

LUIZ ANTONIO GAIESKI PIRES

**COMPARAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS E DO CONTEÚDO  
DE CARGA DE CINCO RESINAS COMPOSTAS COM  
NANOPARTÍCULAS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da PUCRS como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR EM ODONTOLOGIA, área de concentração em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota

Porto Alegre

2008

LUIZ ANTONIO GAIESKI PIRES

**COMPARAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS E DO CONTEÚDO  
DE CARGA DE CINCO RESINAS COMPOSTAS COM  
NANOPARTÍCULAS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da PUCRS como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR EM ODONTOLOGIA, área de concentração em Materiais Dentários.

Aprovada em 31 de março de 2008

Banca Examinadora

\_\_\_\_\_  
Prof.

\_\_\_\_\_  
Prof.

\_\_\_\_\_  
Prof.

\_\_\_\_\_  
Prof.

\_\_\_\_\_  
Prof.

**Dedico este trabalho a todos que contribuíram de alguma forma na minha formação. E que acreditaram na minha capacidade. Meus sinceros agradecimentos pelas oportunidades e pelos ensinamentos.**

**À MIRIAM, pelo amor, carinho, companheirismo,  
compreensão constante e pelo nosso filho LUCAS,  
minha maior renovação de vida.**

**Aos meus filhos, Marcelo e Bruna, que apesar  
da minha “ausência” resolveram acompanhar-me na  
Odontologia.**

## AGRADECIMENTOS

À Prof. Dra. Nilza Pereira da Costa, coordenadora da Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da PUCRS;

Ao meu orientador, Prof. Dr. Eduardo G. Mota, pelo conhecimento, dedicação, atenção e principalmente pela amizade;

Aos docentes do Programa de Doutorado da Faculdade de Odontologia da PUCRS;

Aos colegas do Programa de Doutorado das sub-áreas de Materiais Dentários, Dentística e Prótese Dental;

Aos funcionários da PUCRS e a todos que auxiliaram na produção deste trabalho;

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar e comparar as propriedades mecânicas selecionadas (resistência à tração diametral, microdureza Knoop) e conteúdo de carga em peso pela análise termogravimétrica (TGA) de cinco marcas comerciais de resina composta diferentes em matriz orgânica e carga nas cores A2 esmalte e dentina: 4Seasons (4S), Ivoclar Vivadent; Esthet-X improved (EX), Dentsply; Filtek Supreme (SU), 3MESPE; Grandio (GR), Voco e Palfique Estelite (PE), Tokuyama Dental Corp. Para cada grupo, a resistência à tração diametral (n=10), a microdureza Knoop (n=10) e o conteúdo de carga em peso pela análise termogravimétrica foram determinados. Os resultados obtidos nos ensaios foram comparados estatisticamente com análise de variância e Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). As médias obtidas para resistência à tração diametral (MPa) foram: 4S dentina 36,08<sup>b</sup> e 4S esmalte 39,26<sup>ab</sup> ; EX dentina 44,44<sup>ab</sup> e EX esmalte 45,12<sup>ab</sup> ; GR dentina 45,23<sup>ab</sup> e GR esmalte 49,24<sup>a</sup> ; SU dentina 46,86<sup>ab</sup> e SU esmalte 48,25<sup>ab</sup> ; PE dentina 38,69<sup>ab</sup> ; PE esmalte 38,58<sup>ab</sup> ( $p < 0,05$ ). As médias obtidas para microdureza Knoop (KHN) foram: 4S dentina 61,6<sup>b</sup> e 4S esmalte 57,98<sup>b</sup>; EX dentina 73,6<sup>b</sup> e EX esmalte 54,45<sup>b</sup>; GR dentina 123,90<sup>a</sup> e GR esmalte 74,89<sup>b</sup> ; SU dentina 101,30<sup>a</sup> e SU esmalte 123,10<sup>a</sup> ; PE dentina 55,89<sup>b</sup> ; PE esmalte 61,70<sup>b</sup> ( $p < 0,05$ ). Para o conteúdo de carga em peso (wt%): 4S dentina 75,84 e 4S esmalte 76,37; EX dentina 76,80 e EX esmalte 75,75 ; GR dentina 86,89 e GR esmalte 87,00 ; SU dentina 76,22 e SU esmalte 76,54 ; PE dentina 71,62; PE esmalte 70,56. Os compósitos testados não apresentaram comportamento mecânico similar quanto à resistência à tração diametral e microdureza Knoop. Não foi observada diferença quando as pastas esmalte e dentina foram comparadas com exceção da resina Grandio no teste de microdureza. A maior resistência à tração diametral foi observada para a Grandio esmalte enquanto a 4 Seasons dentina apresentou a mais

baixa média ( $p < 0,05$ ). No teste de microdureza Knoop, a resina Filtek Supreme em ambas as pastas e a Grandio dentina apresentaram as maiores médias em comparação aos demais grupos ( $p < 0,05$ ).

Palavras-chaves: Resinas Compostas; Nanopartículas; Propriedades Mecânicas; Conteúdo de Carga.

## ABSTRACT

The aims of this study were evaluate and compare selected mechanical properties (diametral tensile strength and microhardness) and filler content of five current composites in A2 enamel and dentin shades. The tested composites were: 4Seasons (4S), Ivoclar Vivadent; Esthet-X improved (EX), Dentsply; Filtek Supreme (SU), 3MESPE; Grandio (GR), Voco and Palfique Estelite (PE), Tokuyama Dental Corp. For each group, diametral tensile strength (n=10), Knoop microhardness (n=10) and the weight filler content were recorded. The amount of filler was obtained by thermogravimetric analysis (TGA). Data were compared statistically with ANOVA and Tukey ( $\alpha = 0.05$ ). The averages for diametral tensile strength (MPa) were: 4S dentin 36.08<sup>b</sup> and 4S enamel 39.26<sup>ab</sup> ; EX dentin 44.44<sup>ab</sup> and EX enamel 45.12<sup>ab</sup>; GR dentin 45.23<sup>ab</sup> and GR enamel 49.24<sup>a</sup> ; SU dentin 46.86<sup>ab</sup> and SU enamel 48.25<sup>ab</sup> ; PE dentin 38.69<sup>ab</sup> ; PE enamel 38.58<sup>ab</sup> ( $p < 0.05$ ). The averages for Knoop microhardness (KHN) were: 4S dentin 61.6<sup>b</sup> and 4S enamel 57.98<sup>b</sup> ; EX dentin 73.6<sup>b</sup> and EX enamel 54.45<sup>b</sup>; GR dentin 123.90<sup>a</sup> and GR enamel 74.89<sup>b</sup> ; SU dentin 101.30<sup>a</sup> and SU enamel 123.10<sup>a</sup> ; PE dentin 55.9<sup>b</sup> ; PE enamel 61.70<sup>b</sup> ( $p < 0.05$ ). For weight filler content (wt%): 4S dentin 75.84 and 4S enamel 76.37 ; EX dentin 76.80 and EX enamel 75.75 ; GR dentin 86.89 and GR enamel 87.00 ; SU dentin 76.22 and SU enamel 76.54 ; PE dentin 71.62; PE enamel 70.56. There was statistical difference between the composites within the different testes ( $p < 0.05$ ). The tested composites had not similar behavior for diametral tensile strength and Knoop microhardness. Significant differences were not observed when enamel and dentin shades were compared although Grandio in microhardness test. The highest diametral tensile strength was recorded to Grandio enamel and 4 Seasons dentin showed the lowest average ( $p < 0.05$ ). For Knoop microhardness, Filtek Supreme in both shades showed the highest averages in comparison to other groups ( $p < 0.05$ ).

Key-words: Resin Composites; Nanofillers; Mechanical Properties; Filler  
Content

## LISTA DE FIGURAS

- FIGURA 1 - Dispositivo para confecção dos corpos-de-prova para o teste de microdureza Knoop: (A) suporte metálico; (B) matriz bipartida de PTFE.....55
- FIGURA 2 - Obtenção do número de dureza Knoop no Microdurômetro HMV (Shimadzu, Jap.).....55
- FIGURA 3 - Dispositivo para confecção dos corpos-de-prova para o teste de resistência à tração diametral: (A) anel metálico para fixação da matriz PTFE bipartida (B).....56
- FIGURA 4 – Ensaio mecânico de tração diametral.....57
- FIGURA 5 - (A) Dispositivo TGA 2050 (TA Instruments, EUA) e (B) inserção da amostra de resina composta.....58
- FIGURA 6 – Imagem ilustrativa de uma indentação de uma amostra da resina composta Grandio A2 dentina.....61

## LISTA DE GRÁFICOS

- GRÁFICO 1 - Representação gráfica das médias e desvio-padrão dos grupos testados quanto à microdureza Knoop.....61
- GRÁFICO 2 - Representação gráfica das médias (MPa) e desvio-padrão dos grupos testados quanto a resistência à tração diametral.....63
- GRÁFICO 3 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta 4Seasons dentina, conteúdo de carga em peso (wt%).....93
- GRÁFICO 4 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta 4Seasons esmalte, conteúdo de carga em peso (wt%).....94
- GRÁFICO 5 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Esthet-X dentina, conteúdo de carga em peso (wt%).....95
- GRÁFICO 6 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Esthet-X esmalte, conteúdo de carga em peso (wt%).....96
- GRÁFICO 7 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Grandio esmalte, conteúdo de carga em peso (wt%).....97
- GRÁFICO 8 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Grandio dentina, conteúdo de carga em peso (wt%).....98

GRÁFICO 9 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Palfique Estelite dentina, conteúdo de carga em peso (wt%).....	99
GRÁFICO 10 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Palfique Estelite esmalte, conteúdo de carga em peso (wt%).....	100
GRÁFICO 11 – Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Supreme esmalte, conteúdo de carga em peso (wt%).....	101
GRÁFICO 12 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Supreme dentina, conteúdo de carga em peso (wt%).....	102

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - Divisão dos grupos, marcas comerciais, número do lote, matriz orgânica, composição da carga, tamanho médio ( $\mu\text{m}$ ), forma da carga e conteúdo de carga (wt%).....	53
TABELA 2 – Comparação das médias dos grupos de ensaio para microdureza Knoop, desvio-padrão e coeficiente de variação.....	60
TABELA 3 - Comparação das médias dos grupos de ensaio de resistência à tração diametral, desvio-padrão e coeficiente de variação.....	62
TABELA 4 – Descrição do conteúdo de carga em peso (wt%) das resinas compostas testadas.....	64

## LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS, SIGLAS E SIGNIFICADOS

ABREVIATURA	DESCRIÇÃO
$\alpha$	Nível de significância
%	Porcento
° C	Grau Celcius
$\mu\text{m}$	Micrometro
4S	4Seasons
ADA	<i>American Dental Association</i>
AFM	<i>Microscopia de força atômica</i>
ANOVA	Análise de Variância
ANSI	American National Standards Institute
BisEMA	Bisfenol A polietileno glicol diéter dimetacrilato
BisGMA	Bis-fenol glicidil dimetacrilato
cp	Medida de viscosidade (centipoise)
CP	Corpo-de-porva
DP	Desvio-padrão
EDMA	Etileno glicol dimetacrilato
EX	Exthet-X
Fig.	Figura

---

---

FTIR	Espectrofotometria infravermelha por transformação de Fourier
g	Gramma
GPa	Gigapascal
GR	Grandio
h	Hora
ISO	<i>International Standards Organization</i>
KHN	Número de dureza Knoop
LED	Diodo emissor de luz
m	Metro
M	Concentração Molar
mg	Miligrama
min.	Minuto
ml	Mililitro
mm	Milímetro
Mol%	Mol por cento
MPa	Megapascal
MPTMS	3-metacriloxipropiltrimetoxisilano
mW/cm <sup>2</sup>	Miliwatt por centímetro quadrado
N	Newton
OTMS	Octiltrimetoxysilano
<i>p</i>	Valor de Probabilidade
PAC	Arco de plasma de xenônio
PE	Palfique Estelite
PTFE	Politetrafluoretileno

---

---

PVC	Polivinilcloreto
QTH	Halógena de quartzo e tungstênio
r	Coefficiente de correlação
Ra	Medida de rugosidade superficial
rpm	Rotação por minuto
s	Segundo
SU	Supreme
TEDMA	Trietileno dimetacrilato
TEGDA	Trietileno glicol diacrilato
TEGDMA	Trietileno glicol dimetacrilato
TEGMA	Trietileno glicol metacrilato
TGA	Análise termogravimétrica
TTEGDA	Tetraetileno glicol diacrilato
UDMA	Uretano dimetacrilato
VHN	Número de dureza Vickers
vol%	Percentual em volume
wt%	Percentual em peso

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	19
<b>2. PROPOSIÇÃO</b> .....	22
<b>3. REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	25
<b>4. MATERIAIS E MÉTODO</b> .....	52
4.1 MATERIAIS.....	53
4.2 MÉTODO.....	54
4.2.1 Microdureza Knoop.....	54
4.2.2 Resistência à Tração Diametral.....	55
4.2.3 Avaliação do Conteúdo de Carga em Peso.....	58
<b>5. RESULTADOS</b> .....	59
<b>6. DISCUSSÃO</b> .....	65
<b>7. CONCLUSÃO</b> .....	73
<b>8. REFERÊNCIAS</b> .....	75
ANEXOS.....	82
<b>ANEXO A</b> - Análise Estatística dos Resultados.....	83
<b>ANEXO B</b> – Representação gráfica da análise termogravimétrica das resinas compostas, conteúdo de carga em peso(wt%).....	93

**ANEXO C - Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa – PUCRS.....103**



## ***1. Introdução***

---

## 1. INTRODUÇÃO

Atualmente há uma demanda, por parte da população, por restaurações imperceptíveis, ou seja, com a cor aproximada à tonalidade natural dos dentes. As resinas compostas se inserem nesse amplo contexto da Odontologia, desempenhando um papel de fundamental importância nas indicações restauradoras diretas e indiretas, tanto em dentes anteriores quanto posteriores (DIETSCHI *et al.*, 2006).

O progresso tecnológico das resinas compostas tem evoluído desde sua introdução por Bowen (1963). As primeiras resinas compostas eram ativadas quimicamente e propiciavam melhor estética que o amálgama de prata. Porém, apresentavam limitações, tais como desgaste elevado dos compósitos nas regiões de dentes posteriores, bem como uma alta contração de polimerização e significativa alteração de cor. Essas limitações eram somadas às dificuldades de manipulação do material e poucos recursos de técnica para compensar suas deficiências, o que dificultava a obtenção de uma restauração estética com longevidade clínica.

A introdução das resinas compostas fotopolimerizáveis, na década de 70, possibilitou um avanço significativo desses materiais restauradores, pois foram solucionadas dificuldades como controle do tempo de presa e redução da inibição da polimerização pelo oxigênio (LUTZ e PHILLIPS, 1983). A década de 80 foi marcada pelo desenvolvimento de compósitos com alta exigência estética para uso em dentes anteriores e com melhoria nas propriedades mecânicas para restauração de dentes posteriores. Na década de 90, por sua vez, surgiram os compósitos chamados universais, com a proposta de serem utilizados, tanto em dentes anteriores, quanto em posteriores. Nessas resinas compostas passou a serem utilizadas partículas de

carga com um tamanho médio menor, tendo melhor equilíbrio entre propriedades mecânicas e melhor resultado estético. Ao lado disto, verifica-se uma melhora significativa na resolução estética pelo oferecimento de cores adequadas à escala tradicional de “A-D” (escala VITA), bem como cores para dentes clareados. Além disso, mais recentemente, surgiram os compósitos com diferentes graus de opacidade e translucidez (DIETSCHI *et al.*, 2006) e, corantes possibilitando ao profissional criar uma verdadeira aproximação com a cor do dente natural.

Desenvolvimento considerável tem sido realizado nas propriedades das resinas compostas nos últimos anos, mas não ocorreram mudanças fundamentais nos sistemas de monômeros desde a introdução do BisGMA por Bowen, em 1963. Maior desenvolvimento vem ocorrendo nos sistemas de cargas, principalmente no sentido de diminuir o tamanho médio das partículas e, conseqüentemente o aumento do seu conteúdo. Também vem sendo utilizados diferentes minerais e distintos formatos da carga na busca de reduzir a contração de polimerização, melhorar o resultado estético e as propriedades mecânicas (TAYLOR *et al.*, 1998; MITRA, WU e HOLMES, 2003; TERRY, 2004; LU *et al.*, 2006).

Assim, existe uma forte tendência na redução do tamanho médio de partícula das resinas compostas para uso em posteriores, predominando a escolha de resinas híbridas e micro-híbridas.

Com o desenvolvimento da nanotecnologia pela engenharia molecular, vem ocorrendo uma revolução em diferentes áreas com a utilização de polímeros de nanofibras para aplicações nas áreas biomédicas e biotecnológicas. Na Odontologia observa-se a introdução de nanocompósitos para restaurações dentárias (ZHANG *et al.*, 2005). Comercialmente, diversas empresas têm sugerido “novos compósitos” utilizando partículas que variam de 0,04 à 0,1µm associadas a carga com tamanho de 0,4 a 1 µm. Esta modificação tem sido chamada comercialmente de nanoparticuladas, mini-microhíbridas ou sub-micrométricas. Para Mitra, Wu e Holmes (2003) e Rodrigues Jr. *et al.* (2007), estes materiais representam uma evolução no sentido de equilibrar estética e propriedades mecânicas, configurando uma resina universal, tanto para dentes anteriores e posteriores.

A análise das propriedades mecânicas das resinas compostas é um importante fator para indicação desses materiais nos diversos tipos de restaurações a serem empregados. Diversas variáveis foram avaliadas, como o tipo de carga orgânica incorporada ao material, seu percentual em peso (LI *et al.*, 1985; NEVES *et al.*, 2002; KIM, ONG e OKUMO, 2002; MITRA, WU e HOLMES, 2003; MOTA, 2005), sua silanização, o tipo de matriz orgânica e seus diluentes (SHORTALL, UCTASLI e MARQUIS, 2001), grau de polimerização (CHUNG e GREENER, 1990), as resistências à compressão, tração diametral (BROSH *et al.*, 1999; COBB *et al.*, 2000; MOTA *et al.*, 2006) e flexural (ADABO *et al.* 2003), módulo de elasticidade, microdureza (SAY *et al.*, 2003; POSKUS *et al.*, 2004; MOTA *et al.*, 2006), resistência à abrasão de corpo triplo entre outras (SAY *et al.*, 2003; REICH *et al.*, 2004).

No entanto, diferentes marcas comerciais de resinas compostas são lançadas ao mercado, sendo importante o estudo das propriedades mecânicas como forma de verificação imediata, possibilitando um ranqueamento e comparação entre os materiais disponíveis, já que estudos laboratoriais apresentam menores dificuldades de execução quando comparadas aos testes “in vivo”.



## ***2. Proposição***

---

## **2. PROPOSIÇÃO**

Este estudo teve como objetivos:

- Comparar as propriedades mecânicas como tração diametral e microdureza Knoop de cinco marcas comerciais de resina composta;
- Avaliar o conteúdo de carga em peso de cinco marcas comerciais de resina composta.



### ***3. Revisão de Literatura***

---

### 3. REVISÃO DE LITERATURA

Bowen, em 1963, comparou o efeito do tratamento da superfície de partículas de sílica com vinil silano incorporadas na resina BisGMA com outros materiais estéticos (cimento de silicato e a resina acrílica) e, também, com a resina BisGMA com partículas sem tratamento. Para tanto, foi obtida uma mistura de 70 % em peso de sílica tratada (55 % em volume) para 30 % do monômero BisGMA diluído em 10 % de metil metacrilato e 10 % do monômero TEGDMA para a comparação com os demais materiais estéticos. Com isso, o autor pôde concluir que a resina BisGMA com sílica tratada diminuiu a solubilidade, sorção de água, coeficiente de expansão térmica e contração de polimerização, aumentando o módulo de elasticidade, resistência à compressão e tração quando comparada aos demais materiais do estudo. Portanto, a resina BisGMA reforçada com sílica tratada melhorou as propriedades do material restaurador estético.

Ruyter e Svendsen, em 1978, analisaram qualitativamente os grupos metacrilatos não reagidos e remanescentes em materiais restauradores a base de compósitos. Seis marcas de resina composta (Adaptic, J&J; Compact, Svedia Dental Industry; Concise, 3M; Epolite, GC; Prestige, Lee Pharmaceuticals; Protosit, A. Kettenbach) foram investigados através de espectroscopia infravermelha. A reflexão infravermelha foi realizada antes da polimerização e repetida após os compósitos serem submetidos à polimerização e armazenados à 37°C por 24 h. A quantia de grupos metacrilatos não reagidos residuais foi determinada e os dados foram expressos em percentual da quantia total de grupos metacrilatos nos materiais não polimerizados. A quantia de grupos metacrilatos não reagidos nos seis compósitos variou de 25 à 48 %. Os resultados demonstraram que os compósitos

comercialmente disponíveis exibiram diferentes graus de conversão após 24 h do início da polimerização.

Em 1983, Lutz e Phillips apresentaram uma revisão e classificação das resinas compostas disponíveis no mercado daquele momento, bem como suas vantagens e desvantagens. Para os autores, os materiais restauradores a base de resina composta são definidos como uma composição tridimensional: fase orgânica (a matriz), fase interfacial (agente de união) e a fase dispersa (carga). A fase orgânica é normalmente composta de BisGMA e suas modificações, UDMA, TEGDMA e inúmeros diluentes. A fase interfacial é composta de moléculas bipolares, principalmente organossilanos, os quais fazem a união da carga à matriz orgânica. Baseado na técnica de fabricação, o tamanho médio e a composição das partículas de carga são usados como critério de classificação para as resinas compostas. As partículas foram classificadas, segundo os autores, em macropartículas (100  $\mu\text{m}$ ), micropartículas e três diferentes complexos microparticulados. As micropartículas (0,001 e 0,1  $\mu\text{m}$ ) são formadas por hidrólise e precipitação e consiste de esferas radiolúcidas de vidro em dispersão coloidal. Os complexos microparticulados foram desenvolvidos a fim de permitir um aumento no conteúdo de carga. Estes complexos podem ser do tipo agrupado pré-polimerizado onde a sílica é incorporada à matriz e sinterizada para, então, este conjunto ser moído. Estas partículas são erroneamente chamadas de partículas orgânicas, uma vez que contém sílica envolta em resina. Os complexos esféricos pré-polimerizados são confeccionados pela mistura da carga, em esferas de polímero parcialmente polimerizadas, com diâmetro médio de 20 a 30  $\mu\text{m}$ . Este método permite uma inserção maior de carga. Os complexos aglomerados (1 a 25  $\mu\text{m}$ ) caracterizam-se por agrupamentos artificiais de micropartículas puramente inorgânicas.

Li *et al.* (1985) determinaram os efeitos do conteúdo e tamanho de carga nas propriedades mecânicas de dois grupos de resina composta. Ambos os grupos foram preparados pela incorporação de carga a base de borossilicato de bário em uma matriz fotossensível de polietileno polimetacrilato. Um grupo recebeu carga com tamanho de partícula de 2  $\mu\text{m}$ , com conteúdo em volume % de 20, 40, 45, 50 e 53. O segundo grupo recebeu carga de 15  $\mu\text{m}$  na quantia de 20, 40, 50, 60 e 65 (vol%). Os testes realizados foram: profundidade de polimerização, dureza, sorção de água, comportamento tensão-deformação sob lenta compressão, abrasão e

desgaste por hidroxiapatita. A análise dos dados indicou que níveis maiores de conteúdo de carga resultaram num aumento de dureza, resistência compressiva e tenacidade e diminuição na sorpção de água. A incorporação de carga com 2  $\mu\text{m}$  diminuiu a resistência abrasiva das resinas comparada à resina sem carga, enquanto a adição de carga com 15  $\mu\text{m}$  aumentou a resistência. Houve uma tendência do aumento na resistência ao desgaste com o aumento no nível de carga. O tamanho da partícula apresentou uma moderada influência nas propriedades. Quando comparado com resinas com carga de 15  $\mu\text{m}$  ao mesmo volume, o grupo de 2  $\mu\text{m}$  apresentou propriedades inferiores em termos de profundidade de presa, resistência compressiva, sorpção de água e resistência abrasiva. As propriedades que menos foram influenciadas pelo tamanho da carga foram dureza, tenacidade e resistência ao desgaste pela hidroxiapatita.

Ferracane e Greener (1986) determinaram os efeitos das variáveis na formulação de resinas compostas como a concentração de diluente, tipo de catalisador e concentração, modo de polimerização, grau de conversão e propriedades mecânicas. A resistência à tração diametral, resistência à compressão, dureza, resistência e módulo flexural foram testadas e os resultados correlacionados ao grau de conversão. Os resultados apresentaram uma correlação significativa entre as propriedades mecânicas e o grau de conversão. O grau de conversão variou de 60,1 à 73,4%, resistência à compressão de 58,7 à 91,2 MPa, dureza de 82,3 à 87,7 (durômetro D) e módulo de flexural 0,67 à 2,02 GPa. A maior polimerização foi alcançada pela maior incorporação de diluente e baixas concentrações de inibidores nas resinas.

A correlação entre o grau de conversão de monômero, concentração de partículas inorgânicas e propriedades mecânicas foram estudadas por Chung e Greener (1990). Sete marcas comerciais de resinas compostas foram avaliadas neste estudo sendo que todas foram polimerizadas por luz halógena: 1) Marathon (DentMat); 2) Ful-fil Compules (L,D, Caulk); 3) P30 (3M); 4) Estilux Posterior (Kulzer); 5) Sinterfil (Teledyne Getz); 6) Occlusin (Imperial Chemical Industries); 7) Bis-fil I (Bisco). A reação de polimerização foi monitorada pela espectrofotometria (FTIR) através da taxa de absorbância das ligações alifáticas. O conteúdo de partículas inorgânicas foi determinado pela técnica de gravimetria e a densidade

pela picnometria. Cilindros de resinas compostas foram preparados para o teste de resistência compressiva e tração diametral. Amostras de resinas compostas de 6 mm X 3 mm foram preparadas para o teste de dureza Knoop. Os resultados mostraram que o grau de conversão variou de 43,5% a 73,8%. A densidade de partículas variou de 1,89 a 2,69 g/ml<sup>1</sup>. A percentagem em peso de partículas variou de 66,4% a 85,5% e o volume 58,2% a 74,2%. A variação das médias dos valores de resistência à compressão e diametral foi de 242,3 a 324,7 MPa e 39,8 a 60,6 MPa, respectivamente. A média de dureza Knoop variou de 41,8 a 81,9 (KHN). Para todos os materiais, significantes correlações foram observadas entre o volume de partículas e a tração diametral ( $r=0,89$ ) e entre volume de partículas e dureza Knoop ( $r=0,89$ ). Nenhuma correlação foi encontrada entre o grau de conversão de monômeros e as propriedades mecânicas. Os autores concluíram que a utilização de Bis-GMA ou UDMA na matriz resinosa permite aos fabricantes formularem seus compósitos em variados modos o qual passa pela seleção dos diluentes bem como a composição das partículas e sua concentração. Ainda, assumiram que a concentração de partículas desempenha o papel de maior importância nas propriedades das resinas compostas.

McCabe e Kagi (1991) avaliaram a dureza, resistência à compressão, fadiga e desgaste abrasivo de um compósito para "inlay" com e sem polimerização adicional. A resina estudada foi especialmente desenvolvida para esta pesquisa sendo composta de BisGMA e TEGMA como matriz orgânica, partículas de boro-silicato como carga e um agente de união. Duas cores foram confeccionadas, dentina e esmalte, variando a composição. Os resultados deste estudo apresentaram que a resina de cor de dentina apresentou uma melhora significativa nas propriedades mecânicas em relação à cor de esmalte. As propriedades como dureza após 24 h, 7 dias, resistência à compressão e desgaste aumentaram seus resultados após a polimerização adicional. No entanto, a resistência à fadiga diminuiu para ambas cores testadas. Houve uma melhora nas propriedades no grupo com polimerização adicional, no entanto, os autores apresentaram dúvidas a respeito de tal pequena melhora nas propriedades em relação a um significativo efeito na durabilidade clínica.

Kildal e Ruyter, em 1997, avaliaram as diferenças nas propriedades mecânicas de três compósitos em relação às técnicas de polimerização intra e extra oral de restaurações diretas e indiretas, e como as mesmas são afetadas pela absorção de água. As características de fratura em compressão, assim como a relação tensão-deformação em carga constante, tanto em compressão quanto flexural, foram determinadas. Um segundo objetivo foi investigar a influência do conteúdo de carga e composição do monômero nas propriedades mecânicas. Os materiais testados foram Brilliant (Coltene), Charisma (Kulzer) e EOS (Vivadent), que foram polimerizados com dois métodos. O método A consistiu em fotopolimerizar com uma unidade manual de fotopolimerização e o método B foi realizado em uma caixa de luz. A absorção de água diminuiu os valores de resistência para todas as amostras. O método B (polimerização em fornos) aumentou significativamente a resistência em relação ao método A. A absorção de água diminuiu o módulo de elasticidade para as amostras do método A. Os valores finais de resistência também se diferiram das amostras testadas em seco e submersas com o método B. Houve apenas uma pequena diferença nas propriedades compressiva e flexural entre as amostras polimerizadas de acordo com o método A e B.

Krishnan, Manjusha e Yamuna (1997) usaram quatro cadeias alifáticas orgânicas longas (TEGDMA, EDMA, TEGDA e TTEGDA) como diluentes para confecção de resina composta fotossensível. Amostras polimerizadas de pasta preparadas usando os diluentes foram armazenadas separadamente por períodos de 60 dias em água destilada à 37 °C e testadas quanto à resistência compressiva, tração diametral e microdureza em períodos específicos de 1, 7, 14, 21, 28 e 60 dias. As amostras preparadas usando TEGDMA apresentaram maiores valores de resistência comparavelmente aos demais diluentes, embora estas apresentaram uma leve deterioração quando armazenadas em água destilada em 60 dias. As amostras preparadas usando EDMA apresentaram um baixo coeficiente de variação nos resultados, enquanto as amostras preparadas usando TEGDA e TTEGDA apresentaram grande variabilidade dos resultados de resistência durante os primeiros 28 dias. Segundo os autores, o TEGDMA pareceu ser a melhor escolha dentre os diluentes testados, apresentando melhor resistência à compressão e tração diametral, embora haja uma tendência de redução nos valores com o tempo de armazenagem. As características de resistência não são drasticamente afetadas

pela alteração do diluente, embora o uso de cadeias de baixo peso molecular, tais como EDMA, pareceu manter estáveis as propriedades com o tempo de armazenagem.

Krishnan e Yamuna (1998) avaliaram a influência da inserção de carga de vidro radiopaco em substituição a partículas convencionais na resistência à compressão, tração diametral e microdureza. A concentração do iniciador canforoquinona, o tempo de exposição da fonte de luz e o tamanho da partícula foram outras variáveis testadas no estudo. Doze diferentes pastas foram confeccionadas tendo como matriz o BisGMA e TEGDMA como diluente. Para o teste de microdureza, doze amostras foram preparadas com 6 mm de diâmetro e 3 mm de altura, levados ao microdurômetro e uma carga de 100 g foi aplicada por 15 s em cada amostra. Para o teste de resistência à compressão, dez amostras de cada pasta foram confeccionadas com 3 mm de diâmetro e 6 mm de altura, armazenadas por 24 h à 37 °C e testadas em máquina de ensaio universal à 10 mm/min. Os dados foram analisados com teste t de Student e análise de variância à 5 %. A microdureza da resina composta fotoativada aumentou com maiores tempos de exposição de forma que uma concentração de iniciador de 0,25 a 0,5 % em peso produziu compósitos com excelente resistência à compressão e tração diametral. O excesso de iniciador deve ser evitado, pois poderá alterar a cor da resina composta polimerizada. Partículas de carga com tamanho de 0,7 a 1 µm produziram melhores propriedades mecânicas.

Taylor *et al.* (1998) relacionaram o tipo e conteúdo de carga, composição e viscosidade da matriz resinosa e as características de escoamento de diferentes formulações de compósitos. Pastas com BisGMA e análogos a este foram diluídos com TEGDMA produzindo soluções com 1000 e 2000 cp correspondendo à variabilidade de escoamento das matrizes de compósitos comerciais. Todas as matrizes foram misturadas com carga híbrida (0,76 µm médio de partícula) silanizada e uma micropartícula silanizada (menor que 0,5 µm). Para cada combinação, o conteúdo máximo de carga foi determinado, assim como a consistência da pasta (plasticidade). A consistência das pastas foram avaliadas por uma modificação da especificação da ADA desenvolvido para determinar a consistência padrão dos cimentos de fosfato de zinco e silicato. Para cada

combinação de carga-monômero, o aumento do conteúdo de carga reduziu a plasticidade. Para os materiais usados, o conteúdo máximo de carga foi de 86 wt% para a carga híbrida e 36 wt% para o material microparticulado. Nos valores mais baixos de conteúdo de carga, diferenças na plasticidade foram observadas mesmo em conteúdos iguais de carga e viscosidade da matriz. Esta variedade na plasticidade pode ser explicada pela quantidade de TEGDMA presente na mistura. Segundo os autores, para cada combinação matriz-carga, há uma característica de máximo conteúdo de carga. O conteúdo máximo de carga está relacionado à natureza da carga. Menos carga microparticulada é necessária para produzir uma pasta de mesma plasticidade que a híbrida. Para todas as misturas, a redução do conteúdo de carga aumenta a plasticidade e, em mesma plasticidade, matrizes mais viscosas aceitam mais carga aumentando suas propriedades.

Brosh *et al.* (1999) determinaram e correlacionaram as resistências à compressão e à tração de resinas compostas, o padrão e a probabilidade de falha sob condições de tensão. Dez marcas comerciais de compósitos (Herculite XRV, Kerr; Brilliant, Coltene; Z100, 3M; Graft LC, GC; Charisma, Kulzer; TPH, Dentsply; Pertac, Espe; Tetric, Vivadent; Aelitefil, Bisco; Amelogen, Ultradent) foram testados quanto a resistência à tração diametral e compressão. Vinte e cinco amostras de cada material foram confeccionadas para cada teste mecânico. Para o teste de compressão, amostras com 3 mm de diâmetro e 6 mm de altura foram confeccionadas, enquanto que para tração diametral, amostras com 6 mm de diâmetro e 3 mm de altura foram preparados. As amostras foram armazenadas por 7 dias em recipiente protegido da luz e foram testados em máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/min. Os valores de resistência à tração diametral foram aproximadamente 20 % da resistência compressiva dos materiais. Os testes de comparação múltipla indicaram que as propriedades de resistência à tração diametral foram muito mais sensíveis na predição de diferenças entre as resinas compostas quando comparadas ao teste de resistência compressiva. O Pertac (Espe) apresentou a maior resistência compressiva. Nas resinas Graft LC (GC) e Z100 (3M) observaram-se os maiores valores de resistência à tração diametral. Os valores de resistência à compressão variaram de 300 a 198 MPa. Nenhuma correlação foi encontrada entre a resistência à compressão e tração diametral.

Xu (1999) avaliou o uso de filamentos mono-cristalinos (nitrato de sílica), como carga de resina composta, assim como o efeito do conteúdo deste tipo de carga nas propriedades do compósito. Partículas de sílica foram fundidas nos filamentos a fim de facilitar a silanização e criar irregularidades nas mesmas permitindo uma maior retenção à matriz orgânica (BisGMA e TEGDMA). A resistência flexural, o módulo de elasticidade, microdureza e grau de conversão foram medidos em função do conteúdo de carga em peso (0 a 70 %). O módulo de elasticidade e a dureza aumentaram uniformemente com o nível de carga. A resistência flexural aumentou inicialmente, porém ficou em platô com o aumento do conteúdo de carga a partir de 55 wt%. O grau de conversão diminuiu com o aumento do conteúdo de carga. Com isso, o autor concluiu que o reforço pelos filamentos cerâmicos pode aumentar significativamente as propriedades mecânicas das resinas compostas.

Cobb *et al.*, em 2000, avaliaram três compósitos compactáveis (Alert, SureFil e Solitaire), um compósito híbrido convencional (TPH Spectrum) e um compósito microparticulado (Heliomolar Radiopaque), indicados para a restauração de dentes posteriores, quanto à resistência flexural, resistência à tração diametral, resistência à compressão e profundidade de polimerização. Para o teste de resistência à tração diametral, foram confeccionadas dez amostras com 6 mm de diâmetro e 3 mm de altura. Para o teste de resistência à compressão, foram confeccionadas dez amostras com 4 mm de diâmetro e 6 mm de altura, sendo que o compósito foi inserido em três incrementos de 2 mm. Para o teste de resistência flexural foram confeccionadas dez amostras de 25 mm de comprimento X 2 mm de altura X 2 mm de largura. A unidade de fotoativação utilizada no estudo apresentava uma intensidade de luz de 500 mW/cm<sup>2</sup>. Os resultados, em MPa, para o teste de resistência à tração diametral foram: TPH 68,4 (7,2), Alert 60,1 (6,0), SureFil 58,7 (5,4), Heliomolar 45,4 (4,2) e Solitaire 34,4 (5,5). Para o teste de resistência flexural, os compósitos apresentaram os seguintes resultados, em MPa: TPH 180,5 (29,9), Alert 157,7 (15,5), SureFil 149,6 (22,5), Heliomolar 93,7 (7,0) e Solitaire 73,1 (6,3). Os resultados, em MPa, para o teste de resistência à compressão, foram: TPH 310,6 (29,5), Alert 287,5 (21,4), SureFil 356,8 (24,9), Heliomolar 236,9 (26,6) e Solitaire 296,8 (41,1). O compósito híbrido TPH Spectrum apresentou resistência

à tração diametral e resistência flexural significativamente maiores que os compósitos compactáveis e microparticulado; sendo comparável com dois dos três compósitos compactáveis (ALERT e SOLITAIRE) em resistência à compressão, sendo que, neste teste, o compósito compactável SureFil teve valores de resistência à compressão significativamente maiores que os demais compósitos testados.

Shortall, Uctasli e Marquis, em 2001, avaliaram a resistência à fratura de uma grande variedade de resinas compostas restauradoras fotoativadas disponíveis na época. Os produtos indicados somente para uso em anterior foram testados juntamente com materiais universais para dentes posteriores. O material universal e o posterior produziram maiores valores de torque à fratura (T) no geral em comparação aos produtos para anterior. Trinta e seis compósitos foram avaliados. Seis destes produtos foram desenvolvidos e indicados para uso em anterior; 22 foram identificados como materiais universais e oito foram exclusivamente desenvolvidos para uso em posterior. Amostras chanfradas de 5 mm de diâmetro ( $\pm 0,1$  mm) e 2 mm de profundidade ( $\pm 0,1$  mm) foram preparadas com um entalhe central com ângulo de 90 °. A fratura foi induzida utilizando uma máquina de ensaio universal Instron com velocidade de 1mm/min. utilizando uma esfera de 3 mm de diâmetro que promovia dois pontos de contato distribuídos igualmente a fim de fraturar a amostra em duas metades. Dez amostras foram preparadas para cada grupo de teste. Os valores médios (DP) de torque (N x mm) variaram de 8,04 (0,97) a 13,58 (0,86) para os compósitos de uso em anteriores; 9,04 (0,66) a 18,88 (1,86) para os materiais universais e 8,7 (0,68) a 17,32 (1,59) para os produtos recomendados para uso em posterior. Além disso, os produtos para anterior apresentaram médias significativamente menores para os valores de torque em relação aos outros grupos testados. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os produtos de uso universal e para posterior. As resinas compostas fotoativadas disponíveis apresentavam uma grande variedade de valores de resistência à fratura. Para os produtos avaliados nesta pesquisa, os compósitos de uso universal e para uso posterior apresentaram médias de resistência à fratura significativamente maiores. De acordo com os resultados deste estudo, alguns dos materiais para posterior poderiam ser susceptíveis à fratura marginal e do corpo em situações de grande estresse “in vivo”.

Kim, Ong e Okuno (2002) classificaram resinas compostas comerciais de acordo com a morfologia da carga inorgânica, avaliaram a influência da morfologia no conteúdo presente na resina e avaliaram o efeito do conteúdo e morfologia na dureza, resistência flexural, módulo flexural e resistência à fratura. A microscopia eletrônica de varredura e a espectroscopia por dispersão de energia foram usados para classificar três amostras de 14 compósitos em quatro grupos de acordo com sua morfologia. O conteúdo de carga em peso foi determinado pelo método termogravimétrico, onde as amostras foram aquecidas até 600 °C a fim de volatilizar a parte orgânica. A dureza Vickers foi determinada com uma carga de 200 g por 15s, a resistência flexural e o módulo flexural foram testados em uma máquina de ensaio universal. Os dados foram comparados com análise de variância seguido do teste múltiplo de Duncan ( $p < 0,05$ ). Os compósitos foram classificados em quatro categorias de acordo com a morfologia da carga: pré-polimerizada, formas irregulares, pré-polimerizada com formas irregulares e partículas esféricas. O conteúdo de carga presente nos compósitos foi influenciado pela morfologia deste. Os compósitos que continham cargas pré-polimerizadas apresentaram baixos valores de conteúdo de carga (25 a 60 %). As propriedades mecânicas dos compósitos foram relacionadas com o conteúdo de carga. Os compósitos com a maior quantidade de carga apresentaram maior resistência flexural (120 a 129 MPa), módulo flexural (12 a 15 GPa) e dureza (101 a 117 VHN). A resistência à fratura também foi afetada pelo volume de carga, mas o resultado máximo de resistência foi encontrado com um nível de 55 % de carga. Com isso, os autores puderam concluir que os compósitos testados puderam ser classificados pela morfologia da carga. Esta propriedade influenciou no conteúdo de carga. Ambos, morfologia e conteúdo influenciaram a resistência flexural, módulo flexural, dureza e resistência à fratura.

Neves *et al.* (2002) avaliaram a correlação entre grau de conversão e microdureza em resinas compostas, e o efeito do conteúdo de partículas e do tipo de unidade fotoativadora sobre esses parâmetros. Três resinas compostas (Artglass®, Hareaus-Kulzer; Solidex®, Shofu; Zeta LC®, Vita) foram polimerizadas em três diferentes unidades laboratoriais (UniXS®, Hareaus-Kulzer; Solidilite®, Shofu; e unidade Experimental). Para cada material, 15 corpos-de-prova foram confeccionados em uma matriz metálica, e submetidos às análises do grau de conversão por meio de espectrofotometria por infravermelho e da microdureza. O

conteúdo de partículas inorgânicas foi determinado por análise termogravimétrica (TGA). O comportamento conjunto das variáveis - grau de conversão e microdureza - foi medido através do coeficiente de correlação de Pearson. Para a resina Artglass®, o grau de conversão variou de 37,5% a 79,2%, com valores de microdureza de 32,4 a 50,3 ( $r = 0,904$ ). Para a resina Solidex®, o grau de conversão variou de 41,2% a 60,4%, com valores de microdureza de 33,3 a 44,1 ( $r = 0,707$ ). Para a resina Zeta LC®, os valores de conversão e microdureza foram, respectivamente, de 62,0% a 78,0% e de 22,6 a 33,6 ( $r = 0,710$ ). Concluiu-se que o uso das diferentes unidades resultou em variações dos valores de conversão em função das características específicas de cada unidade. Para cada material, uma forte correlação entre conversão e microdureza foi observada. Além disso, quando materiais diferentes foram comparados, observou-se que o conteúdo de partículas inorgânicas afetou diretamente os valores de microdureza, não interferindo no grau de conversão.

Adabo *et al.*, em 2003, avaliaram sete resinas compostas fotoativadas indicadas para a restauração de dentes posteriores (ALERT, Ariston pHc, Solitaire, Definite, P 60, Z-100 e Tetric Ceram), para determinar a porcentagem do conteúdo de partículas inorgânicas e comparar com a resistência flexural. O teste de resistência flexural, seguindo as especificações da ISO 4049, foi realizado em dez amostras de cada resina, e o ensaio realizado com uma máquina de teste mecânico com velocidade de 0.75 mm/min. Os resultados foram avaliados estatisticamente com análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey. Os valores para o teste de resistência flexural (MPa) foram: P 60 170,028 (15,078), Z-100 151,349 (12,097), Tetric Ceram 126,146 (8,515), ALERT 124,895 (12,155), Ariston pHc 102,003 (17,655), Definite 93,636 (7,831) e Solitaire 56,710 (9,530). Os autores não encontraram relação direta entre o conteúdo de partículas inorgânicas e resistência flexural dos materiais testados.

Say *et al.* (2003) determinaram a resistência abrasiva de corpo triplo de cinco resinas: P-60, Solitaire 2, Ariston AT, Tetric Ceram e Admira. O estudo avaliou também a correlação entre a resistência e dureza dos compósitos. O teste de desgaste de corpo triplo foi realizado usando uma máquina de abrasão ACTA com 15 N de força de contato usando milho moído como abrasivo. A profundidade ( $\mu\text{m}$ )

foi avaliada por um profilômetro após 200000 ciclos. O teste de dureza foi realizado usando um microdurômetro digital (carga de 500 g por 15 s). Os dados foram analisados pelo teste Kruskal Wallis ( $p < 0,05$ ). Houve diferença significativa entre os compósitos quanto à abrasão (P-60 < Solitaire 2 < Ariston AT < Tetric Ceram < Admira). A resina P-60 apresentou o maior valor de microdureza. Nenhuma outra diferença significativa foi observada entre as demais resinas quanto à microdureza. Os resultados deste estudo indicaram que há diferenças significantes na resistência abrasiva dos compósitos. A correlação entre dureza e desgaste foi significativa ( $r: - 0,91$ ). Portanto, os autores concluíram que houve uma correlação negativa entre dureza e desgaste de corpo triplo dos compósitos testados.

Mitra, Wu e Holmes, em 2003, desenvolveram o compósito nanoparticulado Filtek Supreme Standard, 3M, composto por partículas nanométricas com tamanho médio de 20 nm e nanoaglomerados, com tamanho médio de 6 $\mu$ m; e o compósito nanoparticulado Filtek Supreme Translucent, 3M, composto por partículas nanométricas, com média de 75 nm e com menor quantidade de nanoaglomerados de sílica. Os autores compararam propriedades mecânicas de resistência à compressão, resistência à tração diametral, desgaste, resistência à fratura, resistência flexural, retenção do polimento, morfologia de superfície após abrasão por escovação e análise por microscopia eletrônica de transmissão, com os compósitos A110, Z-250, TPH Spectrum, Esthet-X e Point 4. Para o teste de resistência à tração diametral, os compósitos testados apresentaram os seguintes valores (MPa): Z-250 96,6 (5,6), TPH 80,7 (5,3), Point 4 76,6 (6,8), Esthet-X 66,7 (4,1), A 110 52,3 (2,9), Supreme Standard 80,7 (3,2) e Supreme Translucent 87,6 (9,0), sendo que a análise estatística mostrou que os valores para os compósitos nanoparticulados Supreme Standard e Supreme Translucent foram equivalentes ou maiores que os demais compósitos testados. Para o teste de resistência à compressão, os compósitos apresentaram os seguintes valores (MPa): Z-250 454,5 (10,2), TPH 378,6 (26,7), Point 4 433,8 (15,7), Esthet-X 422,1 (36,8), A 110 376,6 (32,6), Supreme Translucent 458,6 (20,8) e Supreme Standard 426,2 (27,5), sendo que a análise estatística mostrou que os valores para os compósitos nanoparticulados Supreme Standard e Supreme Translucent foram equivalentes ou maiores que os demais compósitos testados. Para o teste de resistência flexural de três pontos, os compósitos apresentaram os seguintes valores (MPa): Z-250 161,2

(17,2), TPH 136,1 (10,6), Point 4 136,0 (15,0), Esthet-X 140,6 (6,9), A 110 94,0 (5,7), Supreme Translucent 177,1 (19,0) e Supreme Standard 153,1 (14,1), sendo que a análise estatística revelou que os compósitos nanoparticulados Supreme Translucent e Supreme Standard foram superiores que os compósitos TPH, Point 4 e A 110; e não apresentaram diferença para os demais compósitos usados neste teste. Os autores concluíram que os compósitos nanoparticulados podem ser considerados materiais restauradores universais, haja visto os resultados apresentados em todos os testes realizados, alertando que estudos clínicos são necessários para confirmar os achados laboratoriais.

Baseren, em 2004, avaliou os efeitos de diversos procedimentos de acabamento e polimento sobre a rugosidade superficial de compósitos nanoparticulados e nanohíbridos e de materiais restauradores dentais baseados em ormocer. Os materiais incluídos foram um compósito nanoparticulado (Supreme), um compósito nanohíbrido (Grandio) e um ormocer (cerâmica modificada organicamente, Admira). Quarenta espécimes de cada material foram preparados usando uma matriz Mylar (tira de poliéster) e divididas, ao acaso, em quatro grupos de acabamento e polimento (n=10): (I) broca de diamante/Super-snap Rainbow Technique Kit (revestidos de óxido de alumínio, discos abrasivos); (II) broca de diamante/Astropol and Astrobrush system (sistema de escova e polidores abrasivos de silicone); (III) broca carbide de Tungstênio/Super-snap Rainbow Technique Kit; e (IV) broca carbide de Tungstênio/Astropol and Astrobrush system. A média da rugosidade superficial (Ra) em micrometros foi medida usando um avaliador de rugosidade superficial "Mahr Perthometer S4P" e os dados foram comparados usando ANOVA ( $p < 0,05$ ). Os resultados deste estudo indicaram que a matriz Mylar produziu a superfície mais lisa sobre todos os materiais e entre os métodos de acabamento e polimento. O primeiro e o terceiro métodos produziram superfícies mais lisas significativamente do que o segundo e o quarto métodos para os três materiais restauradores. O ormocer (Admira) produziu a variabilidade mais baixa em rugosidade superficial inicial entre os materiais testados. Este estudo mostrou que os discos abrasivos Super-snap produziram uma superfície mais lisa do que os polidores de silicone Astropol e Astrobrush para compósitos e materiais restauradores baseados em ormocer, mas os resultados seriam válidos clinicamente para superfícies planas e acessíveis facilmente, e não para todas as áreas da boca.

Portanto, polidores de silicone são necessários para áreas posteriores e para superfícies côncavas e convexas.

Barros *et al.*, 2004, compararam “in vitro” a microdureza de quatro compósitos. Dez amostras cilíndricas de 5 mm de diâmetro e 3 mm de profundidade foram confeccionadas com quatro compósitos: dois microparticulados (Du.Durafill, Heraeus Kulzer; e HE.Heliomolar, Vivadent), microhíbrida (Z2.Filtek Z250, 3M Espe) e uma nanopartícula (SU.Filtek Supreme, 3M Espe). As amostras foram fotopolimerizadas por 40 segundos, incluídas em resina acrílica, desgastadas até a granulação 1200 e armazenadas em água destilada à 37° por 72h. Seis medições (Knoop) foram realizada em cada uma das 10 superfícies de cada grupo sob carga de 25g por 15s. Os dados foram analisados com Anova de um fator e Scheffé ( $p < 0,05$ ). Os valores médios de número de dureza Knoop foram: Z2=100,3<sup>a</sup>; Su=89,7<sup>b</sup>; HE=51,4<sup>c</sup>; DU=38,6<sup>b</sup>. Médias com diferentes letras são estatisticamente diferentes para um  $p < 0,05$ . A Filtek Z250 apresentou o maior valor de microdureza, seguido pela Supreme. A resina nanopartícula Supreme apresentou uma microdureza maior do que a micropartícula. A microdureza superficial pode depender da característica da carga.

Lopes *et al.*, 2004, avaliaram a resistência à tração diametral de compósitos microhíbridos. Amostras cilíndricas de resinas compostas foram preparadas a partir de um molde metálico cilíndrico de 4 mm de diâmetro e 6 mm de altura. Cada compósito foi inserido até completar a matriz ( $n=8$ ). Uma matriz de poliéster foi posicionada sobre a resina composta e a fotopolimerização realizada por 40 segundos para cada incremento de 2 mm (600 mW/cm<sup>2</sup>). As resinas compostas testadas foram: Z-250 (Z2.3M), Arabesk (Ar.Voco), Míris (Mi.Coltène), Point4 (P4.Kerr), Vênus (Vê.Kulzer), Prodigy (Pr.Kerr), Tetric Ceram (Tc.Vivadent). Duas resinas micropartículas A110 (A1.3M) e Micronew (Mn.Bisco) e uma de nanopartículas Supreme (Su.3M) foram usadas como controle negativo. Uma resina híbrida foi usada como controle positivo Clearfil AP-X (AP.Kuraray). Os cilindros foram armazenados em água por 24 horas e posicionados horizontalmente entre duas bases metálicas em uma máquina de ensaio universal (Instron 4444) com velocidade de 1 mm/min. Os dados foram analisados com Anova de um fator e Scheffé ( $p < 0,05$ ). Os valores médios de resistência à tração diametral foram:

Su=49,9<sup>a</sup>; Z2=48,4<sup>a</sup>; Ap=47,0<sup>a</sup>; Tc=45,7<sup>ab</sup>; Vi=45,1<sup>ab</sup>; Ex=44,6<sup>ab</sup>; Na=43,5<sup>ab</sup>; Vê=43,3<sup>ab</sup>; P4=43,2<sup>ab</sup>; Mn=39,8<sup>abc</sup>; Pr=38,8<sup>bc</sup>; Ar=38,2<sup>bc</sup>; Mi=37,2<sup>bc</sup>; A1=31,9<sup>c</sup>. As médias com a mesma letra não são estatisticamente diferentes para um  $p < 0,05$ . O diferente conteúdo de carga ou composição característica pode ser mais importante para o teste de resistência à tração diametral do que o tamanho e as características de distribuição da carga dos compósitos testados.

Reich *et al.* (2004) determinaram o desgaste de corpo triplo, resistência à fratura e módulo de elasticidade de quatro resinas compostas para uso indireto (Artglass, Vita Zeta LC e Targis) e uma resina para uso direto (Z100). Além disso, o teste de desgaste foi realizado nas matrizes puras dos materiais e comparados ao amálgama como referência. O desgaste dos materiais indiretos foi maior do que Z100 (13  $\mu\text{m}$ ) e amálgama (14  $\mu\text{m}$ ) ( $p < 0,01$ , Mann-Whitney). As resistências médias (MPa) de fratura para os compósitos indiretos variaram de 127,5 (Targis) à 71,6 (Vita Zeta LC). O módulo de elasticidade dos compósitos variaram de 2,9 à 12,8 GPa. O grau de desgaste das matrizes não diferiu significativamente. O desgaste das resinas foi influenciado pelo seu conteúdo de carga, tamanho médio de carga, tipo, forma e silanização da mesma.

Em 2004, Terry relatou que a mais recente inovação em tecnologia de resina composta é a aplicação de teorias de nanocompósitos em materiais restauradores. Estes possuem estética, resistência e durabilidade aumentadas combinando com princípios científicos para aumentar a longevidade. Este artigo discute a aplicação de sistemas de nanocompósitos e demonstra a perspectiva histórica de tecnologia de resinas compostas nos tratamentos restauradores.

Poskus, Plácido e Cardoso, em 2004, analisaram a influência de duas técnicas de inserção na dureza Vickers e Knoop de cavidades classe II restauradas com resinas compactáveis (Alert, Solitaire 2, Surefil) e micropartícula convencional e híbrida (A110 e Z250, respectivamente). Para isso, 50 cavidades classe II padronizadas (5x3x1,5 mm<sup>3</sup>) foram preparadas em pré-molares. Estes dentes foram divididos em dez grupos (n=5) e restaurados de acordo com cada material e técnica de inserção (incremental ou em incremento único). Após a armazenagem em água destilada à 37°C por 24 horas, estes foram termociclados (700 ciclos/ 5-55°C, com

intervalo de 1 min.) e seccionados longitudinalmente. Uma secção de cada amostra foi preparada e polida para medições de dureza Knoop e Vickers. Dezesesseis endentações foram realizadas em cada restauração, oito na superfície oclusal e oito na cervical. Os dados foram submetidos à ANOVA que demonstrou que todos os materiais apresentaram menor número de dureza na superfície cervical quando a técnica de incremento único foi empregada, quando comparado à superfície oclusal ( $p < 0,001$ ), no entanto, o mesmo comportamento não foi observado com a técnica incremental. O teste de correlação de Pearson demonstrou uma correlação positiva entre os valores de dureza Vickers e Knoop.

Em 2005, Silikas *et al.* caracterizaram as propriedades superficiais de alguns compósitos resinosos empregando uma série de métodos físico-químicos. Espécimes de três compósitos microhíbridos (Palfique Estellite-PE, Z250 Filtek-ZF, Tetric Ceram-TC) e um nanoparticulado (Filtek Supreme-SF) fotopolimerizados convencionalmente e polidos com discos Soflex foram estudados com relação às seguintes propriedades: composição química da superfície e grau de conversão  $C=C$  (FTIR), energia de superfície (ângulos de contato), textura superficial (AFM), rugosidade superficial (AFM, profilômetro stylus) e lustro (especulado num ângulo de  $20^\circ$ ,  $60^\circ$ ). Os resultados das medidas de lustro especuladas foram sujeitos à análise estatística pelo método ANOVA de duas vias com ângulo de lustro e material como variáveis discriminantes. Além disso, diferenças dos grupos foram investigadas com o teste Comparação Múltipla de Tukey com nível de significância de 0,05. As análises estatísticas do grau de conversão, AFM e parâmetros de rugosidade superficial do profilômetro stylus, e energia de superfície entre os produtos testados foram realizadas pelo método ANOVA de uma via e pelo teste Comparação Múltipla de Tukey à um nível de significância de 0,05. Análises de regressão foram usadas para avaliar a correlação entre AFM e parâmetros de rugosidade superficial  $R_a$  do profilômetro stylus, e entre rugosidade superficial e lustro especulado. As análises estatísticas foram realizadas usando o software Sigma Stat. Grupos moleculares polares e não polares foram identificados em todos os produtos incluindo NH e CONH (SF, ZF e TC). SF e ZF demonstraram conversão mais alta do que PE e TC ( $p < 0,05$ ). Diferenças não significantes ( $p > 0,05$ ) foram encontradas em tensão de superfície crítica, procedimento total de adesão e componentes polares e de dispersão, o último sendo o mais alto em todos os produtos. AFM mostrou a textura

de superfície mais lisa em PE. A ordem dos parâmetros de rugosidade Sa, Sq, Ra e Rz foi PE<SF<ZF, TC ( $p<0,05$ ). Medidas de lustro num ângulo de 20° (PE, SF>ZF>TC,  $p<0,05$ ) foram mais sensíveis do que medidas de lustro num ângulo de 60° (PE, SF>TC,  $p<0,05$ ) em revelando diferenças de lustro. Uma correlação positiva encontrada entre Sa e Ra e negativa entre Sa e lustro num ângulo de 20°. Diferenças em composição química e grau de conversão implicam em variações prováveis na estabilidade química das superfícies dos compósitos no ambiente oral. Apesar dos níveis semelhantes de energia livre de superfície, as variações em textura de superfície e rugosidade sugerem capacidade de retenção de placa diferente e resistência ao desgaste entre os materiais testados. Rugosidade foi altamente correlacionada com medidas de lustro que afetam fortemente a aparência estética de compósitos resinosos. Vantagens não significativas foram documentadas entre as propriedades investigadas para o material nanoparticulado, em relação ao grupo estudado de compósitos resinosos microhíbridos.

Correr *et al.* (2005) avaliaram o efeito do aumento da densidade de energia na dureza Knoop das resinas compostas Z250 e Esthet-X. Cavidades cilíndricas (3 mm de diâmetro X 3 mm de profundidade) foram preparadas na superfície vestibular de 144 incisivos bovinos. As resinas compostas foram inseridas e polimerizadas usando diferentes tempos e unidades fotopolimerizadoras: halógeno convencional QTH (700 mW/cm<sup>2</sup>; 20 s, 30 s e 40 s); LED (440 mW/cm<sup>2</sup>; 20 s, 30 s e 40 s); PAC (arco de plasma de xenônio 1700 mW/cm<sup>2</sup>; 3 s, 4.5 s e 6 s). As amostras foram armazenadas à 37°C por 24 h antes de serem seccionadas e medidas quanto à microdureza Knoop. Três medidas foram obtidas para cada profundidade: superfície externa, 1 mm e 2 mm. Os dados foram analisados estatisticamente com ANOVA e Tukey ( $p<0,05$ ). Indiferentemente do tipo de fonte de luz ou densidade de energia, a dureza Knoop da Z250 foi significativamente maior que Esthet-X ( $p<0,05$ ). As amostras polimerizadas com PAC apresentaram dureza menor do que aquelas polimerizadas com QTH e LED ( $p<0,05$ ). Valores maiores de dureza Knoop foram obtidos quando a densidade de energia foi aumentada para o LED e PAC ( $p<0,05$ ). Não foram observadas diferenças estatisticamente significantes para QTH ( $p>0,05$ ). Os valores de dureza Knoop diminuíram com o aumento da profundidade. O aumento da densidade de energia resultou em resinas com maior dureza Knoop usando LED e PAC.

Mota (2005) avaliou propriedades mecânicas selecionadas de seis marcas comerciais de resina composta para uso direto, determinando a resistência à compressão, módulo de elasticidade, microdureza Vickers e conteúdo de carga em peso, assim como, correlacioná-las. Diferentes resinas compostas em matriz orgânica e carga foram testadas (Admira (AD), Voco; Charisma (CH), Heraeus-Kulzer; InTen-S (IN) e Tetric Ceram (TC), Ivoclar Vivadent; Point 4 (P4), Kerr; Z250 (Z2), 3M ESPE). Para cada grupo, a resistência à compressão (n=12), módulo de elasticidade (n=12), microdureza Vickers (n=10) e conteúdo de carga em peso (n=10) foram determinados. Os resultados obtidos nos ensaios foram comparados estatisticamente com análise de variância e Tukey ( $p < 0,05$ ). As propriedades mecânicas foram correlacionadas ao conteúdo de carga em peso com o coeficiente de correlação de Pearson ( $p < 0,01$ ). O modelo de regressão linear simples foi aplicado para determinar o grau de influência do conteúdo de carga em peso sobre as propriedades mecânicas. As médias obtidas para resistência à compressão (MPa) foram: AD 119,21; CH 169,98; IN 150,81; P4 76,60; TC 155,11; Z2 222,33. As médias obtidas para módulo de elasticidade (GPa) foram: AD 3,38; CH 3,42; IN 2,56; P4 3,07; TC 4,35; Z2 4,59. As médias para microdureza Vickers (VHN) foram: AD 61,5; CH 66,92; IN 78,36; P4 50,53; TC 80,61; Z2 87,88. Para o conteúdo de carga em peso (wt%): AD 75,55; CH 76,33; IN 72,51; P4 75,61; TC 79,56; Z2 78,72. Houve diferença estatisticamente significativa entre as resinas quando comparadas nos diferentes ensaios ( $p < 0,05$ ), assim como, correlações positivas fortes ( $0,881 < r > 0,992$ ;  $p < 0,01$ ) foram observadas quando as propriedades mecânicas foram correlacionadas ao conteúdo de carga. Z2 apresentou, estatisticamente, a maior média para resistência à compressão. Z2 e TC apresentaram, estatisticamente, as maiores médias para o módulo de elasticidade, microdureza Vickers e conteúdo de carga. Baseado nos resultados, o conteúdo de carga influenciou fortemente nas propriedades mecânicas das resinas testadas ( $0,78 < R^2 > 0,98$ ;  $p < 0,01$ ).

Santos *et al.* (2005) avaliaram a microdureza superficial das resinas compostas nanoparticuladas comparativamente às resinas microhíbridas e às de micropartículas, sob ação de diferentes soluções químicas. Os materiais testados foram: micropartículas – Renamel Microfill, Durafill VS; microhíbridas – Filtek Z250, Renamel Universal; nanoparticulas – Filtek Supreme e Esthet X, sendo realizadas 18

amostras por material. A análise de microdureza Knoop foi realizada (100 gF por 30 s), realizando-se três leituras aleatórias na superfície de cada amostra. Os corpos-de-prova foram imersos em solução desmineralizante-remineeralizante, coca-cola light lemon e em ácido clorídrico 0,2M à 2 %. A resina Supreme, no grupo controle, apresentou dureza Knoop de 80,83 ( $\pm$  4,65) enquanto a Esthet X 75,48 ( $\pm$  4,43). Independente da solução, as resinas apresentaram desempenhos similares e as resinas nanoparticuladas apresentaram microdureza intermediária entre os grupos-controle.

Zhang *et al.*, em 2005, relataram que as pesquisas sobre polímeros de nanofibras alcançaram progressos significativos na última década. Uma das principais forças diretrizes deste progresso foi o aumento da utilização desses polímeros para aplicações nas áreas biomédicas e biotecnológicas. Este artigo apresenta uma revisão sobre os últimos avanços das pesquisas feitos na utilização de polímeros de nanofibras para aplicações tais como: construções de tecidos, liberação de droga controlada, implantes médicos, separação molecular, biosensores, e preservação de agentes bioativos e nanocompósitos para restaurações dentárias.

Wilson, Zhang e Antonucci, 2005, determinaram o efeito da variação da química na fase interfacial nas propriedades de uma resina composta nanoparticulada. Nanopartículas de sílica foram silanizadas com diversas proporções de MPTMS e OTMS enquanto manteve uma quantia total de silano constante em 10% em peso. As nanopartículas silanizadas foram misturadas em uma resina dimetacrilato (60% de carga em peso). As propriedades mecânicas da pasta não polimerizada foram avaliadas pelo teste de compressão entre bases paralelas. Os compósitos foram fotopolimerizados e testados pelo teste flexural biaxial e flexural de três pontos. As superfícies fraturados foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura. Na porção com maior conteúdo de carga, as características de trabalho da pasta não polimerizada foram mantidas quando o conteúdo de OTMS aumentou em relação ao MPTMS. A resistência flexural e o módulo de MPTMS silanizado e os compósitos silanizados duais foram similares, mas diminuiu com a quantia de OTMS aumentou de 7,5% e 10%. As imagens de microscopia revelaram evidência de separação de fase nos compósitos contendo

sílica silanizada com alto conteúdo de OTMS. Entre os potenciais práticos das nanopartículas silanizadas duais, é a melhora nas características de trabalho dos compósitos com maior conteúdo de carga que deve levar a um compósito com maior módulo e menor contração de polimerização.

Yalcin, Korkmaz e Baseren, 2006, investigaram o efeito dos sistemas de polimento na microinfiltração de uma resina composta nanoparticulada, nanohíbrida e microhíbrida em cavidade classe V. Preparos cavitários foram realizados na junção esmalte-cimento de 36 pré-molares humanos extraídos. Os dentes foram aleatoriamente divididos em três grupos e restaurados com as novas resinas compostas de acordo com as instruções dos fabricantes como segue: Grupo 1, Filtek Supreme e Single Bond; Grupo 2, Grandio e Solobond; e Grupo 3, Artemis e Excite. As restaurações receberam acabamento com pontas diamantadas. Os dentes restaurados que receberam acabamento foram divididos aleatoriamente em dois grupos e polidos usando os seguintes sistemas: Super-Snap ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , sistema de disco abrasivo de baixa e extra-fina granulação) e Astropol/Astrobrush (pontas de polimento abrasivas a base de silicone e escova de polimento). Todas as amostras foram termocicladas 1000 vezes com 10 segundos de intervalo. As amostras foram imersas em corante a base de fuccina básica à 0,5% em água por 24 horas e então seccionadas longitudinalmente no sentido vestibulo-lingual pelo centro de ambas restaurações de cada dente e avaliado sob estereomicroscópio com 30 x de aumento. O grau de penetração do corante foi quantificado. Não foram observadas diferenças nos graus de infiltração nas margens de esmalte ( $p=0,456$ ; Kruskal Wallis), porém as margens em dentina foram significativamente afetadas pelos diferentes sistemas de polimento ( $p=0,037$ ; Kruskal Wallis). Os mais baixos graus de infiltração foram observados para o sistema de polimento Astropol/Astrobrush. A resina composta nanoparticulada apresentou a menor infiltração dentre os grupos neste estudo. A maior infiltração foi observada no compósito nanohíbrido ( $p<0,05$ ; Mann Whitney U test). Sob as condições deste estudo “in vitro”, a resistência à microinfiltração dos compósitos nas margens em esmalte não são afetadas significativamente pelos diferentes sistemas de polimento; os mais baixos graus de infiltração foram registrados para a técnica de polimento Astropol/Astrobrush nos diferentes tipos de compósitos; e o escalonamento do material do maior ao menor

em microinfiltração de acordo com as técnicas de polimento foi Grandio >Artemis > Filtek Supreme.

Lu *et al.*, em 2006, compararam as propriedades mecânicas de uma resina composta com carga esférica (Estelite  $\Sigma$ ) com outras resinas comerciais nanoparticulada (Supreme), microparticuladas (Heliomolar e Renamel) e microhíbridas (Esthet X e Tetric Ceram). Os testes de resistência à compressão, tração diametral, flexural, módulo de elasticidade, resistência ao desgaste e contração de polimerização foram avaliados nos seis materiais. Os resultados observados para resistência à compressão variaram de 252 à 298 MPa, para tração diametral de 35 à 54 MPa (Supreme), sendo que para este teste, a resina Esthet X apresentou média de 46 MPa, 73 à 140 MPa para flexural, 4,8 à 11,1 GPa para módulo de elasticidade, 0,037 à 0,086 mm<sup>3</sup> para desgaste e 2,17 à 3,96 vol% para contração de polimerização. Diferenças estatisticamente significantes foram observadas entre os compósitos nos diferentes testes realizados. A resina composta Estelite comportou-se de forma similar à nanopartícula e às resinas microhíbridas quanto às propriedades mecânicas e resistência ao desgaste. De um modo geral, as resinas compostas apresentaram menor resistência que os demais compósitos com exceção da Renamel para resistência à compressão. Todos materiais apresentaram padrão similar de contração.

Sampaio *et al.*, em 2006, compararam a resistência à tração diametral da resina composta (Supreme A2) polimerizada com LED de alta potência e halógeno convencional (600mw/cm<sup>2</sup>). A hipótese testada foi que diferenças significantes pudessem ser observadas entre a resina composta polimerizada com LED de alta potência e halógena convencional. Trinta discos de compósito com 4 mm x 2,5 mm foram fotopolimerizados com três diferentes unidades: Grupo I - halógeno Optilight Plus (Gnatus) – 600 mW/cm<sup>2</sup>; Grupo II – LED Elipar Freelight 2 (3MESPE) – 1220 mW/cm<sup>2</sup>; e Grupo III – LED Raddi (SDI) – 1400 mW/cm<sup>2</sup>. Todas amostras foram fotopolimerizadas por 40 s em ambas superfícies e armazenadas durante 7 dias em água destilada à 37 °C. As amostras foram submetidas ao teste de resistência à tração diametral usando uma máquina de ensaio universal (EMIC DL 2000) com velocidade de carregamento de 1 mm/min até a fratura. Os valores médios observados foram: Grupo I – 44,42; Grupo II – 54,37; Grupo III – 60,35. Os

resultados foram submetidos ao teste ANOVA/Tukey ( $p=0,05$ ). Houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos I/II e I/III. Entretanto, não foi observada diferença entre os grupos II e III.

Mota *et al.* (2006) avaliaram e compararam o comportamento mecânico de cinco resinas compostas nanoparticuladas nas cores de esmalte e dentina através dos ensaios de tração diametral e microdureza Knoop. As resinas compostas 4 Seasons (Ivoclar Vivadent), Esthet X improved (Dentsply), Filtek Supreme (3M), Grandio (Voco) e Palfique Estelite (Tokuyama Dental Corp.) foram usadas nesta pesquisa. Vinte amostras (6 mm de diâmetro e 3 mm de espessura) de cada material foram confeccionadas. Dez amostras foram submetidas ao teste de microdureza Knoop e as demais ao teste de resistência à tração diametral. Os resultados foram submetidos à análise de variância e Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). Diferenças estatisticamente significantes foram observadas entre os grupos testados ( $p < 0,05$ ). A resistência à tração diametral (MPa) variou de 36,08 (4 Seasons dentina) à 49,24 (Grandio esmalte). A microdureza Knoop variou de 54,45 (Esthet X improved esmalte) à 123,90 (Grandio dentina). Os autores concluíram que há uma grande variabilidade no comportamento mecânico dos compósitos nanoparticulados, entretanto isto não pode ser observado ao se comparar as cores esmalte e dentina, com exceção da resina Grandio.

O objetivo do estudo de Chen *et al.*, em 2006, foi desenvolver um material restaurador fotopolimerizável nanocompósito de baixa contração sem o sacrifício de outras propriedades dos materiais convencionais. Este nanocompósito foi desenvolvido usando uma resina matriz epoxi 3,4-epoxiciclohexilmetil-(3,4-epoxi)ciclohexano carboxilado (ERL4221) com 55% wt de carga de nanosílica com 70-100 nm. GPS (gamma-glicidoxipropil trimetoxisilano) foi usado para modificar a superfície da nanopartícula de sílica. O nanocompósito exibiu baixo coeficiente de contração de polimerização, um quarto dos compósitos a base de metacrilato normalmente usados. Este material também mostrou baixo coeficiente de expansão térmico de 49,8 microm/m por °C que é compatível com as resinas com base em metacrilato (51,2 microm/m por °C). A grande interação interfacial entre a resina e a carga em nanoescala foi demonstrada pela observação de alta resistência e alta estabilidade térmica do nanocompósito. Uma dureza de 62 KHN e resistência à

tração de 47 MPa foram alcançados. Um alto grau de conversão (aproximadamente de 70%) pode ser obtido após 60 s de irradiação.

Dietschi, Ardu e Krejci, em 2006, apresentaram um conceito de caracterização baseado nos sistema colorimétrico  $L^*a^*b$  e nos dados das taxas de contraste da dentina e esmalte humanos, para uma abordagem mais racional e inovadora para a estratificação das resinas compostas em dentes anteriores. Para tal utilizaram dentes extraídos, pertencentes aos grupos A e B do sistema Vita (n=8 por grupo), sendo seccionados de acordo com dois planos diferentes para mensuração da cor específica (usando o sistema CIE  $L^*a^*b$ ) e a opacidade (taxa de contraste). Também foram confeccionadas amostras padronizadas de esmalte e dentina de uma nova resina composta (Miris, Coltène, Whaldent) que foram submetidas à mesma avaliação colorimétrica para comparação com os dentes naturais. Após realizaram a comparação dos dentes dos grupos A e B da Vita com a mesma saturação que mostraram variações limitadas com relação ao  $a^*$  (verde ao vermelho) e  $b^*$  (azul ao amarelo) e encontraram uma única variação significativa que foi o aumento dos valores de  $b^*$  (amarelo) com saturação crescente (A1 para A4 e B1 para B3). Para a taxa de contraste da dentina foram encontradas diferenças limitadas, enquanto para o esmalte houve um aumento de translucidez com a idade (taxa de contraste reduzida). Os autores concluíram que estes dados serviram como base para o conceito de estratificação natural, que utiliza duas massas básicas de resina (dentina e esmalte), as quais mimetizam opticamente os tecidos naturais. Esse conceito permite uma aplicação clínica e estratificação da resina de modo simples, já que usa apenas uma matriz de dentina universal com diversos níveis de saturação, bem como três tipos de esmalte para aos pacientes jovens, adultos e mais idosos, cada um exibindo níveis diferentes de coloração e translucidez.

Beun *et al.*, em 2007, compararam propriedades mecânicas (resistência flexural, módulo flexural estático e dinâmico e microdureza Vickers) e conteúdo de carga inorgânica de quatro resinas compostas híbridas universais (Point 4, Tetric Ceram, Vênus e Z 100), três resinas compostas nanoparticuladas (Supreme, Grandio e Grandio Flow) e duas resinas compostas microparticuladas (Filtek A110 e Durafill VS). Compararam também, neste mesmo estudo, o grau de conversão das resinas compostas, em diferentes espessuras, usando unidades de fotoativação de

luz halógena e LED usando espectrofotometria de Raman. Para o teste de resistência flexural e módulo flexural estático, foi usado o teste de três pontos segundo especificação da ISO 4009; e os valores encontrados foram: Z 100 (123,4 MPa), Supreme (115 MPa), Grandio (110 MPa), Point 4 (108 MPa), Tetric Ceram (93 MPa), Grandio Flow (84 MPa), Vênus (79 MPa), Filtek A 110 (70 MPa) e Durafill VS (50,5 MPa), no qual não houve diferença estatisticamente significativa entre os materiais testados, exceto para a resina composta Durafill VS, que apresentou os valores mais baixos. Quanto ao módulo flexural estático, os valores (GPa) obtidos foram: Grandio (14,2), Z 100 (11,8), Grandio Flow (8,2), Supreme (8,1), Point 4 (8,0), Vênus (7,9), Tetric Ceram (7,0), Filtek A 110 (5,7) e Durafill VS (2,9), onde não houve diferença estatisticamente significativa entre Grandio Flow, Supreme, Point 4, Vênus e Tetric Ceram, sendo que estes obtiveram valores estatisticamente maiores que Durafill VS e Filtek A 110 e menores que Grandio e Z 100, que apresentaram os maiores valores para módulo flexural estático.

Attar (2007) avaliou o efeito de vários procedimentos de acabamento e polimento na rugosidade superficial de seis diferentes resinas compostas (Artemis Enamel (4 Seasons esmalte), TPH Spectrum, Filtek A-110, Filtek Supreme Enamel, Solitaire 2, e Filtek P-60), assim como avaliou a eficiência do selante de superfície (BisCover) na rugosidade superficial. Amostras ( $n=168$ ) com 5 mm de diâmetro por 2 mm de espessura foram confeccionados em uma matriz e cobertos com uma lâmina Mylar usando as seis resinas compostas. Um grupo controle de sete amostras de cada material não recebeu polimento após ser polimerizado sob a tira Mylar. Vinte e uma amostras de cada compósito foram aleatoriamente divididas entre três grupos de acabamento e polimento ( $n=7$ ). Cada grupo foi polido usando um sistema diferente: broca Carbide/disco Sof-Lex, Broca Carbide/disco Enhance disc com pasta de polimento, e broca Carbide/kit de acabamento para resina Edenta. A média de rugosidade superficial ( $R_a$ ,  $\mu\text{m}$ ) das amostras controle e tratadas foram medidas com o rugosímetro Mitutoyo SurfTest-402. Após o selante superficial (BisCover) ser aplicado em todas amostras tratadas, a média de rugosidade ( $R_a$ ) foi mensurada novamente. Os resultados foram estatisticamente analisados com ANOVA e Scheffe para um nível de significância de 5%. Diferenças significantes foram observadas para rugosidade superficial ( $p<0,05$ ) com interação entre as resinas compostas e os sistemas de acabamento usados ( $p<0,05$ ). O procedimento Enhance/Biscover não

diferiu estatisticamente da tira Mylar ( $p > 0,05$ ). O grupo polimerizado apenas sob a tira Mylar não foi estatisticamente diferente dos grupos Sof-Lex/BisCover e Edenta/BisCover.

Rodrigues Junior *et al.*, (2007), avaliaram se o conteúdo inorgânico exerce influencia na resistência à flexão e no módulo de elasticidade de compósitos restauradores. Para determinar a resistência à flexão e o módulo de elasticidade foi realizado o teste de resistência à flexão de três pontos. Foram confeccionados conforme as especificações da ISO 4049/2000 12 espécimes em formato de barra de cinco compósitos disponíveis comercialmente: Supreme (3M/ESPE), compósito universal nanoparticulado; Esthet-X (Dentsply), Z250 (3M/ESPE), Charisma (Heraeus Kulzer), compósitos universais híbridos; e Helio Fill (Vigodent), compósito microparticulado. Após sete dias de armazenagem em água o teste foi realizado em uma máquina de ensaio universal com velocidade de carga de 1mm/min. A avaliação do peso do conteúdo inorgânico foi determinada através da incineração da fase orgânica. Os dados obtidos referentes às propriedades mecânicas foram submetidas à Análise de Variância e ao teste de Tukey ( $p < 0,05$ ). Para se determinar a correlação entre o conteúdo inorgânico e as propriedades mecânicas foi realizado o teste de correlação de Pearson. Uma fraca, porém significativa correlação entre as propriedades mecânicas avaliadas e o peso do conteúdo inorgânico foi observada ( $p < 0,000$ ). O compósito microparticulado apresentou menor conteúdo inorgânico e propriedades mecânicas mais baixas. Também foram observados valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade estatisticamente diferente entre os compósitos híbridos. O compósito nanoparticulado apresentou valores intermediários. Os autores, dentro das limitações deste estudo “in vitro”, concluíram que o conteúdo inorgânico interfere significativamente na resistência à flexão e no módulo de elasticidade dos compósitos testados.

Yazici, Kugel e Gül (2007) compararam a dureza superficial de uma resina composta híbrida polimerizada com diferentes unidades de fotoativação. Dois discos de resina composta com 3 mm de espessura foram polimerizados em um molde natural preparado em dente usando: (1) uma luz halógena convencional de quartzo-tungstênio (QTH- Spectrum 800); (2) uma luz halógena de alta intensidade (TL- Elipar Trilight); (3) uma luz halógena de alta intensidade em rampa (HL- Elipar

Highlight); (4) um diodo de emissão de luz (Elipar Freelight- LED); e uma unidade de arco de plasma (PAC- Virtuoso). Os tempos de exposição foram de 40 segundos para as luzes halógenas e LED, e 3 e 5 segundos para PAC. Em seguida da polimerização, a dureza Knoop foi medida na superfície superior e inferior dos discos com carga de 500g por 15 segundos. Diferenças significantes foram observadas entre a dureza Knoop para todos dispositivos. A dureza das superfícies superior e inferior de todas amostras polimerizadas pelo PAC foi significativamente menor do que as demais fontes luminosas.

Junior, Ferracane e Bona (2007) avaliaram a resistência flexural e módulo de Weibull de uma resina microhíbrida e uma nanopartícula por meio de testes flexural de três e quatro pontos. Trinta amostras de Z250 e Supreme foram preparadas para cada teste de acordo com a especificação ISSO 4049/2000. Após 24h em água destilada à 37°, as amostras foram submetidas aos testes de resistência flexural de três e quatro pontos usando uma máquina de ensaio universal DL2000 (Emic) com velocidade de 1 mm/min. Os dados de resistência flexural foram calculados e submetidos ao teste T de Student ( $\alpha=0,05$ ) e estatística de Weibull. As superfícies fraturadas foram analisadas baseado nos princípios de fractografia. Os dois compósitos apresentaram resistência equivalente para ambos os testes. Entretanto, o método afetou significativamente a resistência flexural dos compósitos microhíbrido e nanoparticulado. O módulo de Weibull da Supreme foi similar em ambos os testes, enquanto para Z250, um valor superior foi observado com o teste de três pontos. Apesar da grande diferença no tamanho médio da carga entre os compósitos, a porção em volume da carga em ambos materiais é similar, o que foi a provável razão para a resistência flexural similar e comportamento de fratura.



## ***4. Materiais e Método***

---

## 4. MATERIAIS E MÉTODO

### 4.1 MATERIAIS

Foram selecionadas cinco resinas compostas disponíveis no mercado classificadas por conterem nanopartículas. Os critérios de inclusão destes materiais foram: diferentes tipos de carga, forma, composição, percentual em peso e tamanho médio, assim como uma variedade de monômeros na matriz orgânica. Todas as resinas compostas utilizadas neste estudo foram de cor A2 nas pastas de esmalte e dentina. As resinas compostas estão descritas na Tabela 1.

**Tabela 1 – Tabela descritiva dos materiais utilizados na pesquisa.**

Grupo	Fabricante	Matriz Orgânica	Carga	Tempo de exposição à luz
4 Seasons <sup>1</sup>	Ivoclar Vivadent	Bis-GMA, TEGDMA, UDMA	76 wt% pasta de esmalte e 75,4wt% pasta de dentina: de carga de vidro de bário, Trifluoreto de itérbio, vidro fluorsilicato de Ba-Al e sílica altamente dispersa.	20 s
Esthet.X improved <sup>2</sup>	Dentsply	UDMA, Bis-GMA, TEGDMA	77wt% de vidro de bário-boro e fluoralumino silicato com partículas de 0.6–0.8 µm e sílica nanométrica (40 nm).	20 s
Filtek Supreme <sup>3</sup>	3M Espe	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA	78.5 wt% da combinação de carga agregada de sílica/zircônia com tamanho primário de partícula de 5-20 nm, e nanoaglomerado de sílica com 20nm.	esmalte 20 s dentina 40 s
Grandio <sup>4</sup>	Voco	Bis-GMA, TEGDMA	87 wt% de partículas esféricas de dióxido de silício com 20-50 nm e partículas finas de vidro cerâmico.	esmalte 20 s dentina 40 s
Palfique Estelite <sup>5</sup>	Tokuyama Dental Corp.	Bis-GMA, TEGDMA	82 wt% de carga esférica de sílica-zircônia com 50-100nm e sílica-zircônia pré-polimerizada.	40 s

Legenda:

<sup>1</sup> Ivoclar Vivadent. 4 Seasons, 2003.

<sup>2</sup> Dentsply Caulk, EsthetX, 2004.

<sup>3</sup> 3M ESPE, Filtek Supreme XT, 2005.

<sup>4</sup> Voco, Research & Development, 2005.

<sup>5</sup> Tokuyama, Palfique Estelite, 2002.

## 4.2- MÉTODO

### 4.2.1-Microdureza Knoop

Foram confeccionadas dez amostras de resina composta para cada grupo de teste. Um anel metálico para fixação de uma matriz bipartida de PTFE com 6 mm de diâmetro e 3 mm de altura (Fig. 1) foi utilizada para inserção da resina composta. A resina foi inserida em dois incrementos e fotopolimerizada pelo tempo descrito na Tabela 1 com o aparelho XL 1500 (3M ESPE) com intensidade de luz aferida a cada cinco exposições (Curing Radiometer Model 100, Demetron Co., EUA). A intensidade de luz variou de  $450 \pm 20$  mW/cm<sup>2</sup>. As amostras foram, então, embutidas em cilindros de PVC com 20 mm de altura por 25 mm de diâmetro com resina acrílica quimicamente ativada (Jet Clássico, São Paulo, SP, Brasil). Após a presa do acrílico, as amostras receberam uma seqüência de acabamento em uma politriz (DPU - 10 Panambra, São Paulo, SP, Brasil) com lixas de granulação 100, 200 e 600 à 200 rpm sob refrigeração de água por 1 minuto em cada lixa. Durante a planificação, as amostras foram fixadas em um bloco metálico a fim de padronizá-las. Logo após, as amostras foram armazenadas em recipientes individuais e imersos em água destilada em estufa para culturas (Modelo 002 CB; Fanem, São Paulo, SP, Brasil) à 37°C por 24 horas. Os corpos-de-prova foram testados no microdurômetro HMV (Shimadzu, Kyoto, Japão) (Fig. 2) e uma indentação foi realizada em cada amostra. Uma ponta de diamante de forma piramidal foi utilizado para determinação da dureza Knoop. A superfície da amostra foi examinada microscopicamente com 40 X de aumento e a ponteira foi movida até a posição e uma carga de 500 g foi aplicada por 15 s (SAY *et al.*, 2003; YAZICI, KUGEL e GÜL, 2007). A ponteira foi deslocada e, então, a objetiva (40x) foi reposicionada para focar a impressão. A dimensão da maior diagonal na impressão foi medida. Os resultados (KHN) obtidos foram analisados estatisticamente com análise de variância (ANOVA) e teste Tukey ( $\alpha < 0,05$ ).



FIGURA 1 - Dispositivo para confecção das amostras para o teste de microdureza Knoop: (A) suporte metálico; (B) matriz bipartida de PTFE.



FIGURA 2 - Obtenção do número de dureza Knoop no Microdurômetro HMV.

#### 4.2.2- Resistência à tração diametral

O teste de resistência à tração diametral foi realizado de acordo com a especificação número 27 da ADA para resinas restauradoras diretas (1977). Para a

confeção das amostras (n = 10). A resina foi inserida em dois incrementos com uma espátula Thompson em uma matriz bi-partida de PTFE cilíndrica de 6 mm de diâmetro X 3 mm de altura, fixada por um anel metálico (Fig. 3). A matriz foi posicionada sobre uma tira de poliéster a fim de evitar o escoamento da resina. Após a inserção do material, uma nova tira de poliéster foi posicionada sobre a matriz e, logo em seguida, com a finalidade de promover uma superfície plana foi comprimida pela ponta do fotopolimerizador sobre o conjunto. As resinas foram polimerizadas de acordo com os tempos indicados pelos fabricantes, com uma unidade de fotoativação XL 1500 (3M ESPE) com intensidade de luz monitorada, empregando um radiômetro (Curing Radiometer Model 100, Demetron Co., EUA) a cada cinco exposições. Todas as amostras, após a confecção, foram armazenadas em recipientes plásticos individuais e imersas em água destilada pelo período de 24 h à 37°C em uma estufa para culturas (Modelo 002 CB; Fanem, São Paulo, SP, Brasil) aguardando a conversão de monômeros residuais (RUYTER e SVENDSEN, 1978).

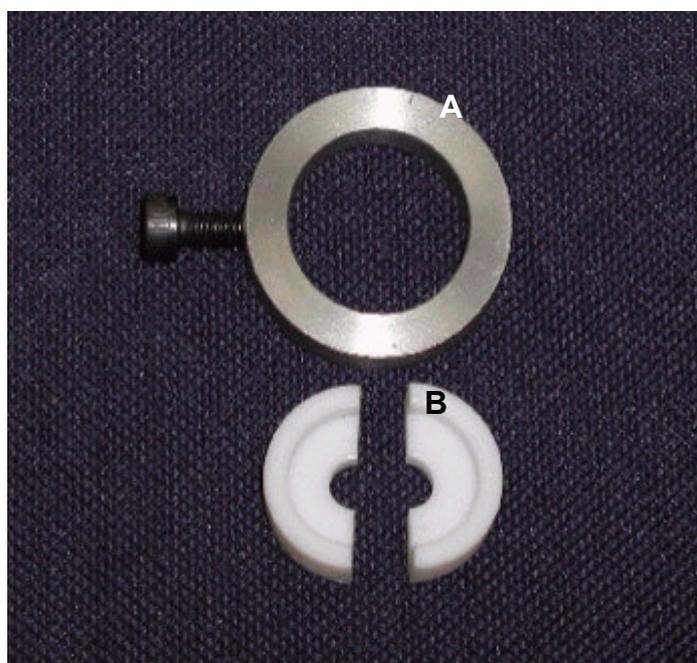


FIGURA 3- Dispositivo usado para confecção dos corpos-de-prova para o teste de resistência à tração diametral: (A) anel metálico para fixação da matriz PTFE bipartida (B).

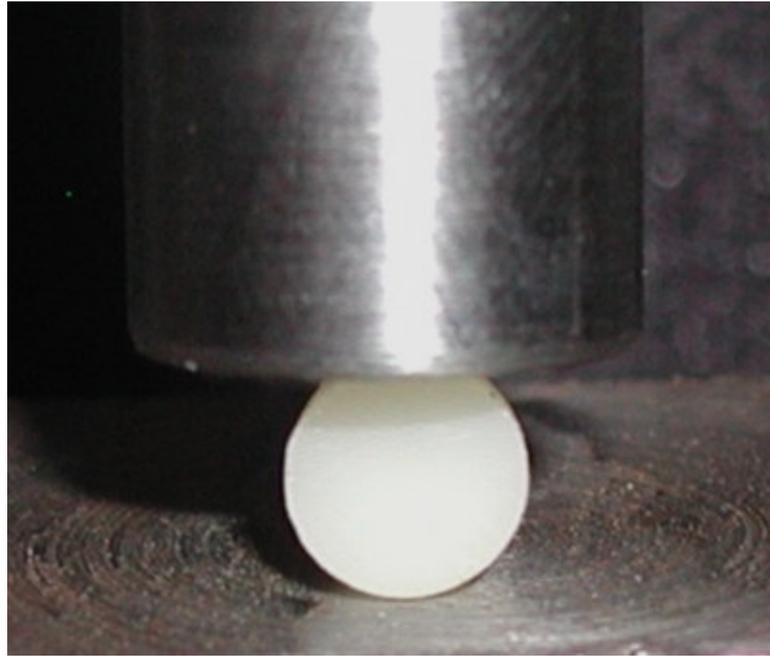


FIGURA 4- Ensaio mecânico de compressão por tração diametral.

Decorrido o período de 24 h, o ensaio de resistência à tração diametral foi realizado em uma máquina de ensaio Universal (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) (Fig. 4), com velocidade de carregamento de 1 mm/min, até que ocorresse a fratura da amostra. A tensão máxima de fratura foi obtida em Newtons, e convertida em MPa segundo a fórmula abaixo:

$$T_s = \frac{2P}{\pi \cdot D \cdot T}$$

Onde,  $T_s$  é a resistência à tração diametral,  $P$  é a força máxima obtida (N),  $D$  é o diâmetro (6 mm) e  $T$  é a espessura (3 mm).

Os resultados da resistência à tração diametral foram analisados estatisticamente através da análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey ( $\alpha = 0,01$ ).

#### 4.2.3- Avaliação do Conteúdo de Carga em Peso

Para cada grupo, uma amostra de 20 ( $\pm$  10) mg da resina composta foi inserida em um cadinho de platina e submetida a uma taxa de aquecimento de 20 °C/min. até 700 °C no dispositivo TGA 2050 (TA Instruments, New Castle, DE, EUA) (Fig. 5). Neste dispositivo, a temperatura de decomposição da matriz orgânica foi determinada, assim como o percentual em peso (wt%) de carga inorgânica. No momento em que houve uma estabilização do peso da amostra (NEVES *et al.*, 2002; KIM, ONG e OKUMO, 2002), a quantia de resíduo inorgânico foi registrada.

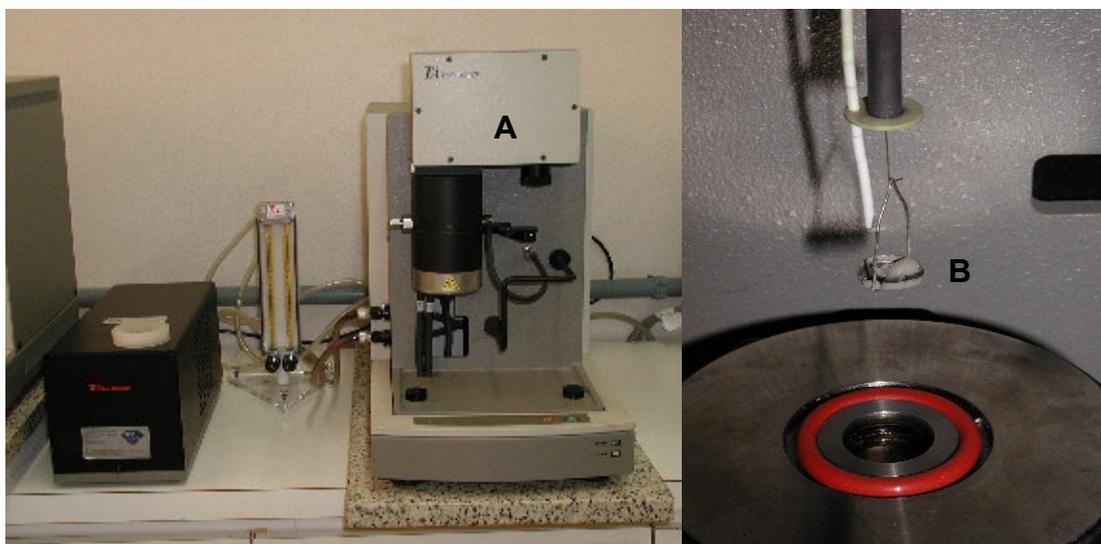


FIGURA 5 - (A) Dispositivo TGA 2050 e (B) inserção da amostra de resina composta.



## **5. Resultados**

---

## 5. RESULTADOS

### -Microdureza Knoop

Os resultados de microdureza apresentaram-se estatisticamente diferentes quando aplicado a Análise de Variância ( $p = 0,001$ ). Ao aplicar o teste de comparação múltipla de Tukey, foi possível verificar que as resinas Grandio dentina (123,90 KHN), Filtek Supreme esmalte (123,10KHN) e dentina (101,30 KHN) apresentaram os maiores valores de microdureza, entretanto sem diferença estatisticamente significativa ( $p = 0,152$ ). Os demais grupos apresentaram médias inferiores, porém estatisticamente similares ( $p = 0,218$ ). Os valores médios de microdureza Knoop (KHN) variaram de 123,90 ( $\pm 8,19$ ) para Grandio dentina à 54,45 ( $\pm 1,47$ ) para Esthet X improved esmalte (Tabela 2 e Gráfico 1).

Tabela 2 - Tabela descritiva dos resultados e diferenças estatísticas entre os grupos no teste de microdureza Knoop.

Grupo	Microdureza Knoop	
	KHN	DP
4 Seasons dentina	61,61 <sup>b</sup>	1,51
4 Seasons esmalte	57,98 <sup>b</sup>	1,29
Esthet X improved dentina	73,61 <sup>b</sup>	1,97
Esthet X improved esmalte	54,45 <sup>b</sup>	1,47
Grandio dentina	123,90 <sup>a</sup>	8,19
Grandio esmalte	74,89 <sup>b</sup>	9,48
Filtek Supreme dentina	101,30 <sup>a</sup>	2,58
Filtek Supreme esmalte	123,10 <sup>a</sup>	3,51
Palfique Estelite dentina	55,89 <sup>b</sup>	9,67
Palfique Estelite esmalte	61,70 <sup>b</sup>	10,92

\*Médias seguidas por letras distintas são estatisticamente diferentes pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).

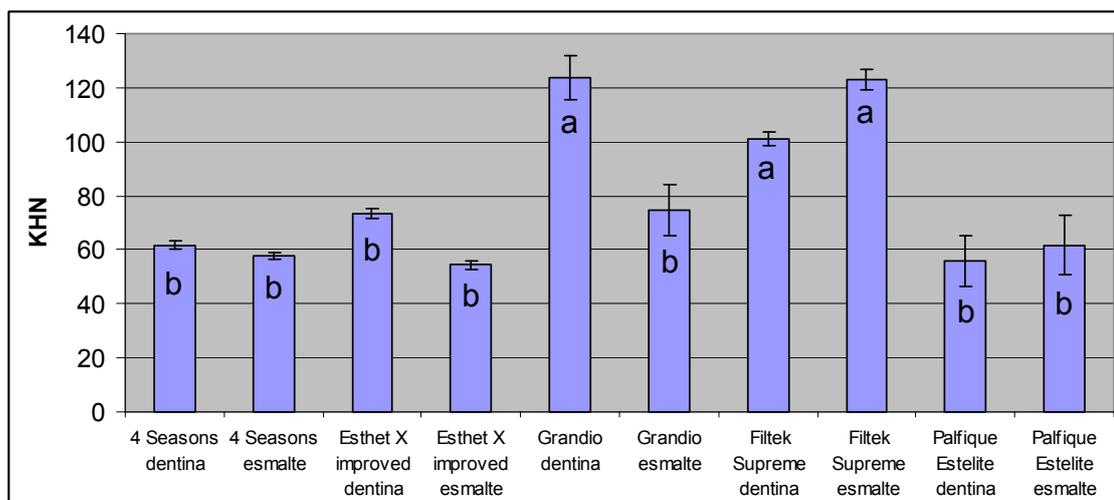


Gráfico 1 - Representação gráfica das médias e desvios-padrão dos grupos testados quanto à microdureza Knoop. \*Médias seguidas por letras distintas são estatisticamente diferentes pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).

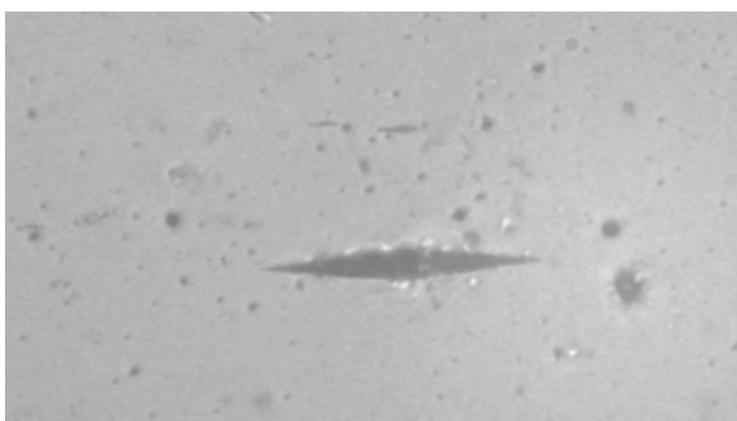


Figura 6- Imagem ilustrativa de uma indentação de uma amostra da resina composta Grandio A2 dentina (40 x).

### -Resistência à tração diametral

Os resultados obtidos neste estudo estão descritos na Tabela 3 e Gráfico 2. Uma diferença estatisticamente significativa foi observada ( $p = 0,007$ ) quando a resistência à tração diametral dos compósitos nanoparticulados foi comparada.

A maior média de tração diametral foi obtida para a Grandio esmalte (49,24 MPa), tendo diferença estatística somente com a 4Seasons dentina (36,08 MPa). Os demais grupos não tiveram diferença estatística entre si.

Tabela 3 - Tabela descritiva dos resultados e diferenças estatísticas entre os grupos no teste de resistência à tração diametral.

Grupo	Resistência à tração diametral	
	MPa	DP
4 Seasons dentina	36,08 <sup>b</sup>	8,71
4 Seasons esmalte	39,26 <sup>ab</sup>	8,09
Esthet X improved dentina	44,44 <sup>ab</sup>	10,95
Esthet X improved esmalte	45,12 <sup>ab</sup>	8,09
Grandio dentina	45,23 <sup>ab</sup>	5,41
Grandio esmalte	49,24 <sup>a</sup>	7,10
Filtek Supreme dentina	46,86 <sup>ab</sup>	11,51
Filtek Supreme esmalte	48,25 <sup>ab</sup>	9,83
Palfique Estelite dentina	38,69 <sup>ab</sup>	6,59
Palfique Estelite esmalte	38,58 <sup>ab</sup>	5,59

\*Médias seguidas por letras distintas são estatisticamente diferentes pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).

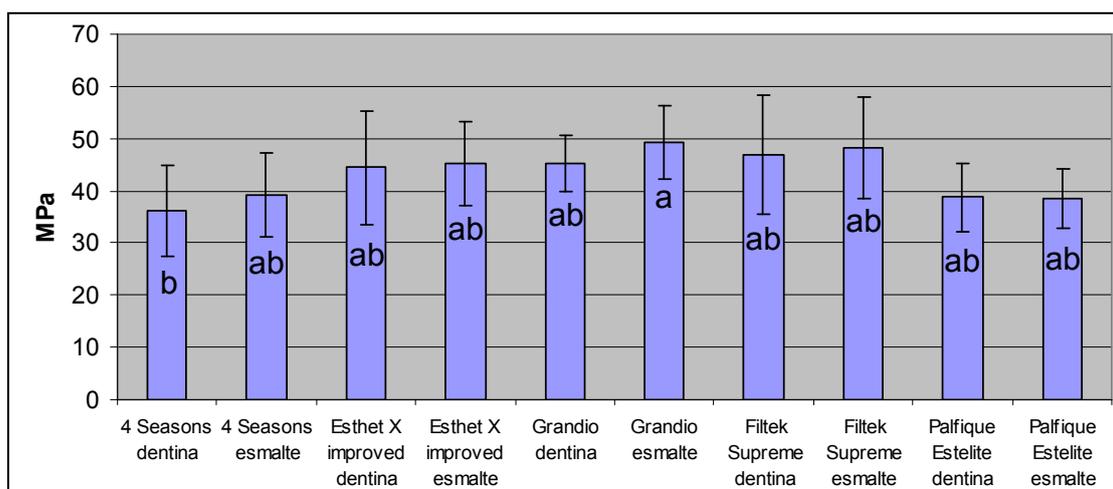


Gráfico 2 - Representação gráfica das médias e desvios-padrão dos grupos testados quanto a resistência à tração diametral. \* Médias seguidas por letras distintas são estatisticamente diferentes pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).

- Conteúdo de carga em peso (wt%)

A tabela 4 e os gráficos 3 à 12 (ANEXO B) apresentam a estatística descritiva do conteúdo de carga em peso (wt%) das resinas nanoparticuladas testadas. O maior conteúdo de carga em peso (wt%) observado foi para a resina Grandio esmalte (87,00) e a menor para Palfique Estelite esmalte (70,56).

Tabela 4 – Descrição do conteúdo de carga em peso (wt%) das resinas testadas.

Resina Composta	wt%
4 Seasons dentina	75,84
4 Seasons esmalte	76,37
Esthet-X Improved dentina	76,80
Esthet-X Improved esmalte	75,75
Grandio esmalte	87,00
Grandio dentina	86,89
Palfique Estelite dentina	71,62
Palfique Estelite esmalte	70,56
Supreme esmalte	76,54
Supreme dentina	76,22



## **6. *Discussão***

---

## 6. DISCUSSÃO

A nanotecnologia ou nanotecnologia molecular ou engenharia molecular possibilita manipular a estrutura de materiais, proporcionando melhoras significativas nas propriedades elétricas, químicas, mecânicas e ópticas, desenvolvendo materiais com novas características. Esta nova tecnologia produz e manipula materiais e estruturas na escala de 0,1 a 100 nanômetros por vários métodos físicos e químicos. Esta escala equivale a  $10^{-3}$   $\mu\text{m}$ , ou seja, 1  $\mu\text{m}$  equivale a 1000 nm. Portanto, todas as estruturas podem ser medidas em nanômetros, entretanto, isto não seria prático (MITRA, WU e HOLMES, 2003; ZHANG et al., 2005; BEUN *et al.*, 2007).

Na odontologia, a carga nanométrica é uma partícula inorgânica com tamanho médio de 40 nm ou 0,04  $\mu\text{m}$ . Este tamanho, entretanto, não é uma inovação nas resinas compostas, pois as resinas microparticuladas possuíam o mesmo tamanho de 0,04  $\mu\text{m}$  (40 nm) já na década de 1970. A real inovação está na possibilidade de aumentar o conteúdo de carga nanométrica na resina. Os compósitos microparticulados possuem 51,3 wt% de fase inorgânica comparado aos 84 wt% da nanoparticulada (BEUN *et al.*, 2007). Um maior conteúdo de carga implica em um melhor comportamento mecânico (TAYLOR *et al.*, 1998).

As partículas nanométricas são obtidas de forma diferente do processo de fabricação das partículas tradicionais (micropartículas, híbridas e microhíbridas), que são obtidas da diminuição de partículas densas e amplas para partículas de menores tamanhos através do processo de moagem. Entretanto, este processo não pode ser confeccionado com tamanho menor de 100 nm. Desta forma, as nanopartículas são confeccionadas através de um processo químico sintético que

produz blocos estruturais em uma escala molecular, que são agrupados em estruturas maiores e transformados em cargas nanométricas apropriadas a um compósito dental (MITRA, WU e HOLMES, 2003).

A otimização da união dos biomateriais restauradores ao tecido dental mineralizado é um fator decisivo para aumentar a resistência mecânica, selamento e adaptação marginal, a fim de obter maior longevidade e viabilidade da restauração adesiva. Todavia, há um potencial para falhas de união entre o material restaurador macroscópico (40 nm a 0,7  $\mu$ m) e a estrutura dental nanométrica (1nm a 10 nm), pois, o tamanho da carga dos compósitos convencionais é diferente dos elementos estruturais como o cristal de hidroxiapatita, túbulo dentinário e prisma de esmalte (TERRY, 2004).

A introdução de compósitos exclusivamente com nanopartículas e a incorporação de partículas nanométricas em resinas compostas híbridas tem sido considerado o mais recente avanço na tecnologia de cargas (RODRIGUES JR. *et al.*, 2007). Isso permitiu que alguns autores como Baseren (2004) e Yalcin, Korkmaz e Baseren (2006) classificassem as resinas compostas em nanoparticuladas ou nanométricas e nanohíbridas. A incorporação de nanopartículas possibilitou a obtenção de um material restaurador que pudesse ser usado em todas as áreas com alto polimento inicial e retenção superior do brilho (típico das micropartículas) (BASEREN, 2004; ATTAR, 2007), assim como propriedades mecânicas excelentes capazes de suportar áreas com alto estresse mastigatório (típico dos compósitos híbridos) (MITRA, WU e HOLMES, 2003; JUNIOR, FERRACANE e BONA, 2007; BEUN *et al.*, 2007).

Baseado nesta afirmação, este estudo avaliou e comparou resinas compostas com nanopartículas quanto à resistência à tração diametral, microdureza Knoop e do conteúdo de carga em peso.

A resistência à tração diametral é uma propriedade mecânica usada para compreender o comportamento de materiais friáveis quando expostos à tensão de tração comumente observada em restaurações de dentes anteriores (ANUSAVICE, 2005).

De acordo com a especificação nº 27 da ADA (1977), a resistência à tração diametral das resinas compostas diretas Tipo I e Tipo II deve apresentar valores mínimos de 24 MPa e 34 MPa, respectivamente, sendo que as resinas compostas Tipo II são recomendadas para uso em áreas de maior estresse funcional. No presente estudo, todas as resinas compostas testadas apresentaram valores médios maiores que os exigidos por esta especificação.

Os resultados obtidos na Tabela 3 são similares à média (MPa) previamente registrada das mesmas resinas testadas por Mota *et al.* (2006), de 44,6 (LOPES *et al.*, 2004) e 46 (LU *et al.*, 2006) para Esthet X e 49,9 (LOPES *et al.*, 2004), 54 (LU *et al.*, 2006) e 44,42 (SAMPAIO *et al.*, 2006) para Supreme.

Entretanto, a média encontrada, neste estudo, para a resina Palfique Estelite, que foi de 38,58 para esmalte e 38,69 para dentina, são diferentes da média encontrada por Chen *et al.* (2006) de 50 MPa. Esta diferença pode ser explicada pela metodologia utilizada pelos autores citados que fotopolimerizaram as amostras por 1 mim e utilizaram uma velocidade de carregamento de 2 mm/min, diferentemente do presente estudo onde as amostras foram fotopolimerizadas conforme os fabricantes (TABELA 1) e velocidade de carregamento de 1 mm/min até que ocorresse a fratura da amostra.

Mitra, Wu e Holmes (2003) relataram valores médios (MPa) que variaram entre 66,7 e 96,6, maiores que os encontrados no presente estudo. Diferentes médias (MPa) para o mesmo material também foram relatadas como de 66,7 para a resina Esthet-X, 87,6 para Supreme *translucent* (esmalte) e 80,7 para Filtek Supreme Standard (dentina), enquanto que, no presente estudo, as medias (MPa) foram 45,12 e 44,44 para Esthet-X esmalte e dentina; e, 48,25 e 46,86 para Supreme esmalte e dentina, respectivamente. A diferença nos resultados encontrados pode ser explicada no teste de resistência à tração diametral realizado por Mitra, Wu e Holmes, que seguiram a especificação nº 27 da ADA modificada, e esta modificação não está relatada no estudo dos autores, haja vista as inúmeras possibilidades de modificações que podem ser realizadas dentro do mesmo teste.

Restaurações de resina composta podem ser avaliadas quanto a resistência à penetração pelo grau de dureza superficial. Entre as várias unidades de medida de dureza, pode-se usar o teste de dureza Knoop. Este teste é um indicativo da resistência ao desgaste do compósito em áreas funcionais que estão expostas à atrição e desgaste, bem como, da facilidade de acabamento e polimento, principalmente quando envolve estética (ANUSAVICE, 2005). Para Chung e Greener (1990) e Neves *et al.* (2002) o teste de microdureza superficial tem sido utilizado para avaliar o grau de polimerização e, é apontada uma forte correlação entre essa variável e o grau de polimerização dos compósitos, sendo um importante fator no sucesso clínico da restauração.

A resina Filtek Supreme esmalte apresentou, no presente estudo, o maior valor médio de microdureza (123,10 KHN), apresentando diferença estatisticamente significativa da resina Grandio esmalte (74,89 KHN). Isso pode ser explicado por Silikas *et al.* (2005), que relataram em seus estudos valor médio estatisticamente maior do grau de conversão da resina Supreme em relação a resina Grandio, que implicaria diretamente na microdureza dos materiais estudados.

Outro fator que pode justificar este resultado seria de que as cargas nanométricas possuem superfície de contato maior com a fase orgânica, melhorando a dureza do material (WILSON, ZHANG e ANTONUCCI, 2005; CHEN *et al.*, 2006; RODRIGUES JR.*et al.*, 2007).

Na observação da Tabela 2 verifica-se que a média obtida no presente estudo para microdureza Knoop (KHN) da resina Esthet X de 54,45 ( $\pm 1,47$ ) foi similar com 57,8 ( $\pm 2,5$ ) previamente registrada por Correr *et al.* (2005).

Os valores médios obtidos neste teste, no presente estudo, são similares aos obtidos por Mota *et al.* (2006) com as mesmas resinas. Também a média obtida para resina Palfique Estelite de 61,70 (KHN) é similar com 62 (KHN) encontrada por Chen *et al.* (2006).

No entanto, Barros *et al.* (2004) obtiveram resultado de 89,7 e Santos *et al.* (2005) 80,83 para a resina Supreme e 75,48 para Esthet X. Tal diferença pode ser

explicada pela menor carga aplicada por estes autores, sendo de 25g por 15s e 100g por 30s durante o ensaio, respectivamente.

Com intuito de validar a metodologia, Poskus, Plácido e Cardoso (2004,) ao compararem os métodos de microdureza Knoop e Vickers para resina, concluíram que há uma correlação positiva forte entre os métodos. No entanto, nossos resultados discordam de Beun *et al.* (2007) que observaram microdureza Vickers estatisticamente maior para Grandio em relação à Supreme.

O conteúdo de carga (wt% e vol%) apresenta correlação com as propriedades mecânicas das resinas compostas (XU, 1999; NEVES *et al.*, 2002). Para Rodrigues Jr. *et al.* (2007), normalmente os estudos associam as propriedades mecânicas dos compósitos ao seu conteúdo de carga em volume (vol%). Este parâmetro é mais complexo de se obter uma vez que envolve a determinação prévia da densidade da carga levando em conta a variação da morfologia e a composição molecular.

No presente estudo foi analisado o conteúdo de carga com percentual em peso (wt%) através da análise termogravimétrica que é um método de determinação do conteúdo de carga baseado na diferença, em peso, da amostra antes e após a volatilização de todo conteúdo orgânico através de aquecimento até 700°C em uma atmosfera saturada de nitrogênio.

Os conteúdos de carga registrados (wt%) no presente estudo para as resinas 4 Seasons esmalte (76,37) e dentina (75,84), Esthet-X (75,75), Grandio (87,00) e Supreme (76,54) estão de acordo com o descrito pelos fabricantes (76 e 75,4; 77; 87 e 78,5 , respectivamente) (TABELA 1).

No entanto, para resina Palfique Estelite uma alteração significativa foi observada entre o registrado pelo estudo que apresentou 71,62 wt% para dentina e 70,56 wt% para esmalte (TABELA 4) em contraste de 82 wt% citado pelo fabricante (TABELA 1). Assim como de 68,55 ( $\pm 0.01$ ) wt% observado em outra pesquisa independente (KIM, ONG E OKUNO, 2002).

Beun *et al.* (2007) observaram para a resina Grandio 84,1 wt%, valor similar ao presente estudo (87 wt% esmalte e 86,89 wt% dentina) e ao descrito pelo fabricante da resina (TABELA 1).

Rodrigues *et al.* (2007) observaram em seus estudos valores de 80 wt% para a resina Esthet-X e de 84 wt% para resina Supreme. A diferença nos resultados encontrados pode ser explicada pela metodologia utilizada por Rodrigues *et al.*, onde os incrementos das resinas compostas foram “queimadas” à 900° C por 30 minutos em um forno elétrico para eliminar a matriz orgânica sem taxa de aquecimento descrita e em ambiente saturado.

No presente estudo, uma relação direta entre as propriedades mecânicas estudadas e seu conteúdo de carga em peso não pode ser estabelecida, discordando de Taylor *et al.*(1998), Mota (2005) e Rodrigues Jr. *et al* (2007). Isto é observado quando comparamos os resultados de microdureza Knoop (Tabela 2) com os resultados de carga (Tabela 4). A resina Palfique Estelite esmalte com 70,56 wt%, comparada à resina Grandio esmalte com 87 wt% não apresentaram diferença estatisticamente significativa no teste de microdureza Knoop (61,70 e 74,89 KHN, respectivamente,  $p > 0,05$ ). Da mesma forma, as resinas de diferentes conteúdos de carga (wt%) Grandio dentina (86,89), Supreme esmalte (76,54) e dentina (76,22) comportaram-se de forma estatisticamente semelhante ( $p > 0,05$ ) em microdureza (123,90; 123,10 e 101,30 KHN, respectivamente).

Para o teste de tração diametral, o menor resultado observado foi para a resina 4Seasons dentina (36,08 MPa) que não diferiu das demais resinas com exceção da Grandio esmalte (49,24 MPa). Estas observações concordam com a conclusão de Adabo *et al.* (2003), que verificaram que outros fatores além do conteúdo de carga (wt%) podem também explicar as diferenças registradas, tais como: o tipo e conteúdo de diluente (KRISHNAN, MANJUSHA e YAMUNA, 1997), grau de conversão (FERRACANE e GREENER, 1986; MCCABE e KAGI, 1991), a forma de polimerização (KILDAL e RUYTER, 1997), a composição, forma da partícula de carga (KIM, ONG e OKUNO, 2002; REICH *et al.*, 2004), concentração de iniciador (KRISHNAN, MASJUSHA e YAMUNA, 1997; KRISHNAN e YAMUNA,

1998) e tamanho médio da fase inorgânica (MITRA, WU e HOLMES, 2003; REICH *et al.*, 2004).

Dentro das limitações deste estudo *in vitro*, os resultados mostraram uma grande variabilidade no comportamento mecânico e do conteúdo de carga dos compósitos testados. Entretanto, quando as pastas de esmalte e dentina foram comparadas dentro do mesmo material, foi possível concluir que não houve diferença estatística com exceção da resina Grandio no teste microdureza Knoop. Portanto, clinicamente podemos sugerir que as restaurações confeccionadas com a associação de incrementos das pastas de esmalte e dentina não terão prejuízo mecânico.



## **7. Conclusão**

---

## 7. CONCLUSÃO

Não foi observada diferença quando as pastas esmalte e dentina foram comparadas com exceção da resina Grandio no teste de microdureza. Os compósitos testados não apresentaram comportamento mecânico similar quanto à resistência à tração diametral e microdureza Knoop. A maior resistência à tração diametral foi observada para a Grandio esmalte enquanto a 4 Seasons dentina apresentou a mais baixa média ( $p < 0,05$ ). No teste de microdureza Knoop, a resina Filtek Supreme em ambas as pastas e a Grandio dentina apresentaram as maiores médias em comparação aos demais grupos ( $p < 0,05$ ).



## **8. Referências**

---

## REFERÊNCIAS†

3M ESPE: Filtek Supreme XT Universal Restorative System. **Technical product profile**. St. Paul, 2005.

ABADO, L. G. et al. The volumetric fraction of inorganic particles and the flexural strength of composites for posterior teeth. **Journal of Dentistry**, Bristol, v. 31, n. 5, p. 353-359, Jul. 2003.

ANUSAVICE, K. J. Propriedades mecânicas dos materiais dentários. In: ANUSAVICE, K. J. **Phillips materiais dentários**. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005. cap. 4, p. 69-93.

ATTAR, N. The effect of finishing and polishing procedures on the surface roughness of composite resin materials. **The Journal of Contemporary Dental Practice**, Cincinnati, OH, v. 8, n. 1, p. 27-35, 1 Jan. 2007.

BASEREN, M. Surface roughness of nanofill and nanohybrid composite resin and ormocer-based tooth-colored restorative materials after several finishing and polishing procedures. **Journal of Biomaterials Applications**, London, v. 19, n. 2, p. 121-134, Oct. 2004.

BARROS, B. A. C. de et al. Surface microhardness of different resin composites. **Journal of Dental Research**, Chicago, v. 83, p. 574-574, 2004. Pôster apresentado no 82<sup>a</sup>. General Session & Exhibition of the IADR, em Honolulu, Hawaii, em 2004.

BEUN, S. et al. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. **Dental Materials**, Copenhagen, v. 23, n. 1, p. 51-59, Jan. 2007.

---

† De acordo com a NBR 6023 de agosto de 2002.

BOWEN, R. L. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. **The Journal of the American Dental Association**, Washington, v. 66, p. 57-64, Jan. 1963.

BROSH, T. et al. Analysis of strength properties of light-cured resin composites. **Dental Materials**, Copenhagen, v. 15, n. 3, p. 174-179, May 1999.

CHEN, M. H. Et al. Low shrinkage light curable nanocomposite for dental restorative material. **Dental Materials**, Copenhagen, v. 22, n. 2, p. 138-145, Feb. 2006.

CHUNG, K. H.; GREENER, E. H. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. **Journal of Oral Rehabilitation**, Oxford, v. 17, n. 4, p. 487-94, Sept. 1990.

COBB, D. S. et al. The physical properties of packable and conventional posterior resin-based composites: a comparison. **The Journal of the American Dental Association**, Washington, v. 131, n. 11, p. 1610-1615, Nov. 2000.

CORRER, A. B. et al. Effect of the increase of energy density on Knoop hardness of dental composites light-cured by conventional QTH, LED and Xenon plasma arc. **Brazilian Dental Journal**, Ribeirão Preto, v. 16, p. 218-224, 2005.

DENTSPLY CAULK. **Esthet.X micro matrix restorative**: material safety data sheet. Milford DE, 2004.

DIETSCHI, D.; ARDU, S.; KREJCI, I. A new shading concept based on natural tooth color applied to direct composite restorations. **Quintessence International**, Berlin, v. 37, n. 2, p. 91-102, Feb. 2006.

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

IVOCLARVIVADENT. **4 Seasons Direct Esthetic Composite System**: Scientific documentation. Schaan, 2003.

JUNIOR, S.A.; FERRACANE, J. L.; BONA, A. D. Flexural strength and Weibull analysis of microhybrid and a nanofill composite evaluated by 3-and-4 point bending tests. **Dental Materials**, Copenhagen, Aug. 2007. No prelo. doi: 10.1016/j.dental.2007.05.013.

KILDAL, K. K.; RUYTER, I. E. How different curing method affect mechanical properties of composites for inlays when tested in dry and wet conditions. **European Journal of Oral Science**, Copenhagen, v. 105, n. 4, p. 353-361, Aug. 1997.

KIM, K.; ONG, J. L.; OKUNO, O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, St. Louis, v. 87, n. 6, p. 642-649, Jun. 2002.

KRISHNAN, V. K.; MANJUSHA, K.; YAMUNA, V. Effect of diluent upon the properties of a visible-light-cured dental composite. **Journal of Material Science: Material in Medicine**, Boston, v. 8, n. 11, p. 703-706, Nov. 1997.

KRISHNAN, V. K.; YAMUNA, V. Effect of initiator concentration, exposure time and particle size of the filler upon the mechanical properties of a light-curing radiopaque dental composite. **Journal of Oral Rehabilitation**, Oxford, v. 25, n. 10, p. 747-751, Oct. 1998.

LI, Y. et al. Effect of filler content and size on properties of composites. **Journal of Dental Research**, Chicago, v. 64, n. 12, p. 1396-1401, Dec. 1985.

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

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

LUTZ, F.; PHILLIPS, R. W. A classification and evaluation of composite resin systems. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, St. Louis, v. 50, n. 4, p. 480-488, Oct. 1983.

MCCABE, J. F.; KAGI, S. Mechanical properties of a composite inlay material following post-curing. **British Dental Journal**, Londres, v. 171, n. 8, p. 246-248, Oct. 1991.

MITRA, S. B.; WU, D.; HOLMES, B. N. An application of nanotechnology in advanced dental materials. **The Journal of the American Dental Association**, Washington, v. 134, n. 10, p. 1382-1390, Oct. 2003.

MOTA, E. G. **Resinas compostas**: comparação de propriedades mecânicas. 2005. Tese (Doutorado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

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

NEVES, A. D. et al. Correlation between degree of conversion, microhardness and inorganic content in composites. **Brazilian Oral Research**, São Paulo, v. 16, n. 4, p. 349-354, Oct./Dec. 2002.

NEW American Dental Association Specification no. 27 for Direct Filling Resins. **The Journal of the American Dental Association**, Washington, v. 94, n. 6, p. 1191-1194, Jun. 1977.

POSKUS, L.T.; PLÁCIDO, E.; CARDOSO, P. E. C. Influence of placement techniques on Vickers and Knoop hardness of class II composite resin restorations. **Dental Materials**, Copenhagen, v. 20, n. 8, p. 726-732, Oct. 2004.

REICH, S. M. et al. Mechanical properties and three-body wear of veneering composites and their matrices. **Journal of Biomedical Materials Research**, Hoboken, v. 69, n. 1, p. 65-69, Apr. 2004.

RODRIGUES Jr. S. A. et al. Resistência à flexão e módulo de elasticidade de diferentes tipos de resina composta. **Brazilian Oral Research**, São Paulo, v. 21, n. 1 p. 16-21, 2007.

RUYTER, I. E.; SVENDSEN, S. A. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. **Acta Odontologica Scandinavica**, Oslo, v. 36, n. 2, p. 75-82, Feb. 1978.

SAMPAIO, M. D. et al. Fracture strength of a resin composite with different curing units. In: ANNUAL MEETING & EXHIBITION OF THE AADR, 35., 2006, Orlando, Flórida. **Pôster 1438 AADR 2006**.

SANTOS, J. L. et al. Influência de diferentes soluções químicas na microdureza de resinas compostas. **UNOPAR Científica**: Ciências Biológicas e da Saúde, Londrina, v. 7, n. 1, p. 49-54, 2005.

SAY, E. C. et al. Wear and microhardness of different resin composite materials. **Operative Dentistry**, Seattle, v. 28, n. 5, p. 628-634, Sept. 2003.

SHORTALL, A. C.; UCTASLI, S.; MARQUIS, P. M. Fracture resistance of anterior, posterior and universal light activated composite restoratives. **Operative Dentistry**, Seattle, v. 26, n. 1, p. 87-96, Jan./Feb. 2001.

SILIKAS, N.; KAVVADIA, K.; ELIADES, G. Surface characterization of modern resin composites: a multitechnique approach. **American Journal of Dentistry**, San Antonio, Tex., v. 18, n. 2, p. 95-100, Apr. 2005.

TAYLOR, D. F. et al. Relationship between filler and matrix resin characteristics and the properties of uncured composite pastes. **Biomaterials**, Surrey, v. 19, n. 1-3, p. 197-204, Jan./Feb. 1998.

TERRY, D. A. Direct applications of a nanocomposite resin system: part 1- the evolution of contemporary composite materials. **Practical Procedures & Aesthetic Dentistry**, Mahwah, v. 16, n. 6, p. 417-422, Jul. 2004.

TOKUYAMA DENTAL CORPORATION. **Palfique Estelite paste**. Tokyo, Japan, 2002.

VOCO: creative . **Scientific documentation**: Grandio/Grandio Flow. Cuxhaven, 2006.

WILSON, K. S.; ZHANG, K.; ANTONUCCI, J. M. Systematic variation of interfacial phase reactivity in dental nanocomposites. **Biomaterials**, Surrey, v. 26, n. 25, p. 5095-5103, Sept. 2005.

XU, H. H. K. Dental composite resins containing silica-fused ceramic single-crystalline whiskers with various filler levels. **Journal of Dental Research**, Chicago, v. 78, n. 7, p. 1304-1311, Jul. 1999.

YALCIN, F.; KORKMAZ, Y.; BASEREN, M. The effect of two different polishing techniques on microleakage of new composites in Class V restorations. **The Journal of Contemporary Dental Practice**, Cincinnati, OH, v. 7, n. 5, p. 18-25, Nov. 2006.

YAZICI, A. R.; KUGEL, G.; GÜL, G. The Knoop hardness of a composite resin polymerized with different curing lights and different modes. **The Journal of Contemporary Dental Practice**, Cincinnati, OH, v. 8, n. 2, p. 52-59, Feb. 2007.

ZHANG, Y. et al. Recent development of polymer nanofibers for biomedical and biotechnological applications. **Journal of Material Science: Material in Medicine**, Boston, v. 16, n. 10, p. 933-946, Oct. 2005.



**Anexos**

---

## ANEXOS A - Análise estatística dos resultados

ANOVA						
		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
MPA	Between Groups	1878,612	8	234,827	2,860	,007
	Within Groups	6651,689	81	82,120		
	Total	8530,301	89			
KHN	Between Groups	44284,212	8	5535,526	17,434	,001
	Within Groups	25717,877	81	317,505		
	Total	70002,089	89			

## Post Hoc Tests

Multiple Tukey HSD						Comparisons	
Dependent Variable	(I) GRUPO	(J) GRUPO	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
MPA	supreme A2E	supreme A2B	1,3850	4,0526	1,000	-11,5318	14,3018
		4 season A2D	12,1650	4,0526	,081	-,7518	25,0818
		4 season A2	8,9900	4,0526	,404	-3,9268	21,9068
		EsthetX	3,1290	4,0526	,997	-9,7878	16,0458

		<b>A2</b>					
		<b>EsthetX A2D</b>	3,8020	4,0526	,990	-9,1148	16,7188
		<b>Palfique A2</b>	9,6620	4,0526	,307	-3,2548	22,5788
		<b>Palfique OA2</b>	9,5560	4,0526	,321	-3,3608	22,4728
		<b>Grandio</b>	-,9930	4,0526	1,000	-13,9098	11,9238
	<b>supreme A2B</b>	<b>supreme A2E</b>	-1,3850	4,0526	1,000	-14,3018	11,5318
		<b>4 season A2D</b>	10,7800	4,0526	,179	-2,1368	23,6968
		<b>4 season A2</b>	7,6050	4,0526	,631	-5,3118	20,5218
		<b>EsthetX A2</b>	1,7440	4,0526	1,000	-11,1728	14,6608
		<b>EsthetX A2D</b>	2,4170	4,0526	1,000	-10,4998	15,3338
		<b>Palfique A2</b>	8,2770	4,0526	,519	-4,6398	21,1938
		<b>Palfique OA2</b>	8,1710	4,0526	,537	-4,7458	21,0878
		<b>Grandio</b>	-2,3780	4,0526	1,000	-15,2948	10,5388
	<b>4 season A2D</b>	<b>supreme A2E</b>	-12,1650	4,0526	,081	-25,0818	,7518
		<b>supreme A2B</b>	-10,7800	4,0526	,179	-23,6968	2,1368
		<b>4 season A2</b>	-3,1750	4,0526	,997	-16,0918	9,7418
		<b>EsthetX A2</b>	-9,0360	4,0526	,397	-21,9528	3,8808
		<b>EsthetX A2D</b>	-8,3630	4,0526	,505	-21,2798	4,5538
		<b>Palfique A2</b>	-2,5030	4,0526	,999	-15,4198	10,4138

		<b>Palfique OA2</b>	-2,6090	4,0526	,999	-15,5258	10,3078
		<b>Grandio</b>	-13,1580(*)	4,0526	,043	-26,0748	-,2412
	<b>4 season A2</b>	<b>supreme A2E</b>	-8,9900	4,0526	,404	-21,9068	3,9268
		<b>supreme A2B</b>	-7,6050	4,0526	,631	-20,5218	5,3118
		<b>4 season A2D</b>	3,1750	4,0526	,997	-9,7418	16,0918
		<b>EsthetX A2</b>	-5,8610	4,0526	,876	-18,7778	7,0558
		<b>EsthetX A2D</b>	-5,1880	4,0526	,934	-18,1048	7,7288
		<b>Palfique A2</b>	,6720	4,0526	1,000	-12,2448	13,5888
		<b>Palfique OA2</b>	,5660	4,0526	1,000	-12,3508	13,4828
		<b>Grandio</b>	-9,9830	4,0526	,265	-22,8998	2,9338
	<b>EsthetX A2</b>	<b>supreme A2E</b>	-3,1290	4,0526	,997	-16,0458	9,7878
		<b>supreme A2B</b>	-1,7440	4,0526	1,000	-14,6608	11,1728
		<b>4 season A2D</b>	9,0360	4,0526	,397	-3,8808	21,9528
		<b>4 season A2</b>	5,8610	4,0526	,876	-7,0558	18,7778
		<b>EsthetX A2D</b>	,6730	4,0526	1,000	-12,2438	13,5898
		<b>Palfique A2</b>	6,5330	4,0526	,795	-6,3838	19,4498
		<b>Palfique OA2</b>	6,4270	4,0526	,810	-6,4898	19,3438
		<b>Grandio</b>	-4,1220	4,0526	,983	-17,0388	8,7948
	<b>EsthetX A2D</b>	<b>supreme A2E</b>	-3,8020	4,0526	,990	-16,7188	9,1148

		<b>supreme A2B</b>	-2,4170	4,0526	1,000	-15,3338	10,4998
		<b>4 season A2D</b>	8,3630	4,0526	,505	-4,5538	21,2798
		<b>4 season A2</b>	5,1880	4,0526	,934	-7,7288	18,1048
		<b>EsthetX A2</b>	-,6730	4,0526	1,000	-13,5898	12,2438
		<b>Palfique A2</b>	5,8600	4,0526	,876	-7,0568	18,7768
		<b>Palfique OA2</b>	5,7540	4,0526	,887	-7,1628	18,6708
		<b>Grandio</b>	-4,7950	4,0526	,958	-17,7118	8,1218
	<b>Palfique A2</b>	<b>supreme A2E</b>	-9,6620	4,0526	,307	-22,5788	3,2548
		<b>supreme A2B</b>	-8,2770	4,0526	,519	-21,1938	4,6398
		<b>4 season A2D</b>	2,5030	4,0526	,999	-10,4138	15,4198
		<b>4 season A2</b>	-,6720	4,0526	1,000	-13,5888	12,2448
		<b>EsthetX A2</b>	-6,5330	4,0526	,795	-19,4498	6,3838
		<b>EsthetX A2D</b>	-5,8600	4,0526	,876	-18,7768	7,0568
		<b>Palfique OA2</b>	-,1060	4,0526	1,000	-13,0228	12,8108
		<b>Grandio</b>	-10,6550	4,0526	,191	-23,5718	2,2618
	<b>Palfique OA2</b>	<b>supreme A2E</b>	-9,5560	4,0526	,321	-22,4728	3,3608
		<b>supreme A2B</b>	-8,1710	4,0526	,537	-21,0878	4,7458
		<b>4 season A2D</b>	2,6090	4,0526	,999	-10,3078	15,5258
		<b>4 season A2</b>	-,5660	4,0526	1,000	-13,4828	12,3508

		<b>EsthetX A2</b>	-6,4270	4,0526	,810	-19,3438	6,4898
		<b>EsthetX A2D</b>	-5,7540	4,0526	,887	-18,6708	7,1628
		<b>Palfique A2</b>	,1060	4,0526	1,000	-12,8108	13,0228
		<b>Grandio</b>	-10,5490	4,0526	,202	-23,4658	2,3678
	<b>Grandio</b>	<b>supreme A2E</b>	,9930	4,0526	1,000	-11,9238	13,9098
		<b>supreme A2B</b>	2,3780	4,0526	1,000	-10,5388	15,2948
		<b>4 season A2D</b>	13,1580(*)	4,0526	,043	,2412	26,0748
		<b>4 season A2</b>	9,9830	4,0526	,265	-2,9338	22,8998
		<b>EsthetX A2</b>	4,1220	4,0526	,983	-8,7948	17,0388
		<b>EsthetX A2D</b>	4,7950	4,0526	,958	-8,1218	17,7118
		<b>Palfique A2</b>	10,6550	4,0526	,191	-2,2618	23,5718
		<b>Palfique OA2</b>	10,5490	4,0526	,202	-2,3678	23,4658
<b>KHN</b>	<b>supreme A2E</b>	<b>supreme A2B</b>	21,8000	7,9687	,152	-3,5983	47,1983
		<b>4 season A2D</b>	61,4900(*)	7,9687	,000	36,0917	86,8883
		<b>4 season A2</b>	65,1200(*)	7,9687	,000	39,7217	90,5183
		<b>EsthetX A2</b>	68,6500(*)	7,9687	,000	43,2517	94,0483
		<b>EsthetX A2D</b>	49,4900(*)	7,9687	,000	24,0917	74,8883
		<b>Palfique A2</b>	61,4000(*)	7,9687	,000	36,0017	86,7983
		<b>Palfique OA2</b>	67,2100(*)	7,9687	,000	41,8117	92,6083

		<b>Grandio</b>	48,2100(*)	7,9687	,000	22,8117	73,6083
	<b>supreme A2B</b>	<b>supreme A2E</b>	-21,8000	7,9687	,152	- 47,1983	3,5983
		<b>4 season A2D</b>	39,6900(*)	7,9687	,000	14,2917	65,0883
		<b>4 season A2</b>	43,3200(*)	7,9687	,000	17,9217	68,7183
		<b>EsthetX A2</b>	46,8500(*)	7,9687	,000	21,4517	72,2483
		<b>EsthetX A2D</b>	27,6900(*)	7,9687	,022	2,2917	53,0883
		<b>Palfique A2</b>	39,6000(*)	7,9687	,000	14,2017	64,9983
		<b>Palfique OA2</b>	45,4100(*)	7,9687	,000	20,0117	70,8083
		<b>Grandio</b>	26,4100(*)	7,9687	,035	1,0117	51,8083
		<b>4 season A2D</b>	<b>supreme A2E</b>	-61,4900(*)	7,9687	,000	- 86,8883
	<b>supreme A2B</b>		-39,6900(*)	7,9687	,000	- 65,0883	- 14,2917
	<b>4 season A2</b>		3,6300	7,9687	1,000	- 21,7683	29,0283
	<b>EsthetX A2</b>		7,1600	7,9687	,992	- 18,2383	32,5583
	<b>EsthetX A2D</b>		-12,0000	7,9687	,850	- 37,3983	13,3983
	<b>Palfique A2</b>		-9,0000E- 02	7,9687	1,000	- 25,4883	25,3083
	<b>Palfique OA2</b>		5,7200	7,9687	,998	- 19,6783	31,1183
	<b>Grandio</b>		-13,2800	7,9687	,765	- 38,6783	12,1183
	<b>4 season A2</b>	<b>supreme A2E</b>	-65,1200(*)	7,9687	,000	- 90,5183	- 39,7217
		<b>supreme A2B</b>	-43,3200(*)	7,9687	,000	- 68,7183	- 17,9217
		<b>4 season</b>	-3.6300	7,9687	1,000	-	21,7683

		<b>A2D</b>				29,0283	
		<b>EsthetX A2</b>	3,5300	7,9687	1,000	-21,8683	28,9283
		<b>EsthetX A2D</b>	-15,6300	7,9687	,574	-41,0283	9,7683
		<b>Palfique A2</b>	-3,7200	7,9687	1,000	-29,1183	21,6783
		<b>Palfique OA2</b>	2,0900	7,9687	1,000	-23,3083	27,4883
		<b>Grandio</b>	-16,9100	7,9687	,466	-42,3083	8,4883
	<b>EsthetX A2</b>	<b>supreme A2E</b>	-68,6500(*)	7,9687	,000	-94,0483	-43,2517
		<b>supreme A2B</b>	-46,8500(*)	7,9687	,000	-72,2483	-21,4517
		<b>4 season A2D</b>	-7,1600	7,9687	,992	-32,5583	18,2383
		<b>4 season A2</b>	-3,5300	7,9687	1,000	-28,9283	21,8683
		<b>EsthetX A2D</b>	-19,1600	7,9687	,296	-44,5583	6,2383
		<b>Palfique A2</b>	-7,2500	7,9687	,992	-32,6483	18,1483
		<b>Palfique OA2</b>	-1,4400	7,9687	1,000	-26,8383	23,9583
		<b>Grandio</b>	-20,4400	7,9687	,218	-45,8383	4,9583
	<b>EsthetX A2D</b>	<b>supreme A2E</b>	-49,4900(*)	7,9687	,000	-74,8883	-24,0917
		<b>supreme A2B</b>	-27,6900(*)	7,9687	,022	-53,0883	-2,2917
		<b>4 season A2D</b>	12,0000	7,9687	,850	-13,3983	37,3983
		<b>4 season A2</b>	15,6300	7,9687	,574	-9,7683	41,0283
		<b>EsthetX A2</b>	19,1600	7,9687	,296	-6,2383	44,5583

		<b>Palfique A2</b>	11,9100	7,9687	,855	-	13,4883	37,3083
		<b>Palfique OA2</b>	17,7200	7,9687	,401	-	7,6783	43,1183
		<b>Grandio</b>	-1,2800	7,9687	1,000	-	26,6783	24,1183
	<b>Palfique A2</b>	<b>supreme A2E</b>	-61,4000(*)	7,9687	,000	-	86,7983	-
		<b>supreme A2B</b>	-39,6000(*)	7,9687	,000	-	64,9983	-
		<b>4 season A2D</b>	9,000E-02	7,9687	1,000	-	25,3083	25,4883
		<b>4 season A2</b>	3,7200	7,9687	1,000	-	21,6783	29,1183
		<b>EsthetX A2</b>	7,2500	7,9687	,992	-	18,1483	32,6483
		<b>EsthetX A2D</b>	-11,9100	7,9687	,855	-	37,3083	13,4883
		<b>Palfique OA2</b>	5,8100	7,9687	,998	-	19,5883	31,2083
		<b>Grandio</b>	-13,1900	7,9687	,771	-	38,5883	12,2083
	<b>Palfique OA2</b>	<b>supreme A2E</b>	-67,2100(*)	7,9687	,000	-	92,6083	-
		<b>supreme A2B</b>	-45,4100(*)	7,9687	,000	-	70,8083	-
		<b>4 season A2D</b>	-5,7200	7,9687	,998	-	31,1183	19,6783
		<b>4 season A2</b>	-2,0900	7,9687	1,000	-	27,4883	23,3083
		<b>EsthetX A2</b>	1,4400	7,9687	1,000	-	23,9583	26,8383
		<b>EsthetX A2D</b>	-17,7200	7,9687	,401	-	43,1183	7,6783
		<b>Palfique A2</b>	-5,8100	7,9687	,998	-	31,2083	19,5883
		<b>Grandio</b>	-19,0000	7,9687	,307	-	44,3983	6,3983

	<b>Grandio</b>	<b>supreme A2E</b>	-48,2100(*)	7,9687	,000	-73,6083	-22,8117
		<b>supreme A2B</b>	-26,4100(*)	7,9687	,035	-51,8083	-1,0117
		<b>4 season A2D</b>	13,2800	7,9687	,765	-12,1183	38,6783
		<b>4 season A2</b>	16,9100	7,9687	,466	-8,4883	42,3083
		<b>EsthetX A2</b>	20,4400	7,9687	,218	-4,9583	45,8383
		<b>EsthetX A2D</b>	1,2800	7,9687	1,000	-24,1183	26,6783
		<b>Palfique A2</b>	13,1900	7,9687	,771	-12,2083	38,5883
		<b>Palfique OA2</b>	19,0000	7,9687	,307	-6,3983	44,3983
* The mean difference is significant at the .05 level.							

### Homogeneous Subsets

<b>MPA</b>			
Tukey HSD			
	<b>N</b>	<b>Subset for alpha = .05</b>	
<b>GRUPO</b>		<b>1</b>	<b>2</b>
<b>4 season A2D</b>	10	36,0850	
<b>Palfique A2</b>	10	38,5880	38,5880
<b>Palfique OA2</b>	10	38,6940	38,6940
<b>4 season A2</b>	10	39,2600	39,2600
<b>EsthetX A2D</b>	10	44,4480	44,4480
<b>EsthetX A2</b>	10	45,1210	45,1210
<b>supreme A2B</b>	10	46,8650	46,8650
<b>supreme A2E</b>	10	48,2500	48,2500
<b>Grandio</b>	10		49,2430
<b>Sig.</b>		,081	,191

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a Uses Harmonic Mean Sample Size = 10,000.

<b>KHN</b>			
Tukey HSD			
	<b>N</b>	<b>Subset for alpha = .05</b>	
<b>GRUPO</b>		<b>1</b>	<b>2</b>
<b>EsthetX A2</b>	10	54,4500	
<b>Palfique OA2</b>	10	55,8900	
<b>4 season A2</b>	10	57,9800	
<b>4 season A2D</b>	10	61,6100	
<b>Palfique A2</b>	10	61,7000	
<b>EsthetX A2D</b>	10	73,6100	
<b>Grandio</b>	10	74,8900	
<b>supreme A2B</b>	10		101,3000
<b>supreme A2E</b>	10		123,1000
<b>Sig.</b>		,218	,152

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a Uses Harmonic Mean Sample Size = 10,000.

**ANEXO B – Representação gráfica da análise termogravimétrica das resinas compostas, conteúdo de carga em peso(wt%)**

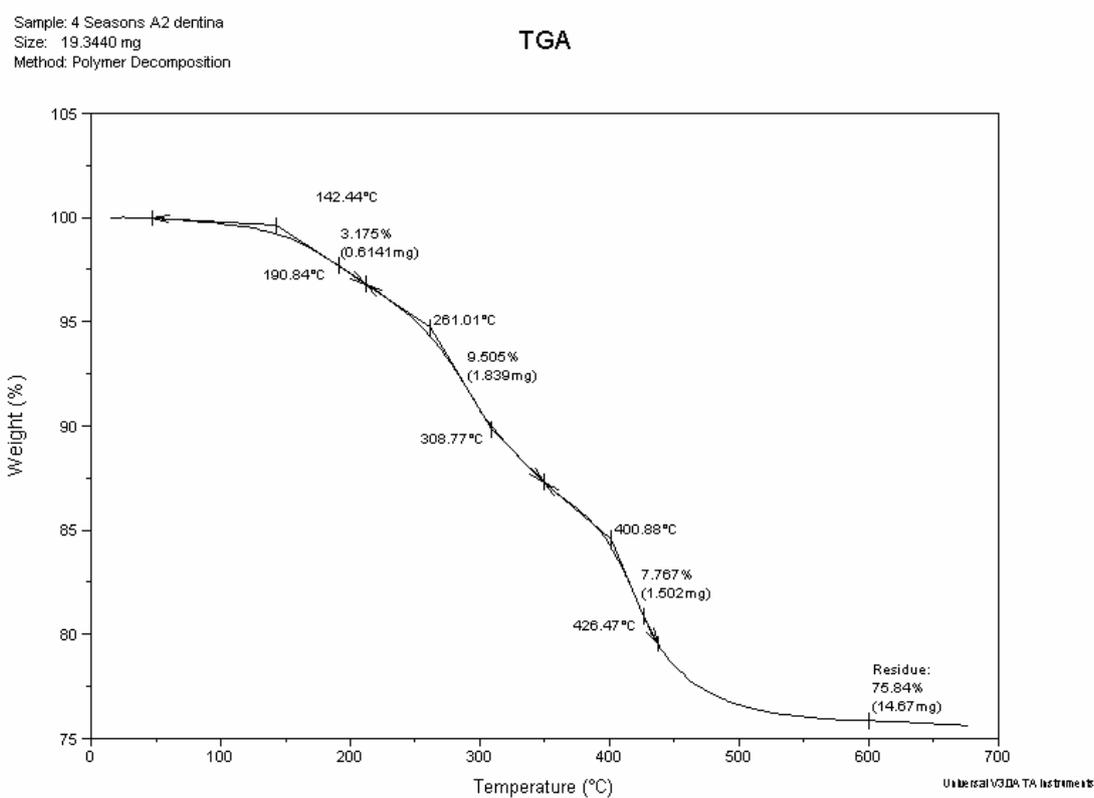


Gráfico 3 – Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina 4 Seasons dentina.

Sample: 4 Seasons A2 esmalte  
Size: 23.9640 mg  
Method: Polymer Decomposition

## TGA

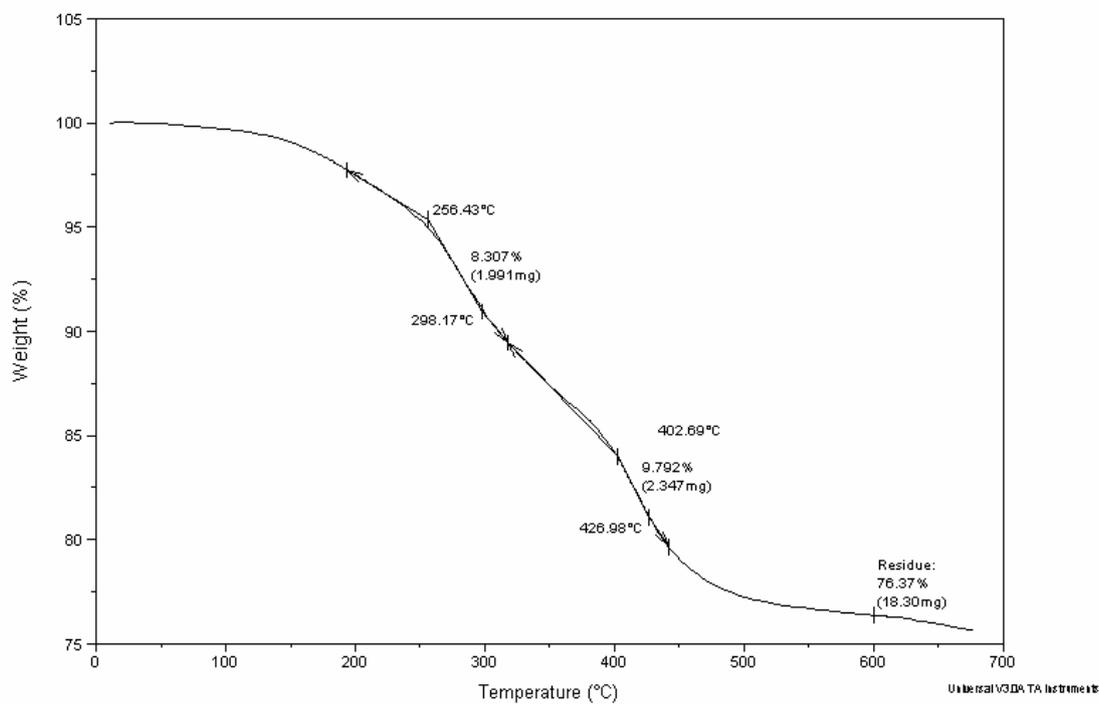


Gráfico 4 – Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina 4 Seasons esmalte.

Sample: ESTHET X A2-0  
Size: 12.7390 mg  
Method: Polymer Decomposition

## TGA

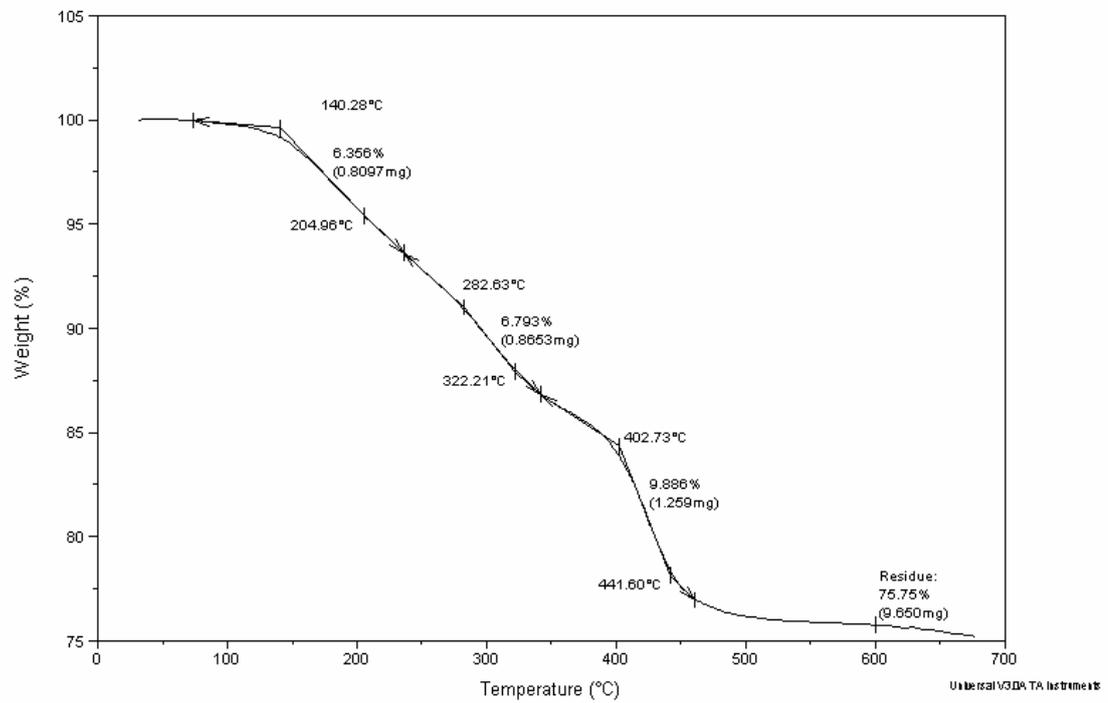


Gráfico 5 – Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina Esthet-X Improved dentina.

Sample: Esthet X Improved  
Size: 9.0100 mg  
Method: Polymer Decomposition

## TGA

File: C:\...Nigia\esthetx.001  
Operator: pccos  
Run Date: 31-May-07 19:07

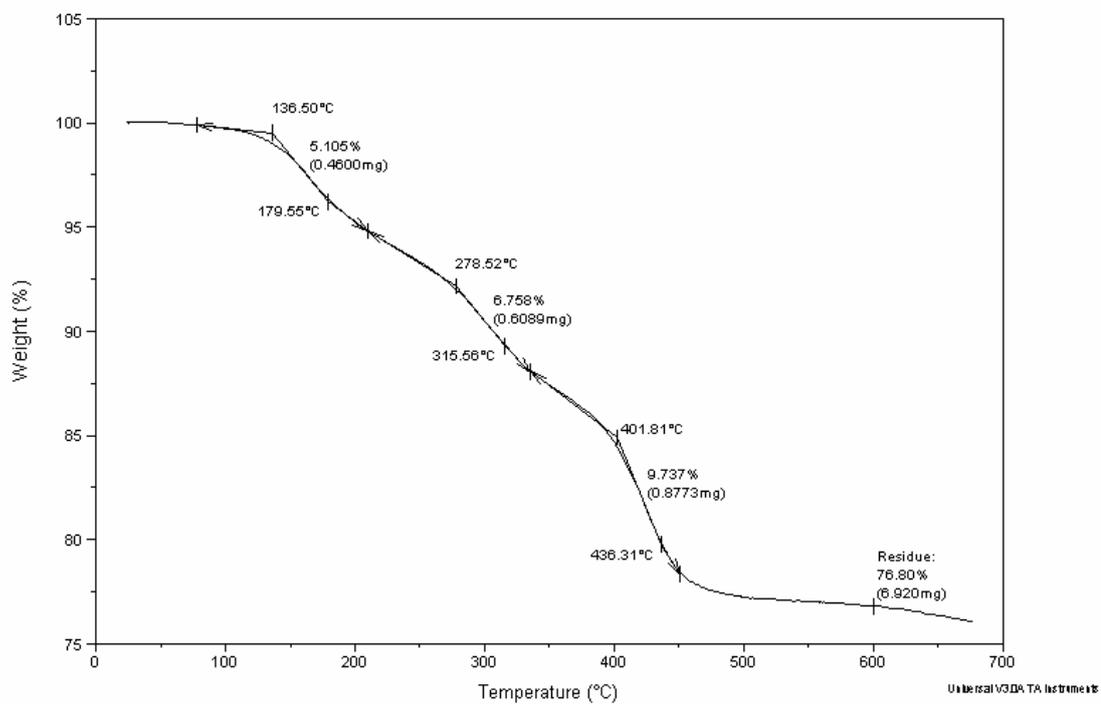


Gráfico 6 – Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina Esthet-X Improved esmalte.

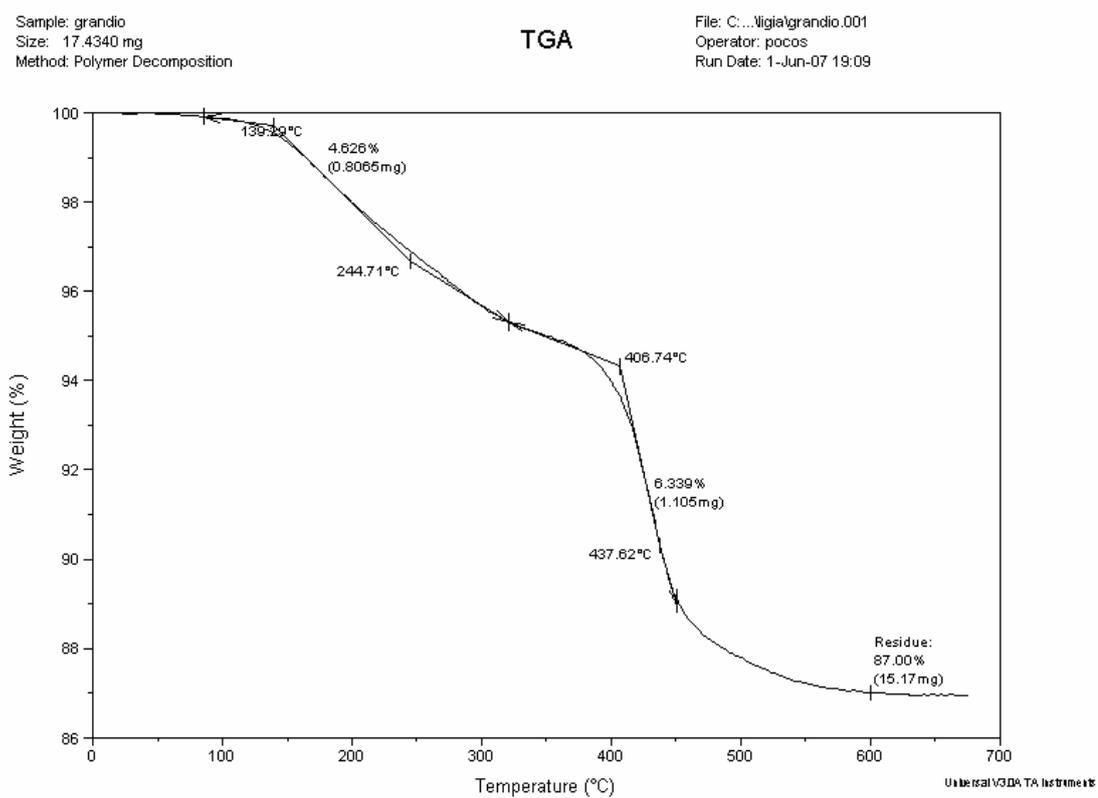


Gráfico 7– Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina Grandio esmalte.

Sample: GRANDIO OA2  
Size: 19.5670 mg  
Method: Polymer Decomposition

## TGA

File: C:\...Nigia\grandio-oa2.001  
Operator: Gabriel  
Run Date: 18-Jun-07 18:40

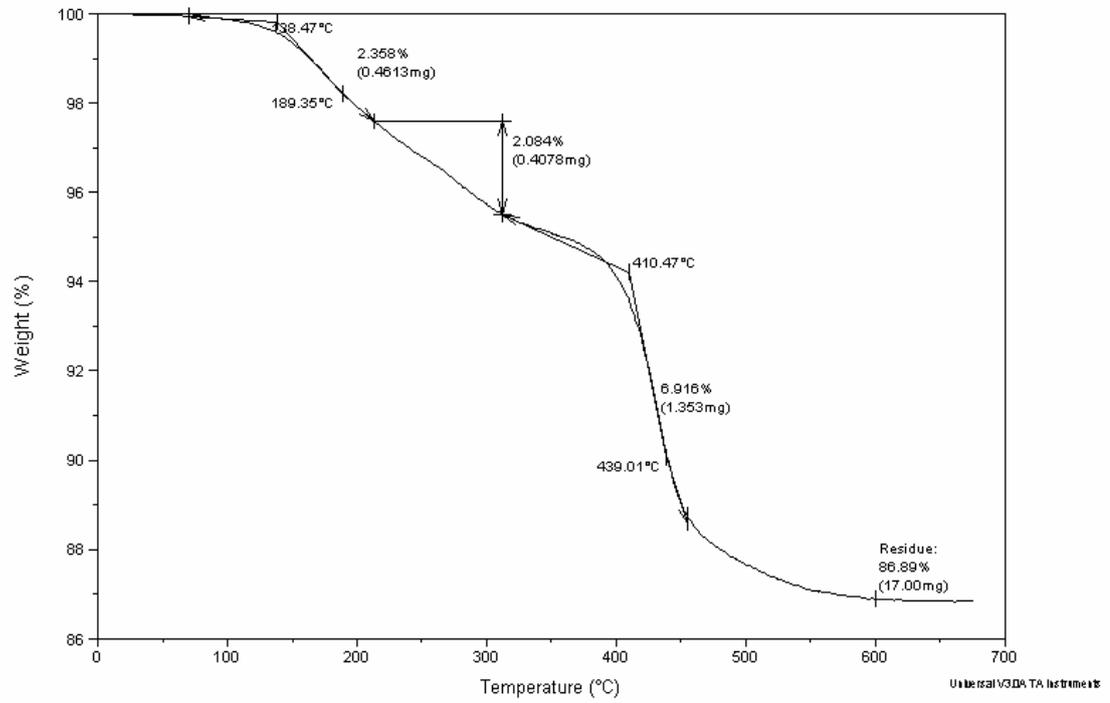


Gráfico 8 – Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina Grandio dentina.

Sample: Palfique Estelite  
Size: 18.0580 mg  
Method: Polymer Decomposition

## TGA

File: C:\...Nigia\palfique.001  
Operator: Gabriel  
Run Date: 4-Jun-07 17:35

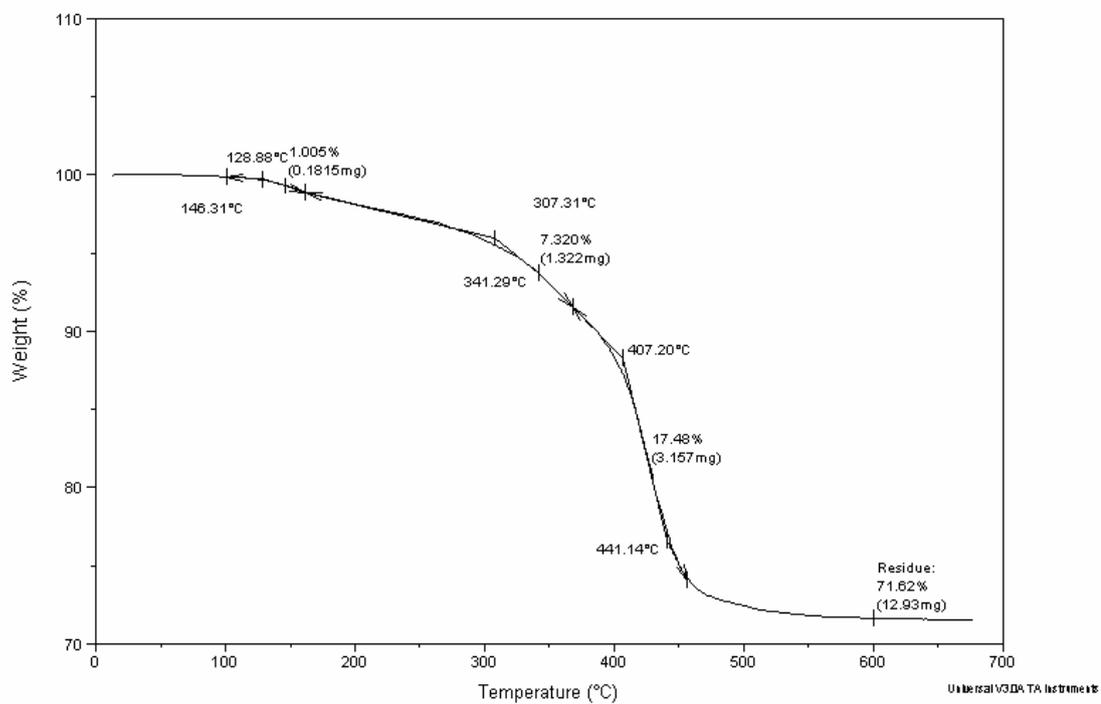


Gráfico 9– Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina Palfique Estelite dentina.

Sample: PALFIQUE ESTELITE A1  
Size: 22.5980 mg  
Method: Polymer Decomposition

## TGA

File: C:\...Nigia\palfiquea1.001  
Operator: Gabriel  
Run Date: 13-Jun-07 15:42

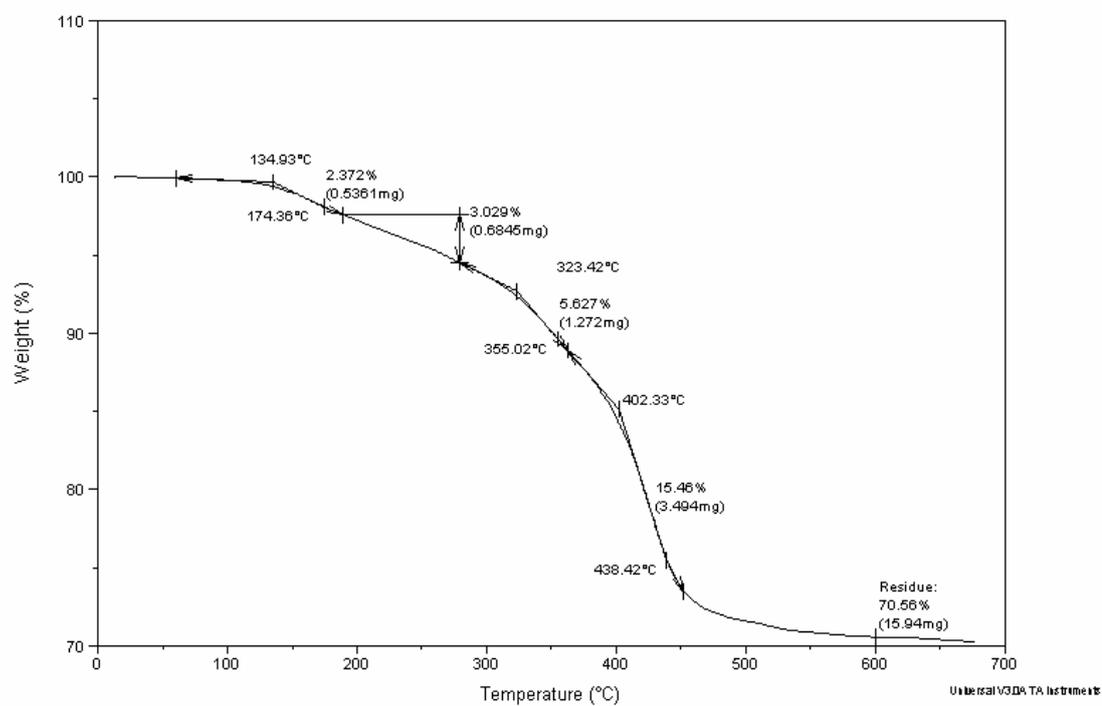


Gráfico 10– Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina Palfique Estelite esmalte.

Sample: Filtek Supreme  
Size: 22.3990 mg  
Method: Polymer Decomposition

## TGA

File: C:\...Nigia\Tittel.002  
Operator: pccos  
Run Date: 31-May-07 16:59

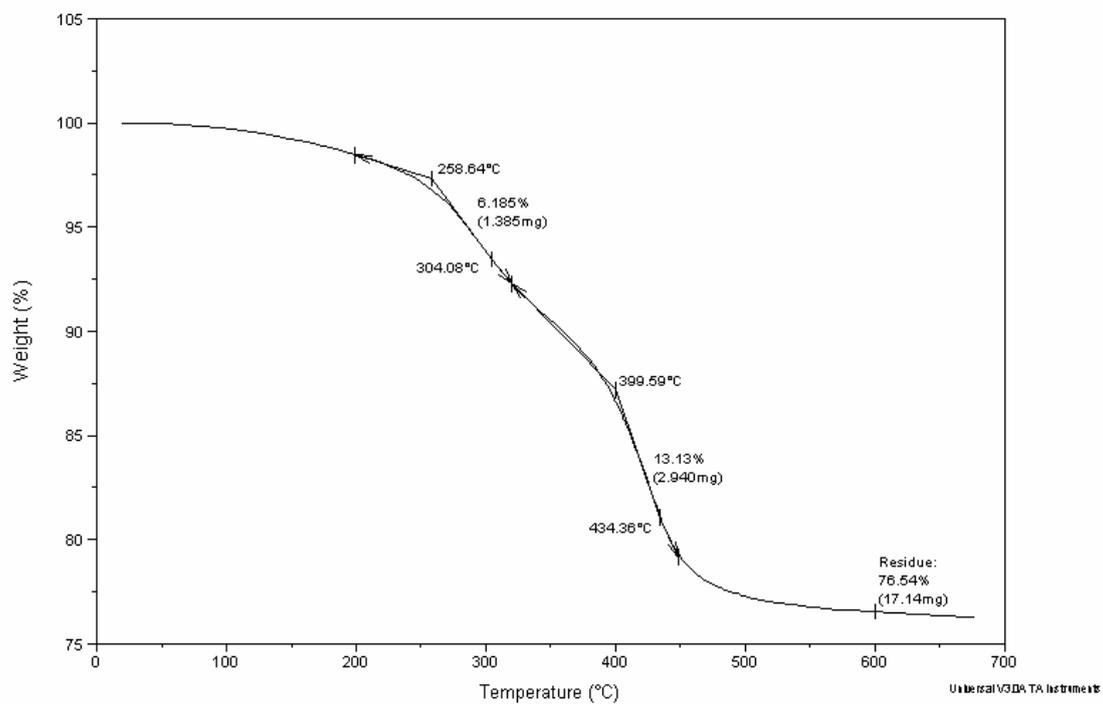


Gráfico 11– Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina Supreme esmalte.

Sample: filtek supreme  
Size: 11.9350 mg  
Method: Polymer Decomposition  
Comment: a2b

## TGA

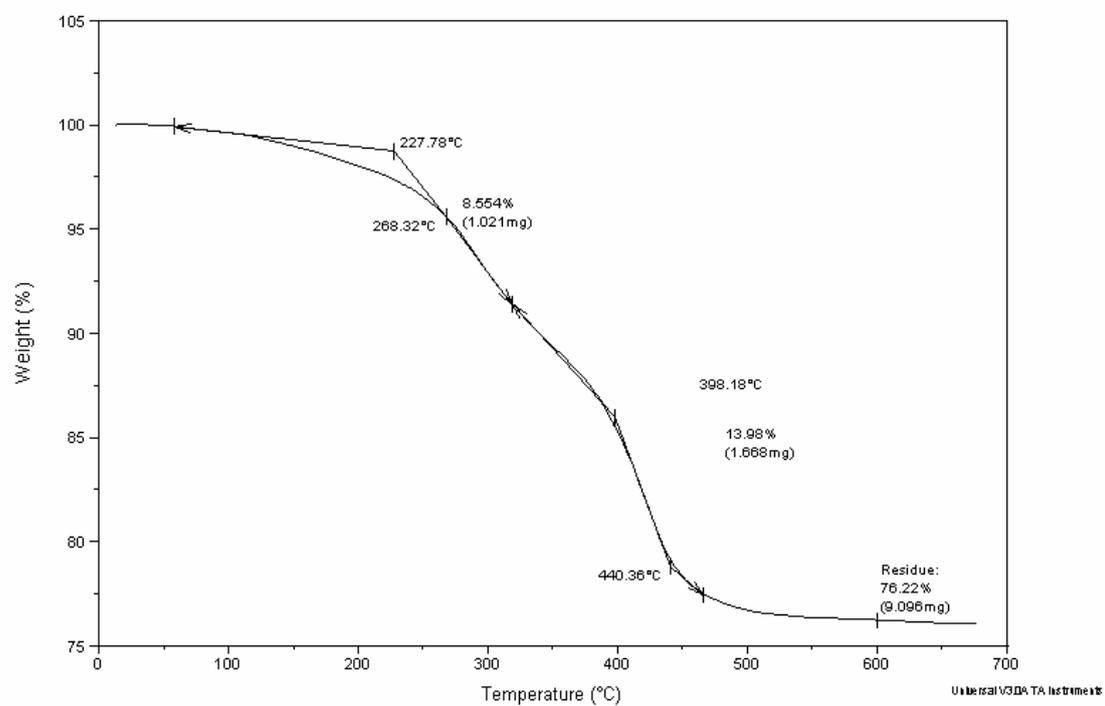


Gráfico 12– Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina Supreme dentina.

**ANEXOS C - Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa – PUCRS****Comissão Científica e de Ética  
Faculdade da Odontologia da PUCRS**

---

Porto Alegre 06 de janeiro de 2006

**O Projeto de: Tese**

**Protocolado sob nº:** 0150/05

**Intitulado:** Comparação de propriedades mecânicas de compósitos nanoparticulados

**do(a) aluno(a):** Luiz Antonio G.Pires

**Programa de:** Odontologia

**do curso de:** Materiais Dentários

**Nível:** Doutorado

**Orientado pelo(a):** Prof. Hugo Oshima

Foi **aprovado** pela Comissão Científica e de Ética da Faculdade de Odontologia da PUCRS em 06 de janeiro de 2006.

**Profa. Dra. Marília Gerhardt de Oliveira**  
Presidente da Comissão Científica e de Ética da  
Faculdade de Odontologia da PUCRS

### **Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)**

P667c Pires, Luiz Antonio Gaieski  
Comparação de propriedades mecânicas e do conteúdo de  
carga de cinco resinas compostas com nanopartículas / Luiz Antonio  
Gaieski Pires. — Porto Alegre, 2008.  
103 f.

Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia. Programa de Pós-  
Graduação em Odontologia, Área de Materiais Dentários. PUCRS,  
2008.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota

1. Resinas Compostas. 2. Nanopartículas. 3. Materiais Dentários.  
4. Propriedades Mecânicas. I. Título.

CDD : 617.675

**Bibliotecário Responsável**  
Ginamara Lima Jacques Pinto  
CRB 10/1204