 1998). Este é essencial à melhoria das propriedades físicas e mecânicas, pois estabelece uma transferência de tensões da matriz, que se deforma mais facilmente, para as partículas, que são mais rígidas e praticamente indeformáveis. Também conhecidos como silanos, os agentes de cobertura ainda previnem a penetração de água na interface resina/carga promovendo estabilidade hidrolítica (CHAIN *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 5.

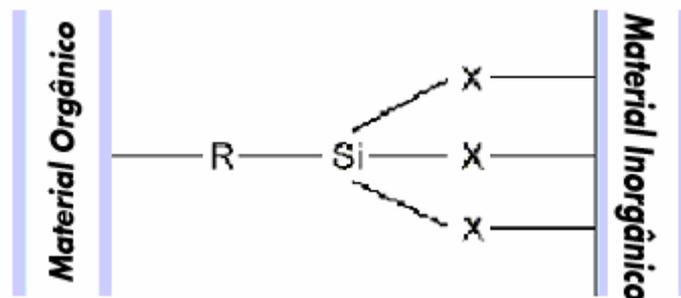


Figura 5 - Reação de silanização, molécula de silano (Power Chemical Products, 2003).

- *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 450 nm, iniciam o processo (CHAIN *et al.*, 2001, CONCEIÇÃO *et al.*, 2002).

2.2.5 – THP 3®

Lançado no mercado brasileiro em janeiro de 2006, *TPH 3®* é um compósito restaurador *nanohíbrido* ativado por luz visível (informações da bula) – Figura 6.

Vantagens, segundo o fabricante:

- Características de manuseio superiores;
- Estética superior;
- Simplicidade;
- 18 cores;
- Alta resistência ao desgaste;
- Longo tempo de trabalho a luz ambiente;
- Resistência mecânica e durabilidade superiores.

Segundo o fabricante – Dentsplay – sua matriz é basicamente composta por Bis-GMA (bisfenol-A glicidil metacrilato), em menor porção, de TEG-DMA (trietileno glicidil dimetacrilato) e BIS-EMA – 24,1%. Apresenta como fotoiniciador uma combinação de dicetona e canforoquinona, além disso, a amina orgânica etil-4-dimetilaminobenzoato (EDAB).

Sua fase dispersa inorgânica é composta por partículas de vidro de bário alumínio borosilicato (BABG) – 0,02 a 3,0 μm – 49,7%, vidro de bário alumínio fluoroborosilicato (BAFG) – 0,02 a 2,5 μm – 24,6% e dióxido de silício nanoparticulado – 10 a 20 nm – 0,97%. Segundo o fabricante essa mistura proporciona melhores propriedades mecânicas, óticas e de polimento. As nanopartículas de silício aumentam a resistência ao desgaste, capacidade de polimento e manuseio. O percentual total de volume inorgânico é de 58 % e em peso entre 75-77 %.

Indicações:

- Restaurações diretas de todas as classes em dentes anteriores e posteriores;
- Restaurações estéticas do tipo veneer;
- Reparos: de diastemas, alongamentos de incisivos e etc;
- Onlays/inlays.



Figura 6 - Apresentação comercial *TPH 3*®.

2.2.6 – Filtek Z 350®

Segundo seu fabricante, o compósito *Filtek Z350 Restaurador Universal*® é um compósito restaurador 100 % *nanoparticulado* ativado por luz visível que fornece resistência de uma resina microhíbrida e polimento de uma resina microparticulada – Figura 7.

Vantagens, segundo o fabricante:

- Retenção de polimento;
- Melhor resistência ao desgaste *in vitro*;
- Fácil manuseio;
- 8 cores;
- Opalescência.

Segundo seu fabricante sua matriz é basicamente composta por Bis-GMA (bisfenol-A glicidil metacrilato), UDMA (uretano dimetil metacrilato), TEG-DMA (trietileno glicidil dimetacrilato) e BIS-EMA.

Sua fase dispersa inorgânica é composta por partículas inorgânicas que são uma combinação de matriz de zircônia/sílica com um tamanho médio de 0,6 a 1,4 μm , com tamanho de partícula primário de 5 a 20 nm e uma incorporação de sílica de 20 nm não aglomerada. O percentual total de volume inorgânico é de 59,5 % e em peso cerca de 78,5 %.

Indicações:

- Restaurações diretas de todas as classes em dentes anteriores e posteriores;
- Restaurações estéticas do tipo veneer;

- Reparos: de diastemas, alongamentos de incisivos e etc;
- Onlays/inlays;
- Ancoragem de dentes (esplintagem);
- Confeção de núcleos de preenchimento.



Figura 7 - Apresentação comercial *Filtek Z350 Restaurador Universal*®.

2.2.7 – Artglass®

Segundo o fabricante, a marca comercial *Artglass*® da *Heraeus Kulzer* (Alemanha) não é uma cerâmica nem um compósito, é um “polímero de vidro” (cerômero) que foi criado a fim de combinar a estética e a durabilidade das cerâmicas com as características da fácil manipulação das resinas.

Segundo seu fabricante o *Artglass*® apresenta uma quantidade de aproximadamente 72 % em peso de partículas de vidro à base de óxido de silício, bário e alumínio, silanizadas e 58% em volume, associadas a uma matriz orgânica composta de 28 % em peso de monômeros de dimetacrilatos convencionais e monômeros de éster metacrílico multifuncional (KURGEL *et al.*, 2001).

Segundo LEINFELDER (1997), sua configuração é complexa. Este autor diz que o *Artglass*®, além da molécula bifuncional convencional, contém outras com quatro a seis grupos funcionais. Esta inovação resultaria em aumento no grau de conversão assim como na densidade de ligações cruzadas, sem fragilizar o compósito. E o seu componente particulado é essencialmente vidro de bário radiopaco com tamanho médio de 0,7 µm.

LEINFELDER (1997) menciona ainda que o sistema de ativação seja a fotopolimerização. É sugestão do fabricante o uso de aparelho fotopolimerizador

próprio, o *UniXS* (Kulzer). Como justificativa, ele diz que o aparelho *UniXS* emite um total de 4,5 watts, atingindo um comprimento de onda entre 320-500 nanômetros. A característica importante desse sistema de luz Xenon Estroboscópica é que a alta intensidade de luz é emitida por apenas 20 milissegundos, seguidos por 80 milissegundos de escuridão. Esse tipo de exposição de luz permite que o pouco tempo de excitação seguido por um tempo maior sem exposição de luz, permite um relaxamento parcial das moléculas das resinas, desta forma ocorrendo uma polimerização total e segura.

FREIBERG e FERRACANE (1998), que compararam o *Artglass*[®] com um compósito híbrido de partículas pequenas de uso direto da mesma marca, citaram que, de acordo com o fabricante, os dois têm em sua composição de aproximadamente 75 % em peso de partículas (vidro de bário com tamanho médio de 0,6 µm) e que o *Artglass*[®] possui ainda um vidro especial (sílica com tamanho médio de 1 µm). Testaram suas propriedades físicas variando o tipo de cura dos dois materiais (polimerização direta e indireta). Demonstraram que o *Artglass*[®] tem grau de cura melhor quando polimerizado pelo método indireto. Os valores encontrados para os testes realizados estão listados na Tabela 5.

Tabela 5 - Propriedades do *Artglass*[®] segundo FREIBERG e FERRACANE (1998).

Propriedades do <i>Artglass</i> [®]	
Tenacidade à fratura	1,4 MPa. m ^{1/2}
Resistência à flexão	122 MPa
Módulo de elasticidade	8,5 GPa
Dureza	50 kg/mm ²

A Tabela 6 apresenta valores para as propriedades mecânicas do *Artglass*[®] segundo Laboratório da *Shofu*.

Tabela 6 - Propriedades do *Artglass*[®] segundo Laboratório da *Shofu*.

Propriedades do <i>Artglass</i> [®]	
Dureza <i>Vickers</i>	45
Resistência à flexão	79 MPa
Módulo de elasticidade	5,7 GPa
Conteúdo total de carga	78 % de peso

O trabalho de MANDIKOS *et al.* (2001) compara a resistência ao desgaste e a dureza de compósitos diretos e indiretos e o esmalte. Entre os indiretos está o *Artglass*® que teve seu valor de dureza *Vickers* igual a 46,2. Menciona também que o valor de dureza *Vickers* dado pelo fabricante do *Artglass*® é de 38,8.

A resina *Artglass*® pode ser usada nos seguintes casos:

- Coroas (com ou sem subestrutura metálica);
- Pontes;
- Coroas cônicas e telescópicas;
- Trabalhos com attachment;
- Prótese sobre implante;
- Facetas;
- Coroas de jaqueta;
- Onlay/inlay;
- Veneers.

2.3 – Propriedades Mecânicas

2.3.1 – Dureza

A dureza é outra propriedade mecânica que é importante considerar. Ela é uma medida da resistência do material a uma deformação permanente ou plástica localizada – impressão ou risco (CALISTER JR., 2002). Quanto maior a dureza, maior a resistência à abrasão do material.

Os primeiros testes de dureza se baseavam em minerais naturais, com uma escala construída em função da habilidade de um material em riscar um outro mais macio. Assim foi desenvolvida uma escala, um tanto quanto arbitrária, chamada de escala de Mohs, que varia entre 1, para os materiais mais macios, e 10, para o diamante(CALISTER JR., 2002).

Ao longo dos anos as técnicas para determinação de dureza foram evoluindo. Nelas pequenos penetradores são forçados contra a superfície do material a ser testado, sob controladas condições de carga e taxa de aplicação. A medida da profundidade ou área da impressão é então associada a um número índice de dureza.

Sendo assim, quanto mais macio o material, maior e mais profunda a penetração e menor seu índice de dureza. As durezas aferidas são medições relativas, não podendo ser comparadas a valores obtidos por técnicas diferentes.

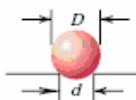
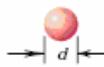
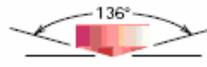
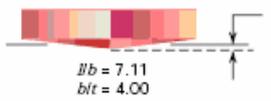
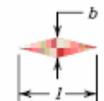
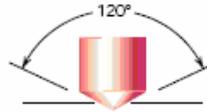
Os ensaios de dureza de uma forma geral são os mais utilizados, isso por três razões segundo CALISTER JR. (2002):

- 1 – são simples e baratos;
- 2 – são ensaios não destrutivos;
- 3 – outras propriedades podem ser estimadas a partir de dados obtidos para ensaios de dureza, como limite de resistência à tração.

Dentre as escalas de dureza utilizadas hoje encontramos:

- Dureza Rockwell – método mais comumente usado, onde diversas escalas podem ser utilizadas a partir de diferentes combinações entre penetradores e cargas. Dentre os penetradores encontramos esferas de aço com diâmetros de 1/16, 1/8, 1/4 e 1/2 polegada, e um penetrador cônico de diamante, usado para os materiais mais duros. Cada escala é representada por uma letra do alfabeto. Pode-se utilizar a escala Rockwell ou Rockwell superficial;
- Dureza Brinell – neste método um penetrador de aço esférico e duro de 10 mm de diâmetro é forçado contra a superfície a ser testada. As cargas padrões variam de 500 a 3000 kg, em incrementos de 500 kg. Nesta técnica emprega-se apenas uma escala.
- Microdureza Knoop e Vickers – para cada ensaio, é usado um penetrador de diamante piramidal muito pequeno é forçado contra a superfície do corpo de prova. As cargas aplicadas são muito menores que para os dois ensaios anteriores, variando de 1 a 1000 g. A impressão resultante é observada em um microscópio e medida, essa medição é então convertida em um número índice de dureza como podemos ver na Tabela 7. Nestas técnicas se faz necessário um bom polimento superficial, para que a impressão seja bem definida e a medida seja feita com precisão.

Tabela 7 - Técnicas de ensaios de dureza (CALISTER JR., 2002).

Ensaio	Identador	Forma do Identador		Carga	Fórmula numérica de Dureza
		Visão lateral	Visão de topo		
Brinell	Esfera de Aço ou Carbeto de Tungstênio-10mm			P	$HB = \frac{2P}{\pi D[D - \sqrt{D^2 - d^2}]}$
Vickers	Diamante Piramidal			P	$HV = 1.854P/d_1^2$
Knoop	Diamante Piramidal			P	$HK = 14.2P/l^2$
Rockwell	Cone de Diamante	 	 	60 kg 100 kg 150 kg 15 kg 30 kg 45 kg	Rockwell Rockwell Superficial

Para o presente estudo utilizaremos o ensaio de microdureza Vickers, onde calcularemos o índice a partir da Equação 1:

$$HV = \frac{2P \sin(\theta/2)}{L^2} = \frac{1,854P}{L^2} \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

P - carga aplicada;

L - comprimento das diagonais;

θ - ângulo entre as faces opostas do diamante.

Este é um teste lento, que permite grande chance de erro pelo operador na determinação da medida da diagonal da indentação (DIETER, 1981).

Muitas pesquisas são feitas para relacionar os índices de microdureza Vickers e Knoop com alguns parâmetros dos materiais compósitos, tais como: polimento superficial, tempo, quantidade e tamanho de partículas, além de tempo de polimerização e estocagem em água ou saliva artificial.

Uma das propriedades físicas mais importantes para os materiais compósitos odontológicos é a dureza superficial, pois esta se relaciona com a abrasão e com a resistência a compressão (OKADA *et al.*, 2000).

MANDIKOS *et al.* (2001), usando o esmalte como controle, estudaram quatro compósitos indiretos de segunda geração, um de primeira, e um compósito direto, no que se refere à dureza e ao desgaste abrasivo. Concluíram que o esmalte é mais duro e resistente do que qualquer outro material, e que existe uma relação inversa entre profundidade de desgaste e dureza.

Segundo GREGORY *et al.* (1992) quanto menor o tamanho das partículas e maior a quantidade das mesmas, maiores os valores de dureza Knoop.

2.3.2 – Resistência à Compressão

O teste de compressão deve ser feito se as forças em serviço são desta natureza. Este teste é conduzido de forma similar ao teste de tração, exceto que a força é compressiva e não trativa, e o corpo de prova contrai em direção a força. O modo de fratura para compressão será diferente daquele de tração, uma vez que não há a ocorrência de um pescoço neste ensaio (CALISTER JR., 2002).

A resistência à compressão é a propriedade intrínseca do material mais difícil a ser medida segundo CHOU (1993). Isso acontece porque uma pequena variação de geometria do corpo de prova pode resultar em uma aplicação excêntrica da carga, levando o material à fratura devido à instabilidade da geometria.

Esta é uma propriedade importante relacionada aos materiais dentários, indicando a habilidade do mesmo a suportar cargas verticais, importante em regiões posteriores da cavidade oral (WILLENS *et al.*, 1992).

Através deste ensaio determina-se a tensão de fratura e o módulo de elasticidade ou compressão do material testado, sendo o módulo de elasticidade uma medida de rigidez e um parâmetro muito sensível na avaliação dos materiais dentários. Um material com baixo módulo deformará mais sob cargas mastigatórias mais elevadas em regiões posteriores, podendo levar a falhas (WILLENS *et al.*, 1992).

2.3.2.1 – Compressão Diametral

O ensaio de compressão diametral, ou ensaio de tração indireta, foi criado pelo Prof. Fernando Luiz Lobo Carneiro durante a abertura da Avenida Presidente Vargas, na cidade do Rio de Janeiro, em 1943, quando houve a necessidade de deslocar a Igreja de

São Pedro – 1732, que se localizava bem no centro da futura avenida, a fim de preservá-la (BRESCIANI *et al.*, 2004).

A solução imaginada foi deslocá-la para o lado usando rolos de concreto com 60 cm de diâmetro – Figura 8.

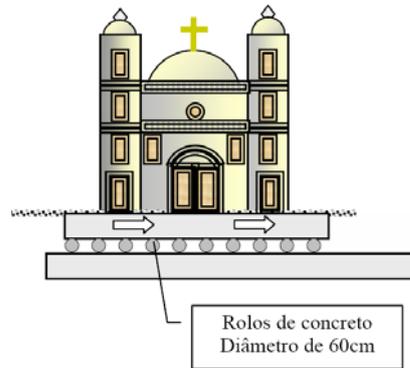


Figura 8 - Esquema do deslocamento da Igreja de São Pedro (BRESCIANI, *et al.*, 2004).

Quando os rolos de concreto foram colocados na máquina de ensaio, fraturaram de uma maneira inteiramente diferente dos de aço: por uma fissura vertical, abrindo-se em dois – Figura 9.

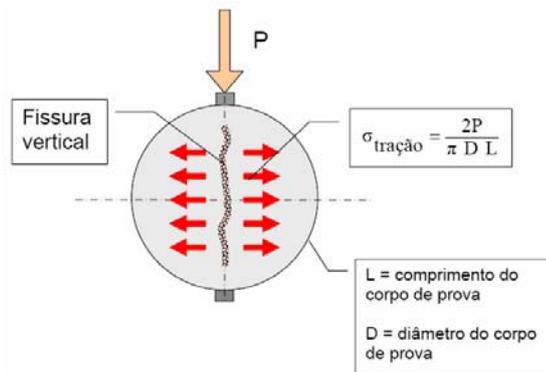


Figura 9 - Esquema de fratura vertical no ensaio proposto de compressão diametral (BRESCIANI *et al.*, 2004).

Devido a este modo de fratura, pode-se concluir que a aplicação vertical de tensão provoca ruptura do corpo de prova ao longo do diâmetro vertical por tração. A partir daí tornou-se possível estimar o comportamento tensão-deformação desta classe de materiais.

A explicação para tal fenômeno se dá com o aparecimento de um estado de tensão mais complexo que na compressão uniaxial, uma vez que surgem tensões tangenciais entre os topos dos corpos de prova e os pratos da prensa (LIMA, 1999). Sendo a ruptura da amostra provocada por tensões derivadas da tensão de compressão principal, que agem no sentido transversal, em direção as laterais do cilindro – Figuras 10 e 11.

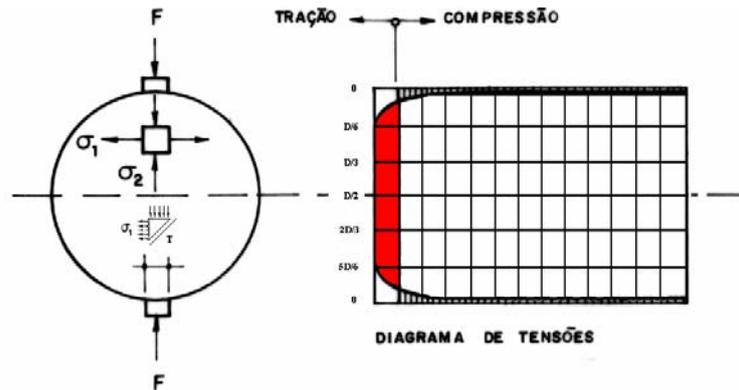


Figura 10 - Esquema do ensaio de tração por compressão diametral e distribuição de tensões ao longo do diâmetro do corpo de prova.

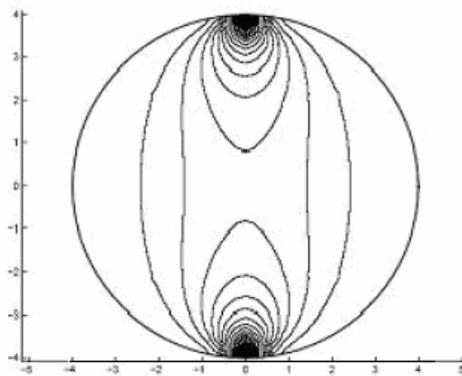


Figura 11 - Esquema de distribuição de tensões no ensaio de compressão diametral utilizando o método de elementos finitos.

Alguns estudos realizados em materiais frágeis, na área de engenharia civil, comprovam que a relação $h = 2d$ (onde h é altura, e d é o diâmetro) é mais adequada – Figura 12. Baseados na minimização do efeito dos topos do corpo de prova, aproximando o ensaio de uma compressão uniaxial. Vindo direcionando também para os corpos de prova cilíndricos, que oferecem também menos influência dos topos além de distribuição mais uniforme de tensões num plano transversal (LIMA, 1999).

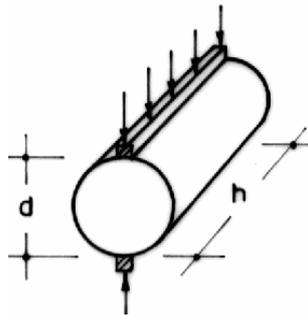


Figura 12 - Relação entre altura e diâmetro do corpo de prova (LIMA, 1999).

A tensão de compressão gera uma tensão transversal uniforme ao longo do diâmetro, e cada elemento, submetido a um estado duplo de tensões, não romperá por compressão, mas quando as tensões nestes locais superarem a resistência do material, o corpo de prova romperá por tração – ruptura por separação, de valor fornecido pela Equação 2:

$$\sigma_t = \frac{2P}{\pi DL}$$

Equação 2

Onde:

σ_t - resistência à tração indireta;

P - força máxima;

D - diâmetro do corpo de prova;

L - altura do corpo de prova.

O processo de ruptura, tanto no ensaio de compressão diametral, como no ensaio de tração direta, se dá pela formação e progressão de microfissuras, fornecendo a relação entre ambas. Na prática, em estudos anteriores, o aumento da resistência à compressão leva o aumento da resistência à tração a uma razão decrescente. Isto porque a resistência à tração aumenta mais lentamente que a resistência a compressão – Figura 13.



Figura 13 - Relação entre tração direta e compressão diametral.

De acordo com norma importada da Engenharia Civil para matérias frágeis, como o concreto – CEB-FIP (1990) – a relação existente entre o ensaio de tração direta e o ensaio de compressão diametral, para obtenção de resistência à tração destes materiais, segue a Equação 3:

$$f_{td} = 0,9f_{cd} \quad \text{Equação 3}$$

Onde:

f_{td} - resistência à tração direta;

f_{cd} - resistência à compressão diametral ou tração indireta.

Tal equação é aceita somente para corpos de prova cilíndricos com relação de $h=2d$. Para outras geometrias são necessários estudos para descobrir esta relação.

Ainda com base em norma da Engenharia civil – NB-1 (1999), temos também a relação entre o ensaio de tração direto com o ensaio de resistência à flexão, que como vimos anteriormente também é utilizado para prever o comportamento em tração de matérias frágeis – Equação 4:

$$f_{td} = 0,7f_f \quad \text{Equação 4}$$

Onde:

f_{td} - resistência à tração direta;

f_f - resistência à flexão.

Sendo assim, ambos os ensaios passaram a ser utilizados com frequência em compósitos odontológicos.

2.3.3 – Resistência à flexão

O comportamento tensão-deformação de materiais como cerâmicas e compósitos odontológicos, em geral não são avaliados através de um ensaio de tração (CALISTER JR., 2002).

Portando na grande maioria das vezes é empregado o ensaio de flexão transversal, mais adequado para tais casos.

O ensaio de resistência à flexão é um teste de resistência mecânica de um corpo de prova em forma de barra, com seção reta ou circular, apoiada em suas extremidades, sob uma carga estática. Quando a carga é aplicada o corpo de prova flete até sua fratura, utilizando uma técnica de carregamento de três ou quatro pontos – Figura 14.

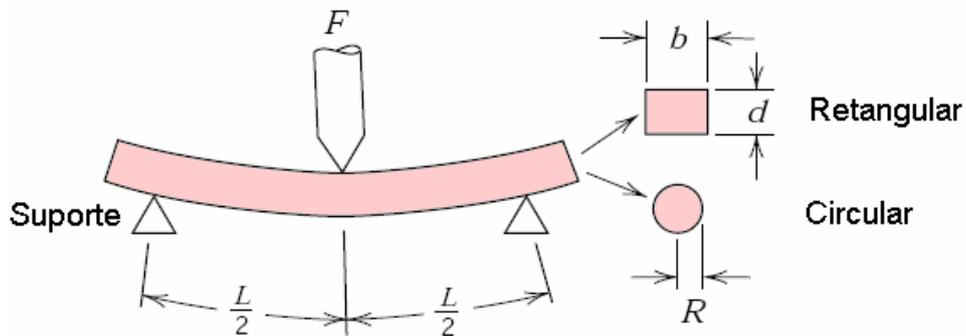


Figura 14 - Esquema do ensaio de flexão a três pontos, demonstrando sessões circulares e retangulares (CALISTER JR., 2002).

No local de carregamento, a superfície superior da barra é colocada em um estado de compressão, e a superfície inferior em tração. A tensão é calculada a partir da espessura do corpo de prova, do momento fletor e do momento de inércia da seção reta – Figura 14 (CALISTER JR., 2002).

A deformação resultante é representada pela diminuição em comprimento da superfície superior (comprimida) e, um aumento de comprimento da superfície inferior (tracionada).

A tensão de tração máxima ocorre na superfície inferior do corpo de prova, abaixo do ponto de aplicação da carga, levando assim à fratura neste local.

A tensão no momento da fratura neste ensaio é conhecida como *resistência à flexão*, ou *resistência à fratura*, consistindo em um importante parâmetro mecânico de materiais frágeis.

A resistência à flexão pode ser calculada pelas Equações 5 e 6:

$$\sigma_{fs} = \frac{3F_f L}{2bd^2} \quad \text{Equação 5}$$

Para corpos de prova de seção reta utilizamos a Equação 5, onde:

F_f - carga no momento da fratura;

L - distância entre os pontos de suporte;

b - base;

d - altura.

$$\sigma_{fs} = \frac{F_f L}{\pi R^3} \quad \text{Equação 6}$$

Para corpos de prova de seção circular utilizamos a Equação 6, onde:

R - raio do corpo de prova

MANHART *et al.* (2000) dizem que a fratura no corpo das restaurações e nas margens tem sido os maiores problemas das falhas dos compósitos.

Atualmente, já se sabe que diferentes fatores como: método de cura, intensidade e tempo de polimerização, tipo, tamanho e fração volumétrica da fase de reforço, além de cura secundária, afetam diretamente as propriedades mecânicas dos materiais compósitos odontológicos.

GÖHRING *et al.* (2005) conclui em seu estudo que materiais compósitos com baixa porcentagem de fase de reforço e microparticulados, em comparação com aqueles híbridos, de alta fração volumétrica de fase de reforço, possuem baixa resistência à flexão. Em contrapartida demonstraram alguma deformação elástica antes da fratura, enquanto os outros fraturam sem nenhuma deformação visível.

Ainda segundo GÖHRING *et al.* (2005), o teste de resistência à flexão pode mostrar alguma variabilidade devido à sensibilidade da sua configuração a defeitos de superfície, que podem iniciar trincas que levem a fratura do material na superfície inferior onde atua a tensão máxima.

2.4 – Fotopolimerização

Sabemos que 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 e OYSAED, 1987), temperatura da reação (LOVELL et al., 2001), tempo de exposição à luz dos compósitos fotoativados, eficiência do fotoiniciador, dentre outros. A irradiação pela fonte de luz, o tempo de exposição e o tipo de fotoiniciação escolhida são de interesse particular, porque, na prática, estão sujeitos à manipulação pelo clínico (CORRER, 2005).

Dentre os diversos tipos de polimerização que os polímeros podem sofrer, as mais utilizadas em compósitos odontológicos são as fotoativadas, atualmente representadas pelas luzes de lâmpadas halógenas. 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, o que os torna eficientes. Além disso, o calor gerado pelo LED é menor que os dispositivos que utilizam luz halógena (HOFFMANN *et al.*, 2002), possuindo também longa vida útil (cerca de 10.000 horas para LED e 40 a 100 horas para lâmpada halógena) (CORRER, 2005).

Ambos os métodos citados acima suprem a necessidade do clínico para confecção de restaurações diretas em um único passo no consultório. Já para confecção de compósitos indiretos em laboratório, o sistema de fotoiniciação utilizado deve ser diferente, de forma que possibilite um grau de conversão dos monômeros ainda maior (quanto maior a massa molar, melhores serão as propriedades), fazendo com que as características mecânicas do compósito final sejam aprimoradas. Isto porque para desempenhar as funções requeridas a esta classe de material, o mesmo deve apresentar propriedades mecânicas superiores aqueles indicados para uso direto, isto se deve ao fato de que usualmente preenchem cavidades mais extensas, onde a destruição por processo carioso, ou outros, foi maior.

Para tal fim utiliza-se na odontologia um aparelho fotopolimerizador fechado chamado de UniXS, importado e distribuído pela Heraeus Kulzer. Este compreende em

duas lâmpadas Xeron Strobica de comprimento de onda entre 320-520 nm, que dispõe de dois tempos de polimerização pré-programados de 90 e 180 segundos. Possui ainda uma cuba de alumínio anodizado, que permite um alto grau de reflexão em todo espectro de emissão dos raios estroboscópicos, o que permitiria polimerização total do material, mesmo que por irradiação indireta.

2.5 – Análise Microestrutural

2.5.1 – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Os elétrons gerados a partir de um filamento termiônico de tungstênio, por aplicação de corrente, dentro da coluna de alto vácuo 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>).

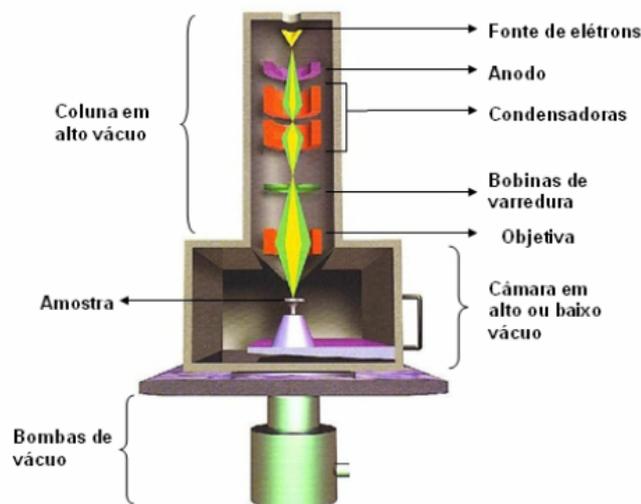


Figura 15 - Demonstração da coluna de MEV (<http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html>).

O feixe interage com a região de incidência da amostra até uma profundidade que pode variar de $\sim 1 \mu\text{m}$ a $\sim 6 \mu\text{m}$, dependendo da natureza da amostra. Esta região é

conhecida por volume de interação, o qual gera os sinais que são detectados e utilizados para a formação da imagem e para microanálise. O feixe incidente gera três fontes diferentes responsáveis pela formação de dois tipos de imagens (fonte de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados) e pela informação de elementos químicos presentes na amostra (fonte de raio-x característico) – Figura 16.

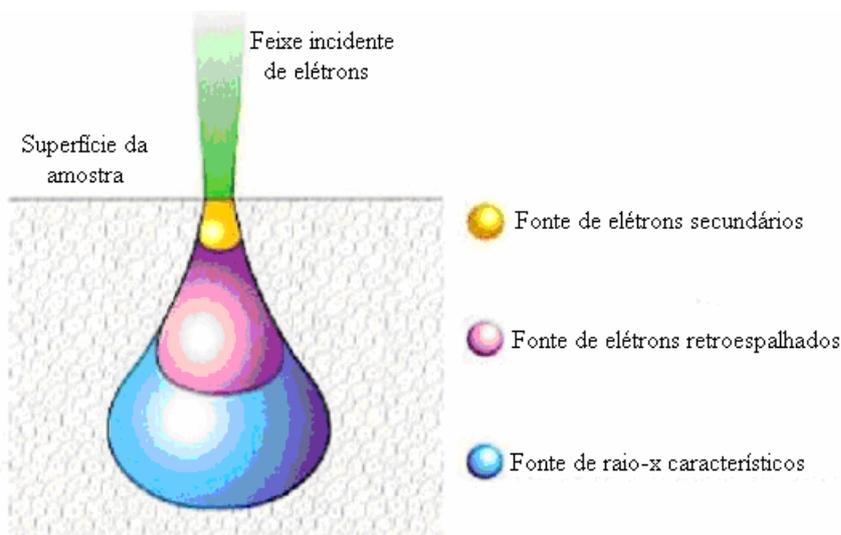


Figura 16 - Esquema das profundidades de penetração do feixe de elétrons para cada técnica utilizada (<http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html>).

2.5.2 – Microscópio de Força Atômica (AFM)

Microscópios de força atômica fazem parte de uma classe chamada de microscópios de sonda, que possuem uma idéia totalmente diferente dos microscópios óticos, que usam lentes, ou os microscópios que se utilizam de feixes de íons ou elétrons para visualizar detalhes ampliados de superfície (DUARTE, 2006).

Os mais novos 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 converte-los 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).

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. O sensor usado para o microscópio de força atômica é em forma de ponta condutora ou isolante (DUARTE, 2006).

Amostras examinadas no **AFM** não requerem preparação, além de fornecer informações de rugosidade abaixo da escala nanométrica, permitindo a descrição discriminada 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);
- Fornecem dados numéricos capazes de avaliar a rugosidade superficial e a extensão da degradação do material pelo ataque ácido (LUO *et al.*, 2001);
- É mais apropriado 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);
- 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*;
- 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.

O princípio de funcionamento do **AFM** é muito simples e sua melhor propriedade é a visão dos objetos em três dimensões – Figura 17(COSTA, 2007).

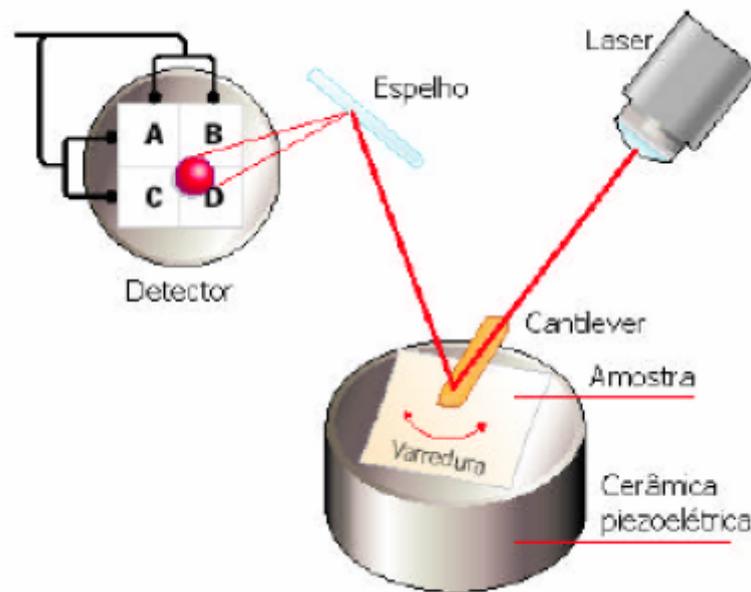


Figura 17 - Esquema de funcionamento do **AFM** (COSTA, 2007).

De acordo com a Figura 17, vemos a amostra apoiada sobre uma cerâmica piezoelétrica, cuja superfície é percorrida por uma sonda que varre a superfície da amostra em estudo, suportada por um braço de apoio, chamado de cantilever. 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).

Desta forma é feita uma medição da 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, 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, 2003). São várias as forças envolvidas nessa varredura, mas fundamentalmente resumem-se em dois tipos: as de atração e as de repulsão. A primeira chamada de forças de Van der Waals, cuja origem é química, e 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 - 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 ângstroms (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).

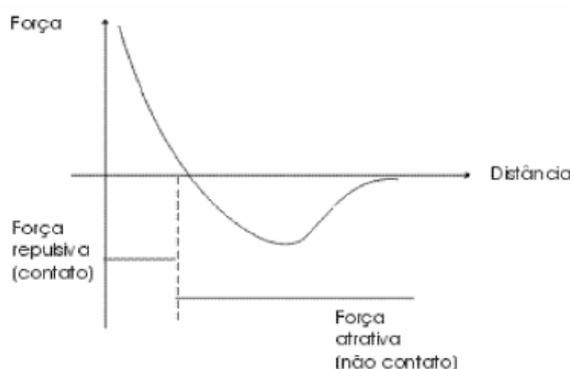


Figura 18 - Forças entre a ponteira e a amostra em função da distância entre elas (ZANETE, 2006).

O princípio fundamental do **AFM** é a medida das deflexões de um suporte em cuja extremidade livre está montada a sonda, chamado cantilever. Estas deflexões são causadas pelas forças que agem entre a sonda (ponteira) e a amostra. São necessárias grandes deflexões para atingir alta sensibilidade. Portanto, a mola do cantilever 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, 2006, 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 **não-contato**, modo **contato** e modo **contato intermitente**, de acordo com as forças líquidas entre a sonda (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 os 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).

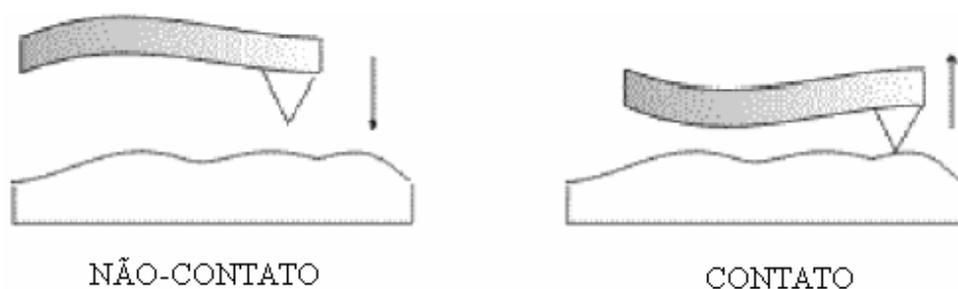


Figura 19 - Deflexão do cantilever em operação de não-contato e contato (ZANETTE, 2006).

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 (COSTA, 2007).

Já no modo de **contato intermitente** o cantilever oscila em uma frequência próxima a sua frequência de ressonância enquanto é feita a varredura sobre a mostra – 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 há a possibilidade de 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.

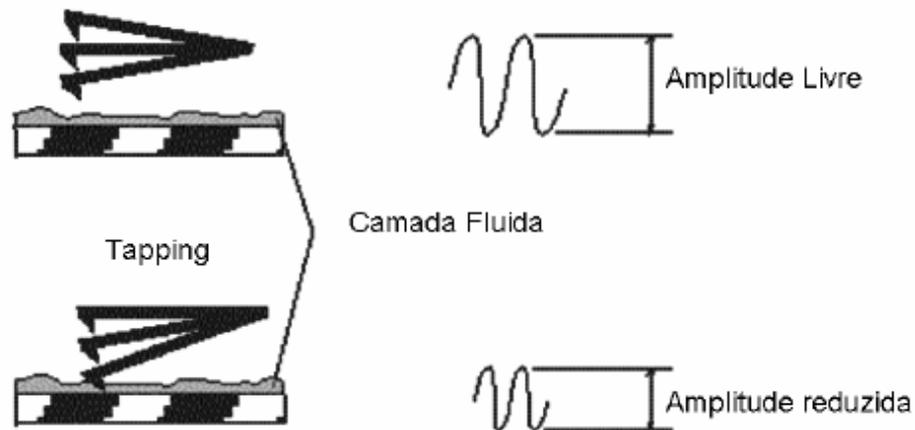


Figura 20 - Deflexão do cantilever em função do tempo de aproximação da ponteira (ZANETE, 2006).

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 (COSTA, 2007).

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. 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 (COSTA, 2007).

Em compósitos odontológicos ainda é uma técnica pouco utilizada e com literatura escassa, embora saibamos que seria a ideal para caracterizar estes materiais atuais, principalmente pela sua capacidade de identificar partículas em escala nanométrica. Não existe então uma metodologia definida o que implica em diversos tratamentos

superficiais com soluções ácidas, a fim de degradar a camada mais superficial da matriz e expor as partículas.

Segundo COSTA (2007) as amostras que recebem tratamento superficial com solução de ácido nítrico em água destilada a 25% durante 1 minuto foram as mais satisfatórias e condizentes com as imagens obtidas em MEV, sendo este então o critério a ser adotado no presente estudo – Figura 21.

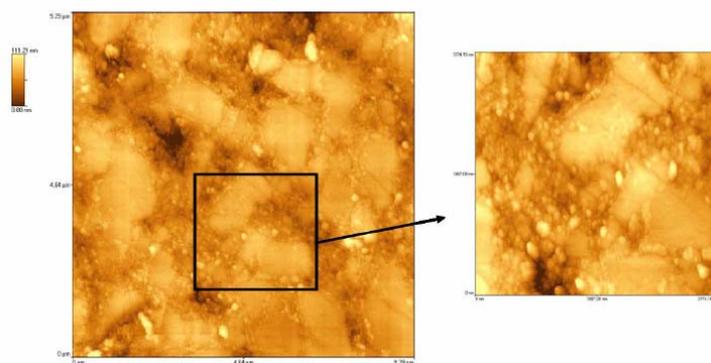


Figura 21 - Imagens topográficas de AFM da superfície do compósito *Ice*[®] polido e tratado com HNO₃ P.A. diluído a 25% (COSTA, 2007).

2.5.3 – Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

A Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X é uma microanálise em conjunto com o Microscópio Eletrônico de Varredura. Ela utiliza os raios-x que são emitidos pelas amostras durante o bombardeamento pelo feixe de elétrons para caracterizar a composição química do campo que está sendo estudado. Elementos ou fases de até 100 nm, em uma concentração maior que 1%, podem ser detectados.

Quando a amostra é bombardeada com o feixe de elétrons do MEV os mesmos são lançados dos átomos até atingir sua superfície. A vacância de um elétron é preenchida por outro que vem de uma camada superior e um raio-x é emitido para balancear a diferença de energia entre estes dois elétrons. O detector de raios-x do EDS mede o número de raios-x emitidos versus sua energia. A energia dos raios-x é característica do elemento de onde ele foi emitido. Um espectro de energia versus uma contagem relativa dos raios-x detectados é obtida e avaliada para determinação qualitativa e quantitativa dos elementos presentes naquele volume analisado.

O EDS fornece uma série de informações – Figura 22:

1. Análise qualitativa – detecta elementos desde o Berílio até o Urânio. O limite mínimo varia de aproximadamente 0.1 do peso até pequenos percentuais, dependendo do elemento e da matriz;
2. Análise quantitativa – mostra em porcentagem a concentração dos elementos;
3. Análise de um perfil em linha – a análise dos raios-x em linha plota um perfil da concentração de certo elemento versus sua posição ao longo da linha;
4. Mapeamento de elementos – mostra a concentração relativa dos elementos pela superfície analisada. Os mapeamentos são feitos utilizando a intensidade de brilho como função direta da concentração local do elemento.

As aplicações típicas de EDS são:

1. Análise de contaminação superficial;
2. Avaliação de corrosão;
3. Análise da composição de revestimentos;
4. Identificação rápida de material;
5. Análise de pequenos componentes de um material;
6. Identificação e distribuição de fases.

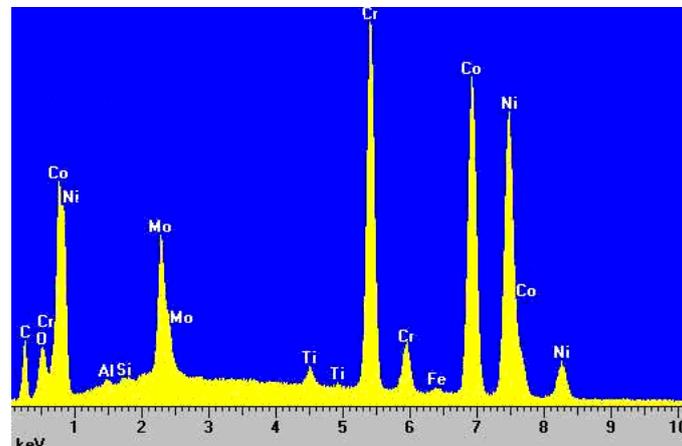


Figura 22 - Demonstração de um espectro típico gerado por EDS (<http://www.mee-inc.com/eds.html>).

2.6 – Ciclagem Térmica

Com o objetivo de simular os as condições intra-orais pelas quais os materiais restauradores estariam expostos na cavidade oral, muitos pesquisadores têm utilizado aparelhos de ciclagem térmica – Figura 23. Estes aparelhos são capazes de repetir ciclos

de temperatura oscilante em meio aquoso, simulando choques térmicos nos materiais a serem testados.



Figura 23 - Fotografia da máquina utilizada para ciclagem térmica dos corpos de prova.

GÖHRING *et al.* (2005) testou diversos tipos de materiais compósitos restauradores antes e após ciclagem térmica (3000 X; 5° C - 50° C - 5° C). Exceto aqueles reforçados com fibras de vidro, que se mostraram pouco afetados com a termociclagem, todos sofriam um decréscimo na resistência a flexão.

Este mesmo autor ainda especula que por mais que um conteúdo maior de partículas na fase dispersa possa aprimorar as propriedades mecânicas dos compósitos, os diferentes coeficientes de expansão térmica, entre matriz e fase dispersa, podem levar a um estresse na interface durante a ciclagem térmica. O que pode acarretar maior absorção de água e degradação precoce.

Acredita-se que a capacidade de cura secundária, ou a inserção de monômeros capazes de fazer copolimerização, possam reduzir a difusão aquosa pelo compósito. Fazendo com que o mesmo não perca resistência mecânica após exposição a ciclos térmicos. Este processo de polimerização continuada ocorre quando o compósito é exposto a altas temperaturas e a cura se dá através do calor (TANAKA *et al.*, 1995).

A termociclagem leva aos materiais odontológicos uma deteriorização significativa em suas propriedades mecânicas devido ao estresse que causa na integridade das matrizes. No amálgama dental, esta é representada tanto pela corrosão, como por uma alteração na própria matriz metálica ou uma modificação no seu

coeficiente de expansão térmica. Já nos ionômeros de vidro causada pela própria susceptibilidade que possuem em meio aquoso sem proteção (TIRADO *et al.*, 2001).

A susceptibilidade das restaurações dentárias ao estresse térmico tem sido evidenciada em muitos estudos como um dos fatores que pode influenciar diretamente a longevidade destes materiais.

ADDISON *et al.* (2003) testou materiais cerâmicos submetidos a ciclos térmicos diferenciados, que variavam a temperatura entre: 65° C – 37° C; 65° C – 4° C; 37° C – 4° C. Observou que durante aquecimento ou resfriamento a superfície dos corpos de prova apresentava uma alta taxa de transferência de calor com o meio, o que fazia com que ela atingisse imediatamente a nova temperatura, ao contrário do centro do corpo de prova ou, interior, que permanecia com a temperatura prévia. Assim tanto a temperatura da superfície como a do interior se mostravam diferentes da temperatura média da amostra, o que ocasionava diferentes forças ao longo dos materiais.

ADDISON *et al.* (2003) observou que quando resfriava o material a superfície se tornava fria rapidamente e o interior permanecia quente, o que desencadeava na superfície forças de tensionamento, e no centro forças compressivas. Pois a superfície “desejava” contrair, enquanto o interior a “segurava”. Já quando aquecia os corpos de prova, a superfície se tornava quente rapidamente e o interior permanecia frio, o que desencadeava na superfície forças de compressão, e no centro forças de tensionamento. E que quanto maior a diferença de temperatura maior a força gerada. Assim o material pode ser levado à falha pelo aparecimento de trincas e rachaduras em toda sua extensão.

A termociclagem ainda é capaz de prever a existência de um estresse térmico na interface entre a restauração e a estrutura dentária. O que ocorre devido às diferenças entre os coeficientes de expansão térmica entre estas estruturas, que resulta em diferentes mudanças volumétricas durante os ciclos térmicos, levando à fadiga na junção adesiva entre dente/restauração com subsequente aparecimento de infiltrações, fenômeno clínico de grande importância (WAHAB *et al.*, 2003).

WAHAB *et al.* (2003) ainda dizem que é esperado que um percentual maior de partículas na fase dispersa faça com que os coeficientes de expansão térmica entre dente/restauração não sejam tão diferentes, prevenindo o efeito da ciclagem térmica.

3 – Materiais e Métodos

3.1 – Preparação das amostras

3.1.1 – Ensaio de dureza

Os corpos de prova para ensaios de dureza foram obtidos utilizando uma matriz de acrílico com duas aberturas centrais de 7 mm de diâmetro e 5 mm de altura onde o material foi inserido. A matriz possui também três borboletas, em sua superfície superior, que ao serem afrouxadas abrem o dispositivo para retirada da amostra, sem alteração dimensional da mesma – Figura 24. O molde ficou apoiado sobre uma placa de vidro. Para cada material foram confeccionadas seis amostras, três delas ensaiadas após confecção e três delas cicladas termicamente por 2500 ciclos de temperatura oscilante entre 5° e 50° C.

A inserção do compósito no molde se deu com auxílio de espátula nº 1 em três incrementos: no primeiro o material foi inserido em contato com a placa de vidro em uma quantidade de aproximadamente 1/3 da altura total do molde ($\pm 1,66$ mm) sendo então polimerizado, no segundo foi inserido mais 1/3 e polimerizado e no terceiro o último terço, sendo este comprimido com outra placa de vidro para polimerização final. O tempo de ativação dos incrementos foi de 90 segundos, seguindo as informações do fabricante do *Artglass*[®], a fim de padronizar o tempo de exposição em todos os materiais, e o processamento se deu em um fotopolimerizador fechado UNIXS 230 V 50/60 Hz (Heraeus Kulzer).

Após a cura total e remoção das amostras de seus respectivos moldes, foi feito acabamento e polimento com lixas 600 (3M), 1200 (3M) e um pano de polimento com suspensão de Alumina *QM* nº 1 (granulometria 1 μ m) com água destilada na proporção de 1:4, utilizando uma politriz *Prazis APL-4*. Após polimento final, os corpos de prova foram expostos a ultra-som por 3 minutos, para remoção de resíduos.



Figura 24 - Molde para confecção de corpos de prova para os ensaios de dureza (7 mm x 5 mm).

3.1.2 – Ensaio de Compressão diametral

Os corpos de prova para os ensaios de compressão diametral foram obtidos em matriz de acrílico com duas aberturas centrais de 3 mm de diâmetro e 6 mm de altura, onde o material foi inserido. A matriz possui também três borboletas, em sua superfície superior, que ao serem afrouxadas abrem o dispositivo para retirada da amostra sem alteração dimensional da mesma – Figura 25. O molde ficou apoiado sobre uma placa de vidro. Para cada material foram confeccionadas seis amostras, que após a confecção, permaneceram estocadas por 24 h em água destilada na temperatura de $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

A inserção do compósito no molde se deu com auxílio de espátula nº 1 em um único incremento, onde se inseriu o material em contato com a placa de vidro inferior preenchendo todo o molde e se selou a parte superior com outra placa de vidro, sendo então levado ao aparelho fotopolimerizador por quatro vezes: frente, verso do molde e laterais já fora do molde, garantindo polimerização de toda extensão das amostras. O tempo de ativação dos incrementos foi de 90 segundos, seguindo as informações do fabricante do *Artglass*[®], a fim de padronizar o tempo de exposição em todos os materiais, e o processamento se deu em um fotopolimerizador fechado UNIXS 230 V 50/60 Hz (Heraeus Kulzer).

Após a cura total e remoção das amostras de seus respectivos moldes, foi feito acabamento e polimento com lixas 600 (3M), 1200 (3M) e um pano de polimento com suspensão de Alumina *QM* nº 1 (granulometria 1 μm) com água destilada na proporção de 1:4, utilizando uma politriz *Prazis APL-4*. Após polimento final, os corpos de prova foram expostos a ultra-som por 3 minutos, para remoção de resíduos.



Figura 25 - Moldes para confecção de corpos de prova para os ensaios de compressão diametral (3 mm x 6 mm).

3.1.3 – Ensaio de Flexão a três pontos

Os corpos de prova para ensaio de flexão a três pontos foram confeccionados com a inserção do material compósito em matriz metálica de aço inox com uma abertura de 25 mm de comprimento, 2 mm de altura e 2 mm de espessura – Figura 26. O molde ficou apoiado sobre uma placa de vidro. Para cada material foram confeccionadas doze amostras, seis delas ensaiadas após estocagem por 24 h em água destilada na temperatura de $37^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ} \text{C}$ – ISO 4049:2000 – e seis delas cicladas termicamente por 2500 ciclos de temperatura oscilante entre 5°C e 50°C .

A inserção do compósito no molde se deu com auxílio de espátula nº 1 em um único incremento, onde se inseriu o material em contato com a placa de vidro inferior preenchendo todo o molde e se selou a parte superior com outra placa de vidro, sendo então levado ao aparelho fotopolimerizador por uma única etapa de polimerização. O tempo de ativação dos incrementos foi de 90 segundos, seguindo as informações do fabricante do *Artglass*[®], a fim de padronizar o tempo de exposição em todos os materiais, e o processamento se deu em um fotopolimerizador fechado UNIXS 230 V 50/60 Hz (Heraeus Kulzer).

Com o objetivo de preservar as dimensões das amostras durante os procedimentos de acabamento e polimento foi desenvolvido um dispositivo nas dimensões dos corpos de prova para levá-los nas lixas 600 (3M) e 1200 (3M) e no pano de polimento com suspensão de Alumina *QM* nº 1 (granulometria $1 \mu\text{m}$) com água destilada na proporção de 1:4, utilizando uma politriz *Prazis APL-4*. Após polimento final, os corpos de prova foram expostos a ultra-som por 3 minutos, para remoção de resíduos.

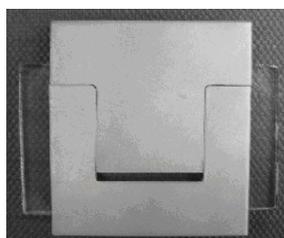


Figura 26 - Molde para confecção de corpos de prova para os ensaios de flexão (25 mm x 2 mm x 2 mm).

3.1.4 – Análise Microestrutural Quantitativa

Para esta análise foram utilizados os três corpos de prova de cada material, confeccionados para o ensaio de microdureza Vickers, e que não foram expostos aos ciclos térmicos, fotopolimerizados de acordo com as indicações do fabricante. Os mesmos foram expostos a ultra-som por 3 minutos a fim de remover quaisquer resíduos superficiais. Para 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 medidas.

Após esta etapa, os compósitos foram alojados em cadinhos independentes e identificados e novamente pesados em balança analítica, 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 50 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.

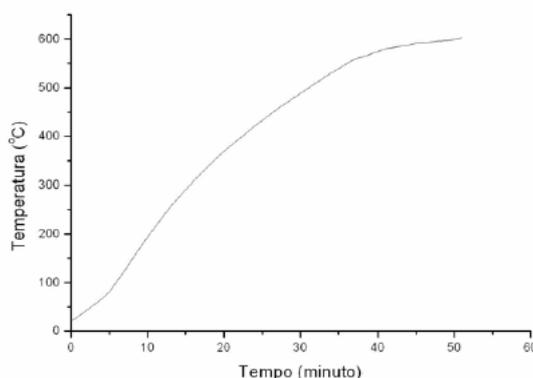


Figura 27 - Gráfico da taxa de aquecimento do forno.

Após a queima da matriz orgânica, restaram apenas as partículas inorgânicas do material, as quais foram analisadas quanto à massa, em balança analítica de alta precisão, e ao volume, utilizando-se do procedimento descrito no item 3.2.4.

3.1.5 – Análises Microestruturais Qualitativas

3.1.5.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura (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 por incremento), 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* nº 1 (com granulometria de 1 μm) com água destilada na concentração de 1:4, utilizando uma politriz *Prazis APL-4*. Esta etapa foi comum a todos os métodos utilizados. A partir daí os materiais passaram por tratamento térmico para otimizar a visualização de suas partículas, onde toda a fase polimérica foi eliminada através da queima. Seguindo a metodologia adotada por MAYWORM (2005) e COSTA (2007) 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 permaneceram neste patamar térmico por 3 horas e em seguida o forno foi desligado e o material resfriado lentamente em seu interior. 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.

Constatada a ocorrência de sinterização das partículas inorgânicas, novos corpos da prova foram confeccionados e queimados seguindo a mesma metodologia, contudo com temperaturas mais baixas e resfriamento rápido fora do forno, até se encontrar uma temperatura ideal onde a matriz fosse eliminada, mas as partículas não sofressem sinterização.

Além desta análise ainda fez-se também a visualização em MEV das superfícies de fratura de dois de cada grupo de seis corpos de prova de cada material submetidos aos ensaios de compressão diametral e resistência à flexão. Foram selecionadas as melhores imagens.

3.1.5.2 – Microscopia de Força Atômica (AFM)

Para as análises dos materiais em AFM foi utilizada uma amostra de cada um dos materiais estudados, todas com o mesmo ataque ácido de 25% ácido nítrico na superfície a ser observada.

A confecção das amostras se deu conforme as instruções dos fabricantes, seguindo o padrão de 2 mm por incremento. O tempo de fotopolimerização do incremento foi de 90 segundos e o processamento ocorreu em um fotopolimerizador fechado UNIXS 230 V 50/60 Hz (Heraeus Kulzer).

No acabamento, as superfícies superior e inferior da amostra passaram por um processo de lixamento manual com lixas d'água umedecidas de granulação 400 (3M), 600 (3M) e 1200 (3M). Em seguida foram polidas com pano de polimento e suspensão de Alumina *QM* n° 1 (granulometria 1 μm) com água destilada na proporção de 1:4, utilizando uma politriz *Prazis APL-4*. Após polimento, com o objetivo de atacar a matriz polimérica e expor as partículas na superfície a ser observada, as amostras receberam tratamento com solução de água destilada e ácido nítrico a 25% durante 1 minuto.

3.1.5.3 – Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Para análise química dos elementos que compõem os três diferentes tipos de materiais foram utilizadas as mesmas amostras observadas em MEV. A confecção das amostras se deu conforme as instruções dos fabricantes.

Devido análise do MEV, as amostras foram recobertas com ouro, meio condutor de elétrons que torna possível a observação de materiais compósitos de matriz polimérica que não são naturalmente condutores.

3.2 – Metodologia para os Ensaios

3.2.1 – Ensaio de dureza

O tipo de microdureza escolhido foi da dureza Vickers e os ensaios foram realizados em um microdurômetro da marca *Ernest Leitz Wetzlar-Germany* – Figura 28.



Figura 28 - Microdurômetro Vickers.

Neste ensaio, um diamante de base piramidal invertida (indentador), sob ação de uma carga, é pressionado de encontro ao material, causando uma impressão (indentação) a qual é utilizada para calcular a dureza superficial do material. Neste ensaio a carga utilizada foi de 50g e o tempo de 30 segundos.

A confecção dos três corpos-de-prova para cada etapa, com 10 indentações em cada um, (antes e depois do ciclo térmico) 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.

Cada indentação feita foi observada em microscópio óptico (MO) *Olympus BX60M*. As imagens das impressões de dureza, assim como a escala de tamanho foram fotografadas e arquivadas no computador através do programa *Gerenciador de Fotos do Windows*. Com o auxílio do programa *Adobe Photoshop 5.0*, os comprimentos 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 – índice de dureza HV, fez-se uso da Equação 7 a partir das diagonais previamente medidas.

$$HV = \frac{2P \operatorname{sen}\left(\frac{\theta}{2}\right)}{L^2} = \frac{1,85P}{L^2}$$

Equação 7

Onde:

P - carga aplicada;

L - comprimento das diagonais;

θ - ângulo entre as faces opostas do diamante - 136° .

3.2.2 – Ensaio de Compressão diametral

O ensaio de compressão foi realizado em uma máquina de ensaios universal *EMIC DL 10.000*, com velocidade do travessão de 1 mm/min e fundo de escala de 5 KN. Foram ensaiados seis corpos-de-prova de cada material, os quais receberam aplicação de carga uniaxial compressiva no sentido transversal, caracterizando a compressão diametral – Figuras 29 e 30.

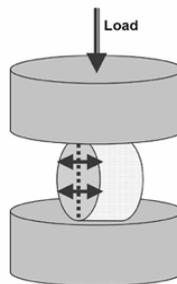


Figura 29 - Esquema do ensaio de compressão diametral.



Figura 30 - Máquina EMIC onde foram realizados os ensaios de Resistência à Compressão Diametral.

Os valores de tensão diametral compressiva (σ_t), medida de resistência a tração indireta destes materiais, foram obtidos através da Equação 8.

$$\sigma_t = \frac{2P}{\pi DL}$$

Equação 8

Onde:

σ_t - resistência à compressão diametral ou tração indireta;

P - força máxima;

D - diâmetro do corpo de prova;

L - altura do corpo de prova.

3.2.3 – Ensaio de Flexão a três pontos

O ensaio de flexão a três pontos foi realizado em uma máquina de ensaios universal *EMIC DL 10.000* – Figura 30, com velocidade do travessão de 1 mm/min e fundo de escala de 5 kN – ISO 4049:2000. Foram ensaiados doze corpos-de-prova de cada material, seis deles ensaiados após estocagem por 24 h em água destilada na temperatura de $37^\circ \text{C} \pm 1^\circ \text{C}$ – ISO 4049:2000 – e seis ciclados termicamente por 2500 ciclos de temperatura oscilante entre 5° e 50°C .

Neste ensaio, os corpos de prova permanecem apoiados em dois pontos em sua base, enquanto um terceiro ponto exerce sobre eles uma carga uniaxial no sentido vertical, que ocasionará sua fratura, como vemos nas Figuras 31 e 32.

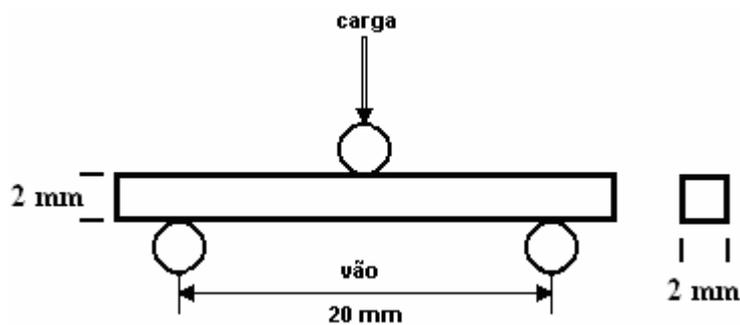


Figura 31 - Esquema do ensaio de flexão, aonde o vão é a distância entre os pontos de suporte (L).

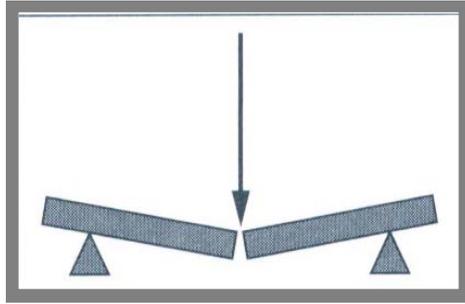


Figura 32 - Esquema da fratura no ensaio de flexão em três pontos.

Os cálculos para os valores de resistência à flexão (σ_{fs}), módulo de elasticidade (E_f) e deformação em flexão do corpo de prova (ε), foram obtidos através das Equações 9, 10 e 11.

$$\sigma_{fs} = \frac{3F_f L}{2bd^2}$$

Equação 9

Onde:

σ_{fs} - resistência à flexão;

F_f - carga no momento da fratura;

L - distância entre os pontos de suporte;

b - base;

d - altura.

$$E_f = \frac{F_f L^3}{4bd^3 \Delta l}$$

Equação 10

Onde:

E_f - módulo de elasticidade;

F_f - carga no momento da fratura;

Δl - deflexão do corpo de prova.

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{L_0}$$

Equação 11

Onde:

ε - deformação em flexão do corpo-de-prova;

Δl - deflexão do corpo de prova;

L_0 - comprimento inicial do corpo-de-prova (distância entre os pontos de suporte).

3.2.4 – Análise Microestrutural Quantitativa

Para obter a densidade e as frações volumétricas dos materiais foi utilizado um picnômetro em balança analítica de quatro dígitos da marca *GEHAKA – AG200*, conforme mostra a Figura 33.



Figura 33 - Balança analítica de precisão *GEHAKA – AG200*.

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 a de sólidos.

Partindo deste princípio, e com a ajuda de uma balança analítica de alta precisão, com 10^{-4} g de precisão, obtiveram-se os valores de densidade e frações volumétricas das amostras (compósito e partículas, após queima) utilizando os seguintes passos:

1. O picnômetro foi limpo com álcool;
2. Adicionou-se água, em temperatura ambiente conhecida ($23 \pm 1^{\circ}\text{C}$), 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;

3. As amostras foram pesadas isoladamente;
4. O picnômetro, com a amostra, foi preenchido novamente com água destilada até completar a sua capacidade; foram seguidos os passos de acordo com as instruções da etapa 2. O conjunto picnômetro, amostra e água foi então pesado.
5. As amostras utilizadas foram os compósitos *TPH 3*[®], *Z 350*[®] e *Artglass*[®] e suas respectivas partículas, obtidas segundo os passos descritos no item 3.1.4.

Os dados foram obtidos de acordo com a Tabela 8:

Tabela 8 - Tabela da representação das grandezas.

GRANDEZA	REPRESENTAÇÃO
Massa da amostra	m_a
Massa (picnômetro + água)	m_{pH_2O}
Massa (picnômetro + água + amostra)	m_{total}
Massa da água deslocada	$m_{H_2O_d} = m_{pH_2O} + m_a - m_{total}$
Volume da água deslocada	$V_{H_2O_d} = m_{H_2O_d} / d_{H_2O}$
Volume da amostra	$V_a = V_{H_2O_d}$
Densidade da amostra	$d_a = m_a / V_a$

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 9:

Tabela 9 - 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

Conhecendo a massa das fases do material, a densidade do compósito e das partículas, através da pesagem com picnômetro, e as frações em peso e volumétricas das partículas e da matriz pelas Equações 12, 13, 14 e 15 obteve-se a densidade da matriz através da lei das misturas direta de acordo com a Equação 16.

$$V_p = \frac{V_p}{V_c}$$

Equação 12

$$V_m = 1 - v_p$$

Equação 13

Onde:

v_p - fração volumétrica das partículas;

v_m - fração volumétrica da matriz;

V_p - volume das partículas;

V_c - volume do compósito;

$$w_p = \frac{m_p}{m_c}$$

Equação 14

$$w_m = 1 - w_p$$

Equação 15

Onde:

m_p - massa das partículas;

m_c - massa do compósito;

w_p - fração em peso das partículas;

w_m - fração em peso da matriz;

$$\rho_c = \rho_p v_p + \rho_m v_m$$

Equação 16

Onde:

v_p - fração volumétrica das partículas;

v_m - fração volumétrica da matriz;

ρ_c - densidade do compósito;

ρ_p - densidade das partículas presentes no compósito;

ρ_m - densidade da matriz do compósito.

Ainda na tentativa de se estimar a quantidade relativa de partículas inorgânicas destes materiais, desta vez em fração de área, utilizou-se de uma outra metodologia que

consiste na análise das três melhores imagens geradas pelo AFM no software de processamento de imagens *Image-Pro Plus 4.5*.

A seqüência seguida foi a seguinte:

1. Seleção de três imagens de contraste de fase de cada amostra, em diferentes aumentos que fossem representativos do material como um todo;
2. Colocação das imagens no programa *Image-Pro Plus 4.5*, seleção das áreas de matriz, marcação das mesmas e geração dos dados pelo próprio software.

A partir daí os dados gerados pelo experimento foram comparados entre si e analisados estatisticamente.

3.2.5 – Análises Microestruturais Qualitativas

Foi realizada uma análise detalhada a fim de caracterizar estes materiais quanto à forma, tamanho e dispersão de suas partículas, assim como fornecer uma noção das suas frações volumétricas.

Em uma quantidade grande de artigos científicos e catálogos de empresas podemos ver micrografias desta classe de materiais. Contudo muitas vezes a escala utilizada não é revelada, ou os pequenos aumentos aplicados não permitem a visualização de partículas de dimensões nanométricas. O uso do AFM teve a finalidade de observar melhor estas partículas. Porém, a falta de uma metodologia já estabelecida de caracterização destes materiais exigiu um maior esforço para obtenção das imagens.

Conforme descrito por COSTA (2007) é necessário um ataque superficial adequado da superfície (ácido nítrico a 25%), para então poderem-se obter imagens satisfatórias em AFM.

A partir das micrografias obtidas foi possível entender e explicar os diferentes comportamentos mecânicos dos materiais estudados.

3.2.5.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para esta análise microestrutural utilizou-se o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) *JEOL JSM-6460LV* – Figura 34. Foram feitas micrografias das imagens obtidas com elétrons secundários utilizando a voltagem de 15 ou 20 KV, nos diferentes aumentos descritos no item 4.2.2.1.

Foram feitas análises micrográficas das superfícies de fratura dos corpos de prova dos ensaios de compressão diametral e resistência à flexão em três pontos. Estas superfícies receberam metalização com ouro como meio condutor de elétrons para que fosse possível a visualização da morfologia do material.

Foram obtidas também micrografias das amostras submetidas a tratamento térmico a fim de queimar a matriz polimérica e expor as partículas para melhor visualização de seus tamanhos.



Figura 34 - Equipamento *JEOL JSM-6460LV*.

3.2.5.2 – Microscopia de Força Atômica (AFM)

Para esta análise microestrutural utilizou-se o AFM *Topometrix* modelo *Accurex II* – Figura 35, com método de operação de contato intermitente ou *Tapping Mode* e análises conduzidas em ar.



Figura 35 - AFM *Topometrix* modelo *Accurex II*.

3.2.5.3 – Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Para análise em EDS foram selecionadas áreas em pequeno aumento na imagem de MEV a fim de detectar em um campo maior todos os possíveis constituintes do material em questão.

O objetivo foi visualizar a composição de cada material e sua fidelidade com as informações do fabricante. Lembrando que para todas as amostras o maior pico observado é do ouro usado para recobrimento das mesmas.

Em uma segunda etapa, na análise microestrutural (MEV) das partículas já sem a matriz polimérica, foram feitas análises pontuais para determinação da existência ou não de diferentes tipos de partículas inorgânicas em cada material.

3.2.6 – Análise Estatística

Inicialmente, com resultados obtidos, as médias e os desvios-padrão (DP) dos valores de cada grupo foram calculados com a ajuda do programa computacional *Excel 2000* da *Microsoft Office*.

Utilizando o *software Estatística*, 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 *TPH 3[®]*, *Z 350[®]* e *Artglass[®]* e a variável dependente foi cada parâmetro estudado (densidade, frações volumétricas, dureza, resistência à compressão diametral e resistência à flexão).

Foi utilizado ainda o teste Post Hoc de Tukey nos resultados de microdureza Vickers para analisar as diferenças entre os corpos de prova do mesmo grupo de material, a fim de verificar influência de variáveis externas ao processo de cura destes materiais, e também nos resultados dos três diferentes materiais em cada um dos ensaios para verificar diferenças entre cada dupla de material.

4 – Resultados e Discussão

4.1 – Propriedades Mecânicas

4.1.1 – Ensaio de Dureza

Nas Figuras 36 a 41 podem ser observadas as imagens das impressões deixadas pelo indentedor nos compósitos estudados não submetidos à ciclagem térmica e após serem submetidos à ciclagem térmica. É importante observar que as indentações estão bem demarcadas. Isto pode significar que a tensão elástica residual após a retirada do indentedor foi desprezível e não influenciou de forma significativa os resultados obtidos.

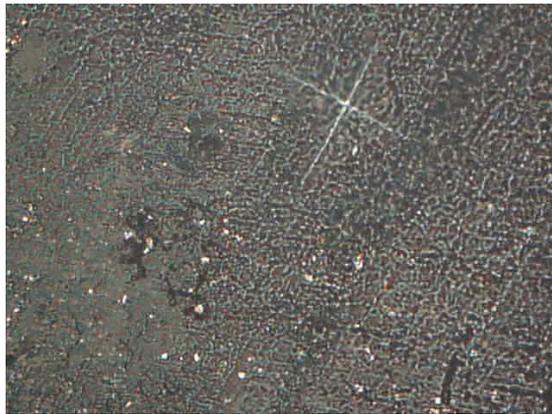


Figura 36 - Indentação observada no MO (500x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito *TPH 3*[®] antes da ciclagem térmica.



Figura 37 - Indentação observada no MO (500x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito *TPH 3*[®] após ciclagem térmica.



Figura 38 - Indentação observada no MO (200x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito Z350[®] antes da ciclagem térmica.



Figura 39 - Indentação observada no MO (200x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito Z350[®] após ciclagem térmica.



Figura 40 - Indentação observada no MO (200x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito Artglass[®] antes da ciclagem térmica.

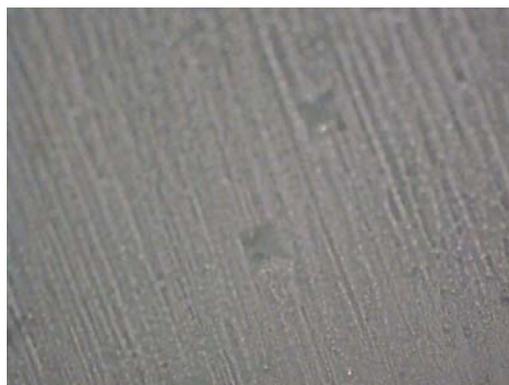


Figura 41 - Indentação observada no MO (200x) após ensaio de microdureza Vickers realizado no compósito *Artglass*[®] após ciclagem térmica.

Os resultados obtidos foram distribuídos segundo a Tabela 10 e Figura 42. Naquela observam-se as médias e os valores de p para os diferentes corpos de prova, para os diferentes materiais e para o tratamento térmico ao qual metade dos corpos de prova de cada grupo de materiais foi sujeito.

Tabela 10 - Resultados de Microdureza Vickers (HV) e valores de p .

Não-ciclado termicamente				
Corpo de prova (cps)	Material			valor p para diferentes materiais
	<i>TPH 3</i> [®]	<i>Z 350</i> [®]	<i>Artglass</i> [®]	
1	79,56 ± 6,06	81,04 ± 5,49	53,30 ± 4,25	≅ 0*
2	71,67 ± 4,99	74,29 ± 3,52	50,98 ± 4,67	
3	84,43 ± 3,96	70,73 ± 4,27	56,57 ± 4,75	
Média HV	77,72 ± 6,96	74,57 ± 6,59	53,36 ± 4,94	
valor p cps	0,049*	0,0021*	0,11	
Ciclado Termicamente				
Corpo de prova (cps)	Material			valor p para diferentes materiais
	<i>TPH 3</i> [®]	<i>Z 350</i> [®]	<i>Artglass</i> [®]	
1	56,92 ± 3,72	69,77 ± 3,63	52,86 ± 2,15	≅ 0*
2	54,94 ± 6,31	64,41 ± 2,63	49,34 ± 4,98	
3	55,49 ± 3,39	61,48 ± 5,65	42,48 ± 2,09	
Média HV	55,85 ± 4,10	64,93 ± 5,11	47,66 ± 5,51	
valor p cps	0,66	0,015*	0,00029*	
valor p ciclo térmico	0,0012*	0,0012*	0,045*	

*diferença significativa para $p < 0,05$

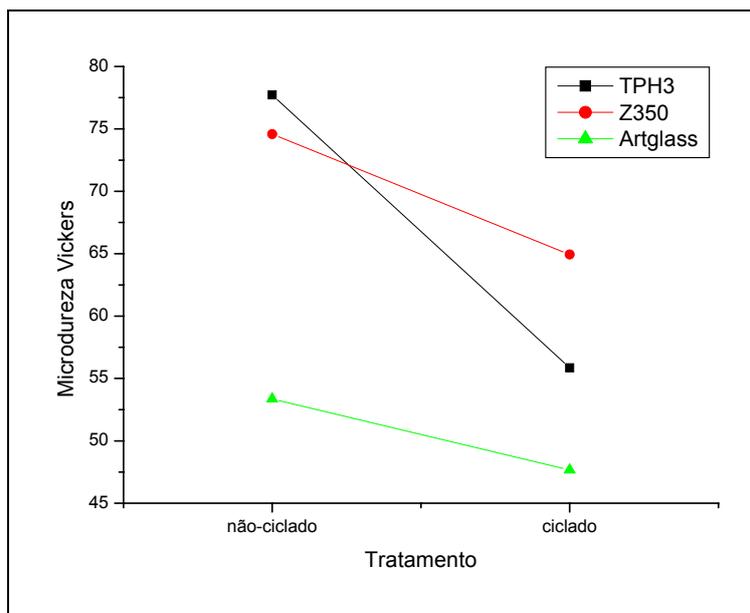


Figura 42 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers dos materiais *TPH3*[®], *Z350*[®] e *Artglass*[®] em função do tratamento térmico recebido.

Na Tabela 10 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 aos materiais *TPH 3*[®] e *Z 350*[®] não-ciclados, *Z 350*[®] e *Artglass*[®] ciclados apresentaram diferença estatística significativa ($p < 0,05$), o que reforça a importância de calcular a dureza utilizando corpos de prova que passaram por processos de fabricação independente, uma vez que fatores como a intensidade de luz e tempo de exposição podem estar relacionados à diferença encontrada, assim como ocorre *in vivo*, já que em determinadas regiões da boca a luz responsável pela ativação da polimerização da matriz não chega tão facilmente. Sabe-se que outros fatores como tempo de cura e de pós-cura, armazenamento em soluções diversas, diferenças térmicas, dentre outros, podem também ter influenciado nas diferenças encontradas.

Contudo, os resultados encontrados dentro de um mesmo grupo de material e tratamento térmico apresentaram desvio padrão (DP) consideravelmente baixos (menores que 10% da média). Vale ressaltar que o tempo de incidência do feixe luminoso foi sempre o mesmo para todos os materiais, 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, de sua cor e translucência, da intensidade da fonte de luz ou da distância do aparelho fotoativador (CORRER, 2005).

Pode-se observar ainda que o ciclo térmico levou a uma diminuição significativa na dureza de todos os materiais, reforçando a idéia de que tanto a absorção de água (MAYWORM, 2005) quanto o choque de temperatura influenciaram diretamente na estrutura superficial das amostras. Como a dureza é um ensaio realizado na superfície do material, pode-se concluir que nela houve grande variação após exposição a meio aquoso. Os materiais que possuem os menores tamanhos de partículas foram os mais afetados, devido talvez a uma degradação maior da área de interface matriz/partícula, que neles é maior, fazendo com que houvesse percolação de água e conseqüente diminuição da resistência superficial – dureza – nas amostras expostas. A temperatura oscilante neste caso também pode ter influenciado, fazendo com que as diferenças entre expansão e contração levassem a microtrincas (*cracks*) internas tanto na matriz quanto na interface.

Observa-se também que a diferença estatística encontrada entre os materiais tanto antes como depois da ciclagem térmica se concentrou entre o material *Artglass*[®] e o material *TPH3*[®], e também entre o material *Artglass*[®] o material *Z 350*[®].

O valor médio de microdureza Vickers encontrado nesse estudo para o material *Artglass*[®] foi muito parecido com os valores encontrados por outros autores como FREIBERG e FERRACANE (1998) 50, MANDIKOS et al. (2001) 46,2 e BEHR et al. (2003) 51.

Este valor médio de microdureza encontrado para o *Artglass*[®] se encontra dentro da faixa de valores médios de microdureza de outros compósitos de uso indireto pesquisado por MANDIKOS et al. (2001) tais como: *Targis* (40,5) e *Concept* (68,8), e por BEHR et al. (2003) tais como: *Signum* (38), *Solidex* (47), *Thermoresin LC II* (46), *Targis* (66) e *BelleGlass* (73).

4.1.2 – Ensaio de Compressão Diametral

A resistência à compressão diametral é uma importante propriedade mecânica relacionada aos materiais dentários, pois a mesma nos fornece um dado de resistência à tração, ensaio que não é utilizado nos materiais compósitos odontológicos.

Neste ensaio, um corpo é colocado sob a ação de uma carga que tende a comprimi-lo ou encurtá-lo no sentido transversal. A tensão de compressão é sempre acompanhada de uma deformação. Contudo não é possível calcular o alongamento, nem tanto o módulo de elasticidade em compressão diametral deste corpo de prova devido à disposição transversal do ensaio, que faz com que a sua deformação não seja uniforme em toda sua extensão.

Através desse ensaio, pode-se determinar a tensão de fratura em compressão diametral, também chamada de resistência à tração indireta.

Como já foi citado no item 4.1.1, diversos fatores ambientais podem interferir nos resultados dos ensaios mecânicos destes materiais. Sendo assim, durante a confecção dos corpos-de-prova, estas variáveis foram observadas e padronizadas para as diferentes amostras, procurando diminuir suas interferências nos resultados.

Através dos dados obtidos nos ensaios, foi realizada uma análise estatística das médias, onde as variáveis independentes foram os diferentes materiais e a variável dependente foi a propriedade mecânica analisada, ou seja, limite de resistência à compressão diametral, ou à tração indireta. O teste estatístico adotado foi o ANOVA fator único, seguido de teste Post Hoc de Tukey, com nível de significância de 95% – Tabela 11.

Tabela 11 - Resultados dos ensaios de compressão diametral: a média, o desvio padrão (D.P.) e o *valor p* do limite de resistência à compressão diametral dos materiais *TPH 3*[®], *Z 350*[®] e *Artglass*[®].

	Material	Média	D.P.	<i>valor p</i>
Limite de resistência à compressão diametral (MPa)	<i>TPH 3</i> [®]	43,24	4,88	0,0069*
	<i>Z 350</i> [®]	44,34	5,72	
	<i>Artglass</i> [®]	33,49	4,62	

*diferença significativa para $p < 0,05$

Através do teste Post Hoc de Tukey (observado no ANEXO II) observamos que a diferença estatística estava entre o material *Artglass*[®] e o *TPH 3*[®] e entre o *Artglass*[®] e o *Z 350*[®].

O material *Artglass*[®], mais uma vez, mostrou um baixo desempenho, o que pode estar relacionado ao tamanho de suas partículas inorgânicas, sua distribuição e empacotamento – item 4.2.2.2, que leva a uma fração em peso e volumétricas menores que os demais – item 4.2.1, interferindo então na sua resistência mecânica.

4.1.3 – Ensaio de Flexão a três pontos

Como já citado anteriormente, o ensaio de flexão é um dos parâmetros importante para avaliação do comportamento mecânico dos materiais compósitos, através deste ensaio pode-se aferir dados de tensão máxima de flexão (σ_{fs}), módulo de elasticidade (E_f) e deformação em flexão (ϵ) dos corpos de prova.

A tensão máxima de flexão nada mais é do que o valor da resistência à flexão destes materiais, também considerada como uma medida de tração indireta que nos permite discutir sobre a resistência mecânica das amostras.

Como já foi citado no item 4.1.1, diversos fatores ambientais também podem interferir nos resultados de flexão destes materiais. Sendo assim, durante a confecção dos corpos-de-prova, estas variáveis foram observadas e padronizadas para as diferentes amostras.

Através dos dados obtidos nos ensaios, foi realizada uma análise estatística das médias, onde as variáveis independentes foram os diferentes materiais e a condição a que foram expostos, e a variável dependente a propriedade mecânica analisada, ou seja, limite de resistência à flexão em três pontos. O teste estatístico adotado foi o ANOVA fator único, seguido de teste Post Hoc de Tukey, com nível de significância de 95% – Tabela 12 e Figuras 43 a 45.

Tabela 12 - Resultados dos ensaios de resistência à flexão: média, desvio padrão e *valor p* para o limite de resistência à flexão (σ_f), deformação em flexão (ϵ) e módulo de elasticidade (E_f) dos materiais *TPH 3*[®], *Z 350*[®] e *Artglass*[®].

Propriedades mecânicas	Material	Não-ciclado termicamente		Ciclado termicamente		<i>valor p</i> ciclo térmico
		Média	<i>valor p</i> diferentes materiais	Média	<i>valor p</i> diferentes materiais	
Limite de resistência à flexão (σ_f) em MPa	<i>TPH 3</i> [®] <i>Z 350</i> [®] <i>Artglass</i> [®]	101,05 ± 9,6 110,31 ± 5,7 97,50 ± 10,1	0,1200	90,07 ± 10,4 84,68 ± 6,8 87,13 ± 12,4	0,7100	0,43 0,00097* 0,48
Deformação em flexão (ϵ)	<i>TPH 3</i> [®] <i>Z 350</i> [®] <i>Artglass</i> [®]	0,38 ± 0,04 0,34 ± 0,03 0,39 ± 0,02	0,2451	0,33 ± 0,04 0,30 ± 0,03 0,36 ± 0,02	0,0500	0,28 0,44 0,89
Módulo de elasticidade (E_f) em GPa	<i>TPH 3</i> [®] <i>Z 350</i> [®] <i>Artglass</i> [®]	4,36 ± 0,23 5,01 ± 0,38 4,06 ± 0,37	0,0064*	4,23 ± 0,45 4,26 ± 0,15 3,87 ± 0,20	0,1461	0,99 0,0085* 0,94

*diferença significativa para $p < 0,05$

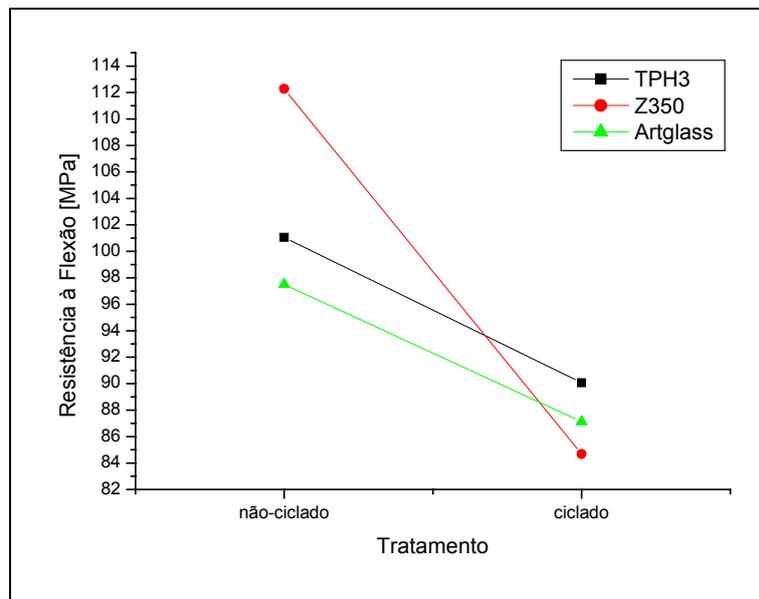


Figura 43 - Gráfico dos resultados de resistência à flexão dos materiais *TPH 3*[®], *Z 350*[®] e *Artglass*[®] em função do tratamento térmico recebido.

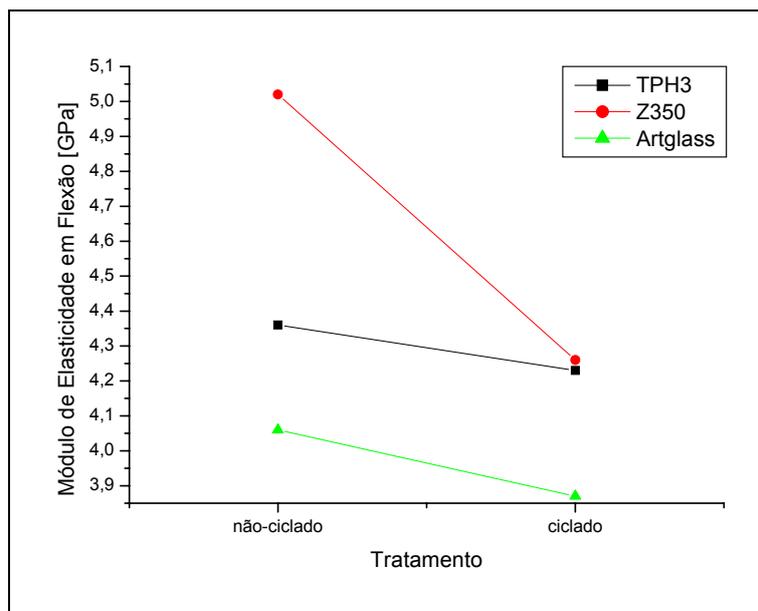


Figura 44 - Gráfico dos resultados de módulo de elasticidade em flexão dos materiais *TPH3*[®], *Z 350*[®] e *Artglass*[®] em função do tratamento térmico recebido.

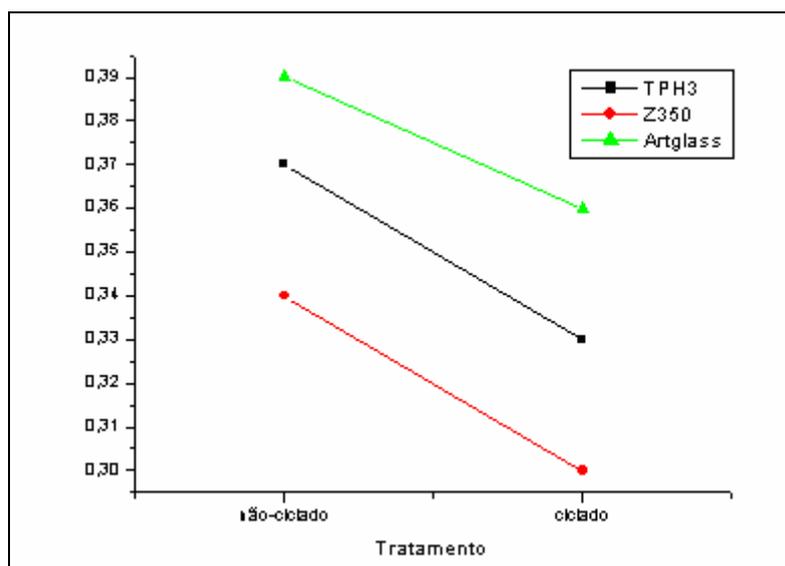


Figura 45 - Gráfico dos resultados de deformação em flexão dos materiais *TPH 3*[®], *Z350*[®] e *Artglass*[®] em função do tratamento térmico recebido.

Como já era de se esperar, seguindo a relação observada no ensaio anterior, a diferença se manteve entre o *Artglass*[®] e o *Z 350*[®] e desta vez o material *TPH 3*[®] também se mostrou diferente do *Z 350*[®], sendo o intermediário entre os três. Numericamente o material *Z 350*[®] se mostrou superior tanto em resistência como em módulo de elasticidade, apresentando, por outro lado, uma deformação em flexão menor em relação aos demais, o que pode ser explicado pelo fato de seu melhor

empacotamento e menor tamanho de partículas, e conseqüente menor quantidade de matriz – item 4.2.2.2, fazendo com que haja uma melhor e maior distribuição de carga da matriz polimérica para as partículas de carga, aumentando a resistência deste material.

O módulo de elasticidade é a medida da rigidez do material. Alta rigidez é benéfica em compósitos para blocos (como no uso indireto) porque o excesso de flexibilidade possibilita tensões na interface adesiva dente/restauração com o passar do tempo. Fraturas das margens e perda do selamento marginal ocorrem mais facilmente em materiais com baixo módulo de elasticidade. Por outro lado, materiais com módulo de elasticidade muito alto não absorvem cargas oclusais, resultando na transferência de tensões para a interface de cimento (CESAR et al., 2001).

Em relação à ciclagem térmica, observou-se que o material Z 350[®] foi o mais afetado, tendo uma queda maior em sua resistência depois de exposto ao meio aquoso e à temperatura oscilante, talvez devido à existência de microtrincas pela variação de temperatura e pela maior área específica de interface que então permite maior penetração de água e conseqüente perda em resistência mecânica.

4.2 – Análises Microestruturais

Neste item discutiremos as análises microestruturais e sua relação com os resultados dos ensaios mecânicos. É importante frisar que o objetivo é destacar a diferença microestrutural entre os diferentes materiais e tentar traçar uma relação clara com seu desempenho funcional.

4.2.1 – Cálculos Microestruturais Quantitativos

Os valores obtidos das frações em peso e volumétricas das partículas assim como os informados pelos fabricantes estão discriminados nas Tabelas 13. As densidades dos compósitos estudados - d_c , de suas partículas - d_{part} e de suas matrizes - d_{mat} na Tabela 14.

Tabela 13 - Valores médios percentuais em peso e em volume de partículas presentes nos compósitos estudados, além de seus desvios padrões e valores p. Estão registrados também os dados fornecidos pelos fabricantes.

Material	Percentual em peso (experimental)	Percentual em peso (fabricante)	Percentual volumétrico (experimental)	Percentual volumétrico (fabricante)
TPH 3[®]	71,7 ± 2,02	75 – 77	52,5 ± 0,03	58,0
Z350[®]	74,7 ± 0,28	78,5	59,6 ± 0,001	59,5
Artglass[®]	69,7 ± 0,014	72,0	54,3 ± 0,02	58,0
<i>valor p</i>	0,014*		0,026*	

* diferença significativa: $p < 0,05$

Analisando os dados da Tabela 13 é possível notar que nos três materiais a quantidade de partículas, tanto em peso quanto em volume, a fim de aumentar a resistência mecânica e diminuir a contração de polimerização dos materiais, excede a de matriz. Pode-se dizer, estatisticamente, que o material Z 350[®] possui porcentagem em peso e em volume significativamente maiores que os demais, sendo o material TPH3[®] o que apresenta valores intermediários. Segundo o teste Post Hoc de Tukey (ANEXO IV), a diferença estatística em peso se localiza entre o Z 350[®] e o Artglass[®], e em volume entre o Z 350[®] e o TPH3[®], talvez pelo fato do primeiro possuir maior quantidade de partículas nanométricas capazes de preencher melhor a matriz polimérica. Tanto em peso quanto em volume as quantidades diferem daquelas fornecidas pelos fabricantes nos três materiais.

Tabela 14 - Valores médios das densidades dos compósitos estudados - d_c , de suas partículas - d_{part} e de suas matrizes - d_{mat} e valores p.

Material	d_c (g/cm ³)	d_p (g/cm ³)	d_m (g/cm ³)
TPH 3[®]	2,09	2,8	1,24
Z350[®]	1,91	2,4	1,18
Artglass[®]	1,89	2,4	1,26
<i>valor p</i>	0,0010*	0,085*	0,0015*

* diferença significativa: $p < 0,05$

Estatisticamente, pode-se observar na Tabela 14 que existe diferença significativa entre as densidades dos compósitos estudados, sendo esta localizada entre

o material *TPH 3*[®] e os demais. Em relação à densidade das partículas, não há diferença estatística significativa, fato que se deve por vezes a semelhança na natureza das mesmas nos três materiais.

Levando em consideração as quantidades relativas de partículas inorgânicas pode-se ressaltar que o material que apresentou menor densidade de matriz, *Z 350*[®], foi aquele que obteve maior percentagem em peso e em volume de partículas, indicando que quanto menos viscosa a matriz melhor a incorporação de partículas, o que também é influenciado pelo tamanho das mesmas.

Pode-se observar na Tabela 15 que os resultados da análise quantitativa que consistiu na verificação, através de processamento de imagens de AFM, da fração em área de partículas inorgânicas destes materiais, seguiram os mesmos padrões das análises em peso em volume.

Tabela 15 - Valores médios percentuais em área de partículas presentes nos compósitos estudados, além de seus desvios padrões (DV) e valores *p*.

% em área	Material			valor <i>p</i>
Imagem	<i>Artglass</i> [®]	<i>TPH 3</i> [®]	<i>Z 350</i> [®]	
1	85,72	87,80	90,13	0,0014*
2	84,09	88,14	90,56	
3	84,54	88,14	90,48	
Média	84,79	88,03	90,40	
DV	0,84	0,19	0,23	

* diferença significativa: $p < 0,05$

A partir destes resultados foi feita análise estatística e obtenção de valor de *p* significativo para os diferentes materiais, sendo que o material nanoparticulado *Z 350*[®] foi o que apresentou maior quantidade relativa de partículas por área. Sendo o material *TPH3*[®] mais uma vez o intermediário entre os três estudados.

4.2.2 – Análises Microestruturais Qualitativas

4.2.2.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Através das micrografias obtidas das superfícies de fratura dos corpos de prova submetidos ao ensaio de compressão diametral pode-se observar a presença de trincas

secundárias em todos os materiais – Figuras 46 a 48. Estas muitas vezes seguem através de defeitos internos, como poros – Figura 49, que diminuem a resistência dos mesmos. O padrão das superfícies, tanto do ensaio de compressão diametral como no de flexão a três pontos, nos faz concluir que a fratura em todos eles se deu através da matriz e/ou da interface entre matriz e partícula. Podemos observar claramente que as partículas expostas são aquelas onde a interface falhou, contudo os aglomerados partículas/matriz ainda representam dificuldade para análise da fase de reforço destes materiais – Figuras 50 a 55.

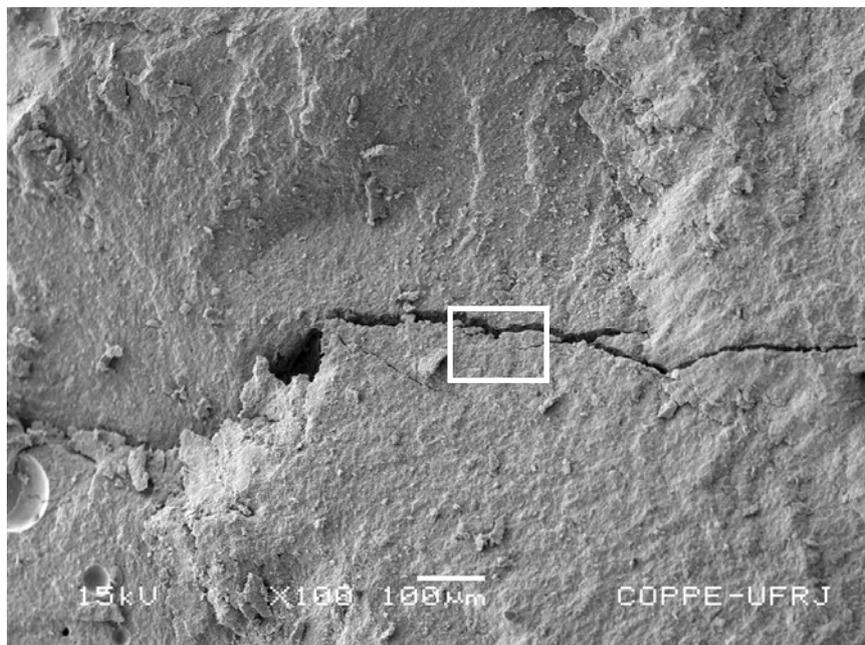


Figura 46 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura de corpo de prova submetido ao ensaio de compressão diametral do material *Artglass*® com aumento de 100 X.

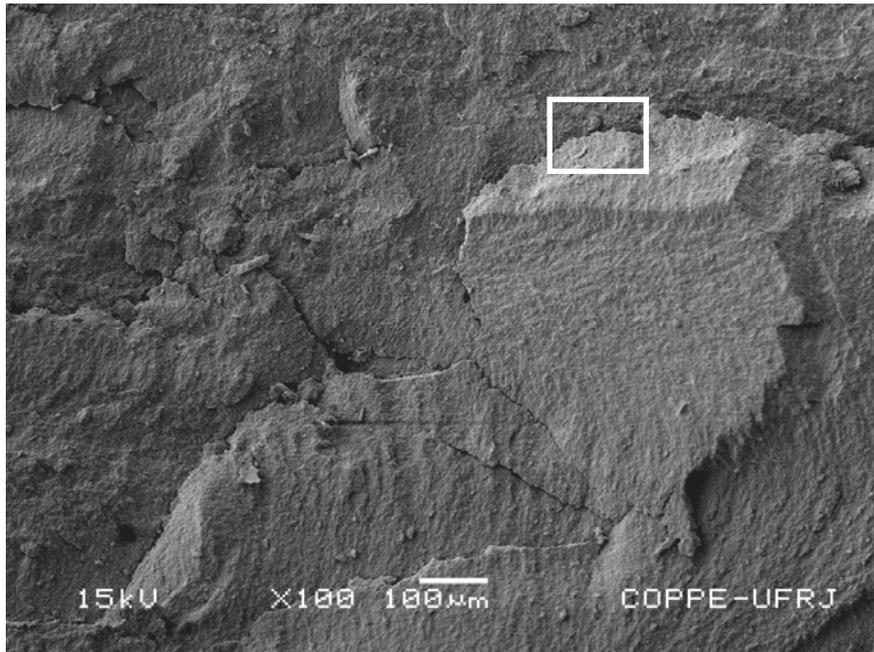


Figura 47 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura de corpo de prova submetido ao ensaio de compressão diametral do material *TPH3*[®] com aumento de 100 X.

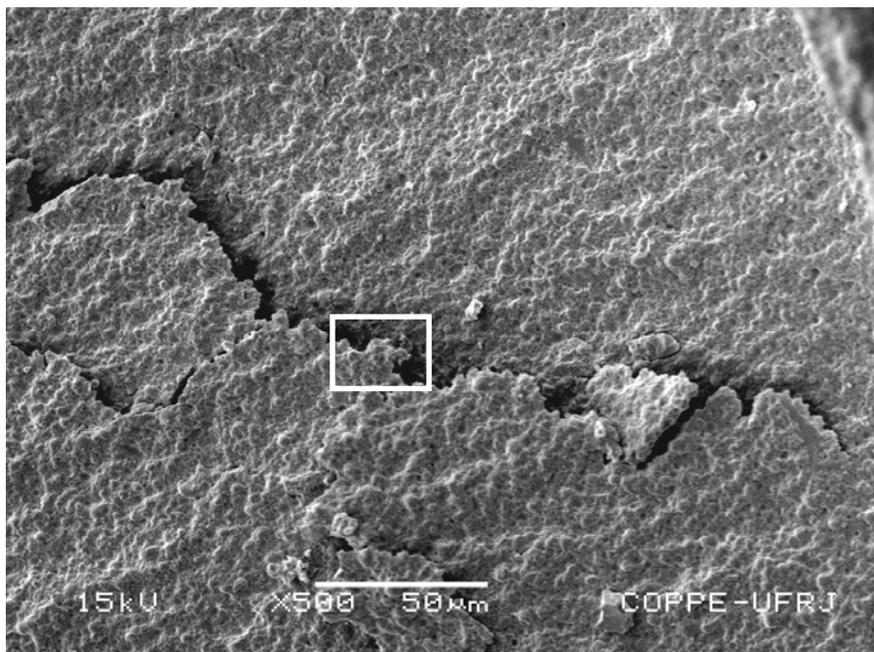


Figura 48 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura de corpo de prova submetido ao ensaio de compressão diametral do material *Z 350*[®] com aumento de 500 X.

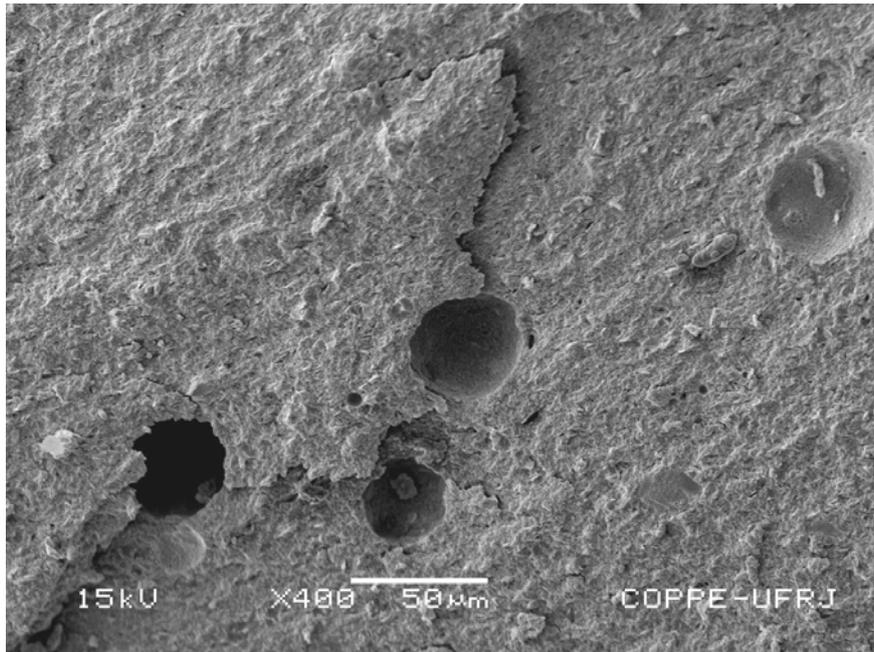


Figura 49 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura de corpo de prova submetido ao ensaio de compressão diametral do material *Artglass*[®] com aumento de 400 X

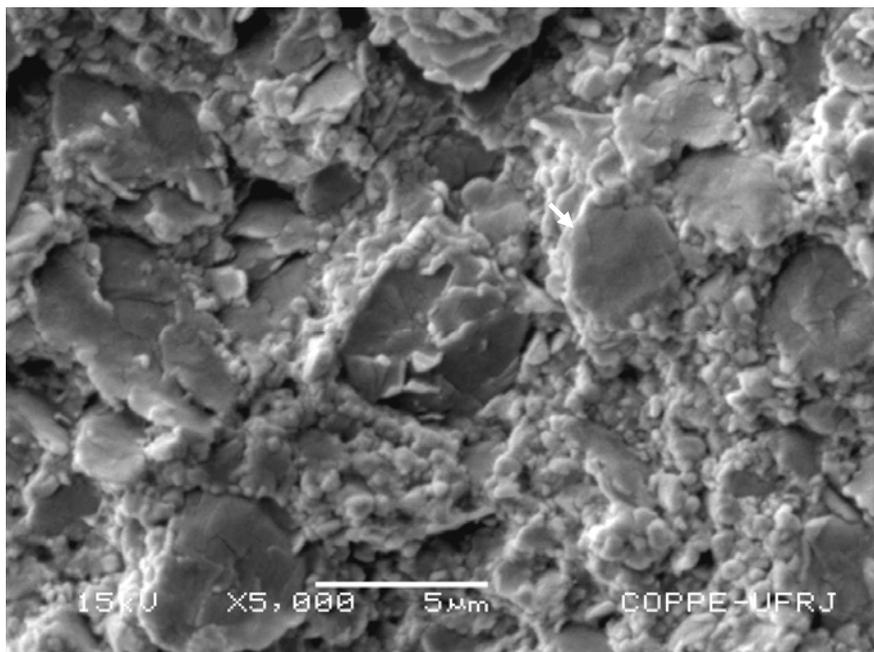


Figura 50 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura de corpo de prova submetido ao ensaio de compressão diametral do material *Artglass*[®] com aumento de 5.000 X

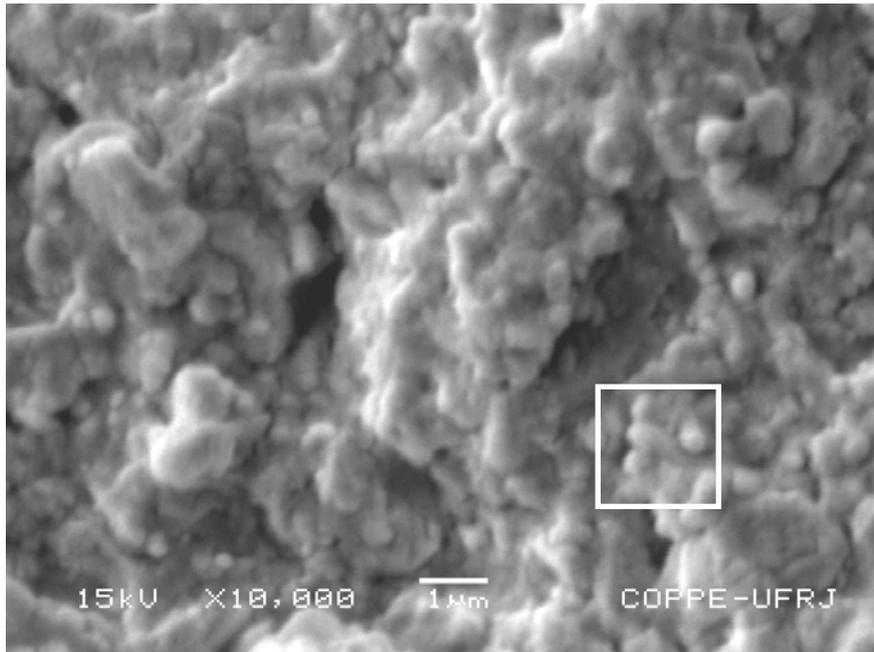


Figura 51 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura de corpo de prova submetido ao ensaio de compressão diametral do material *TPH3*[®] com aumento de 10.000 X.

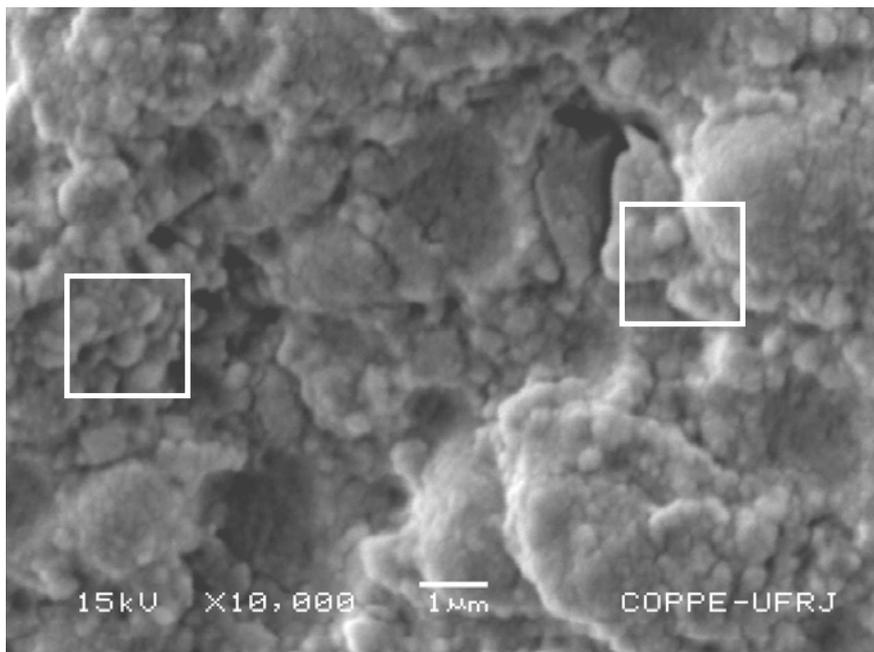


Figura 52 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura de corpo de prova submetido ao ensaio de compressão diametral do material *Z 350*[®] com aumento de 10.000 X.

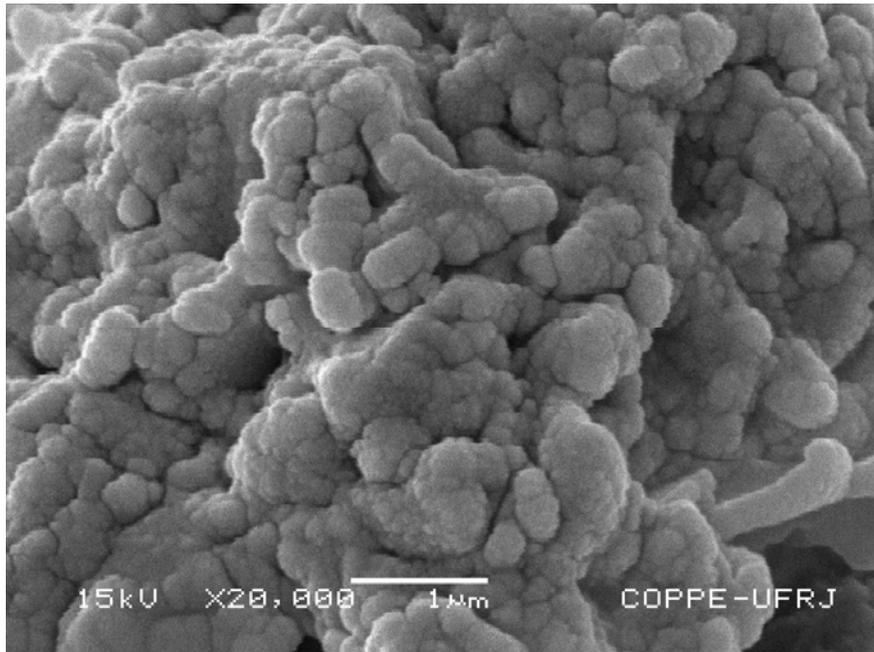


Figura 53 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura de corpo de prova submetido ao ensaio de flexão a três pontos do material *Artglass*[®] com aumento de 20.000 X

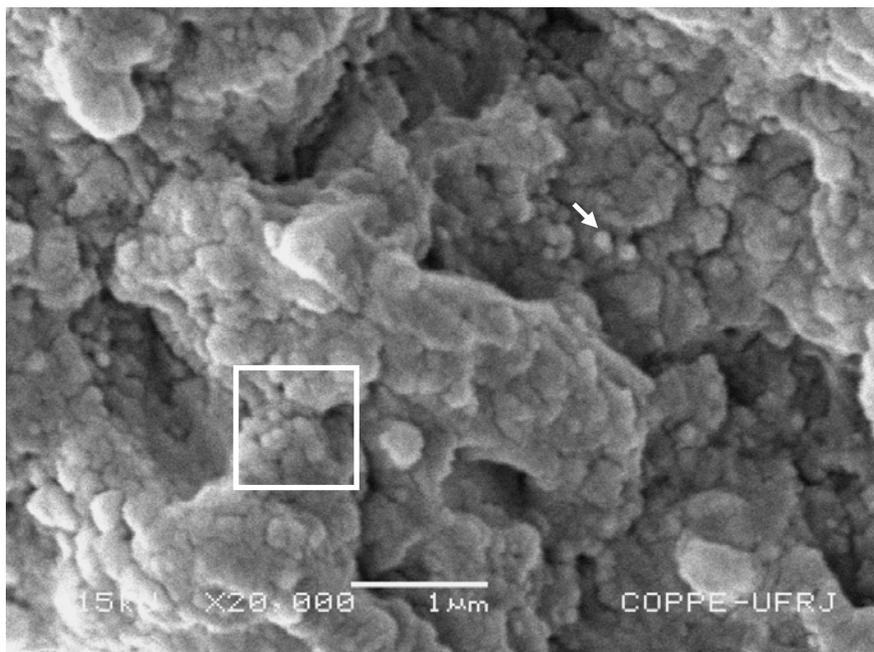


Figura 54 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura de corpo de prova submetido ao ensaio de flexão a três pontos do material *TPH3*[®] com aumento de 20.000 X.

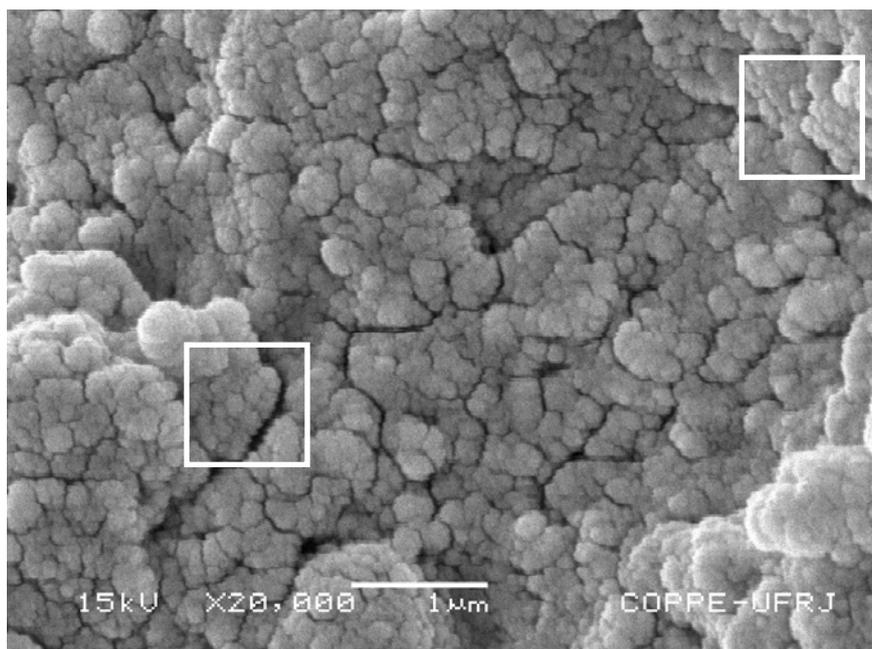


Figura 55 - Micrografia (MEV) da superfície de fratura de corpo de prova submetido ao ensaio de flexão a três pontos do material Z 350[®] com aumento de 20.000 X.

Utilizando o programa *Adobe Photoshop 5.0* fez-se uma medida aproximada das menores e maiores partículas. Sendo assim, com relação à distribuição do tamanho de partículas, podem-se fazer algumas especulações com o que se observa nas Figuras 50 a 55: no material *Artglass*[®] as partículas são da ordem dos microns, de 0,5 µm até 3 µm, podendo caracterizar um compósito microhíbrido. Já no *TPH3*[®] pode-se notar uma diminuição significativa do tamanho das partículas menores, indo de aproximadamente 0,1 µm (100 nm) até 3 µm, caracterizando um material nanohíbrido. Contudo foi no *Z350*[®] que se encontrou o tamanho de partículas mais homogêneo, onde as mesmas se encontram na faixa dos 0,1 µm até 0,3 µm, podendo ainda ser observadas em arranjos – sinalizados nas figuras – onde se nota a aglomeração intensa destas partículas menores – nanométricas.

Tem-se que ressaltar que os aumentos utilizados foram pequenos para observação ideal de partículas nanométricas, e as superfícies, por não terem recebido tratamento algum para remoção da matriz polimérica, ainda fornecem grande dificuldade de visualização da fase de reforço destes materiais.

A partir daí passa-se para análise das partículas inorgânicas sem a presença de matriz polimérica. O primeiro tratamento a ser discutido é a queima em 600° C com resfriamento lento dentro do forno – Figuras 56 a 58.

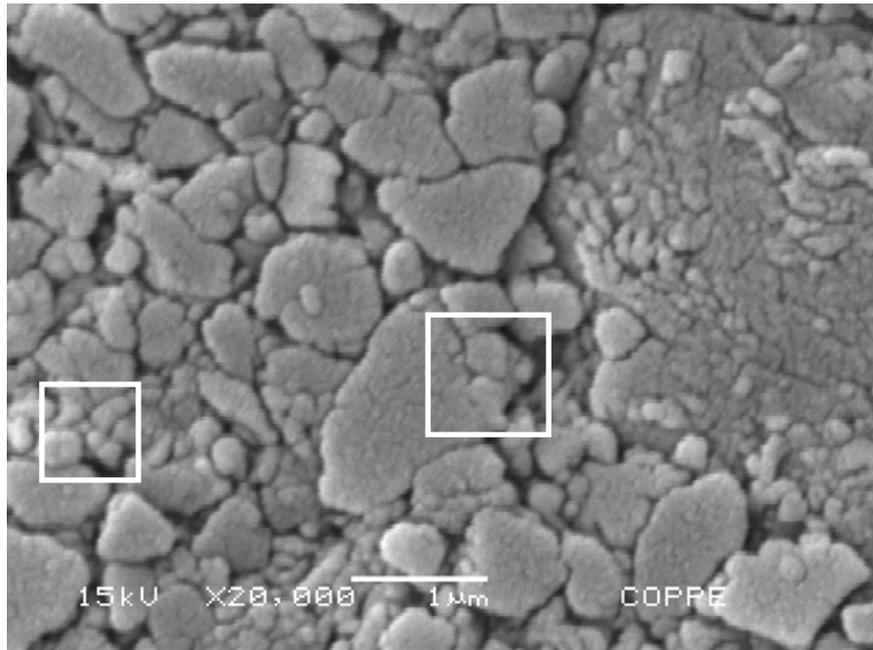


Figura 56 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (600° C) do material *Artglass*® com aumento de 20.000X.

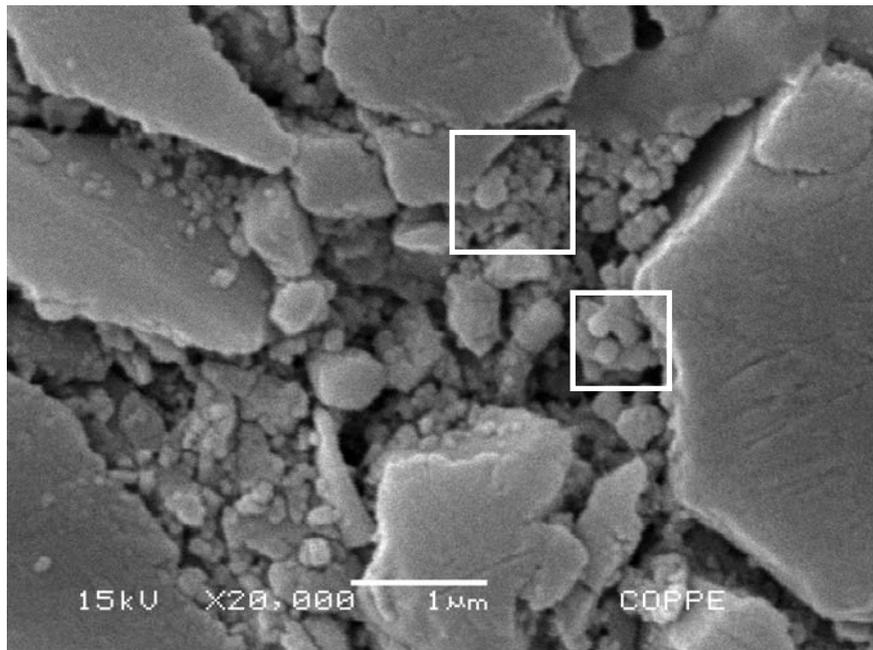


Figura 57 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (600° C) do material *TPH3*® com aumento de 20.000X.

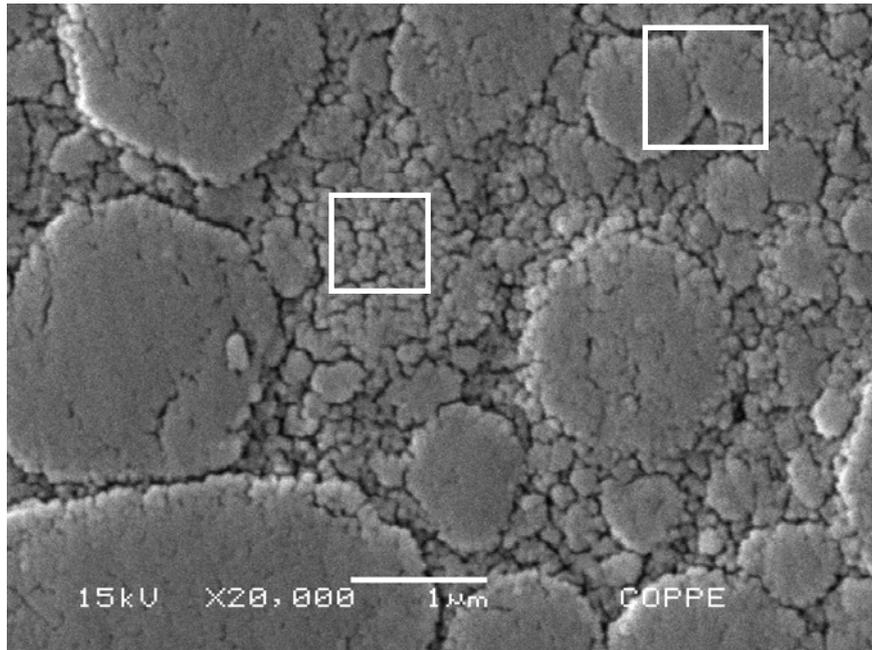


Figura 58 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (600° C) do material Z 350[®] com aumento de 20.000X.

Nas três figuras acima fica claro a ocorrência de sinterização nas partículas cerâmicas de todos os materiais. Contudo, nota-se que este processo se deu com maior intensidade entre as partículas nanométricas – Figura 58, isto porque sua energia de superfície é muito maior, o que acelera a sinterização neste material.

Devido à ocorrência de sinterização das partículas durante a queima da matriz polimérica foi feita uma segunda análise após nova queima a 400° C com resfriamento rápido fora do forno – Figura 59.



Figura 59 - Imagem dos corpos de prova após queima a 400° C.

Nota-se que as amostras adquiriram uma coloração negra que caracteriza a queima incompleta da matriz polimérica, sendo assim estas foram desprezadas e novas

queimas foram realizadas a temperaturas de 450° C, 500° C, 550° C, também com resfriamento rápido fora do forno.

Para o material *Artglass*[®] as imagens calcinadas a 450° C e 500 ° C mostram claramente o arranjo das partículas – Figuras 60 a 62.

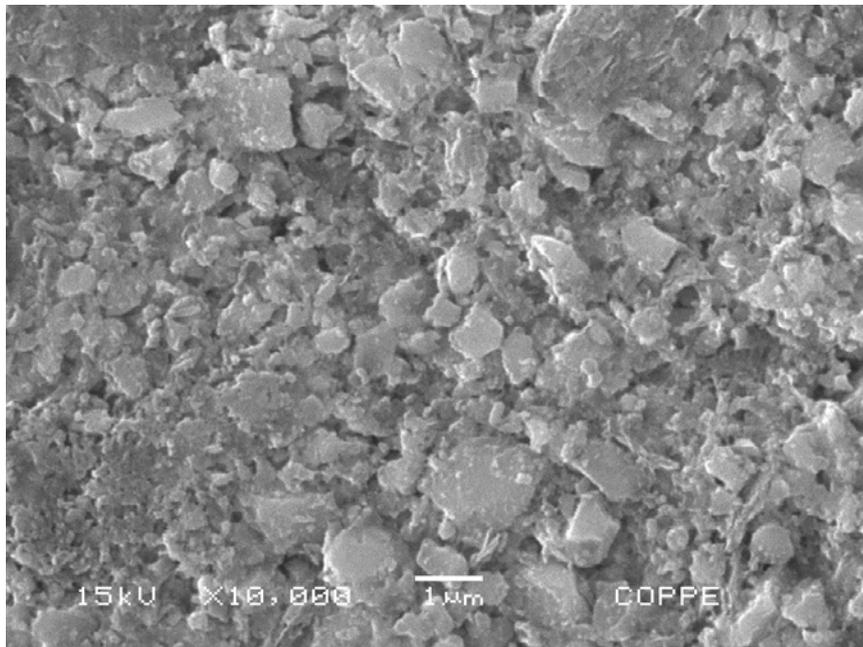


Figura 60 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (500° C) do material *Artglass*[®] com aumento de 10.000X.

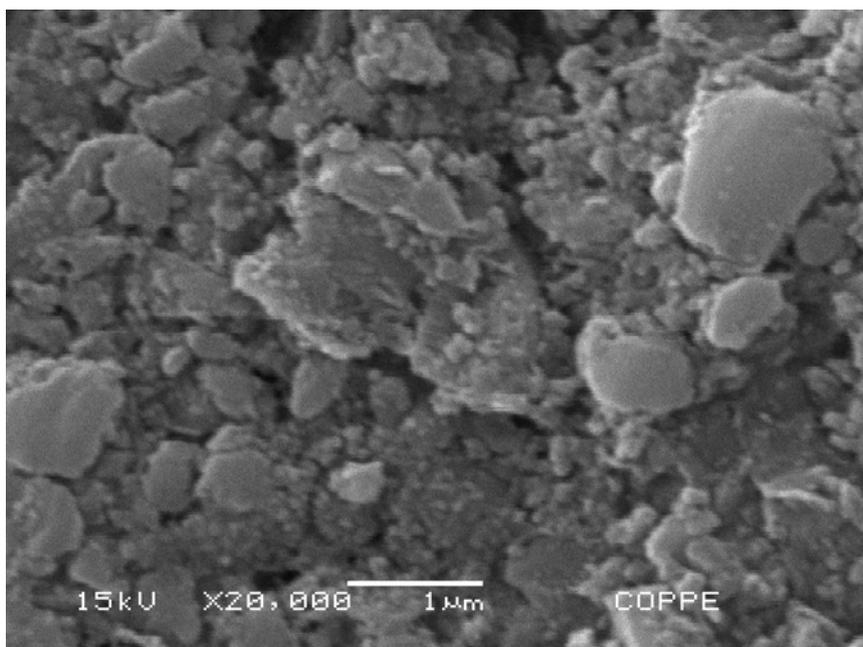


Figura 61 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (450° C) do material *Artglass*[®] com aumento de 20.000X.

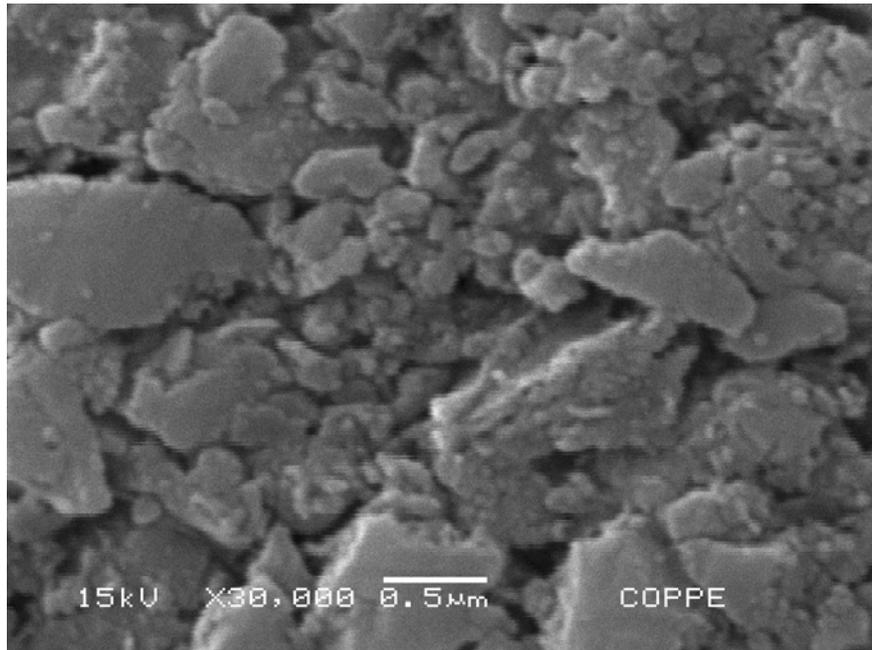


Figura 62 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (450° C) do material *Artglass*® com aumento de 30.000X.

Para o material *TPH3*® e *Z350*® as melhores imagens foram obtidas a uma temperatura de calcinação de 550° C – Figuras 63 a 68.

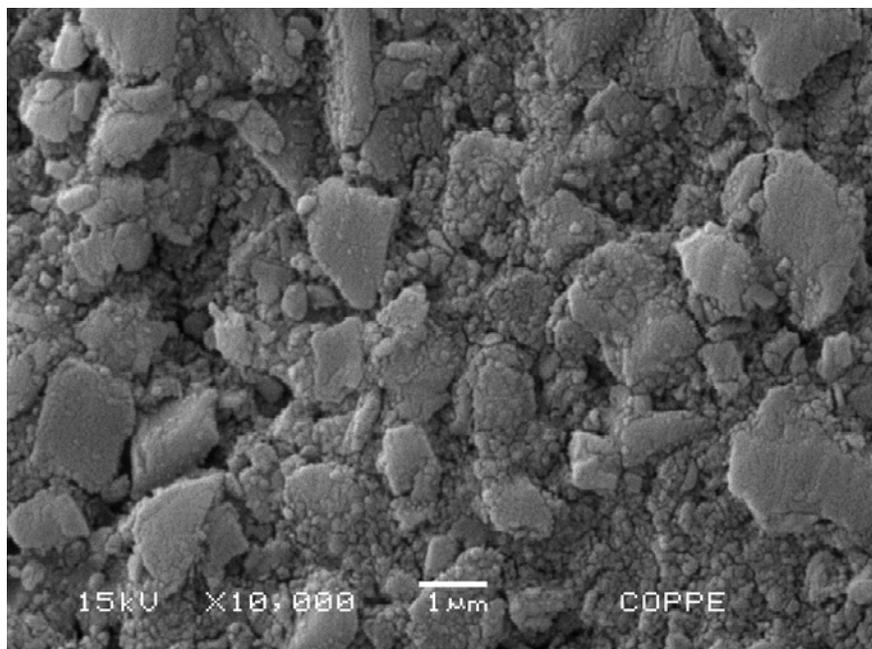


Figura 63 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material *TPH3*® com aumento de 10.000X.

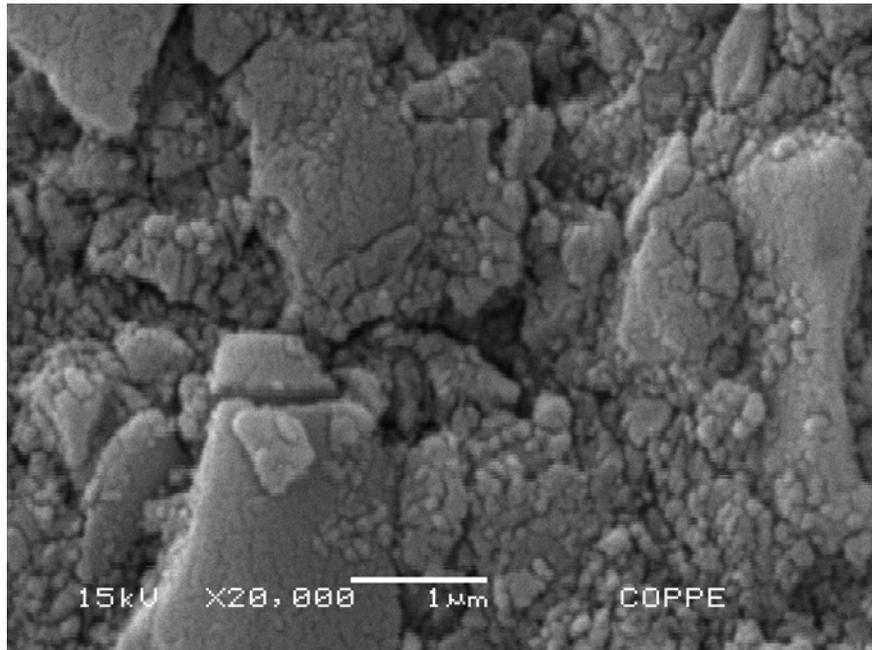


Figura 64 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material *TPH3*[®] com aumento de 20.000X.

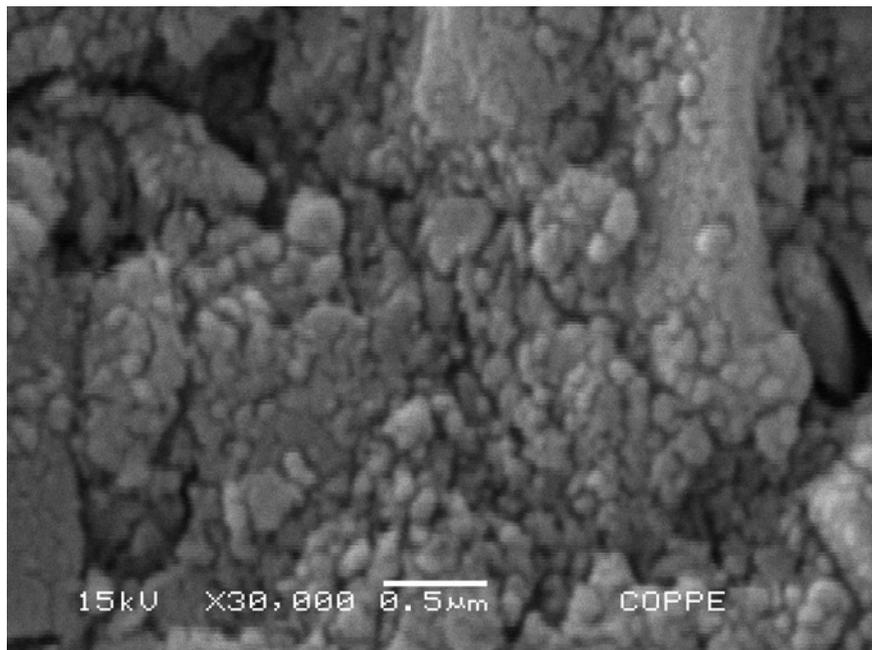


Figura 65 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material *TPH3*[®] com aumento de 30.000X.

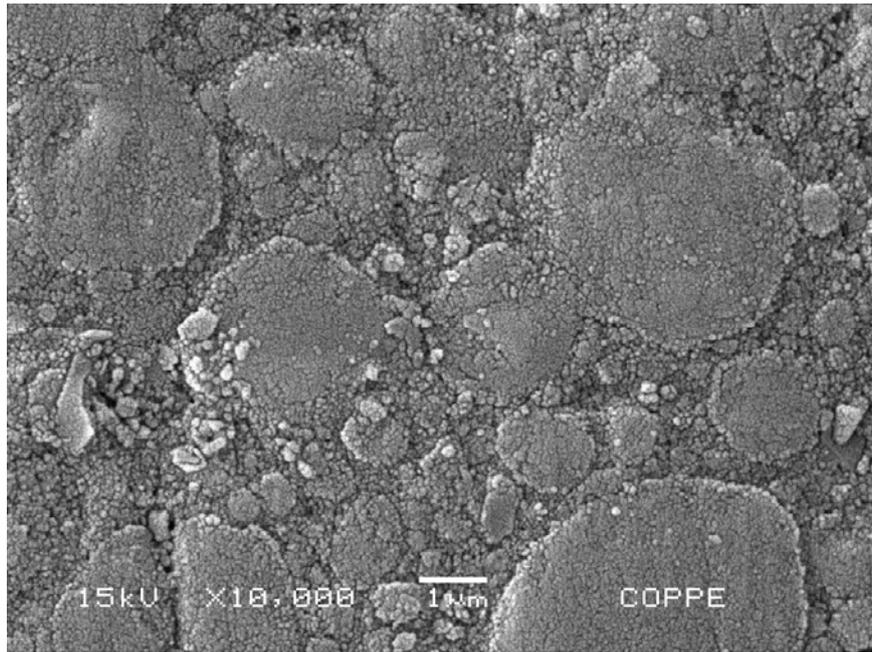


Figura 66 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material Z 350® com aumento de 10.000X.

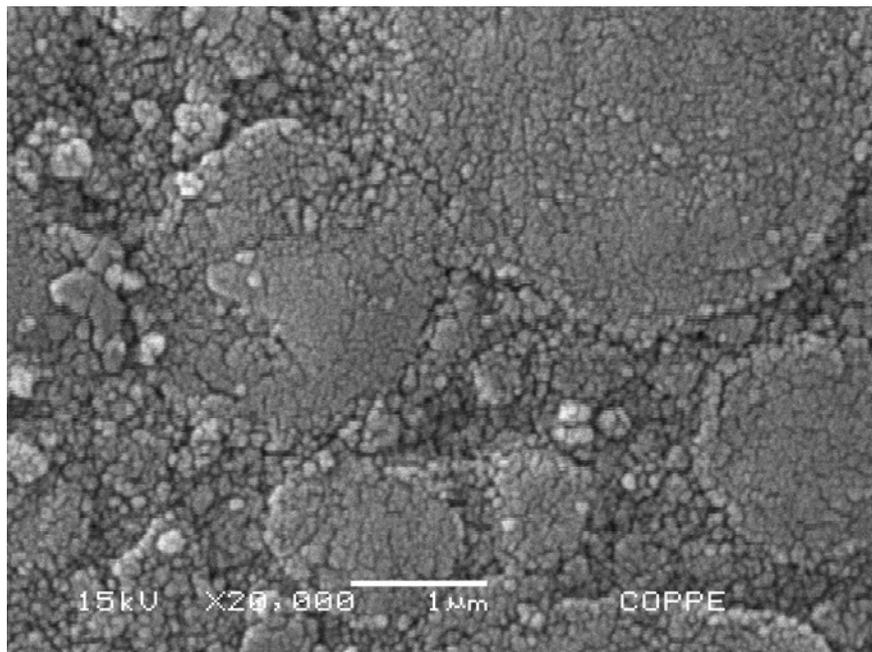


Figura 67 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material Z 350® com aumento de 20.000X.

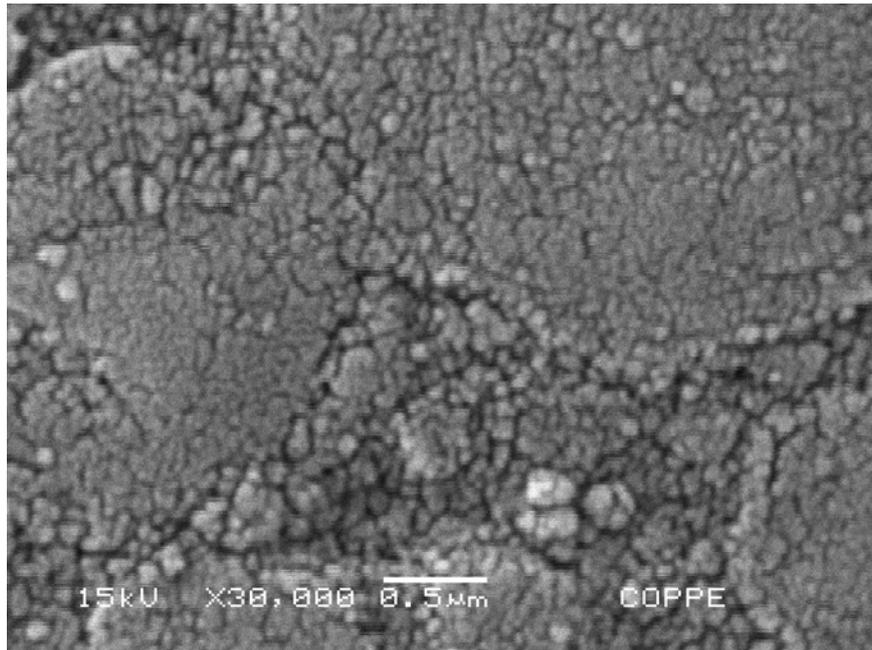


Figura 68 - Micrografia (MEV) da superfície do bloco de partículas (550° C) do material Z 350[®] com aumento de 30.000X.

Durante a análise das imagens, foi possível perceber que em nenhum dos três materiais a queima da matriz ocorreu sem possível sinterização das partículas. Ficou claro que utilizando esta metodologia o processo de calcinação da matriz se dá concomitantemente com o início da sinterização das partículas.

É possível notar que existe uma semelhança entre as microestruturas do material *Artglass*[®] e do *TPH 3*[®], contudo, visualmente, o segundo possui um volume maior de partículas menores. Pode-se ainda dizer o material Z 350[®] é o que apresenta maior quantidade de partículas, sendo que grande maioria em escala nanométrica, o que influenciou diretamente suas propriedades mecânicas.

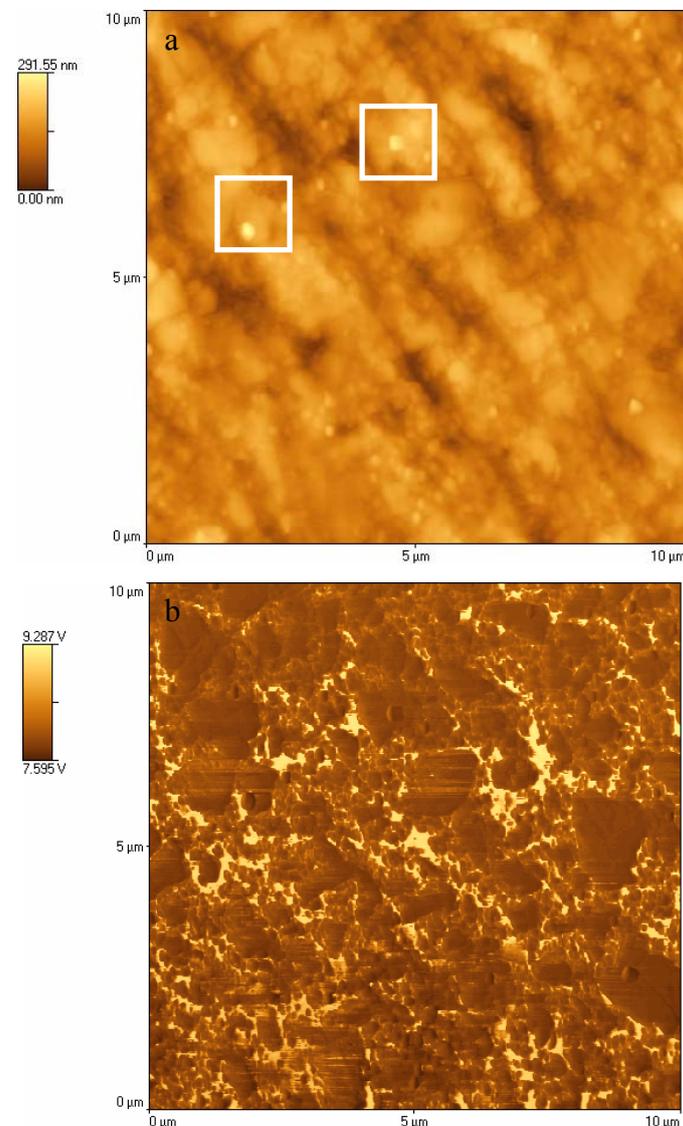
4.2.2.2 – Microscopia de Força Atômica (AFM)

Os corpos-de-prova receberam tratamento superficial químico em diluições de HNO₃ conforme descrito no item 3.1.5.2. Todos os materiais foram submetidos à mesma metodologia.

Nesta etapa a visualização foi bem sucedida, obtiveram-se imagens satisfatórias e bem elucidativas tanto de topografia quanto de contraste de fase.

Artglass®

Pode-se observar na Figura 69 , imagens (a) e (c), respectivamente em escala de 10 μm x 10 μm e 5 μm x 5 μm , as imagens topográficas do material. Estas imagens nos mostram a topografia dos materiais onde regiões mais claras representam áreas mais elevadas e regiões mais escuras áreas mais baixas. Ainda nestas imagens notam-se sugestivamente pequenas partículas inorgânicas e poliméricas desprendidas do restante do material, possivelmente devido ao ataque ácido da superfície. Na imagem (c), em aumento maior, fica claro que existem regiões mais desgastadas (mais escuras) que se mostram mais profundas e outras menos, em coloração mais clara, além de material provavelmente suspenso, “solto”, com um tom amarelo forte.



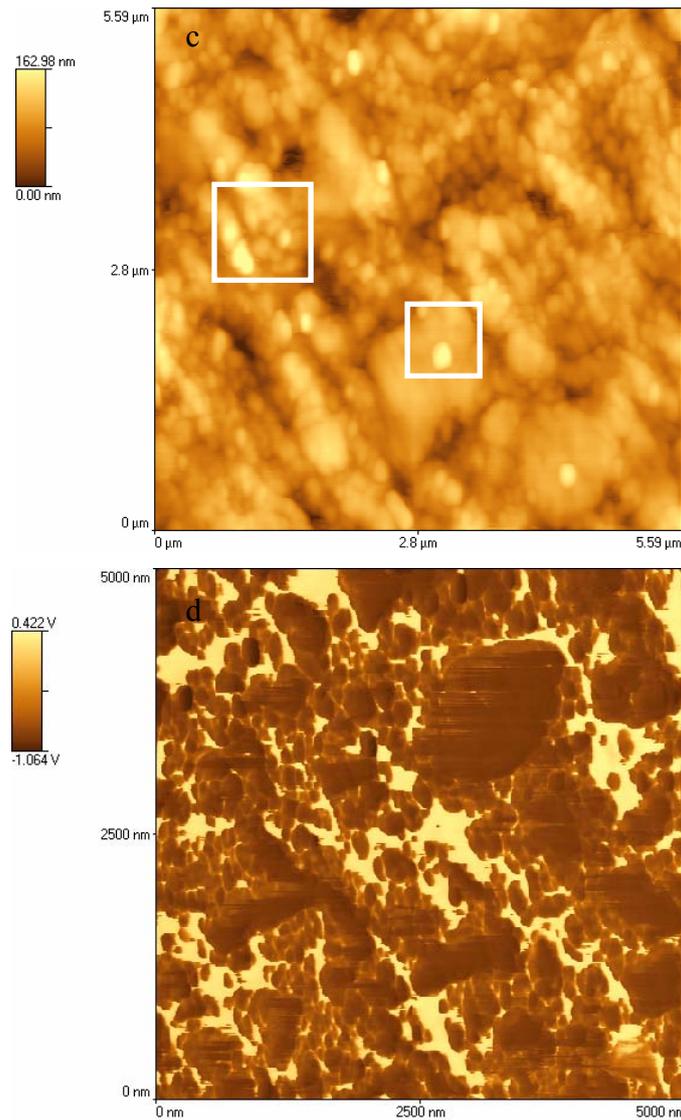


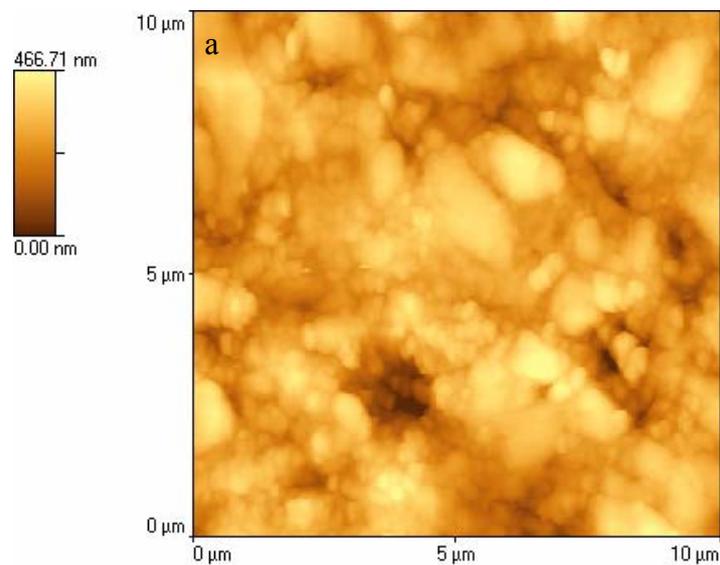
Figura 69 - Imagem topográfica (a) 10 μm x 10 μm e (c) 5 μm x 5 μm e de contraste de fase (b) 10 μm x 10 μm e (d) 5 μm x 5 μm de AFM da superfície do compósito *Artglass*[®] polido e tratado com HNO_3 P.A. diluído a 25 %.

Já nas imagens (b) e (d), respectivamente em escala de 10 μm x 10 μm e 5 μm x 5 μm , observam-se as imagens de contraste de fase. Estas imagens mostram a diferença entre as propriedades viscoelásticas dos diferentes componentes de cada material, sendo medida pela diferença na amplitude de vibração do cantilever em cada região, onde as regiões mais claras são as mais macias e as regiões mais escuras as mais duras. Sendo assim, as imagens de fase mostram que a superfície deste compósito é composta por partículas inorgânicas de diversos tamanhos e formatos (regiões escuras), sendo a matriz polimérica corresponde à fase clara presente entre as partículas. Um outro indicio que esta região mais clara corresponde à matriz é o fato de que a mesma tenha sido mais

atacada pelo tratamento ácido, conforme visualizado nas imagens (a) e (c). Pode-se notar claramente a grande quantidade de área clara em relação à área mais escura sugerindo um material que se mostra com baixo empacotamento das suas partículas inorgânicas. Existem muitos espaços de matriz não preenchidos, além de partículas maiores, o que pode ser uma explicação para o seu menor desempenho mecânico em relação aos demais compósitos odontológicos avaliados – item 4.1.

TPH3[®]

Pode-se observar na Figura 70, imagens (a) e (c), respectivamente em escala de 10 μm x 10 μm e 5 μm x 5 μm , as imagens topográficas do material. Notaram-se regiões mais desgastadas (mais escuras) que se mostram mais profundas e outras menos, em coloração mais clara. Contudo o processo de ataque ácido parece menos drástico do que o anterior, possivelmente devido à menor quantidade de matriz polimérica do material *TPH3*[®], o que pode ser visualizado com clareza nas imagens (b) e (d) de contraste de fase.



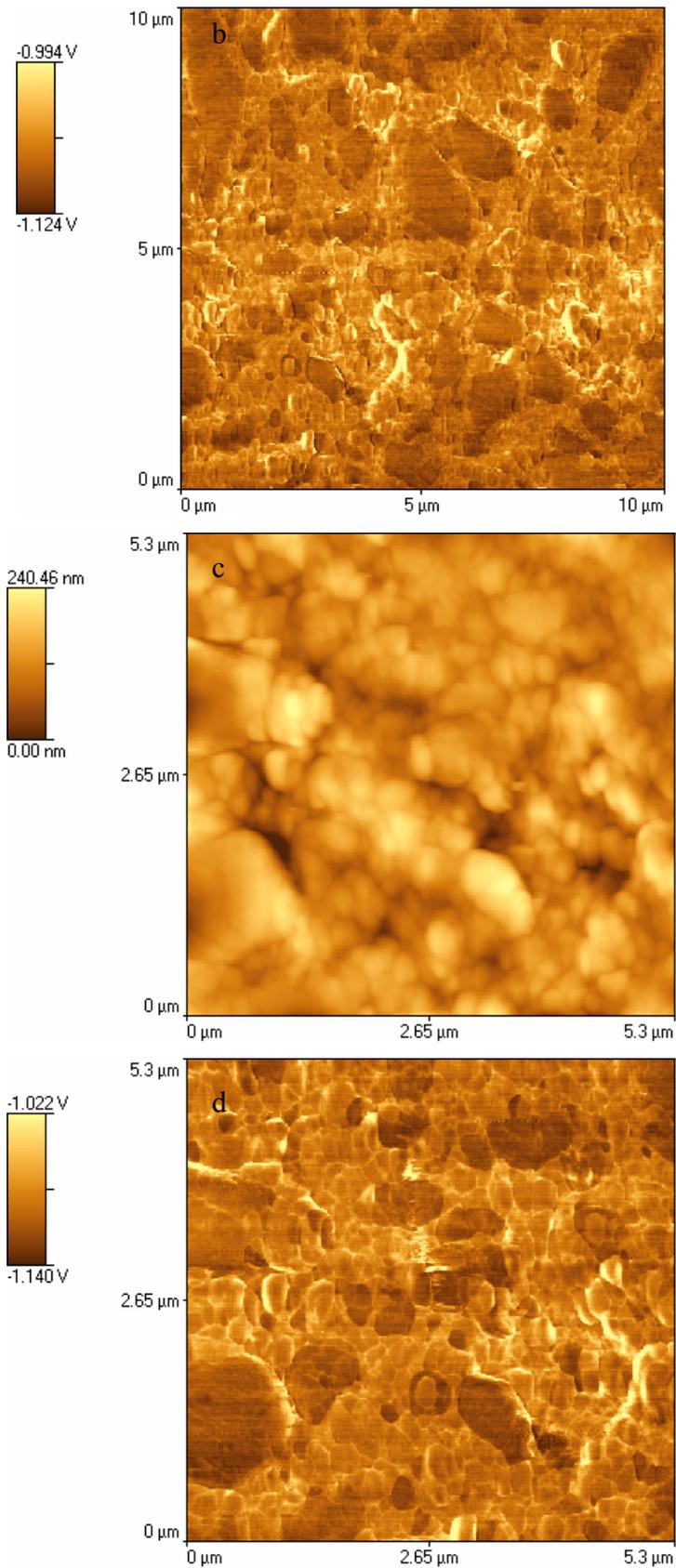
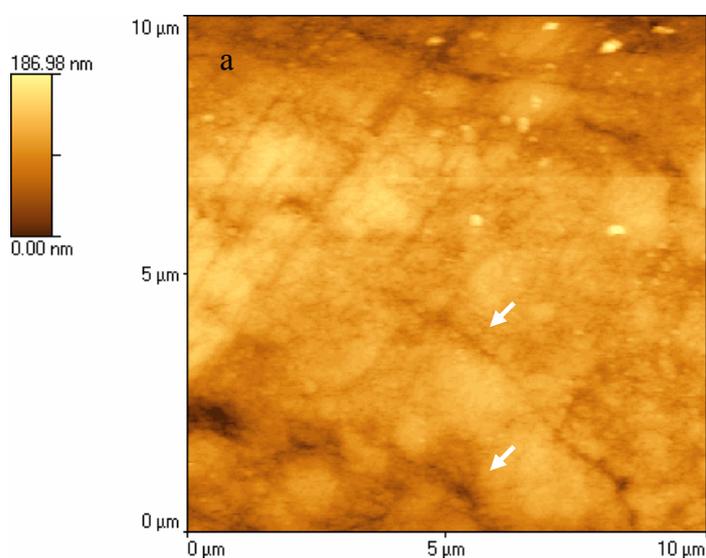


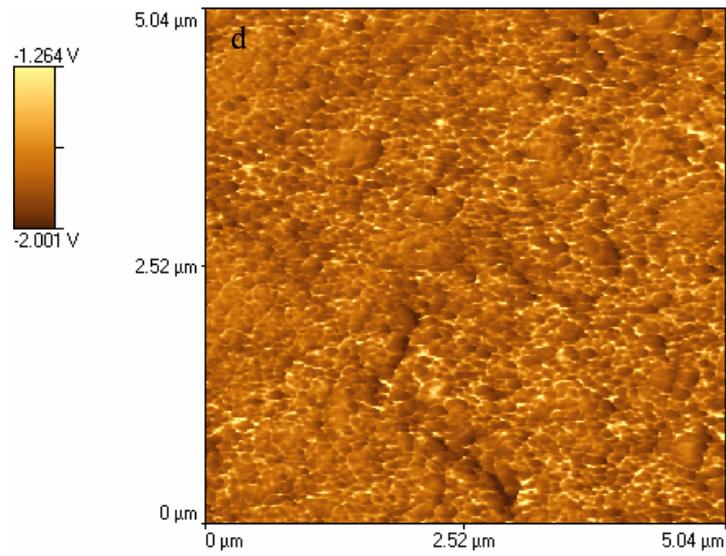
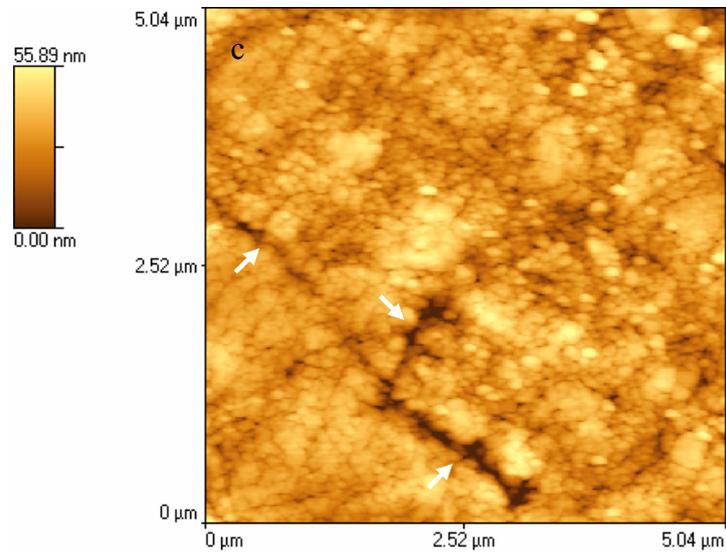
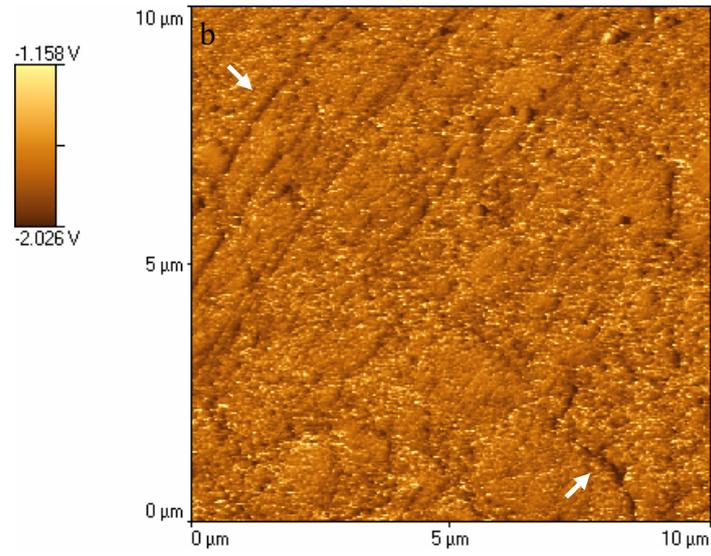
Figura 70 - Imagem topográfica (a) 10 μm x 10 μm e (c) 5 μm x 5 μm e de contraste de fase (b) 10 μm x 10 μm e (d) 5 μm x 5 μm de AFM da superfície do compósito *TPH3*[®] polido e tratado com HNO₃ P.A. diluído a 25 %.

Já nas imagens (b) e (d), respectivamente em escala de 10 μm x 10 μm e 5 μm x 5 μm , observam-se as imagens de contraste de fase. A diferença de tonalidade das partículas inorgânicas observada nas imagens de contraste de fase é um indício de que as partículas possuem composições diferentes, além de morfologia distinta e tamanhos menores. Neste caso, observou-se uma fração de matriz polimérica bem menor do que a visualizada nas imagens do *Artglass*[®].

Z 350[®]

Pode-se observar na Figura 71, imagens (a) e (c), respectivamente em escala de 10 μm x 10 μm e 5 μm x 5 μm , as imagens topográficas do material, que seguem o mesmo padrão das observadas nos dois materiais anteriores. Contudo, existe uma particularidade: este material mostra uma homogeneidade maior em sua superfície, observada tanto em escala de 10 μm x 10 μm como em 5 μm x 5 μm . Nota-se claramente pequenas esferas bem compactadas, uniformes e bem distribuídas. Além de que aparentemente o desgaste causado pelo ácido ter sido mais regular na extensão da amostra, não deixando regiões tão profundas (mais escuras). Os sulcos (indicados pelas setas) correspondem a linhas de polimento.





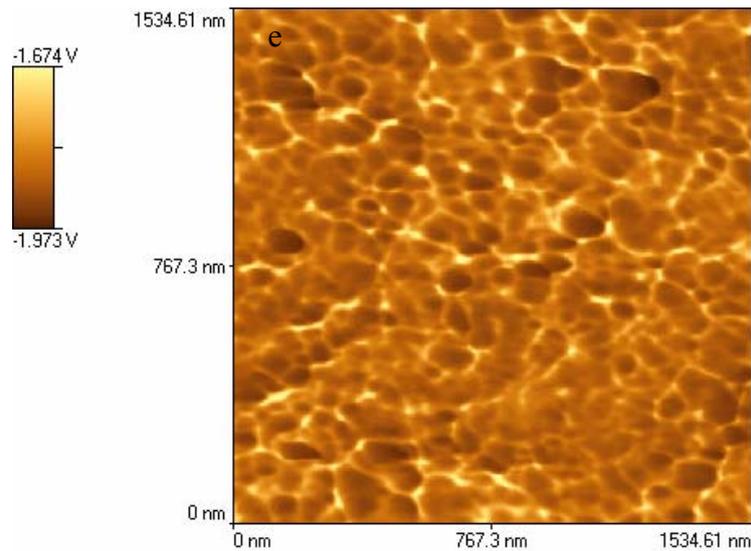


Figura 71 - Imagem topográfica (a) $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ e (c) $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ e de contraste de fase (b) $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$, (d) $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ e (e) – $1,5\ \mu\text{m} \times 1,5\ \mu\text{m}$ de AFM da superfície do compósito Z 350[®] polido e tratado com HNO_3 P.A. diluído a 25 %.

Já nas imagens (b), (d), e (e), respectivamente em escala de $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$, $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ e $1,5\ \mu\text{m} \times 1,5\ \mu\text{m}$, observam-se as imagens de contraste de fase. Foi possível visualizar que a superfície do compósito é composta por partículas pequenas de tamanho uniforme dispostas de forma homogênea. Em relação aos demais, observa-se um maior empacotamento destas partículas. Pode-se notar que as partículas estão bem aglomeradas, contudo quando partimos para um aumento maior, de $1,5\ \mu\text{m} \times 1,5\ \mu\text{m}$ – Figura 71 (e), fica claro que mesmo entre esses aglomerados de partículas pequenas existe material (mais claro) correspondente a matriz polimérica, que circunda as partículas inorgânicas deste material, o que de fato pode se refletir em um desempenho mecânico superior devido a uma maior e mais eficiente transferência de carga entre matriz/partícula.

Com relação às tonalidades na coloração destas partículas não se observa diferença significativa, indicando que as partículas inorgânicas provavelmente possuem a mesma composição química.

4.2.2.3 – Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Os espectros da superfície de fratura dos diferentes materiais submetidos ao ensaio de compressão diametral e flexão a três pontos estão representados nas Figuras

72 a 74. Observamos os picos dos elementos detectados em um campo com pequeno aumento, o pico maior corresponde ao ouro (Au) que recobriu a amostra para condução dos elétrons durante operação do MEV.

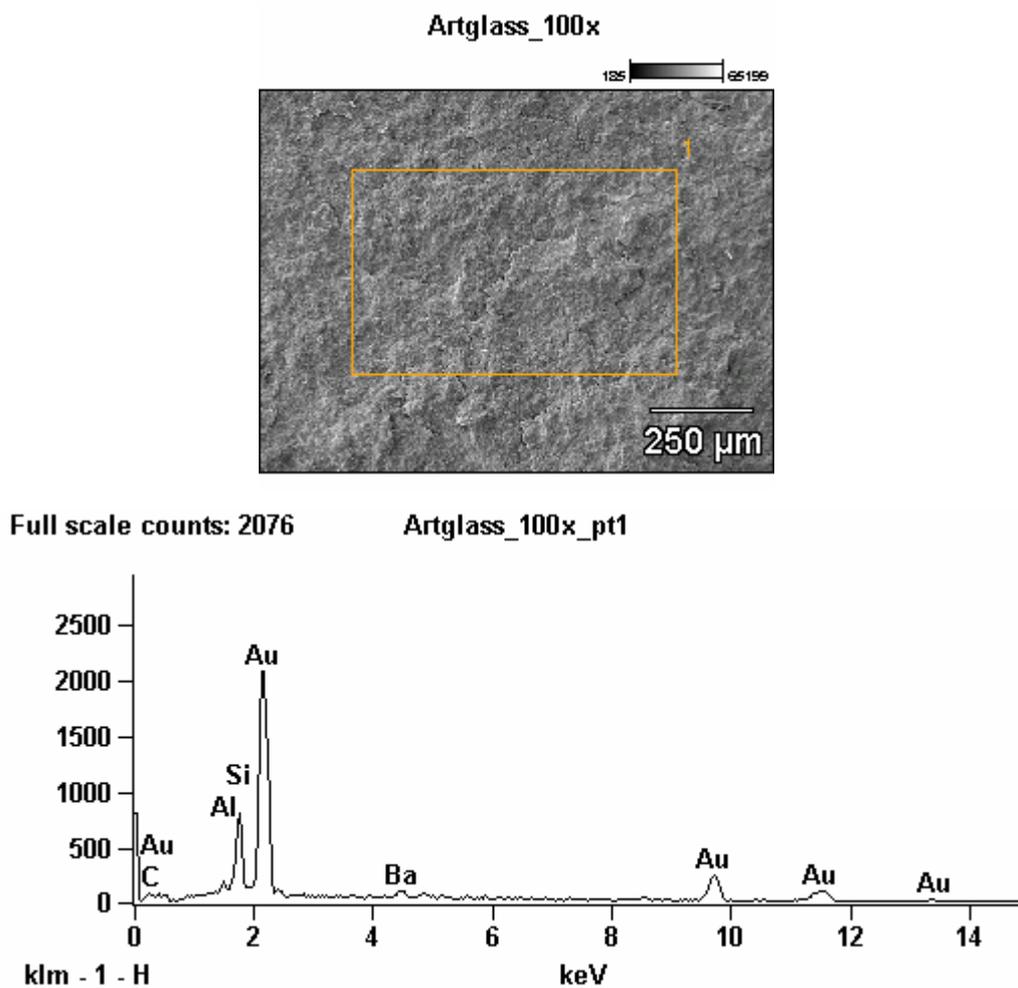


Figura 72 - Micrografia do campo observado com aumento de 100X e espectro gerado pelo EDS do material *Artglass*[®].

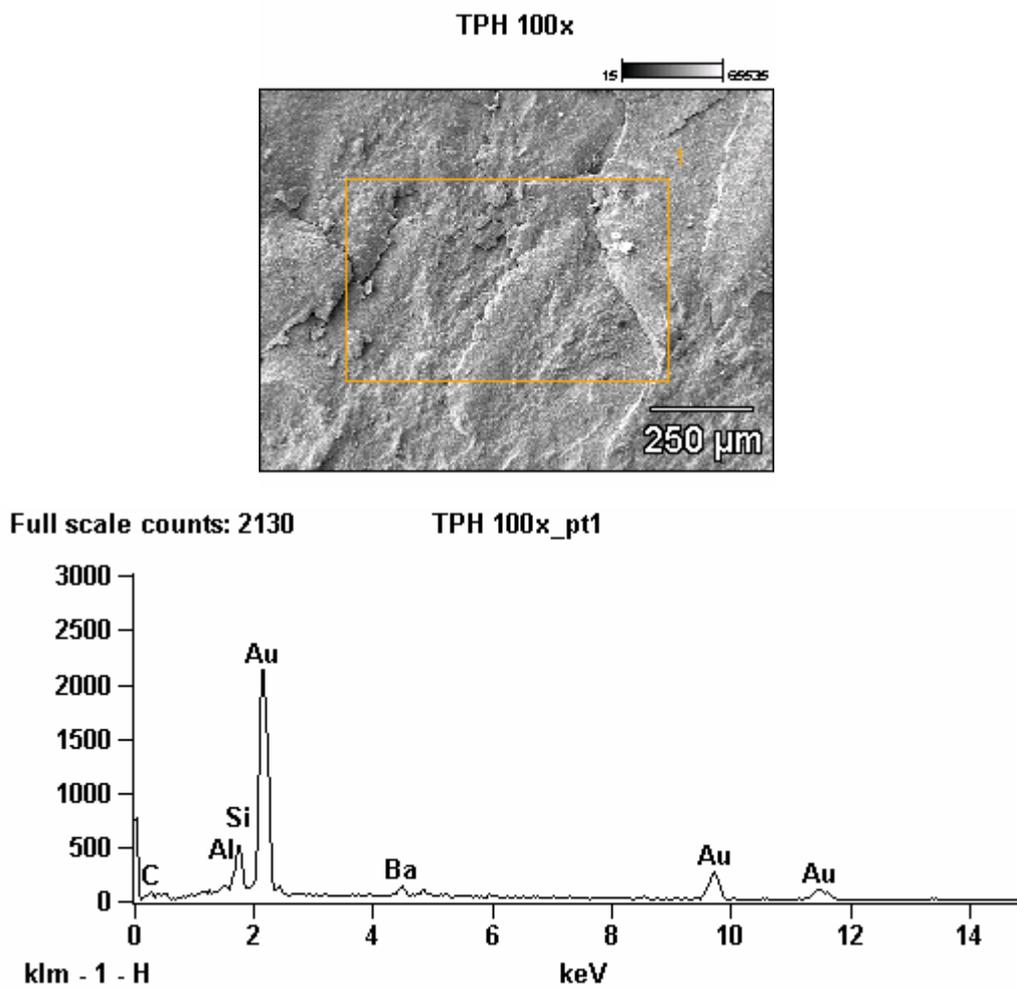
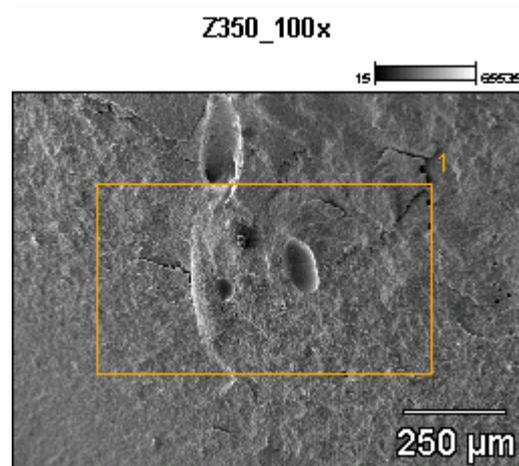


Figura 73 - Micrografia do campo observado com aumento de 100X e espectro gerado pelo EDS do material *TPH3[®]*.



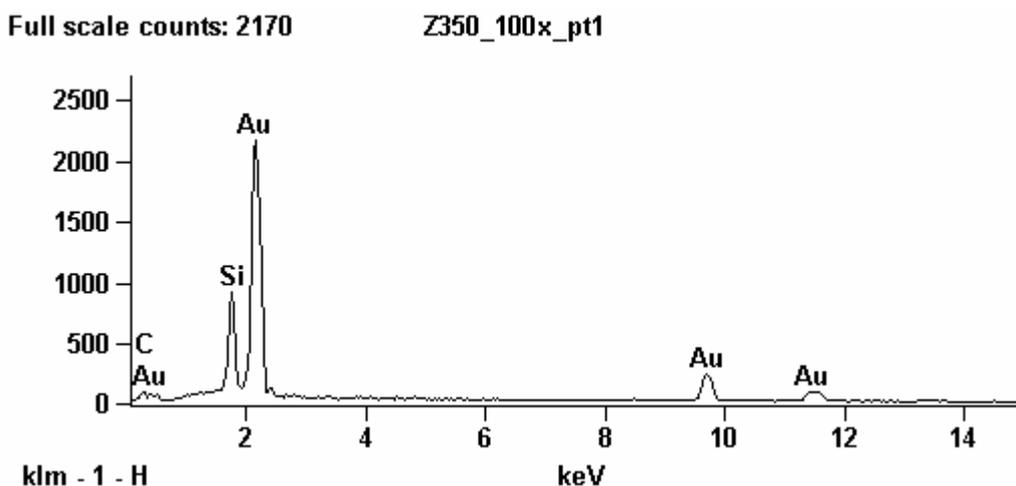


Figura 74 - Micrografia do campo observado com aumento de 100X e espectro gerado pelo EDS do material Z 350[®].

Na Figura 74 pode-se comprovar pelo EDS, que detectou apenas um tipo de elemento representativo da fase dispersa do compósito Z 350[®], o que havia sido sugerido pelas imagens de contraste de fase em AFM deste material.

Pode-se observar também nas Tabelas 16, 17 e 18, onde temos a análise quantitativa dos elementos detectados pelo EDS (excluindo o elemento Au), que os mesmos correspondem aos citados por cada fabricante, com exceção do elemento Boro, citado pela Dentsply, que não é passível de detecção pelo EDS e o Flúor que provavelmente se encontra numa concentração menor que 1%. Esta verificação quantitativa fornecida pelo equipamento é aproximada e só pode ser levada em consideração em análises comparativas. Esta metodologia foi utilizada a fim de demonstrar presença e/ou ausência de elementos descritos pelo fabricante, além de compará-los entre os três materiais e verificar se a composição das diversas partículas destes materiais é ou não a mesma. Pode-se ainda afirmar que o elemento Alumínio encontrado nas amostras de *Artglass*[®] e *TPH3*[®] não é proveniente de contaminação superficial da pasta de polimento, pois o mesmo não está presente em nenhuma das análises do material Z 350[®].

Tabela 16 - Distribuição dos elementos do material *Artglass*[®].

<i>Elemento</i>	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Al</i>	<i>Ba</i>
% em peso	34,37	38,62	2,82	24,20
% atômica	63,35	30,44	2,31	3,90

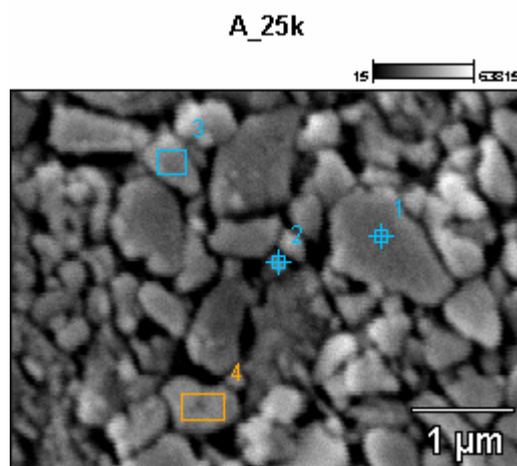
Tabela 17 - Distribuição dos elementos do material *TPH3*[®].

<i>Elemento</i>	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Al</i>	<i>Ba</i>
% em peso	30,57	33,64	4,40	31,39
% atômica	61,55	28,97	3,95	5,53

Tabela 18 - Distribuição dos elementos do material *Z 350*[®].

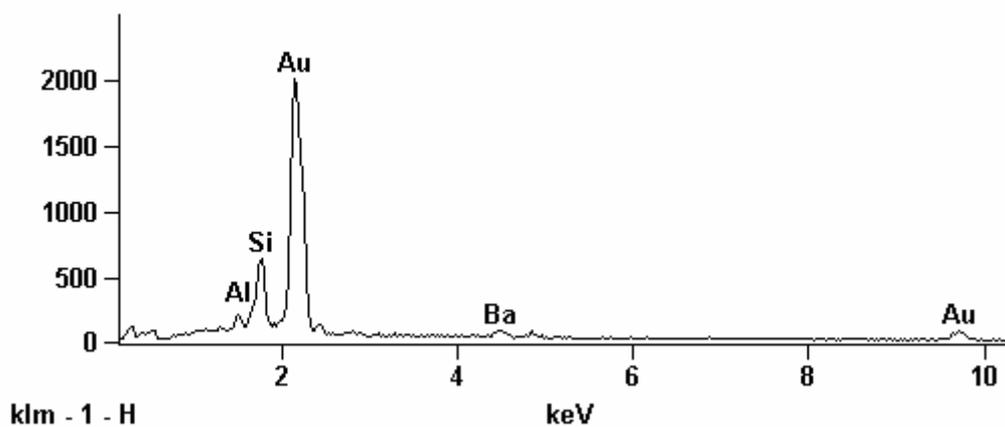
<i>Elemento</i>	<i>C</i>	<i>Si</i>
% em peso	67,46	32,54
% atômica	82,90	17,10

Ainda utilizando o EDS foram feitas análises dos blocos de partículas após queima da matriz em 600° C – Figuras 75 a 77.



Full scale counts: 2002

A_25k_pt1



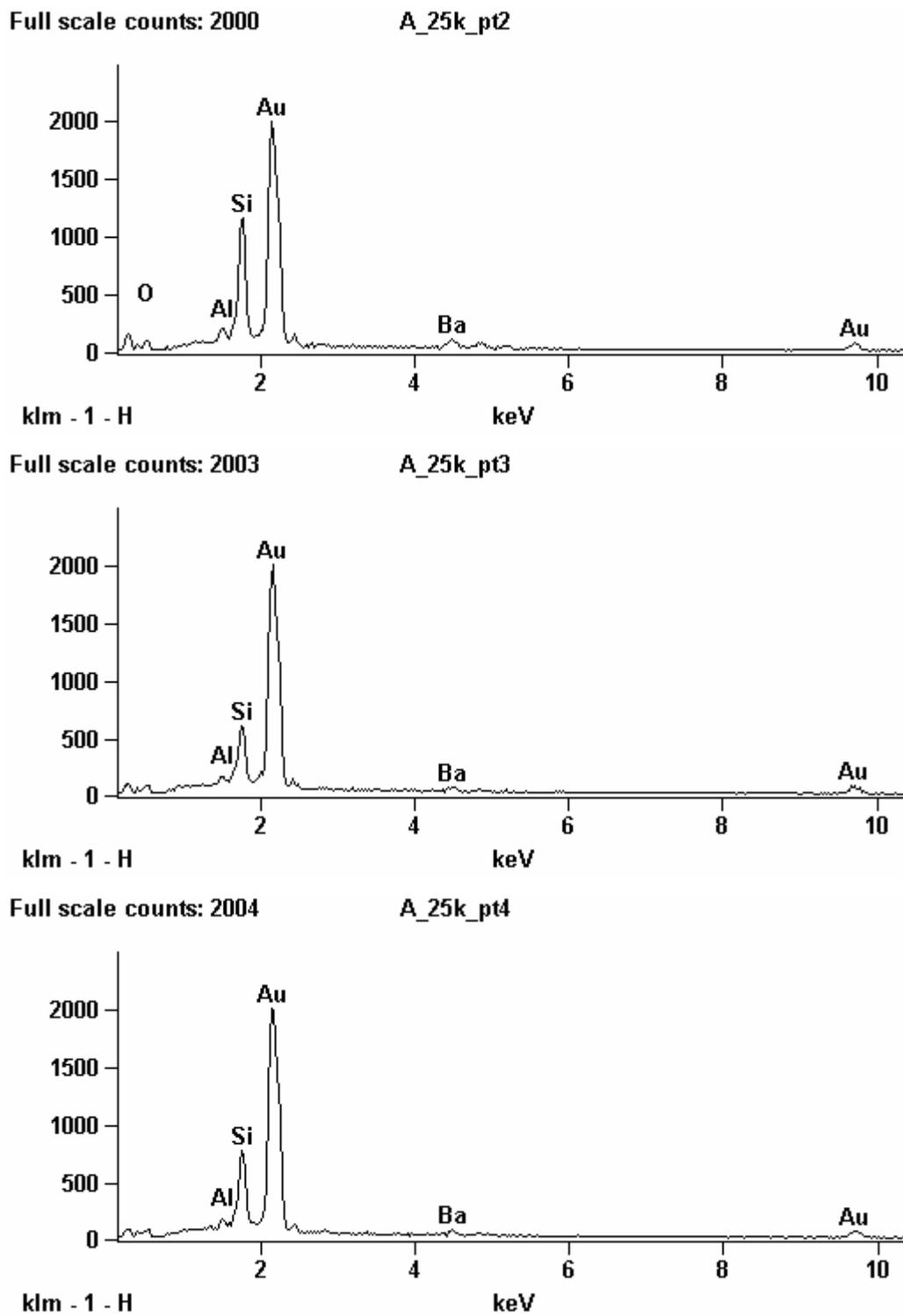


Figura 75 - Micrografia do campo observado com aumento de 25000X e espectros 1, 2, 3 e 4 (selecionados no campo) do material *Artglass*[®].

Na Figura 75 pode-se observar que as diversas partículas selecionadas no campo mostram a mesma composição, variando apenas na quantidade de Silício, constatando o

que foi observado nas imagens de AFM deste material, onde quase não existe diferença de tonalidade entre elas.

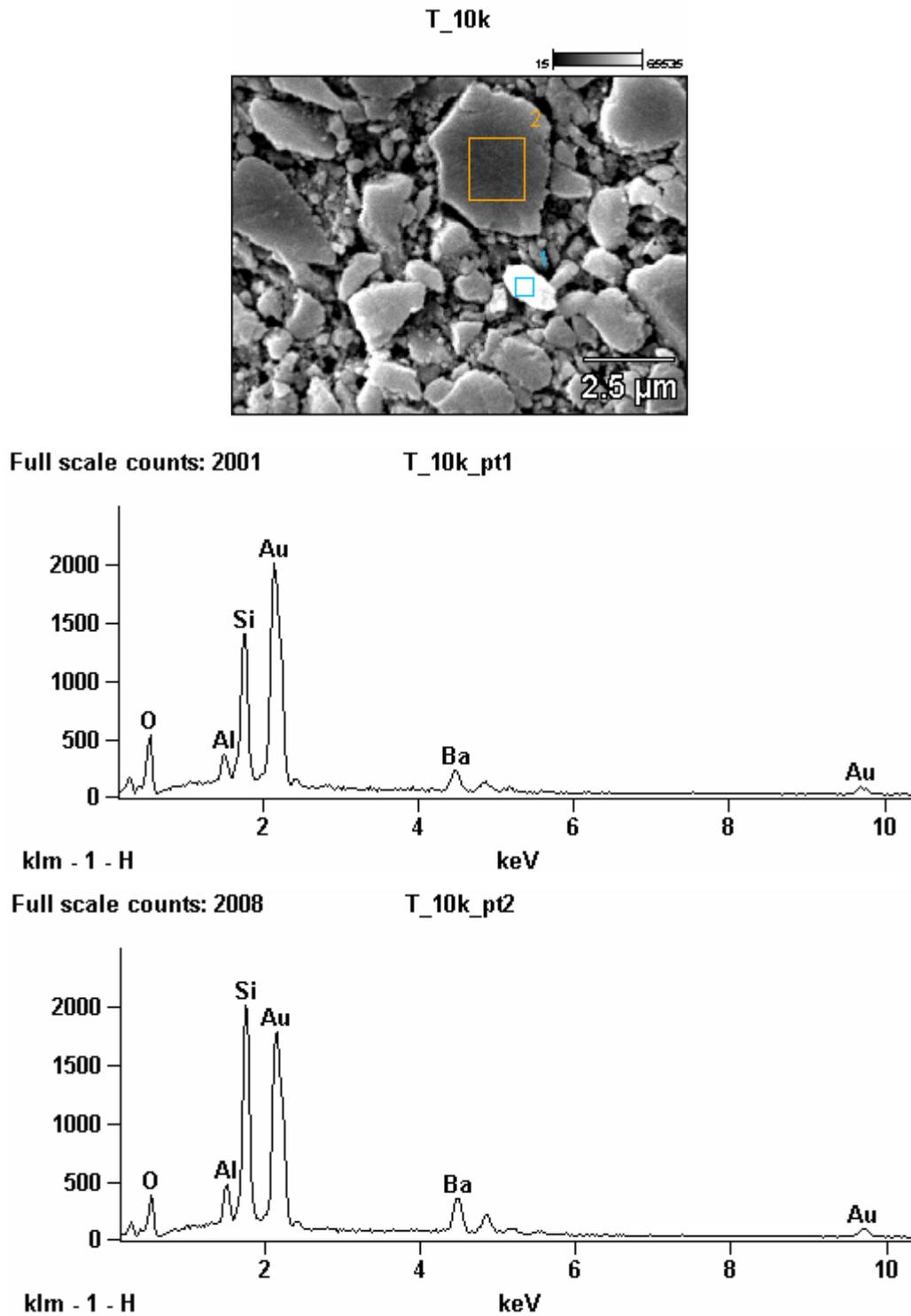


Figura 76 - Micrografia do campo observado com aumento de 10000X e espectros 1 e 2 (selecionados no campo) do material *TPH3*[®].

Na Figura 76 já se consegue observar uma diferença maior entre a concentração de Silício, Alumínio e Bário entre as duas partículas selecionadas no campo, o que corrobora com o que foi mostrado em AFM, onde a diferença de tonalidades das partículas foi significativa.

Já na Figura 77, diferente das demais, a seleção não foi pontual devido ao que já havíamos observado na análise em pequeno aumento das superfícies de fratura deste material, que detectou a presença de um elemento químico predominante – Silício. Além do Oxigênio, que combinado com o Silício, forma silicatos e sílica.

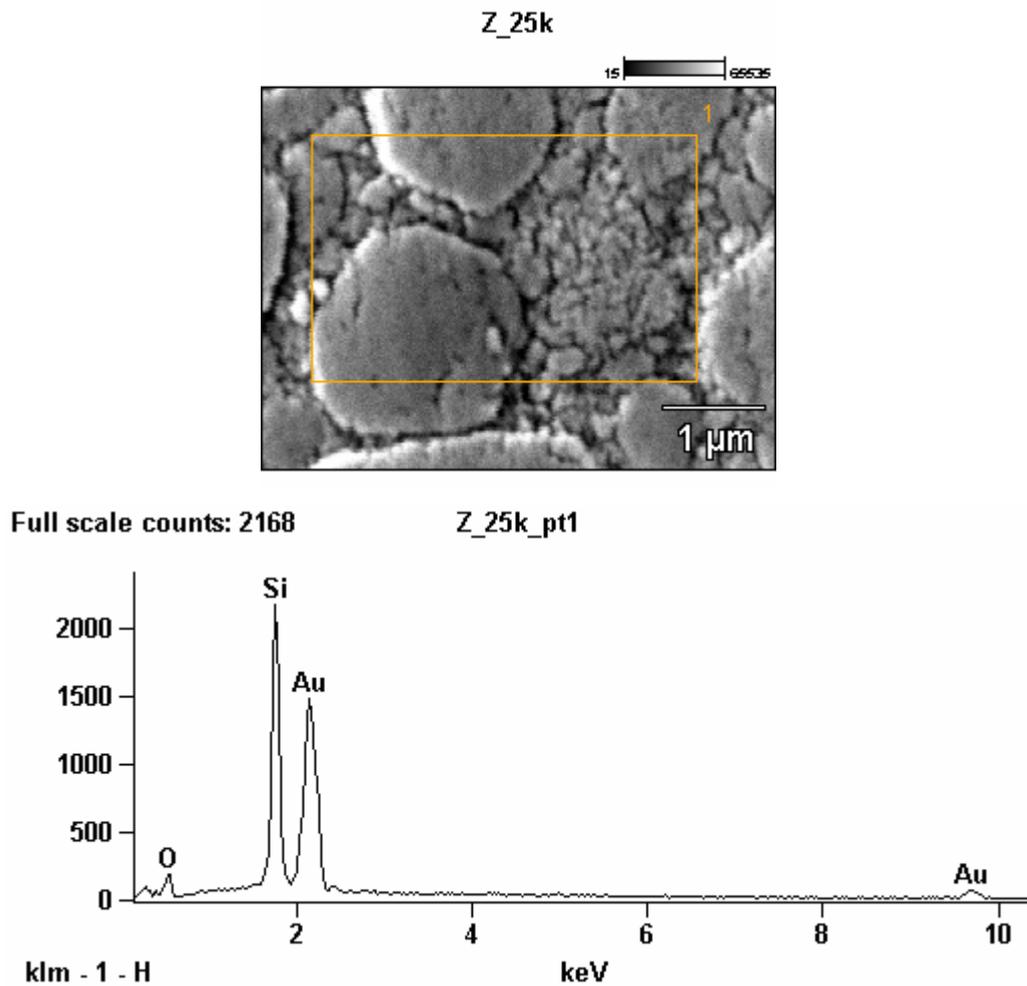


Figura 77 - Micrografia do campo observado com aumento de 25000X e espectro selecionado do material Z 350[®].

5 – Conclusões

De acordo com os resultados, nas condições de trabalho:

- Tanto o tamanho quanto o empacotamento das partículas inorgânicas além de suas frações em peso e volumétricas mostraram ser influentes nas propriedades mecânicas dos compósitos odontológicos estudados;
- Os materiais que contém maior quantidade de partículas menores (na faixa nanométrica) e melhor empacotamento destas possuem propriedades mecânicas superiores;
- Os materiais que possuem maior quantidade de nanopartículas, *Z 350*[®] e *TPH 3*[®], foram mais afetados pelo ciclo térmico;
- O ciclo térmico influenciou mais o ensaio mecânico de superfície, microdureza Vickers, do que o de resistência à flexão em três pontos;
- O material microhíbrido, *Artglass*[®], apresentou desempenho inferior aos demais nos ensaios realizados, justificando a utilização da nova geração de compósitos odontológicos “universais” (*Z 350*[®] e *TPH 3*[®]);
- Na preparação das amostras para análise em AFM, o tratamento superficial ácido com a solução de HNO₃ diluído a 25% se mostrou eficiente para expor as partículas inorgânicas dos três materiais, permitindo visualização de seus arranjos e tamanhos;
- Foi possível observar nanoaglomerados no material *Z 350*[®], contudo em AFM as partículas nanométricas se mostram separadas por uma área mais clara, característica de matriz polimérica;
- De acordo com as micrografias o material *Z 350*[®] se mostra nanoparticulado, o material *TPH 3*[®] nanohíbrido e o material *Artglass*[®] microhíbrido, assim como informam seus fabricantes;
- As propriedades mecânicas superiores dos materiais *Z 350*[®] e *TPH 3*[®] podem ser explicadas pelo seu alto índice de partículas associado à dispersão e empacotamento evidente nas análises da microestrutura. Isto sugere que estes materiais podem ser indicados para as regiões de grande esforço oclusal e destruições dentárias mais extensas.

5.1 – Propostas para trabalhos futuros

- Métodos para quantificação da distribuição de tamanho de partículas usando ferramentas de processamento de imagens;
- Ensaio de resistência ao desgaste padronizado para verificar o comportamento dos materiais com partículas nanométricas quando sujeitos aos diversos tipos de desgaste que ocorrem na cavidade bucal;
- Estudo do grau de cura nos diferentes materiais e sua correlação com o aparelho fotopolimerizador e com as propriedades mecânicas do produto final.

Referências Bibliográficas

ABOUELATTA, O. B., ABDEL-SAMAD, A. A., SAKRAMA, A. A., “Wear and surface roughness of current veneered materials after toothbrush/dentifrice abrasion”, *Journal of Materials Processing Technology*, v. 168, pp. 431-437, 2005.

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

ADDISON, O., FLEMING, G. J. P., MARQUIS, P. M., ‘The effect of **thermocycling** on the strength of porcelain laminate veneer (PLV) materials”, *Dental Materials*, v. 19, Issue 4, pp. 291-297, June 2003.

ADDISON, O., FLEMING, G. J. P., “The influence of cement lute, **thermocycling** and surface preparation on the strength of a porcelain laminate veneering material”, *Dental Materials*, v. 20, Issue 3, pp. 286-292, March 2004.

AHMAD, I., “Bioaesthetic ceromer restorations for the replacement of existing posterior amalgam restorations”, *Proet. Periodontics Esthetic Dent.*, v. 10, pp. 416-420, May 1995.

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

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

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

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

BARATIERE, L. N., *Procedimentos Preventivos e Restauradores*. 2 ed. Quintessence Livraria, Editora Santos, 1992.

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

BEHR, M., *et al.*, “Electron Beam Post-cured Composites: Fracture Toughness, Fracture Work, Vickers Hardness”, *Journal of Dental Research*, v.82, special issue A, seq.43, n.0276, March 2003.

BEN-AMAR, A., *et al.*, “A micro leakage study of single-bottle adhesives applied to enamel and cementum and aged by both occlusal loading and thermocycling”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 94, issue 3, pp. 292, September 2005.

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

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

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

BRESCIANI, E., *et al.*, “Compressive and diametral tensile strength of glass ionomer cements”. *Journal of Applied Oral Science*, v. 12, n. 4, pp. 344-8, 2004.

CALLISTER, Jr., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 4 ed. Rio de Janeiro, LTC, 2001.

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

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

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

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

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

CHUNG, K., “Effects of finishing and polishing procedures on the surface texture of resin composites”, *Dental Materials*, v. 10, n. 5, pp. 325-330, September 1994.

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

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

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

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

COSTA, A. D., *Estudo do comportamento mecânico in vitro de dois compósitos restauradores odontológicos contendo nanoparticulas*. Tese de MSc., COPPE – UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil, 2007.

DENTAL ADVISOR, *Fiber-reinforced Composites*, v. 15, n. 2, pp. 2-5, March 1998.

DENTAL ADVISOR, Edição em português: *Resinas compostas de laboratório*, v. 6, n. 4, pp. 2-5, Maio 1999a.

DENTAL ADVISOR, *Laboratory Composites*, v. 16, n. 3, pp. 2-5, April 1999b.

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

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

FERRACANE, J. L., BERGE, H. X., CONDON, J. R., “*In vitro* aging of dental composites in water - Effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling”, *Journal of Dent. Res.*, pp . 465-472, June 1998.

FERRACANE, J. L., *et al.*, “Relationship between shade and depth of cure for light-activated dental composite resins”, *Dental Materials*, v. 2, Issue 2, pp. 80-84, April 1986.

FREIBERG, S., FERRACANE, J. L., “Evaluation of cure, properties and wear Resistance of *Artglass* dental composite”, *Journal of American Dental Association*, v.11, n.5, pp.214-218, 1998.

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

GÖHRING, T. N., GALLO, L., LUTHY, H., “Effect of water storage, **thermocycling**, the incorporation and site of placement of glass-fibers on the flexural strength of veneering composite”, *Dental Materials*, v. 21, Issue 8, pp. 761-772, August 2005.

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

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

GREGORY, W. A., *et al.*, “Physical properties and repair bond strength of direct and indirect composites resins”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 68, n. 3, pp. 406-411, September 1992.

HEATH, J. R., WILSON, H. J., “Abrasion of restorative materials by toothpaste”, *Journal of Oral Rehabilitation*, v. 3, n. 2, pp. 121-138, April 1976.

HOFMANN, N., HUGO, B., KLAIBER, B., “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, 2002.

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

<http://fap01.if.usp.br/~lff/mev.html>. Disponível on line em setembro de 2007.

<http://www.mee-inc.com/eds.html>. Disponível on line em setembro de 2007.

IN-SITU PROPERTIES OF CONCRETE, “Structural Damage: Assessment, Repair, and Strengthening”. Disponível em: <http://www.bia.org/BIA/technotes/t24c.htm>. Acesso em 09 de abril de 2007.

JANDA, R., *et al.*, “The effects of thermocycling on the flexural strength and flexural modulus of modern resin - based filling materials”, *Dental Materials*, v. 22, Issue 12, pp. 1103-1108, December 2006.

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

JONES, D. W., “Dental Composites Biomaterial”, *Journal of Canadian Dental Association*, v. 64, pp. 732-734, 1998.

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

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

KOCZARSKY, M., “Utilization of Ceromer Inlays/Onlays for Replacement of Amalgam Restorations”, *Pract. Periodontal Aesthetic Dent.*, v. 10, n. 4, pp. 405-14, May 1998.

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

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

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

KREJCI, I., *et al.*, “Adesive Crowns and Fixed Partial Dentures Fabricated of Ceromer/FRC: Clinical and Laboratory Procedures”, *Pract. Periodontal Aesthetic Dent.*, v. 10, n. 4, pp. 487-98 e 500, 1998.

KUGEL, G., “Direct and Indirect Esthetic Adhesive Restorative Review”, *Dental news-Articles-Predictal*, pp.1-11, September 2001.

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

LEE, Y. K., “Comparison of CIELAB ΔE^* and CIEDE2000 color-differences after polymerization and **thermocycling** of resin composites”, *Dental Materials*, v. 21, Issue 7, pp. 678-682, July 2005.

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

LEINFELDER, K. F., “Resinas Compostas”. In: *Dentística Restauradora – Clínica Odontológica América do Norte*. 1 ed., capítulo 9, Livraria Roca Ltda., 1988.

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

LEINFELDER, K. F., “Posterior Composite Resins: the materials and their clinical performance”, *Journal of American Dental Association*, v. 126, pp. 663-668, May 1995.

LEINFELDER, K. F., “New developments in resin restorative systems”, *Journal of American Dental Association*, v. 128, pp. 573-581, May 1997.

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

LIMA, J. S., *Características Mecânicas do Concreto*. Tese em MSc. Universidade de São Paulo – Escola de Engenharia de São Carlos, São Paulo, 1999.

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

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

LUTHY, H., LOEFFEL, O., HAMMEERLE, C. H. F., “Effect of **thermocycling** on bond strength of luting cements to zirconia ceramic”, *Dental Materials*, v. 22, Issue 2, pp. 195-200, Feb. 2006.

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

MAIA, R. M. F., PEREIRA, G. B., “Resina composta para uso em dentes posteriores”. Disponível em: www.medcenter.com. Acesso em 20 de março de 2007.

MALONEY, S. M., McCLANAHAN, S. B., GOODELL, G. G., “The Effect of Thermocycling on a Colored Glass Ionomer Intracoronary Barrier”, *Journal of Endodontics*, v. 31, Issue 7, pp. 526-528, July 2005.

MANDIKOS, M. N., *et al.*, “A comparison of the wear resistance and hardness of indirect composite resins”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 85, n. 4, pp. 386-95, 2001.

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

MATSUMURA, H., *et al.*, “Wear and surface roughness of current prosthetic composites after toothbrush/dentifrice abrasion”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 84, n. 1, pp. 93-97, 2000.

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

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

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

ORÉFICE, R. L., *et al.*, “In situ evaluation of the polymerization kinetics and corresponding evolution of the mechanical properties of dental composites”, *Polymer Testing*, v. 22, Issue 1, pp. 77-81, February 2003.

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

PENCHAS, J., “Fiber reinforced restorative materials bring new treatment Options”, *Dentistry Today*, v. 16, n. 7, pp. 40-5, 1997.

PETROSKI, H. J., OJDROVIC, R. P., “The concrete cylinder: stress analysis and failure modes”, *International Journal of Fracture*, 1987.

POWER CHEMICAL PRODUCTS, “Silane Coupling Agent”. Disponível em: www.powerchemical.net/coupling1.html. Acesso em 20 de março de 2007.

RABINOWICZ, E., *Friction and Wear of Materials*. 2 ed. New York, John Wiley & Sons, Inc., 1995.

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

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

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

SHI, G., *et al.*, “Sliding wear behavior of epoxy containing nano-Al₂O₃ particles with different pretreatments”, *Wear*, v. 256, Issue 11-12, pp. 1072-1081, 2004.

SILVA, J. A., CARVALHO, O. B., “Utilização de resinas compostas indiretas em Próteses sobre implantes”, *Revista Associação Brasileira de Odontologia*, v. 6, n. 2, pp. 107-109, 1998.

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

SMITH, W. F., *Principles of Materials Science and Engineering*. 2 ed., Ed. Mc. Graw Hill, 1990.

SOBRINHO, L. C., *et al.*, “Influencia da escovação na rugosidade de superfície de materiais restauradores estéticos”, *PGR – Revista Pós - Graduação Faculdade Odontologia São José dos Campos*, v. 4, n. 1, pp. 47-55, 2001.

SOH, G., SELMYN, M. J., “An evaluation of exposure time and temperature in the thermocycling of dental restorative materials”, *Clinical Materials*, v. 9, Issue 1, pp. 37-41, 1992.

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

SOUZA, J. R., *et al.*, *Estética: Fundamentos e Aplicações Clínicas. Restaurações Indiretas sem Metal: Resinas Compostas e Cerâmicas*. 1 ed. São Paulo, Editora Santos, 2001.

TANAKA, T., *et al.*, “A comparison of water temperatures for thermocycling of metal-bonded resin specimens”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 74, Issue 4, pp. 345-349, October 1995.

TANOUE, N., MATSUMURA, H., ATSUTA, M., “Wear and surface roughness of current prosthetic composites after toothbrush/dentifrice abrasion”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 84, n. 1, pp. 93-97, July 2000.

TANOUE, N., MATSUMURA, H., ATSUTA, M., “Analysis of composite type and different sources of polymerization light on in vitro toothbrush/dentifrice abrasion resistance”, *Journal of Dentistry*, v. 28, pp. 355-359, 2000.

THIRÉ, R. M. S. M., SIMÃO, R. A., ANDRADE, C. T., “High resolution imaging of the microstructure of maize starch films”, *Carbohydrate Polymers*, v. 54, pp. 149-158, 2003.

THIRÉ, R. M. S. M., *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, 2003.

TIRADO, J. I. M., *et al.*, “The effect of thermocycling on the fracture toughness and hardness of core buildup materials”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 86, Issue 5, pp. 474-480, November 2001.

TOUATI, B., “The Evolution of Aesthetic Restorative Materials for Inlays and Onlays: A Review”, *Pract. Periodontal Aesthetic Dent.*, v. 8, n. 7, pp. 657-666, 1996.

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

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

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

WAHAB, F. K., SHAINI, F. J., MORGANO, S. M., “The effect of thermocycling on microleakage of several commercially available composite Class V restorations in vitro”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 90, Issue 2, pp. 168-174, August 2003.

WANG, L., *et al.*, “Propriedades mecânicas dos materiais dentários restauradores: contribuição relativa dos ensaios laboratoriais”, *Journal of Apply Oral Science*, v.11, n°3, September, 2003.

WELLINGHOFF, S. T., “New polymer composites could replace traditional dental restorative materials”. Disponível em: www.swri.edu/3pubs/ttoday/spring98/bite.htm. Acesso em 20 de março de 2007.

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

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

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

ZANETTE, S. I., “Funcionamento de um Microscópio de Força Atômica”, DCP/Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas/MCT, Disponível em: <http://www.cbpf.br/~nanos/Apostila/00.html>. Acesso em 06 de setembro de 2007.

ZHANG, M., *et al.*, “Effect of particle surface treatment on the tribological performance of epoxy based nanocomposites”, *Wear*, v. 253, pp. 1086-1093, August 2004.

ZHANG, M., SINGH, R. P., “Mechanical reinforcement of unsaturated polyester by Al₂O₃ nanoparticles”, *Materials Letters*, v. 58, pp. 408-412, 2002.

ANEXO I

RESULTADOS ESTATÍSTICOS – ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

Tabela 1 - Valor de p para os diferentes corpos de prova do material *TPH 3*[®] não ciclados gerado pelo teste ANOVA ($p < 0,05$).

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	60552,97	1	60552,97	1989,044	0,000000
Amostra	259,21	2	129,60	4,257	0,049981
Error	273,99	9	30,44		

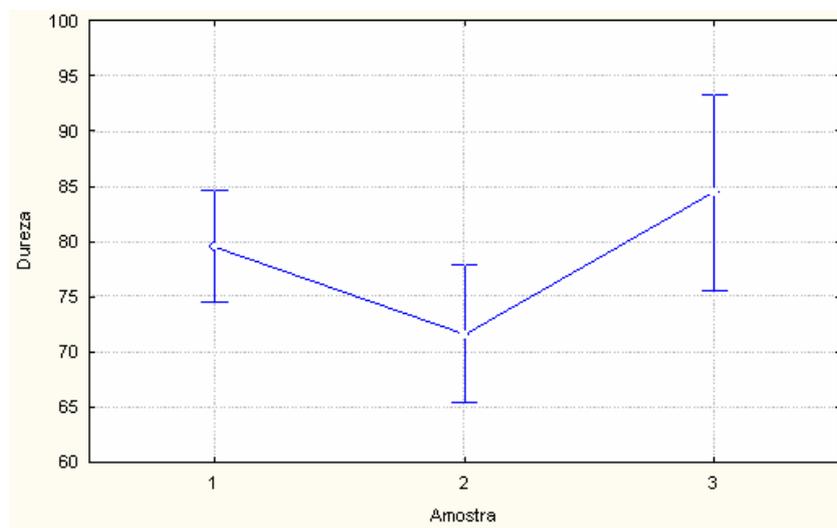


Figura 1 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os corpos de prova do material *TPH 3*[®] não-ciclados termicamente ($p \cong 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 2 - Valor de p para os diferentes corpos de prova ciclados do material *TPH 3*[®] gerado pelo teste ANOVA ($p > 0,05$).

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	67334,48	1	67334,48	3810,890	0,000000
Amostra	14,86	2	7,43	0,420	0,662196
Error	371,05	21	17,67		

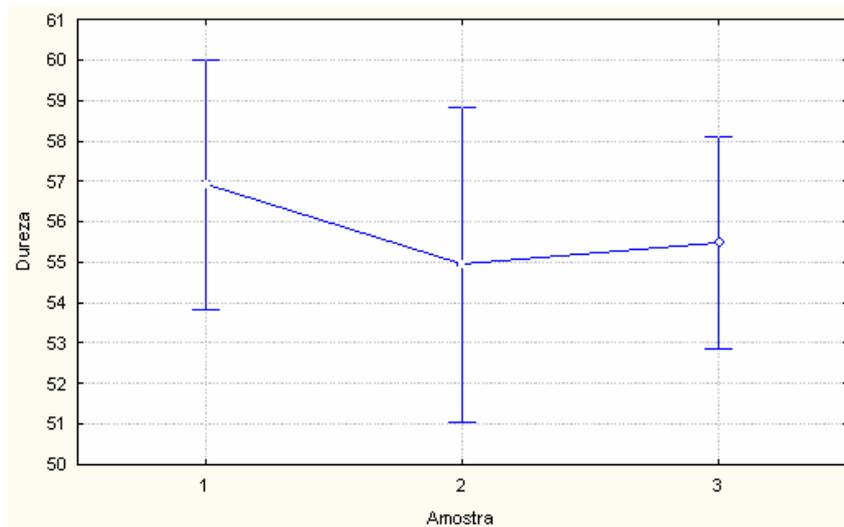


Figura 2 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os corpos de prova do material *TPH 3*[®] ciclado termicamente ($p > 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 3 - Valor de p para os diferentes corpos de prova do material *Z 350*[®] não ciclado gerado pelo teste ANOVA ($p < 0,05$).

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	153111,4	1	153111,4	5339,588	0,000000
Amostra	456,8	2	228,4	7,965	0,002107
Error	716,9	25	28,7		

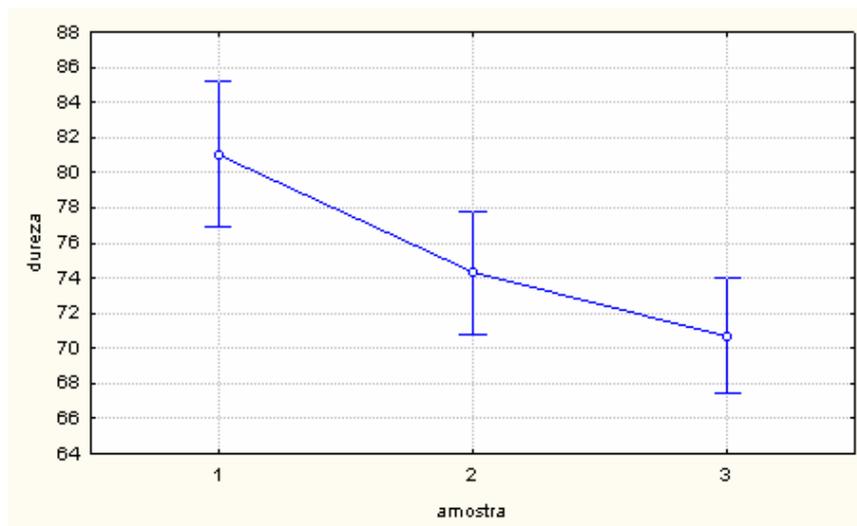


Figura 3 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os corpos de prova do material *Z 350*[®] não-ciclado termicamente ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 4 - Valor de p para os diferentes corpos de prova ciclados do material Z 350[®] gerado pelo teste ANOVA ($p < 0,05$).

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	75141,58	1	75141,58	4440,670	0,000000
Amostra	190,36	2	95,18	5,625	0,015041
Error	253,82	15	16,92		

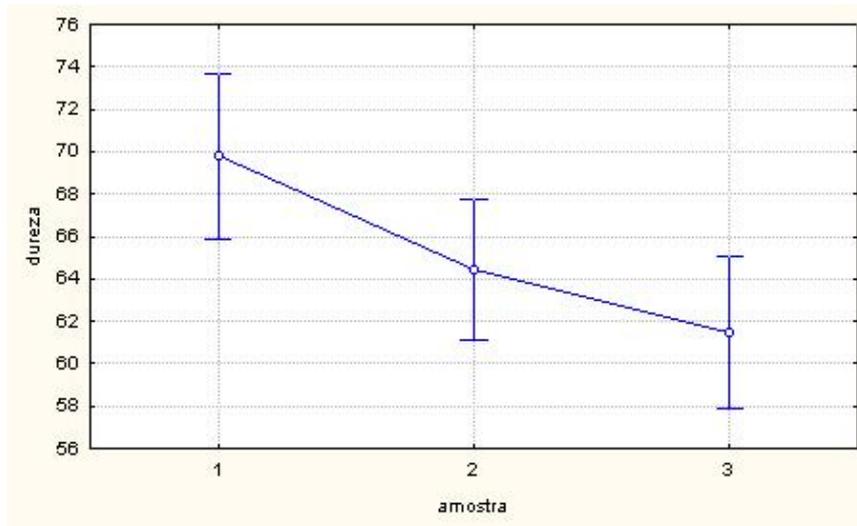


Figura 4 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os corpos de prova do material Z 350[®] ciclados termicamente ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 5 - Valor de p para os diferentes corpos de prova do material Artglass[®] não ciclados gerado pelo teste ANOVA ($p > 0,05$).

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	56461,62	1	56461,62	2692,221	0,000000
Amostra	107,38	2	53,69	2,560	0,106694
Error	356,53	17	20,97		

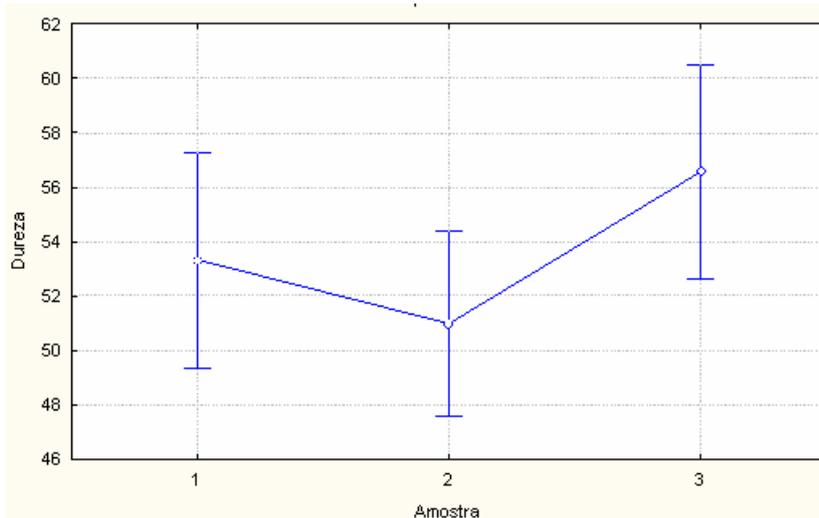


Figura 5 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os corpos de prova do material *Artglass*[®] não-cicladados termicamente ($p > 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 6 - Valor de p para os diferentes corpos de prova cicladados do material *Artglass*[®] gerado pelo teste ANOVA ($p < 0,05$).

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	29918,07	1	29918,07	3662,536	0,000000
Amostra	305,13	2	152,57	18,677	0,000291
Error	89,86	11	8,17		

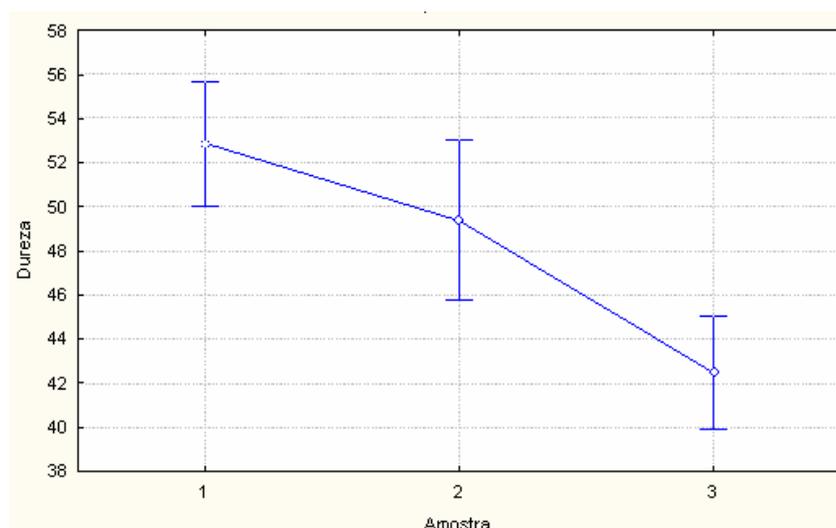


Figura 6 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os corpos de prova do material *Artglass*[®] cicladados termicamente ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

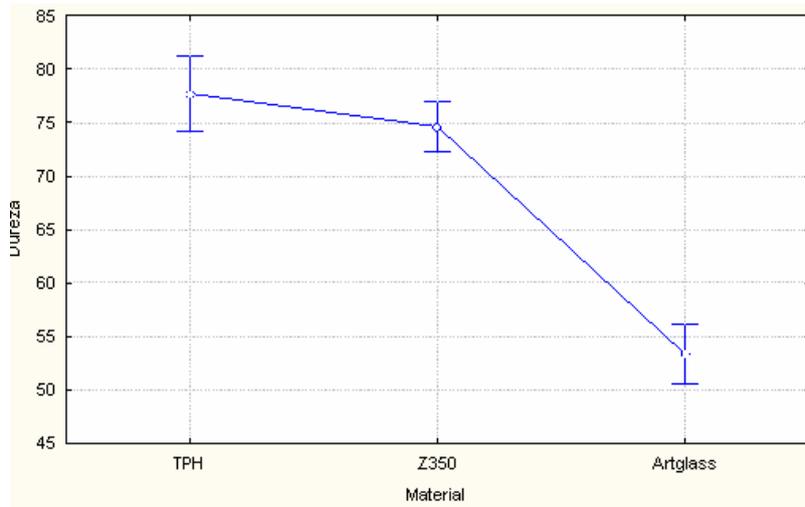


Figura 7 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os materiais sem tratamento térmico ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 7 - Valores de p para os diferentes materiais sem tratamento térmico, gerados pelo teste Post Hoc de Tukey

Material	{1}	{2}	{3}
1 TPH		0,309941	0,000119
2 Z350	0,309941		0,000119
3 Artglass	0,000119	0,000119	

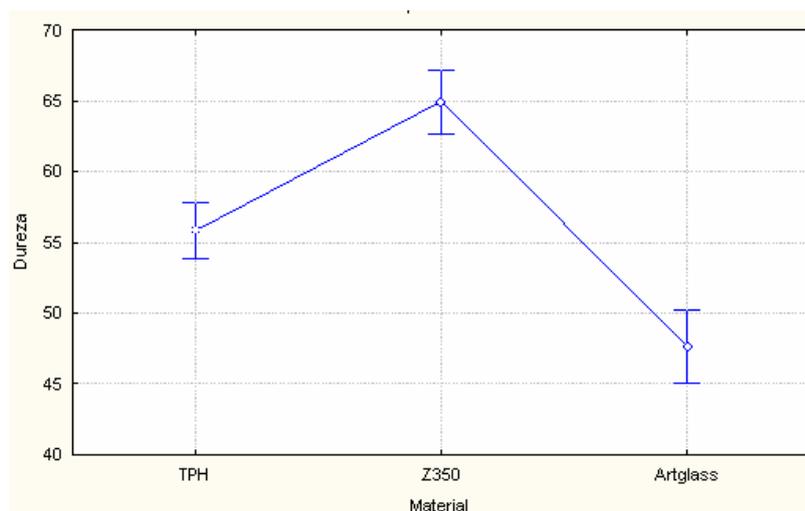


Figura 8 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os materiais submetidos ao tratamento térmico ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 8 - Valores de p para os diferentes materiais submetidos ao tratamento térmico, gerados pelo teste Post Hoc de Tukey

	Material	{1}	{2}	{3}
1	TPH		0,000122	0,000134
2	Z350	0,000122		0,000122
3	Artglass	0,000134	0,000122	

Tabela 9 - Valores de p para os diferentes materiais e tratamentos térmicos, gerados pelo teste ANOVA ($p < 0,05$).

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	414420,8	1	414420,8	13424,25	0,000000
Material	7594,6	2	3797,3	123,00	0,000000
Tratamento	4102,1	1	4102,1	132,88	0,000000
Material*Tratamento	1167,2	2	583,6	18,90	0,000000
Error	3395,8	110	30,9		

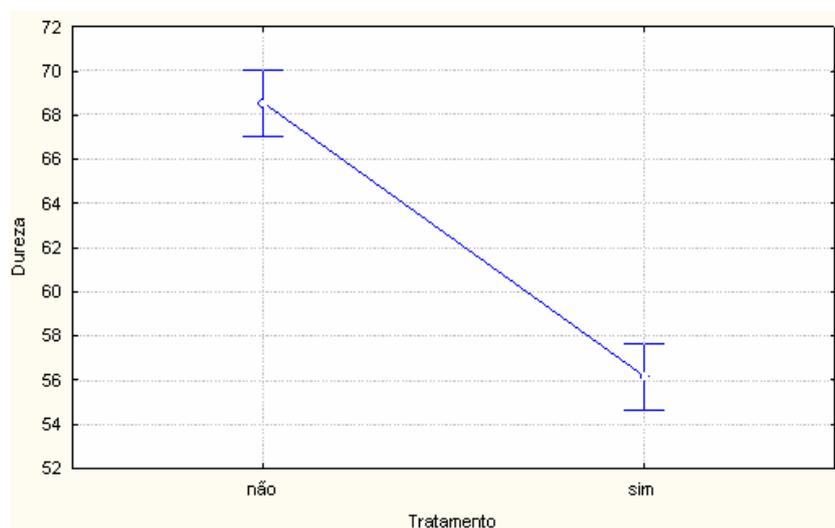


Figura 9 - Gráfico dos resultados de microdureza Vickers gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os tratamentos térmicos ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 10 - Valores de p para os diferentes materiais e tratamentos térmicos, gerados pelo teste Post Hoc de Tukey

	Material	Tratamento	{1}	{2}	{3}	{4}	{5}	{6}
1	TPH	não		0,000120	0,574415	0,000120	0,000120	0,000120
2	TPH	sim	0,000120		0,000120	0,000129	0,676646	0,000494
3	Z350	não	0,574415	0,000120		0,000120	0,000120	0,000120
4	Z350	sim	0,000120	0,000129	0,000120		0,000120	0,000120
5	Artglass	não	0,000120	0,676646	0,000120	0,000120		0,044917
6	Artglass	sim	0,000120	0,000494	0,000120	0,000120	0,044917	

ANEXO II

RESULTADOS ESTATÍSTICOS – ENSAIO DE COMPRESSÃO DIAMETRAL

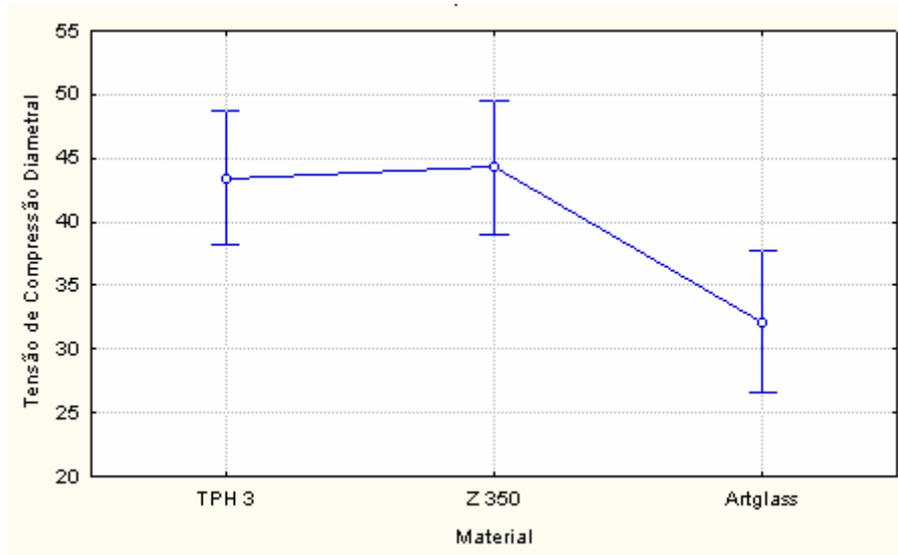


Figura 1 - Gráfico dos resultados de resistência à compressão diametral gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 1 - Valores de p dos resultados de resistência à compressão para os diferentes materiais gerados pelo teste Post Hoc de Tukey.

	Material	{1}	{2}	{3}
1	TPH 3		0,969964	0,016745
2	Z 350	0,969964		0,010482
3	Artglass	0,016745	0,010482	

ANEXO III

RESULTADOS ESTATÍSTICOS – ENSAIO DE FLEXÃO A TRÊS PONTOS

Tabela 1 - Valor de p dos resultados de resistência à flexão para os diferentes materiais sem tratamento térmico, gerado pelo ANOVA ($p > 0,05$).

Não ciclados	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	158669,7	1	158669,7	1944,163	0,000000
Material	415,0	2	207,5	2,542	0,120069
Error	979,4	12	81,6		

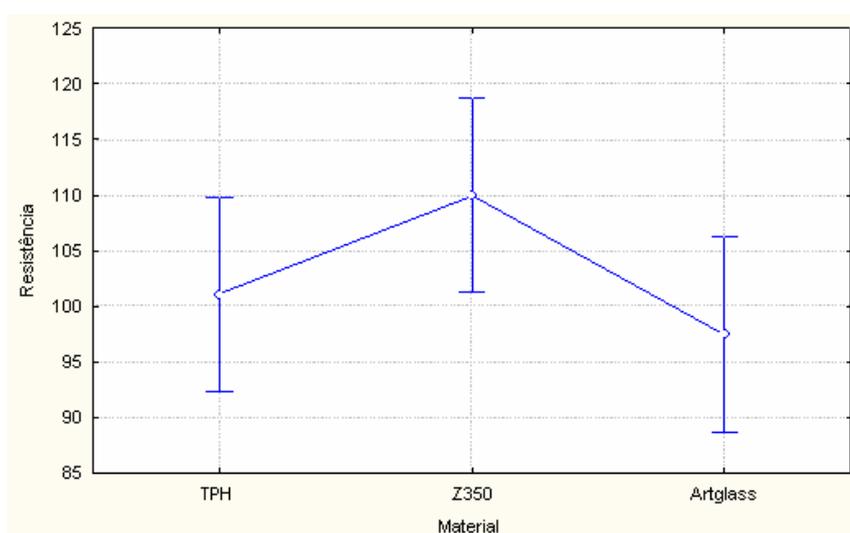


Figura 1 - Gráfico dos resultados de resistência à flexão gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais sem tratamento térmico ($p > 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 2 - Valor de p dos resultados de resistência à flexão para os diferentes materiais submetidos ao tratamento térmico, gerado pelo ANOVA ($p > 0,05$).

Ciclado	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	114298,0	1	114298,0	1108,921	0,000000
Material	72,6	2	36,3	0,352	0,710085
Error	1236,9	12	103,1		

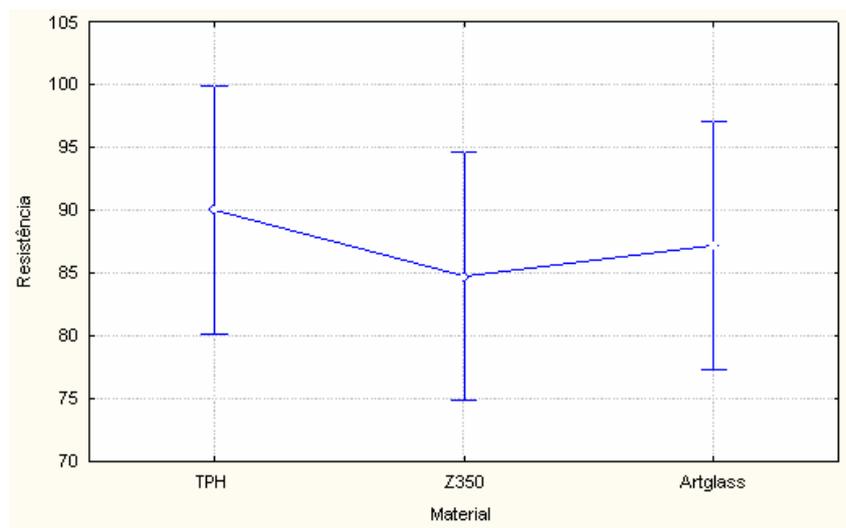


Figura 2 - Gráfico dos resultados de resistência à flexão gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais submetidos ao ciclo térmico ($p > 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 3 - Valores de p dos resultados de resistência à flexão para os diferentes materiais e tratamentos térmicos, gerados pelo teste Post Hoc de Tukey

	Material	Tratamento	{1}	{2}	{3}	{4}	{5}	{6}
1	TPH	não		0,435742	0,536505	0,089054	0,989541	0,198914
2	TPH	sim	0,435742		0,010593	0,937409	0,796822	0,995670
3	Z350	não	0,536505	0,010593		0,000967	0,204118	0,002811
4	Z350	sim	0,089054	0,937409	0,000967		0,274361	0,998215
5	Artglass	não	0,989541	0,796822	0,204118	0,274361		0,497883
6	Artglass	sim	0,198914	0,995670	0,002811	0,998215	0,497883	

Tabela 4 - Valor de p dos resultados de módulo de elasticidade em flexão para os diferentes materiais sem tratamento térmico, gerado pelo ANOVA ($p < 0,05$).

Não ciclados	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	298,6888	1	298,6888	2242,957	0,000000
Material	2,1077	2	1,0538	7,914	0,006431
Error	1,5980	12	0,1332		

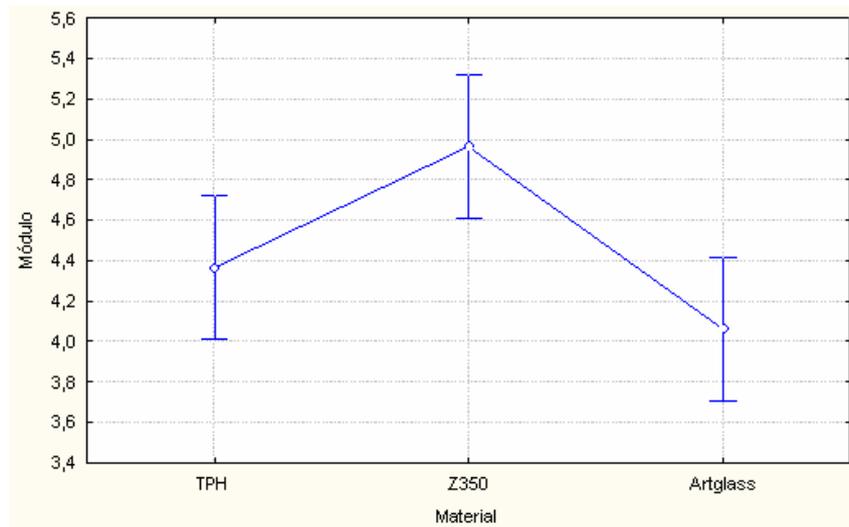


Figura 3 - Gráfico dos resultados de módulo de elasticidade gerada pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais não submetidos ao ciclo térmico ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 5 - Valor de p dos resultados de módulo de elasticidade para os diferentes materiais submetidos ao tratamento térmico, gerado pelo ANOVA ($p > 0,05$).

Ciclado	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	254,6279	1	254,6279	2366,160	0,000000
Material	0,4880	2	0,2440	2,267	0,146107
Error	1,2913	12	0,1076		

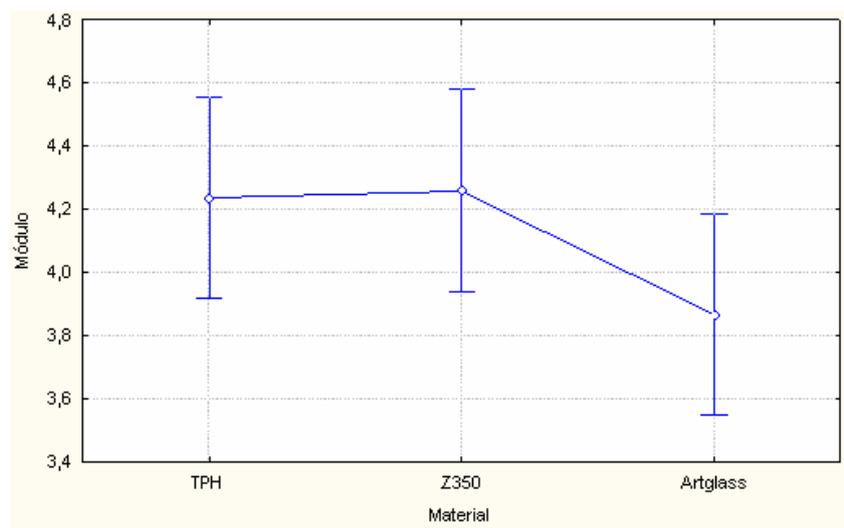


Figura 4 - Gráfico dos resultados de módulo de elasticidade gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais submetidos ao ciclo térmico ($p > 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 6 - Valores de p dos resultados de módulo de elasticidade para os diferentes materiais e tratamentos térmicos, gerados pelo teste Post Hoc de Tukey.

	Material	Tratamento	{1}	{2}	{3}	{4}	{5}	{6}
1	TPH	não		0,989855	0,030265	0,995963	0,708860	0,211906
2	TPH	sim	0,989855		0,006412	0,999998	0,959831	0,517253
3	Z350	não	0,030265	0,006412		0,008539	0,000772	0,000173
4	Z350	sim	0,995963	0,999998	0,008539		0,933603	0,452278
5	Artglass	não	0,708860	0,959831	0,000772	0,933603		0,938666
6	Artglass	sim	0,211906	0,517253	0,000173	0,452278	0,938666	

Tabela 7 - Valor de p dos resultados de deformação em flexão para os diferentes materiais sem tratamento térmico, gerado pelo ANOVA ($p > 0,05$).

Não ciclados	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	2,061592	1	2,061592	1672,832	0,000000
Material	0,003905	2	0,001952	1,584	0,245141
Error	0,014789	12	0,001232		

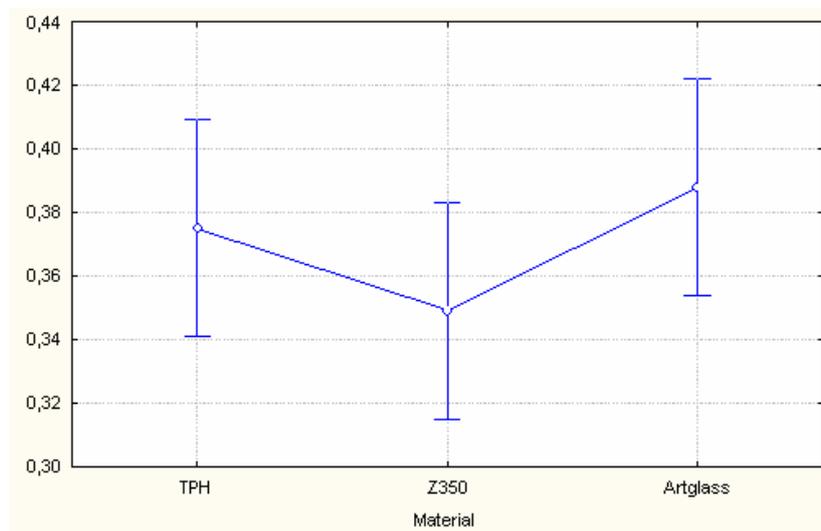


Figura 5 - Gráfico dos resultados de deformação em flexão gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais não submetidos ao ciclo térmico ($p > 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 8 - Valor de p dos resultados de deformação em flexão para os diferentes materiais submetidos ao tratamento térmico, gerado pelo ANOVA ($p < 0,05$).

Ciclado	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	1,650410	1	1,650410	1388,874	0,000000
Material	0,009753	2	0,004876	4,104	0,043860
Error	0,014260	12	0,001188		

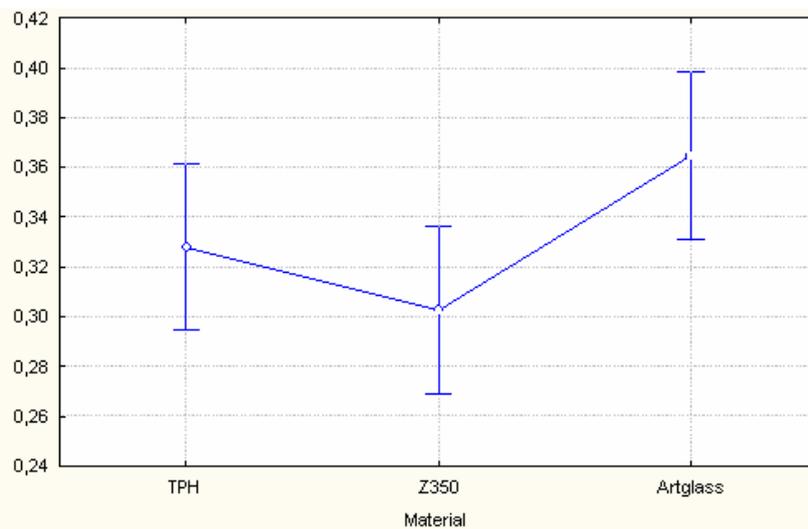


Figura 6 - Gráfico dos resultados de deformação em flexão gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais submetidos ao ciclo térmico ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 9 - Valores de p dos resultados de deformação em flexão para os diferentes materiais e tratamentos térmicos, gerados pelo teste Post Hoc de Tukey.

	Material	Tratamento	{1}	{2}	{3}	{4}	{5}	{6}
1	TPH	não		0,283078	0,516716	0,026606	0,990834	0,996333
2	TPH	sim	0,283078		0,989811	0,842704	0,095962	0,550578
3	Z350	não	0,516716	0,989811		0,437232	0,199213	0,823183
4	Z350	sim	0,026606	0,842704	0,437232		0,006496	0,077574
5	Artglass	não	0,990834	0,095962	0,199213	0,006496		0,886459
6	Artglass	sim	0,996333	0,550578	0,823183	0,077574	0,886459	

ANEXO IV

RESULTADOS ESTATÍSTICOS – ANÁLISE MICROESTRUTURAL QUANTITATIVA

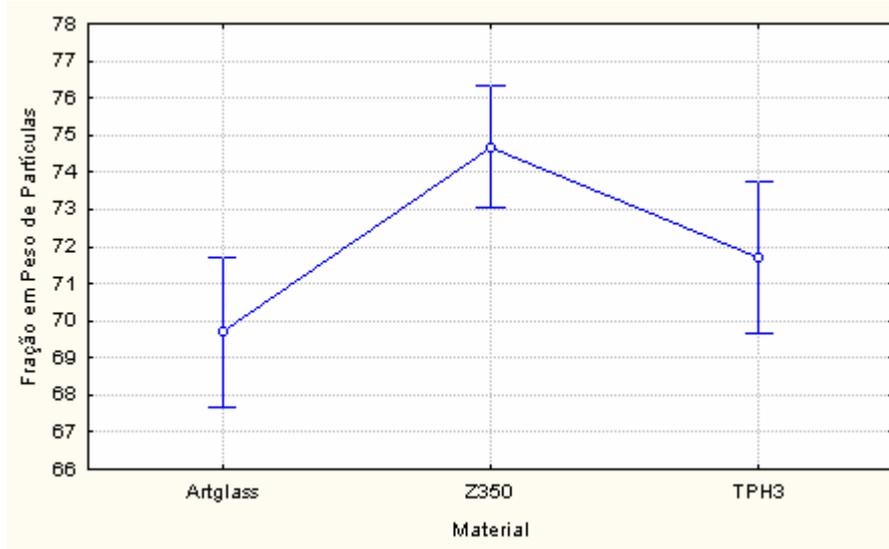


Figura 1 - Gráfico dos resultados de fração em peso de partículas gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 1 - Valores de p dos resultados fração em peso de partículas para os diferentes materiais gerados pelo ANOVA.

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	35022,21	1	35022,21	32777,61	0,000000
Material	31,35	2	15,67	14,67	0,014395
Error	4,27	4	1,07		

Tabela 2 - Valores de p dos resultados fração em peso de partículas para os diferentes materiais gerados pelo teste Post Hoc de Tukey.

	Material	{1}	{2}	{3}
1	Artglass		0,013484	0,238977
2	Z350	0,013484		0,072161
3	TPH3	0,238977	0,072161	

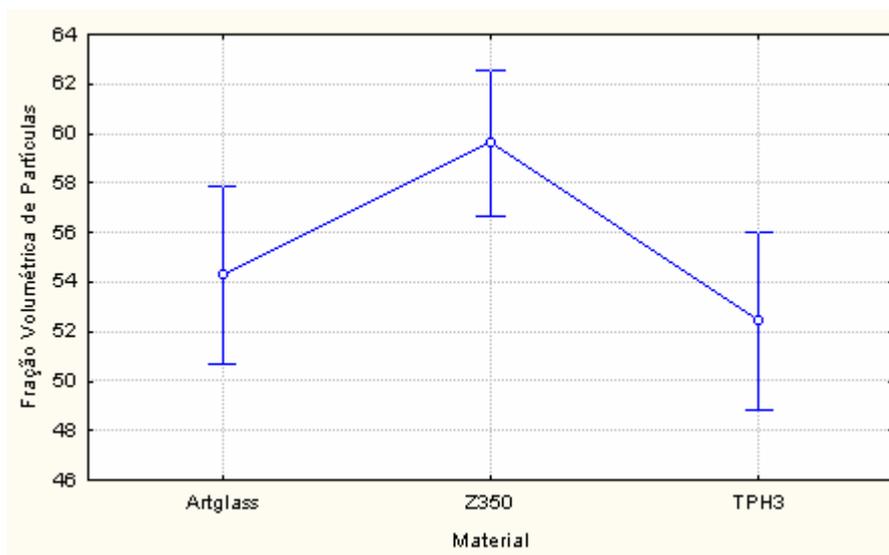


Figura 2 - Gráfico dos resultados de fração volumétrica de partículas gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 3 - Valores de p dos resultados de fração volumétrica de partículas para os diferentes materiais gerados pelo ANOVA.

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	20758,24	1	20758,24	6179,332	0,000000
Material	70,41	2	35,21	10,480	0,025680
Error	13,44	4	3,36		

Tabela 4 - Valores de p dos resultados de fração volumétrica de partículas para os diferentes materiais gerados pelo teste Post Hoc de Tukey.

	Material	{1}	{2}	{3}
1	Artglass		0,070510	0,609282
2	Z350	0,070510		0,027654
3	TPH3	0,609282	0,027654	

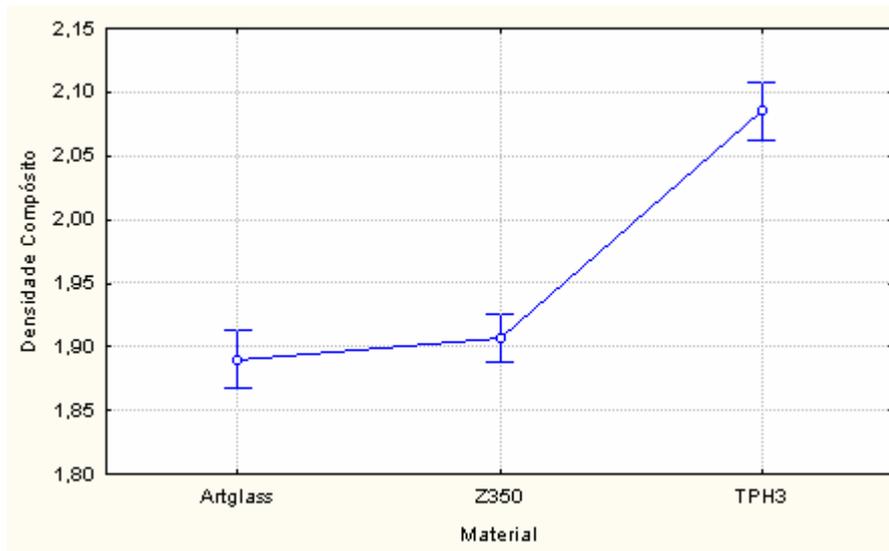


Figura 3 - Gráfico dos resultados de densidade dos compostos gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 5 - Valores de p dos resultados de densidade dos compostos para os diferentes materiais gerados pelo ANOVA.

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	25,94550	1	25,94550	200868,4	0,000000
Material	0,04923	2	0,02461	190,6	0,000108
Error	0,00052	4	0,00013		

Tabela 6 - Valores de p dos resultados de densidade dos compostos para os diferentes materiais gerados pelo teste Post Hoc de Tukey.

	Material	{1}	{2}	{3}
1	Artglass		0,342894	0,000375
2	Z350	0,342894		0,000374
3	TPH3	0,000375	0,000374	

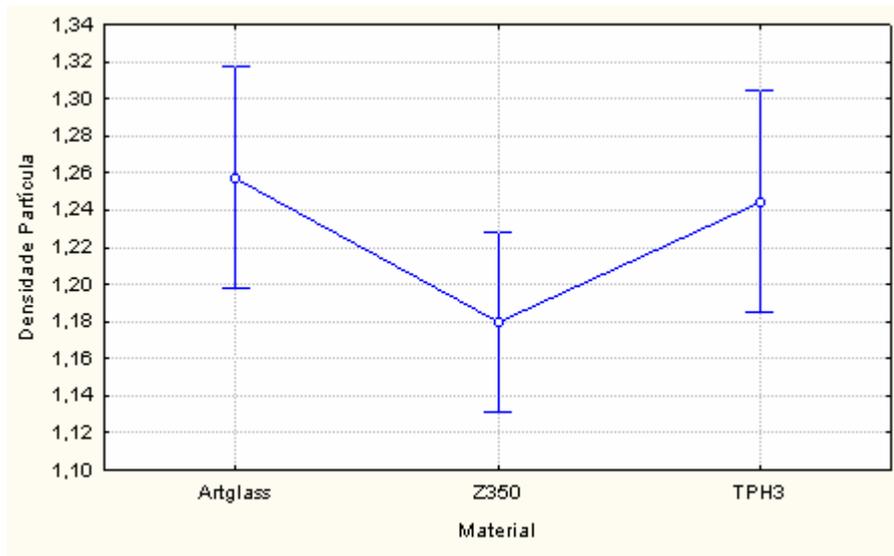


Figura 4 - Gráfico dos resultados de densidade das partículas gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais ($p > 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 7 - Valores de p dos resultados de densidade das partículas para os diferentes materiais gerados pelo ANOVA.

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	10,16820	1	10,16820	11058,51	0,000000
Material	0,00893	2	0,00446	4,85	0,085156
Error	0,00368	4	0,00092		

Tabela 8 - Valores de p dos resultados de densidade das partículas para os diferentes materiais gerados pelo teste Post Hoc de Tukey.

	Material	{1}	{2}	{3}
1	Artglass		0,099509	0,905491
2	Z350	0,099509		0,159191
3	TPH3	0,905491	0,159191	

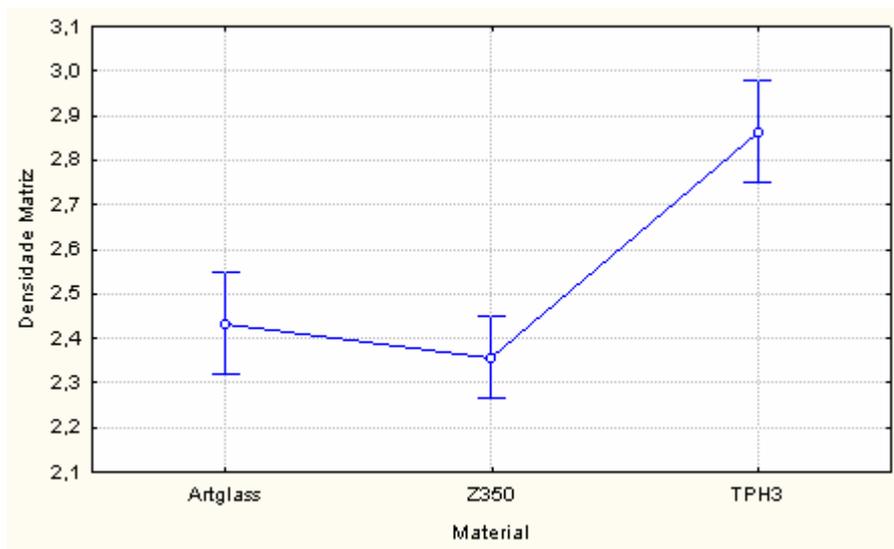


Figura 5 - Gráfico dos resultados de densidade das matrizes gerado pelo ANOVA da diferença estatística entre os diferentes materiais ($p < 0,05$), com intervalo de confiança de 95%.

Tabela 9 - Valores de p dos resultados de densidade das matrizes para os diferentes materiais gerados pelo ANOVA.

	SS	Degr. of freedom	MS	F	p
Intercept	43,94810	1	43,94810	13226,44	0,000000
Material	0,33031	2	0,16516	49,70	0,001496
Error	0,01329	4	0,00332		

Tabela 10 - Valores de p dos resultados de densidade das matrizes para os diferentes materiais gerados pelo teste Post Hoc de Tukey.

	Material	{1}	{2}	{3}
1	Artglass		0,408789	0,003957
2	Z350	0,408789		0,001621
3	TPH3	0,003957	0,001621	