

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
PROGRAMA DE MESTRADO EM ODONTOLOGIA  
CONCENTRAÇÃO EM MATERIAIS DENTÁRIOS

**AVALIAÇÃO DA CARGA INORGÂNICA DE RESINAS COMPOSTAS  
DE CONTEÚDO NANOMÉTRICO**

LUCAS HÖRLE

Porto Alegre  
2009

LUCAS HÖRLLE

**AVALIAÇÃO DA CARGA INORGÂNICA DE RESINAS COMPOSTAS DE  
CONTEÚDO NANOMÉTRICO**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de mestre em Odontologia, Área de Concentração em Materiais Dentários, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia da PUC-RS

Orientadora: Profa. Dra. Luciana M. Hirakata

Porto Alegre

2009

**Aos meus exemplares pais, Celso e Jane,  
a minha futura esposa, Aline e  
minha amada filha, Ana Carolina  
que, mesmo em momentos difíceis,  
sempre me amaram, apoiaram, incentivaram,  
renovaram minhas esperanças e souberam  
ser companheiros a cada jornada.**

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço, primeiramente, a Deus simplesmente pela oportunidade, a mim concedida, de estar aqui hoje.

À Profa. Dra. Nilza Pereira da Costa, coordenadora, até o ano de 2007, da Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da PUCRS.

Ao Prof. Dr. José Antônio Poli de Figueiredo, atual coordenador da Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da PUCRS.

Ao Prof. Dr. Hugo Mitsuo Silva Oshima, coordenador do curso de Mestrado em Odontologia, concentração em Materiais Dentários, da Faculdade de Odontologia da PUCRS.

A minha orientadora, Profa. Dra. Luciana Mayumi Hirakata, pela dedicação em minha formação.

Aos docentes do Programa de Mestrado da Faculdade de Odontologia da PUCRS, com grande gratidão ao Prof. Dr. Eduardo Gonçalves Mota, com quem tirei e ainda tiro lições tanto para a vida profissional acadêmica, quanto clínica.

Ao Prof. Dr. Pantelis Varvaki Rados pela humildade que tem em saber ouvir e orientar para a vida; pela sua amizade.

Ao Prof. Raphael Carlos Drumond Loro pelos conselhos e ajudas a mim fornecidas em conversas rápidas e objetivas.

Aos meus colegas de graduação, Luciana Corrêa Arieta, Luiz Gustavo Fleck Heck Brito, Ramon Krause e Roberta Toniolo Chazan, cada um com a sua importância para que eu estivesse aqui hoje.

Aos amigos e colegas do Programa de Mestrado da sub-área de Materiais Dentários: Álvaro Gruending, Cristiano Lages Carlucci, Fernanda Cássia Mortari Cavazzola e Joaquim Luiz de Lima B Neto.

Aos alunos de Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da PUCRS: Carlos Eduardo Chrzanowski e Carlos Henrique Trojaner Nunes.

Às famílias Hörlle e Klafke pelo amor, paciência e companheirismo nos últimos anos.

## SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS.....	vii
LISTA DE FIGURAS.....	x
LISTA DE GRÁFICOS.....	xii
LISTA DE QUADRO E TABELAS.....	xiv
RESUMO .....	xvi
ABSTRACT .....	xviii
1. INTRODUÇÃO.....	20
2. OBJETIVOS.....	26
2.1 Geral	26
2.2 Específicos	26
3. REVISÃO DE LITERATURA.....	28
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	55
4.1 Materiais	55
4.2 Métodos	57
4.2.1 Análise Termogravimétrica (TGA)	57
4.2.2 Espectrografia por Dispersão de Raios X (EDS)	57
4.2.3 Análise na Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	58
4.2.3.1 Análise Quantitativa do Tamanho Médio das Partículas	59
4.2.3.2 Análise Qualitativa das Imagens da MEV	59
5. RESULTADOS.....	61
5.1 Conteúdo de Carga em Peso (Wt%)	61
5.2 Espectrografia por Dispersão de RX	65
5.3 Análise através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	69
5.3.1 Análise Quantitativa do Tamanho Médio das partículas	

de carga	69
5.3.2 Análise Qualitativa das partículas de carga em MEV	71
6. DISCUSSÃO.....	79
7. CONCLUSÃO.....	86
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	88
9. ANEXOS.....	96

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURA	DESCRIÇÃO
ADA	Associação Americana de Odontologia
ANCOVA	Análise de Covariância
ANOVA	Análise de Variância
Al	Alumínio
$\alpha$	Nível de significância
ASTM	Sociedade Americana para Testes e Materiais
ATES	aliltriatoxisilano organosilano
BisEMA	Bisfenol A polietileno glicol diéter dimetacrilato
BisGMA	Bisfenol A e glicidil metacrilato
Ba	Bário
cm	Centímetro(s)
cp	Corpo de prova
DP	Desvio Padrão
EDMA	Etileno glicol dimetacrilato
EDS	Espectrografia por Disperção de RX
<i>et al.</i>	e outros (abreviatura de <i>et alli</i> )
FTIR	Espectroscopia Infravermelha de Transformação de Fourier
g	Grama
°C	Grau Celsius
°C/min	Grau Celsius por minuto

---

---

<b><i>g</i></b>	Gravidade
GEE	equações estimativas generalizadas específicas
GPS	gamma-glicidoxipropil trimetoxisilano
GPa	Giga Pascal
h	hora(s)
HPMA	3-hidroxiopropil metacrilato
ISO	Organização de Padrões Internacional
KHN	Unidade de Dureza Knoop
m	Metro(s)
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	Mega Pascal
MPS	$\gamma$ -metacrilolpropilsilano
mg	Miligrama
mm	Milímetro
mm/min	Milímetro por minuto
ml	Mililitro
min	Minuto
microm/m	Micrometro por metro
mol%	Percentual em mol
$\mu\text{m}$	Micrometro
N	Newton
n	Número de amostras
nm	Nanômetro
–	Não observado
O	Oxigênio

---

---

P.A.	Pró-Análise
%	Percentual
r	Correlação
RBC	Compósito à base de resina
s	Segundo(s)
Si	Silício
SiO <sub>2</sub>	Óxido de Silício
TEM	Microscopia Eletrônica de Transmissão
TEDMA	Trietileno dimetacrilato
TEGDA	Trietileno glicol diacrilato
TEGDMA	Trietileno glicol dimetacrilato
TEGMA	Trietileno glicol metacrilato
TiO <sub>2</sub>	Óxido de titânio
TTEGDA	Trietileno glicol diacrilato
TGA	Análise Termogravimétrica
UDMA	Uretano dimetacrilato
UEDMA	Etileno uretano dimetacrilato
VHN	Número de dureza Vickers
Vol%	Percentual em Volume
Wt%	Percentual em Peso
≤	Símbolo para menor ou igual
<	Símbolo para menor

---

**LISTA DE FIGURAS**

FIGURA 1	Figura ilustrativa do software Image Pro Plus 4.5.1 da aplicação da metodologia na medição do conteúdo inorgânico.....	70
FIGURA 2	Figura ilustrativa do software Image Pro Plus 4.5.1 da aplicação da metodologia na medição do conteúdo inorgânico.....	70
FIGURA 3	Resultado obtido em MEV, com aumento de 20000x, do aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Esthet X D.....	72
FIGURA 4	Resultado obtido em MEV, com aumento de 20000x, do aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Esthet X D.....	72
FIGURA 5	Resultado obtido em MEV, com aumento de 10000x do aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Esthet X E.....	73
FIGURA 6	Resultado obtido em MEV, com aumento de 10000x, do aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Esthet X E .....	73
FIGURA 7	Resultado obtido em MEV, com aumento de 10000x, do aspecto morfológico do aglomerado de partículas de carga da resina composta Filtek Supreme D.....	74
FIGURA 8	Resultado obtido em MEV, com aumento de 75000x, do aspecto morfológico do aglomerado de partículas de carga da resina composta Filtek Supreme D.....	74

FIGURA 9	Resultado obtido em MEV, com aumento de 20000x, do aspecto morfológico do aglomerado de partículas de carga da resina composta Filtek Supreme E.....	75
FIGURA 10	Resultado obtido em MEV, com aumento de 38000x, do aspecto morfológico do aglomerado de partículas de carga da resina composta Filtek Supreme E.....	75
FIGURA 11	Resultado obtido em MEV, com aumento de 10000x, do aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Grandio D.....	76
FIGURA 12	Resultado obtido em MEV, com aumento de 20000x, do aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Grandio D.....	76
FIGURA 13	Resultado obtido em MEV, com aumento de 10000x, do aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Grandio E.....	77
FIGURA 14	Resultado obtido em MEV, com aumento de 10000x, do aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Grandio E.....	77

## LISTA DE GRÁFICOS

GRÁFICO 1	Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Esthet X E, conteúdo de carga em peso (Wt%).....	62
GRÁFICO 2	Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Esthet X D, conteúdo de carga em peso (Wt%).....	62
GRÁFICO 3	Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Filtek Supreme E, conteúdo de carga em peso (Wt%).....	63
GRÁFICO 4	Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Filtek Supreme D, conteúdo de carga em peso (Wt%).....	63
GRÁFICO 5	Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Grandio E, conteúdo de carga em peso (Wt%).....	64
GRÁFICO 6	Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Grandio D, conteúdo de carga em peso (Wt%).....	64
GRÁFICO 7	Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Esthet X E.....	66
GRÁFICO 8	Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Esthet X D.....	66
GRÁFICO 9	Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Filtek Supreme E.....	67
GRÁFICO 10	Representação gráfica da análise de EDS da composição do	

	conteúdo de carga da Resina Filtek Supreme D.....	67
GRÁFICO 11	Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Grandio E.....	68
GRÁFICO 12	Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Grandio D.....	68

**LISTA DE QUADRO E TABELAS**

QUADRO 1	Divisão dos grupos e das marcas comerciais, número do lote, matriz orgânica, composição da carga, tamanho médio das partículas de carga ( $\mu\text{m}$ ), forma da carga e conteúdo de carga (Wt%), segundo a descrição de cada fabricante .....	56
TABELA 1	Tabela descritiva do Conteúdo de carga em peso (Wt%) avaliado através da análise termogravimétrica .....	61
TABELA 2	Tabela descritiva dos elementos observados (Wt%) no teste de Espectrografia por Dispersão de RX em relação aos materiais testados .....	65
TABELA 3	Tabela descritiva do tamanho médio ( $\mu\text{m}$ ) das partículas de carga e aglomerados de partículas de carga e desvio-padrão....	69



## RESUMO

O objetivo deste estudo foi analisar a carga inorgânica de resinas compostas de conteúdo nanométrico. Foi determinando o conteúdo de carga em peso incorporado a cada material (TGA), o conteúdo inorgânico através da microscopia eletrônica de varredura (MEV), suas dimensões e morfologia, além dos componentes em peso pelo teste de Espectrografia por Dispersão de Raios X (EDS). As resinas compostas Esthet X, Filtek Supreme XT e Grandio foram divididas em seis grupos de acordo com a marca da resina composta e a cor. Os valores do conteúdo de carga variaram de 75,75 a 87 Wt% para o grupo Esthet X D e o grupo Grandio E, respectivamente. À análise por EDS, os elementos O e Si foram observados em todos os grupos. Al foi observado nos grupos das resinas compostas Esthet X e Grandio e Ba não foi observado nos grupos Grandio E, Filtek Supreme E e Filtek Supreme D. Os resultados obtidos sobre os valores médios ( $\mu\text{m}$ ) foram: Esthet X E – 1,16<sub>B</sub>; Esthet X D – 1,39<sub>B</sub>; Filtek Supreme E – 0,6<sub>B</sub>; Filtek Supreme D – 1,14<sub>AB</sub>; Grandio E – 2,05<sub>AB</sub> e Grandio D – 3,1<sub>A</sub>. Na análise da morfologia das partículas, as resinas compostas Esthet X e Grandio apresentaram características semelhantes entre si com grande quantidade de partículas de carga inorgânica irregulares, de morfologia heterogênea. Por outro lado, os grupos da resina Filtek Supreme XT apresentaram características diferentes das demais e semelhantes entre si, quanto à morfologia. Evidenciaram grande quantidade de partículas de carga inorgânica esféricas, regulares, com distribuição e tamanho homogêneos. Os resultados mostraram diferentes formas e tamanhos de partículas inorgânicas, independente do tipo de resina composta. Pôde-se concluir que as resinas compostas apresentaram características físicas de forma e tamanho das partículas de carga inorgânica nem sempre coincidindo com as apresentadas pelos fabricantes e comprovada pela literatura.

Palavras-chave: Materiais Dentários, Resinas compostas nanoparticuladas, partículas de carga, conteúdo inorgânico.



## ABSTRACT

The purpose of this study was to analyse the filler content of composites resins with nanomeric content. It was determined the filler weight content into each material (TGA); inorganic filler by scanning-electron microscopy (SEM), their dimensions and morphology; besides weight compounds with energy dispersed X – ray test. The composites Esthet X, Filtek Supreme XT and Grandio were divided in six groups according their commercial mark and color. Filler content's values varied from 75,75 to 87 Wt%, to Esthet X D group and Grandio E group, respectively. To EDX test, O and Si elements were observed in all of groups. Al was observed into the composites Esthet X and Grandio groups and Ba was not observed in groups of Grandio E, Filtek Supreme E and Filtek Supreme D. The results obtained about means values ( $\mu\text{m}$ ) were: Esthet X E – 1,16<sub>B</sub>; Esthet X D – 1,39<sub>B</sub>; Filtek Supreme E – 0,6<sub>B</sub>; Filtek Supreme D – 1,14<sub>AB</sub>; Grandio E – 2,05<sub>AB</sub> e Grandio D – 3,1<sub>A</sub>. At the morphology of particles analyses, the composites resins Esthet X and Grandio showed similar characteristics with a high quantity of irregular inorganic particles and heterogeneous morphology. In the other hand, the groups of Filtek Supreme XT composites presented different characteristics among the other groups and similar into their own groups. These groups showed a high quantity of spherical and regular particles, with homogeneous distribution and sizes. The results presented different inorganic particles morphology and sizes, independent of the type of the composite. It could be concluded that composite resins presented physical characteristics of shape and size of inorganic particles that is not always coincident with manufacturer and literature.

Key-words: Dental Materials, Nanotechnology, Inorganic Particles, Permanent Dental Restoration.



## INTRODUÇÃO

Os materiais restauradores poliméricos de uso direto evoluíram muito devido a sua insolubilidade em meio bucal, facilidade de manipulação, baixo custo e pela técnica de união à dentina e esmalte (Lu *et al.*, 2005). Com o surgimento das resinas sensíveis à luz visível, as dificuldades de controle do tempo de presa e redução da inibição da polimerização pelo oxigênio foram minimizadas (Anusavice, 2005). Foi na década de 1960 que Raphael L. Bowen desenvolveu a primeira resina composta, associando partículas de sílica tratadas com vinil-silano a uma matriz resinosa de bisfenol A-glicidil metacrilato (Bis-GMA) (Bowen, 1963) obtendo uma mistura de 70% em peso de sílica tratada para 30% do monômero BisGMA. O autor, em 1964, realizou e avaliou sete diferentes misturas de resinas e partículas (partículas esféricas e irregulares de vidro, esféricas e irregulares de sílica e partículas de sílica não tratadas com vinil silano). A partir disso, uma busca por um material restaurador que proporcione estética, propriedades mecânicas semelhantes à estrutura dental, baixa alteração dimensional durante polimerização e alta resistência ao desgaste, persiste até os dias atuais.

As partículas de carga das resinas compostas, que constituem a fase inorgânica, são normalmente produzidas por moagem ou fresagem do quartzo ou vidro para que se produzam partículas com tamanhos variando de 0,1 a 100  $\mu\text{m}$ . Já as partículas de carga de sílica submicrométrica de tamanho coloidal ( $\sim 0,04 \mu\text{m}$ ), chamadas normalmente de micropartículas, são obtidas por um processo pirolítico ou de precipitação, na qual um composto de sílica é

queimado em uma atmosfera de  $O_2$  e  $H_2$  para formar cadeias de macromoléculas de  $SiO_2$ . Foram tais componentes, considerados agentes de carga, que proporcionaram, quando unidos, a otimização das propriedades da matriz resinosa como resistência à compressão, resistência à tração e à abrasão e módulo de elasticidade (Anusavice, 2005).

Conforme o mesmo autor, o quartzo é quimicamente inerte, porém, por ser muito duro, ele é bastante abrasivo e de difícil moagem em partículas bem finas. A dureza também faz com que as resinas com quartzo sejam difíceis de serem polidas e potencialmente abrasivas. No entanto, a conhecida sílica amorfa tem a mesma composição e índice de refração que o quartzo, mas não é cristalina nem tão dura, o que reduz a abrasividade da estrutura superficial da resina composta. Além disso, a radiopacidade dessas partículas é alcançada por uma variedade de vidros e cerâmicas contendo metais pesados como bário (Ba), estrôncio (Sr) e zircônio (Zr). O vidro mais comumente utilizado como carga é o de bário.

O conhecimento do conteúdo inorgânico das resinas compostas é responsável pela classificação das mesmas atualmente e estimam as propriedades mecânicas destas (Chung, Greener, 1990; Khan *et al.*, 1992). Estão disponíveis em diferentes tamanhos classificando as resinas compostas em macroparticuladas ou tradicionais (até 50  $\mu m$ ) (Anusavice, 2005), microparticuladas (0,04 a 0,2  $\mu m$ ), híbridas (8 a 30  $\mu m$ ) e micro-híbridas (0,7 a 3,6  $\mu m$ ) (Lutz e Phillips, 1983). Anusavice, em 2005, considerou que toda resina composta com partículas de carga de dois ou mais tamanhos seria classificada como híbrida, independente do tamanho. Há, também, resinas compostas que são classificadas com outra nomenclatura, como compósito de

partículas finas (tamanho médio aproximado de 0,5  $\mu\text{m}$ ) e como compósitos intermediários, com tamanho de partícula entre 1 e 5  $\mu\text{m}$  (Leinfelder, 1985).

Além do tamanho médio (Kim, Ong e Okumo, 2002), a quantidade e a distribuição das partículas de carga também auxiliam nesta classificação (Willems et al., 1993; Anusavice, 2005). A distribuição de diversos tamanhos de partículas é necessária para se incorporar uma quantidade máxima de carga à matriz resinosa, evitando haver espaço entre elas. As partículas de sílica coloidal, em virtude de seu tamanho extremamente pequeno, são utilizadas no processo de preenchimento dos espaços, na qual as superfícies de sílica formam ligações polares com as moléculas de monômero, o que inibe o escoamento, aumenta a viscosidade e a densidade da pasta da resina (Anusavice, 2005). Através desses fatores, diversas pesquisas foram realizadas com a finalidade de avaliar outras características das resinas compostas, tipo de carga inorgânica incorporada, seu percentual em peso (Li *et al.*, 1985; Neves *et al.*, 2002; Mitra, Wu e Holmes, 2003), silanização, tipo de matriz orgânica e seus diluentes (Asmussen e Peutzfeldt, 1998; Shortall, Uctasli e Marquis, 2001). Além disso, com o aumento da demanda por materiais restauradores diretos extremamente estéticos e com propriedades físicas e mecânicas melhoradas, a última inovação no ramo das partículas de carga é a introdução de resinas compostas nanoparticuladas, através de nanopartículas e nanoaglomerados com tamanho entre 0,1 e 100 nm na matriz resinosa convencional (Mitra, Wu e Holmes, 2003; Moszner e Klapdohr, 2004; Mota *et al.*, 2006). A nanotecnologia, então, está sendo inserida no desenvolvimento de resinas compostas com intuito de otimizar as propriedades mecânicas como módulo de elasticidade, resistência mecânica, contração de

polimerização, além de contribuir nas propriedades ópticas do material devido ao alto grau de polimento que os nanocompósitos oferecem.

A idéia principal da nanotecnologia não é somente criar e utilizar materiais a nível molecular com tamanhos entre 0,1 e 100 nanômetros, é também aproveitar as propriedades inerentes a estes, favorecendo a estética, através da cor e translucidez, controlando o índice de refração da carga utilizada (Zhang *et al.*, 2005; Anusavice, 2005). Portanto, os fabricantes têm como meta desenvolver resinas compostas que possam ser utilizadas tanto em dentes posteriores como anteriores, obtendo um alto polimento inicial e com grande capacidade de mantê-lo, característico das microparticuladas, e que tenham propriedades mecânicas excelentes, tornando-as capazes de suportar alto estresse interoclusal, como as resinas compostas híbridas (Mitra, Wu e Holmes, 2003).

A redução no tamanho e melhor distribuição das partículas de carga inorgânica na resina composta formada a partir de nanopartículas e nanoaglomerados proporcionam ao compósito propriedades mecânicas similares às de resinas híbridas universais, além da resina composta ser favorecida esteticamente (Moszner e Salz, 2001; Beun *et al.*, 2007). Além disso, aumento no conteúdo de carga resulta em aumento da dureza, resistência à compressão e fadiga, além de diminuir a sorção de água (Li *et al.*, 1985).

Desta forma, este estudo teve como objetivo avaliar através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) o conteúdo inorgânico das resinas compostas com conteúdo nanométrico, comparando as partículas de carga de três marcas diferentes – Esthet X (Dentsply – Caulk, Milford, DE, EUA);

Grandio (Voco, Cuxhaven, Alemanha); Filtek Supreme XT (3M-ESPE, St. Paul, MN, EUA) – estatisticamente conforme suas dimensões e qualitativamente quanto sua morfologia. Além disso, foi analisado o conteúdo de carga em peso incorporado a cada material, através da análise termogravimétrica (TGA) e os componentes do conteúdo de carga pela Espectrografia por Dispersão de Raios X (EDS).



## OBJETIVOS

Este estudo teve por objetivo:

### 2.1. Geral

- analisar a carga inorgânica das resinas compostas de conteúdo nanométrico.

### 2.2. Específicos

- analisar o conteúdo de carga em peso incorporado a cada material, através da análise termogravimétrica (TGA);
- observar os componentes em peso do conteúdo de carga pelo teste de Espectrografia por Dispersão de Raios X (EDS);
- avaliar através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) o conteúdo inorgânico das resinas compostas com conteúdo nanométrico;
- comparar estatisticamente as partículas de carga de três marcas diferentes conforme suas dimensões e qualitativamente quanto sua morfologia.



## 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 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.

Bowen, em 1964, buscou obter maior relação entre resina e vidro e determinar se a alteração poderia modificar certas propriedades dos compósitos. O autor comparou uma resina composta sem carga, cimento de silicato, esmalte e dentina humanos e sete diferentes misturas de resinas e partículas, contendo partículas esféricas e irregulares de vidro, esféricas e irregulares de sílica e partículas de sílica não tratadas com vinil silano. O percentual em peso da fase inorgânica variou de 68 a 87 Wt% e foi determinado pela queima a 704°C de cinco amostras polimerizadas, durante 30 minutos ao ar livre. Os testes de resistência à compressão, coeficiente de expansão térmico, dureza Rockwell, estabilidade de cor, resistência ao

cisalhamento e à tração e módulo de elasticidade foram executados. A resina composta reforçada com 87 Wt% de partículas esféricas de vidro apresentou as maiores médias em relação aos outros compósitos e cimento silicato, porém, inferiores ao esmalte e dentina. Conforme o autor, o tratamento das partículas com vinil silano reduz o conteúdo de resina e aumenta a resistência dos compósitos. As propriedades podem estar correlacionadas com o tamanho e forma das partículas de carga, além do percentual de resina no compósito. As maiores resistências foram obtidas com partículas esféricas e as resinas compostas com reduzido conteúdo de matriz orgânica foram as que apresentaram módulo de elasticidade mais próximo ao esmalte e dentina humanos, quando comparadas às resinas compostas para restauração direta sem partículas de carga.

Lutz e Philips (1983) apresentaram uma revisão e classificação das resinas compostas disponíveis no mercado daquele momento, assim como vantagens e desvantagens. Para os autores, os materiais restauradores à 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, geralmente, composta por BisGMA e modificações, como UDMA, TEGDMA e inúmeros diluentes. A fase interfacial compõe-se 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 utilizados como critério para classificação das resinas compostas. As partículas foram classificadas, segundo os autores, em macropartículas (100 $\mu$ m), micropartículas e três diferentes complexos microparticulados. As micropartículas (0,001 a 0,1  $\mu$ m)

são formadas por hidrólise e precipitação, consistindo de esferas radiolúcidas de vidro em dispersão coloidal. Os complexos microparticulados foram desenvolvidos com o intuito de permitir um aumento no conteúdo de carga. Estes complexos podem ser do tipo agrupado pré-polimerizado, na qual a sílica é incorporada à matriz e aquecida para, em seguida, este conjunto ser moído. Os complexos esféricos pré-polimerizados são confeccionados através da mistura da carga em esferas de polímero parcialmente polimerizados com diâmetro médio de 20 a 30  $\mu\text{m}$ . Este método permite maior inserção de cargas. Os complexos aglomerados, de 1 a 25  $\mu\text{m}$ , caracterizam-se por agrupamentos artificiais de micropartículas puramente inorgânicas.

Li *et al.* (1985) determinaram os efeitos do conteúdo de carga e do seu tamanho nas propriedades mecânicas de dois grupos de resina composta. Ambos os grupos foram preparados pela incorporação de carga à 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 de 20, 40, 45, 50 e 53 Vol%. O segundo grupo recebeu partículas de 15  $\mu\text{m}$ , na quantidade de conteúdo 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 em aumento da dureza, resistência compressiva e tenacidade, mas diminuição na sorção de água. A incorporação de carga com 2  $\mu\text{m}$ , a partícula, diminuiu a resistência abrasiva das resinas comparada à resina sem carga, enquanto que a adição de partículas de 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 moderada influência nas propriedades. O grupo com partículas de 2  $\mu\text{m}$  apresentou propriedades inferiores em termos de profundidade de presa, resistência compressiva, sorção de água e resistência abrasiva quando comparado ao grupo com partículas de carga de 15  $\mu\text{m}$ . As propriedades que menos foram influenciadas pelo tamanho da carga foram dureza, tenacidade e resistência ao desgaste pela hidroxiapatita.

Leinfelder (1985) relata que, impressionantemente, em um curto período de tempo as resinas compostas tomaram o lugar dos antecessores, resina acrílica e cimento silicato. Desenvolvida pelo Dr. Raphael L. Bowen e comercializada pela 3M, esse novo tipo de restauração consistia de dois componentes: matriz resinosa e partículas de vidro. A matriz resinosa era um produto de reação de bisfenol A e glicidil metacrilato (Bis-GMA). O conteúdo inorgânico era constituído por vidro de borossilicato no formato de pequenas esferas e varetas. Nos primeiros dez anos de existência, a maioria das resinas compostas apresentava partículas de quartzo variando em tamanho de 20 a 35  $\mu\text{m}$ . Subseqüentemente, as resinas microparticuladas surgiram como resinas com alto grau de polimento. A variação no tamanho da partícula indiscutivelmente causou confusão nas classificações. Assim, as resinas convencionais apresentam tamanhos de partículas entre 15 e 35  $\mu\text{m}$ ; as intermediárias, entre 1 e 5  $\mu\text{m}$  e as microparticuladas, em geral, não ultrapassando o tamanho de 0,04  $\mu\text{m}$ . O grau de desgaste é fortemente influenciado pelo tamanho bem como a dureza da partícula. Partículas grandes, duras transmitem quantidade considerável do esforço mastigatório através destas dentro da matriz resinosa. Isso leva à microfraturas da matriz.

Então, o nível de desgaste pode ser reduzido substancialmente através da diminuição das partículas de carga introduzidas à matriz orgânica por aumentar o número de partículas por volume e, conseqüentemente, reduz consideravelmente a concentração de estresse ao redor de cada partícula.

Chung e Greener (1990) avaliaram a influência da concentração de carga nas propriedades e durabilidade de resinas compostas. O conteúdo de carga foi determinado pela análise termogravimétrica, assim como, o grau de conversão, resistência à tração diametral, dureza Knoop e Barcol e resistência à abrasão foram avaliados. As resinas Marathon, Fulfil Compules, P-30, Estilux Posterior CVS, Siterifil, Occlusin e Bis-fil I foram avaliadas. O grau de conversão das resinas compostas variou de 58,2% a 74,2%. A resistência à tração diametral foi de 39,8 a 60 MPa, dureza Knoop e Barcol, 41,8 a 81,9 e 76,3 a 89,2, respectivamente. Correlações significativas ( $p < 0,01$ ) foram obtidas entre conteúdo de carga e a resistência à tração diametral ( $r = 0,89$ ) e entre conteúdo de carga e número de dureza Knoop ( $r = 0,89$ ). Segundo os autores, o aumento da resistência com o aumento na concentração de carga pode estar relacionado à união da carga à matriz orgânica.

Hosoda, Yamada e Inokoshi (1990) examinaram resinas compostas em microscopia eletrônica de varredura e análise qualitativa a fim de obter uma classificação adequada para o uso clínico. Vinte e quatro resinas compostas quimicamente ativadas e vinte e uma resinas fotopolimerizáveis foram analisadas. A partir da avaliação de superfícies polidas das resinas testadas em microscopia eletrônica e determinação qualitativa da composição superficial, sete grupos foram determinados pelos autores: resina composta tradicional (macro); resina composta de micropartículas (0,04 a 0,06  $\mu\text{m}$ ) com

complexo aglomerado; resina composta submicroparticuladas (0,2 a 0,3  $\mu\text{m}$ ); resina composta híbrida com complexo unido ou aglomerado; resina composta semi-híbrida altamente carregada com carga.

Kirk *et al.*, 1991, citam que a nanotecnologia, também conhecida como nanotecnologia molecular ou engenharia molecular, é a produção de estruturas e materiais funcionais na faixa de 0,1 a 100 nanômetros – uma nanoescala – através de muitos métodos físicos e químicos.

Lang, Jaarda e Wang (1992) fizeram uma classificação para as resinas compostas de acordo com o tamanho médio das partículas de carga e avaliaram a resistência ao desgaste. Doze marcas comerciais de resinas compostas foram dissolvidas em acetona com o objetivo de ficar somente com o conteúdo inorgânico. A carga residual foi avaliada em microscopia eletrônica de varredura. Quatro grupos distintos foram observados: grupo 1 – partículas maiores que 25  $\mu\text{m}$  (Visio-Fil, Status, Heliomolar e Distalite); grupo 2 – tamanho médio das partículas de 10  $\mu\text{m}$  (P-10, P-30, Bisfil I e Estilux Posterior); grupo 3 – tamanho médio de 5  $\mu\text{m}$  (Ful-Fil, Siter-Fil II e Adaptic II; e grupo 4 – 1  $\mu\text{m}$  o tamanho médio da partícula (Herculite Condensable). Houve diferença estatisticamente significativa quanto à resistência ao desgaste entre as resinas testadas e correlacionadas facilmente à classificação proposta. Com isto, a conclusão dos autores foi que o sistema de classificação de resinas compostas deve ser revisto.

Khan *et al.*, 1992, examinaram sete resinas compostas polimerizadas por luz visível. Eles avaliaram o tamanho, composição, fase e conteúdo de carga. A microscopia eletrônica de varredura indicou que cinco resinas compostas poderiam ser classificadas como híbridas (tamanho médio de 15

$\mu\text{m}$ ), P-50, *Occlusion*, *Estilux*, *CR-inlay* e *Clearfil Photo Posterior*, enquanto que as outras duas estariam entre os tipos microparticuladas (média de 5  $\mu\text{m}$ ), *Silux*, e sub-microm (média de 0,5  $\mu\text{m}$ ), *Brilliant Lux*. O EDS revelou cinco amostras contendo BaO, enquanto as outras o BaO não estava presente. *Occlusion*, *Estilux* e *Brilliant Lux* continham cargas de vidro de bário. As cargas das resinas compostas *CR-inlay* e *Clearfil Photo Posterior* que continham bário não eram compostas por vidro, mas sim por quartzo. As demais que não continham bário, como P-50 e *Silux* obtiveram falta de opacidade radiográfica. No entanto, a presença de ZrO na carga pode ter limitado a radiopacidade. Na análise termogravimétrica (TGA), P-50, *Occlusion*, *Estilux*, *CR-inlay* e *Clearfil Photo Posterior* tiveram o maior conteúdo de carga em peso, em torno de 87 Wt%. *Silux* e *Brilliant Lux* tiveram 61 Wt% e 77 Wt%, respectivamente. Concluíram, então, que há uma correlação entre tamanho da partícula de carga e conteúdo de carga. Quanto menor a partícula de carga, mais baixo o conteúdo de carga.

Willems *et al.* (1992) classificaram as resinas compostas ( $n = 89$ ) mais comuns disponíveis comercialmente em função do tamanho médio da partícula de carga, distribuição do conteúdo de carga, volume de carga incorporado, módulo de elasticidade, rugosidade superficial, dureza, resistência à compressão e imagem em microscopia eletrônica de varredura. Por causa do elevado número de marcas comerciais, as resinas compostas foram classificadas em cinco principais categorias: compósitos densos, compósitos microfinos, compósitos heterogêneos, compósitos tradicionais e compósitos reforçados por fibras. Esta classificação baseou-se no módulo de elasticidade, percentual em volume de carga, tamanho médio da carga, rugosidade, dureza

e resistência à compressão, e não somente no tamanho médio da carga como outros autores anteriormente classificaram. O grupo dos compósitos densos foi subdividido em parcialmente carregados (< 59 Vol%) e compactamente carregados (> 60 Vol%), pois altos conteúdos de carga resultam no aumento da dureza e resistência compressiva.

Jaarda *et al.* (1993) utilizaram microscópio eletrônico de varredura (MEV) para mensurar as partículas de carga de resinas compostas Bis-Fil I, Visio-Fil e Ful-Fil. Eles investigaram esses três compósitos com base na sua classificação como “partículas finas”. No entanto, os resultados qualitativos mostraram uma mesma tendência, enquanto os quantitativos demonstraram diferenças significativas das características das partículas de carga entre cada um destes compósitos quando examinados pelo MEV e imagem digital. Concluíram que os três compósitos tiveram diferenças estatísticas ( $p < 0,0005$ ) no número e na área ocupada pelas partículas de carga. A classificação convencional como *partículas finas* não pôde ser justificada para os três materiais. Caracterizar as partículas de carga das resinas compostas foi considerado um método melhor do que uma classificação prévia, utilizando métodos convencionais como microparticulada, partículas finas e mistas. Além disso, a microscopia eletrônica de varredura e imagem digital são métodos válidos para avaliar qualitativamente e quantitativamente as resinas compostas quanto ao número, tamanho e área ocupada pelas partículas de carga.

Venhoven *et al.* (1996) avaliaram a influência de três parâmetros de partículas inorgânicas na coesão mecânica de compósitos com diferentes sistemas de monômeros. A coesão mecânica foi determinada através do teste de resistência à abrasão *in vitro*. Três bases resinosas foram confeccionadas

com misturas de BisGMA e MPS, BisGMA e HPMA e BisGMA e TEGDMA. Nestas misturas, dois diferentes tipos de carga (vidro-cerâmico e vítreo com tamanho médio de 0,7 a 3,6  $\mu\text{m}$ ) foram incorporados e comparados com um grupo sem reforço de carga. O compósito que continha a mistura de BisGMA e TEGDMA reforçado por carga de vidro-cerâmico pré-tratado com MPS apresentou a melhor performance ao resistir ao desgaste. O tipo de pré-tratamento da carga apresentou baixa influência nos resultados. O espaço entre as partículas de carga, segundo os autores, é o fator responsável pelas diferenças observadas na resistência ao desgaste. De acordo com os autores, o tamanho médio da partícula de carga apresenta um efeito adverso sobre a resistência ao desgaste, uma vez que partículas maiores apresentam menor área de contato na união com a matriz orgânica, e permitem a desunião da carga deixando espaços vazios na resina composta.

Asmussen e Peutzfeldt (1998) determinaram o efeito do UEDMA, BisGMA e TEGDMA em propriedades mecânicas selecionadas de resinas compostas experimentais. Trinta misturas de monômeros de TEGDMA e BisGMA e/ou UEDMA foram confeccionadas. Cinco misturas básicas apresentavam as seguintes relações molares entre TEGDMA e BisGMA: 30:70, 40:60, 50:50, 60:40 e 70:30. Outras misturas foram feitas nas quais o BisGMA foi sucessivamente substituído pelo UEDMA a 10 mol% por vez. Nestas misturas foram adicionados fotoiniciadores e carga. A resistência à tração diametral, resistência flexural e módulo de elasticidade foram determinados 7 dias após a confecção das amostras. A resistência à tração diametral das resinas compostas variou entre 52 e 59 MPa; a resistência flexural, entre 137 e 167 MPa, e o módulo de elasticidade, entre 8,0 e 11,1 GPa. A análise

estatística (ANOVA –  $p < 0,05$ ) mostrou que a substituição do BisGMA ou TEGDMA pelo UEDMA resultou no aumento da resistência à tração e da resistência flexural, e que a substituição do BisGMA pelo TEGDMA aumentou a resistência à tração, no entanto reduziu a resistência flexural. O valor do módulo de elasticidade diminuiu com o aumento do conteúdo de UEDMA. Os autores, a partir disso, puderam concluir que variando o conteúdo de UEDMA, BisGMA e TEGDMA em conjunto à carga, pode-se obter uma resina composta com propriedades diferentes baseado na necessidade de cada situação quanto à resistência e à resiliência.

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. Resinas compostas 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  $\mu\text{m}$  de tamanho médio da partícula). Para cada combinação, o conteúdo máximo de carga foi determinado, assim como a consistência da pasta de resina (plasticidade). A consistência das pastas foi avaliada por uma modificação da especificação da ADA, desenvolvida para determinar a consistência padrão dos cimentos de fosfato de zinco e silicato. Em cada combinação carga-monômero, o aumento do conteúdo de carga reduziu a plasticidade. Para os materiais utilizados, 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. A

variação na plasticidade pode ser explicada pela quantidade de TEGDMA presente na mistura. De acordo com os autores, para cada combinação matriz-carga, há uma característica de máximo conteúdo de carga, ou seja, menos carga microparticulada é necessária para produzir uma pasta de resina 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 partículas de carga, otimizando suas propriedades.

Sabbagh, Vreven e Leloup (2002) avaliaram e compararam o módulo de elasticidade estático e dinâmico de 34 resinas compostas; além do conteúdo de carga em peso e o efeito da armazenagem por 6 meses. Cinco amostras de cada material foram preparadas de acordo com a especificação ISO 4049. O módulo de elasticidade dinâmico foi avaliado inicialmente através de um método não destrutivo, por meio de vibrações e detecções da frequência fundamental. Por outro lado, o módulo de elasticidade estático foi obtido através do teste de resistência flexural de três pontos. O percentual de carga, em peso, foi determinado através da queima, ao ar livre, de aproximadamente 0,5g de cada resina a qual teve aquecimento até 900°C por 1h. A diferença em peso, antes e após a queima, determinou o conteúdo de carga. Os autores observaram uma forte correlação entre o percentual de carga em peso e o módulo de elasticidade estático ( $r = 0,82$ ;  $p < 0,05$ ) e dinâmico ( $r = 0,90$ ;  $p < 0,05$ ). A armazenagem em água não afetou as correlações entre o conteúdo de carga e ambos módulos de elasticidade.

Kim, Ong e Okuno (2002) sugerem uma classificação para resinas compostas comercialmente disponíveis de acordo com a morfologia das partículas, avaliam a influência da morfologia no conteúdo de carga e o efeito

que isso tem na dureza, resistência flexural, módulo flexural e resistência à fratura. Três espécimes de 14 compósitos foram confeccionados, cada um com 5 X 2,5 X 15mm. Para avaliação do peso e volume de carga, cada espécime fora mensurado com uma balança analítica e, em seguida, aquecido em um forno elétrico a 600°C por 30 min com o objetivo de eliminar a porção orgânica da matriz e pesá-la novamente. A microdureza teve mensuração com escala Vickers, e a resistência flexural e o módulo flexural foram medidos através de uma máquina de teste universal. Para resistência à fratura, utilizou-se o teste de 3 pontos (ASTM E-99). A análise de variância feita foi de Duncan, com  $p < 0,05$  de significância. Os compósitos foram classificados em 4 categorias de acordo com a morfologia de carga: pré-polimerizada; formas irregulares; pré-polimerizadas com formas irregulares; 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 as resinas compostas testadas poderiam ser classificadas de acordo com a morfologia da carga. Ambos, morfologia e conteúdo, influenciaram na resistência flexural, módulo flexural, dureza e resistência à fratura.

Neves *et al.* (2002) avaliaram a correlação entre o grau de conversão e microdureza em resinas compostas, além do efeito do conteúdo de partículas e do tipo de unidade fotoativadora sobre esses parâmetros. Utilizaram-se três resinas compostas (Artglass, Solidex e Zeta LC), confeccionado em matriz metálica, quinze corpos de prova que, em seguida, foram submetidos aos testes de grau de conversão, através da espectroscopia de infravermelho, e da microdureza. O conteúdo de partículas inorgânicas foi determinado por análise termogravimétrica (TGA), utilizando fragmentos dos corpos de prova aquecidos a 800°C. Os autores observaram que há uma forte relação entre grau de conversão e microdureza e que o conteúdo de partículas inorgânicas afetou diretamente os valores de microdureza, não interferindo no grau de conversão quando materiais diferentes foram comparados.

Burgess, Walker e Davidson (2002) relataram que as indicações de restaurações com resinas compostas em dentes posteriores aumentaram. Isso se deve pela preocupação, por parte dos pacientes, com a estética e pelas melhorias desses materiais. Além disso, os conceitos ambientais e de saúde relacionados ao amálgama de prata, contribuem para isso. Esse artigo caracterizou as resinas compostas diretas para dentes posteriores atuais (híbridas, microparticuladas, *flow* e condensáveis). Os autores fizeram revisões *in vitro*, das pesquisas clínicas recentes e, além disso, citaram indicações para estes materiais. A técnica de utilização de resinas compostas é sensível e estas podem ser utilizadas em cavidades dentárias grandes, desde que manipuladas adequadamente e que o isolamento do campo operatório possa ser realizado.

Ikejima, Nomoto e McCabe (2003) avaliaram o efeito das partículas de carga em percentual de volume, tamanho da partícula e silanização na resistência ao cisalhamento, resistência flexural e módulo flexural de resinas compostas de partículas de vidro do tipo híbridas (0 – 65,2 Vol%), resinas compostas sem silanização das partículas de carga (30,7 – 51,0 Vol%) e resinas do tipo microparticuladas (0 – 13,0 Vol%) com matriz orgânica UDMA e EGDMA. Para o teste de cisalhamento, dez espécimes em disco (0,5 mm de espessura e 9 mm de diâmetro) foram preparados para cada compósito e testados com 3,2 mm a 1,0 mm/min. A resistência flexural (n = 10) foi mensurada pelo método descrito pela ISO 4049. Para análise foram utilizados ANOVA e teste de Fisher. Os autores observaram que a resistência ao cisalhamento e a resistência flexural aumentaram com o aumento do conteúdo de carga (acima de 52,2% para os compósitos híbridos e entre 0 e 9,1% para os compósitos microparticulados. Já para os compósitos não silanizados, estas propriedades mecânicas diminuíram quando aumentou-se o conteúdo de carga em percentual de volume. O módulo flexural para todos os materiais aumentou com o aumento do conteúdo de carga. As resinas compostas híbridas com carga silanizada tiveram valores significativamente altos para resistência flexural, módulo flexural e resistência ao cisalhamento quando comparadas às outras de conteúdo e composição semelhantes, mas com carga não silanizada. Os resultados mostraram que a silanização de carga é um fator determinante na resistência do material. A adição de pequenas quantidades de micropartículas entre as partículas híbridas mostrou grande efeito na resistência ao cisalhamento.

Mitra, Wu e Holmes (2003) desenvolveram duas resinas compostas nanoparticuladas; desenvolveram o compósito nanoparticulado Filtek Supreme Standard, 3M, composto por partículas nanométricas com tamanho médio de 6 nm e nanoaglomerados com tamanho médio de 20 nm; 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, e compararam suas propriedades mecânicas *in vitro*. As resinas desenvolvidas foram carregadas por nanopartículas e nanoaglomerados. 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 em MPa (DP): 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 em MPa (DP): 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, embasados nos resultados apresentados em todos os testes realizados, alertando que estudos clínicos são necessários para confirmar os achados laboratoriais.

Moszner e Klapdohr, 2004, dissertam sobre a nanotecnologia nas resinas compostas, na qual as nanopartículas podem contribuir com o aumento do módulo de elasticidade ou melhorar as propriedades ópticas do material. Há possibilidade de produzir materiais com baixa contração de polimerização, com alta resistência mecânica.

Debnath *et al.* (2004) analisaram a hipótese de que o módulo flexural e a resistência flexural e à fratura são diretamente proporcionais à resistência interfacial ao cisalhamento entre carga e matriz. A matriz resinosa do compósito experimental consistiu de uma mistura de BisGMA:TEGDMA – 60:40. Utilizaram-se dois níveis de fotoiniciadores, 0,15 e 0,5%. Para quantificar o grau de silano, borracha ou polímero unido à sílica e partículas de vidro foi utilizada a análise termogravimétrica. A resistência ao cisalhamento da união interfacial resina-partícula foi testada através do método de microunião.

As resinas compostas contendo partículas de vidro com vários tratamentos superficiais foram preparados e os testes de resistência flexural, módulo de elasticidade e resistência à fratura foram executados. As propriedades mecânicas foram medidas em amostras secas e úmidas. Conforme os autores, para as propriedades mecânicas testadas, o módulo de elasticidade foi independente ao tipo e ao tratamento superficial da carga. A resistência flexural e a resistência à fratura foram maiores para o vidro silanizado, e menor inserção de resina nas partículas de carga silanizadas foi observada quando a concentração de iniciador diminuiu. Estes achados sugerem que o aumento na resistência de união entre a carga e a matriz não resultou no aumento das propriedades mecânicas.

Baseren (2004) avaliou os efeitos de diversos procedimentos de acabamento e polimento sobre a rugosidade superficial de resinas compostas nanoparticuladas e nanohíbridas e de materiais restauradores dentais à base de 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 divididos, ao acaso, em quatro grupos de acabamento e polimento (n=10): (I) broca de diamante/Super-snap Rainbow Technique Kit (revestidos por óxido de alumínio, discos abrasivos); (II) broca de diamante/Astropol and Astrobrush system (sistema de escovas 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 mensurada utilizando o rugosímetro "Mahr

Perthometer S4P” e os dados foram comparados usando ANOVA ( $p \leq 0,05$ ). Os resultados 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 significativamente mais lisas do que o segundo e o quarto métodos para os três materiais. O ormocer (Admira) produziu a variabilidade mais baixa em rugosidade superficial inicial entre os materiais testados.

Terry (2004) relatou que a mais recente inovação em tecnologia de resina composta é a aplicação das teorias de nanocompósitos em materiais restauradores. Possuem estética, resistência e durabilidade aumentadas. Este artigo discutiu a aplicação dos sistemas de nanocompósitos e demonstra a perspectiva histórica da tecnologia de resinas compostas nos tratamentos restauradores.

Sabbagh *et al.*, 2004 propuseram determinar o percentual em peso das partículas de 39 resinas compostas e avaliar a morfologia das suas partículas de carga. A porcentagem de partículas inorgânicas através do peso foi determinada através da análise termogravimétrica. Três espécimes de cada material foram aquecidos a 30°C/min em ar seco até atingir 900°C. O tamanho e a superfície das partículas foram observados através de microscopia eletrônica após dissolução da matriz orgânica. Uma porção de 0,5g de cada material foi dissolvida em 4ml de acetona e centrifugada por 5 minutos a 700 x **g**. Este processo se repetiu 3 vezes utilizando acetona e três outras vezes com clorofórmio para melhor a eliminação da resina não polimerizada. O conteúdo inorgânico (restante) foi incluído em 3 ml de álcool absoluto e a suspensão das partículas de carga foi esfregada em lâmina de vidro (7,5 X 2,5 cm) e seca a

37°C durante 6h. Uma fina camada de ouro para metalização foi utilizada e, em seguida, tudo levado para análise em microscópio eletrônico. A conclusão a qual chegaram foi que nem todos os resultados de cada resina avaliada estão de acordo com o que o fabricante descreve.

Anusavice (2005) relata que a incorporação de partículas de carga em uma matriz resinosa melhora imensamente as propriedades do material, desde que as partículas de carga estejam bem unidas à matriz. Caso contrário, não promoverão reforço e podem até mesmo enfraquecer o material. Muitas propriedades importantes das resinas compostas são melhoradas pelo aumento na quantidade de carga (fração volumétrica) como aumento na dureza, diminuição do desgaste, redução na sorção de água, aumento na radiopacidade por meio da incorporação de estrôncio (Sr), vidros de bário (Ba) e outros metais pesados que absorvem os raios X, dentre outras propriedades que acabam sendo melhoradas. As resinas compostas são classificadas justamente pelo tamanho médio destas partículas de carga. Uma distribuição de vários tamanhos de partículas é necessária para se incorporar uma quantidade máxima de carga na matriz resinosa. Obviamente, se um tamanho uniforme de partículas de carga for utilizado, por mais bem compactadas, irá existir um espaço entre elas, que podem ser preenchidos por partículas menores, ou uma combinação de esféricas e irregulares.

Lu *et al.* (2005) investigaram os fatores que influenciam na resistência ao manchamento de resinas compostas. As resinas testadas foram todas de mesma marca comercial (3M ESPE, EUA) – Filtek A110 (microparticulada), Filtek Z250 (microhíbrida) e Filtek P60 (microhíbrida). Trinta e seis amostras por material foram preparadas e designadas ao acaso a seis grupos. As

amostras dos cinco primeiros grupos foram polidas com lixas de granulação 1000, 1200, 1500, 2000 e 2500, respectivamente. As amostras do sexto grupo foram polidas com lixas de granulação de 2500 ou 1200 e utilizadas como controle. A rugosidade superficial e o lustro das amostras foram medidos com um perfilômetro e um lustrômetro, respectivamente. Foram imersas em solução de café (o grupo controle teve imersão em água destilada) e mantidas em incubadora a 37 °C. A cor foi medida por um espectrofotômetro depois de 3, 7 e 14 dias, e a mudança de cor foi calculada. Os dados foram analisados por ANCOVA (análise de covariância) para identificar fatores de significância em 3, 7 e 14 dias separadamente. Foram aplicadas ao grupo exposto ao café ( $p < 0,05$ ) as equações estimativas generalizadas específicas (GEE) para dados longitudinais, para identificar fatores significativos. Café, material, rugosidade superficial, e a interação do material e rugosidade superficial tiveram influências estatisticamente significativas na resistência ao manchamento dos compósitos dentais testados. Para a maioria dos materiais em solução de café, tempo e rugosidade superficial tiveram efeitos significativos sobre a descoloração. Pôde-se concluir que o café teve influência significativa sobre a descoloração dos materiais testados. Os diferentes compósitos comportaram-se diferentemente na solução de café. A descoloração aumentou assim como a rugosidade superficial para os compósitos testados, exceto à Filtek A110. Com o passar do tempo, o processo de descoloração foi acelerado.

Zhang *et al.* (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 na aplicação biomédica e biotecnológica. Este artigo apresenta uma

revisão sobre os últimos avanços das pesquisas em cima da utilização de polímeros de nanofibras em aplicações como: construções de tecidos, liberação de droga controlada, implantes médicos, nanocompósitos para restaurações dentárias, separação molecular, biosensores e preservação de agentes bioativos.

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) a 49,24 (Grandio esmalte). A microdureza Knoop (KHN) variou de 54,45 (Esthet X improved esmalte) a 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.

Chen *et al.* (2006) tiveram o objetivo de 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. Gamma-glicidoxipropil trimetoxisilano (GPS) foi usado para modificar a superfície da nanopartícula de sílica. O nanocompósito exibiu baixo coeficiente de contração de polimerização. 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.

Beun *et al.* (2007) compararam a relação entre carga inorgânica e propriedades mecânicas de três compósitos nanoparticulados (Supreme, Grandio e Grandio Flow) com quatro híbridos universais (Point 4, Tertric Ceram, Venus e Z100) e dois microparticulados (A 110 e Durafill VS). Um incremento de 0,5 g de cada material foi dissolvido em 4 ml de acetona em centrífugo por 5 minutos a 700 x *g*. Este processo se repetiu três vezes e três outras com clorofórmio para eliminar a matriz orgânica. A carga inorgânica remanescente foi suspensa em 2,5 ml de álcool absoluto, colocada em lâmina de vidro (7,5 cm x 2,5 cm) e secas a 37°C durante 6h. Após o período, a carga inorgânica foi observada em MEV para verificar morfologia das partículas. Além disso, avaliaram módulo de elasticidade estático e dinâmico, resistência flexural e microdureza Vickers. Eles concluíram que as resinas compostas nanoparticuladas mostraram propriedades mecânicas semelhantes às híbridas

universais, podendo ser utilizadas nos mesmos casos clínicos indicados às últimas, além das restaurações anteriores devido às altas propriedades estéticas.

Queiroz *et al.* (2007) avaliaram, através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), a forma, tamanho e distribuição das partículas de carga inorgânica de diferentes resinas compostas e observaram se há influência dessas em suas propriedades mecânicas e ópticas. Foram selecionadas resinas compostas com diferentes tipos de carga inorgânica: micropartículas, microhíbridas, “condensável” e nanopartículas. Com o auxílio de uma espátula, incrementos de cada resina foram inseridos no centro de uma lâmina de vidro, e realizada a dissolução da matriz orgânica através da incorporação de um solvente orgânico (acetona) para promover a completa separação da porção orgânica e evidencição das partículas de carga inorgânica. As amostras foram metalizadas e levadas ao MEV, para proceder a varredura da superfície, possibilitando a análise e registro das partículas através de fotomicrografias. Os resultados evidenciaram diferentes formas e tamanhos de partículas inorgânicas, independente do tipo de resina composta. Pôde-se concluir que as resinas compostas apresentaram características físicas de forma e tamanho das partículas de carga inorgânica nem sempre coincidindo com as apresentadas pelos fabricantes e comprovada pela literatura. Além disso, ressaltam a necessidade de melhorar a classificação das resinas compostas, partindo das suas características mecânicas apresentadas e não somente através do tamanho das partículas de carga inorgânica.

Rodrigues Jr., Ferracane e Bona (2008) 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 ISO 4049/2000. Após 24h em água destilada à 37°C, 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 com base aos 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 os materiais é similar, o que foi a provável razão para a resistência flexural similar e comportamento de fratura.

Xia *et al.* (2008) trataram nanopartículas de óxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) com aliltrióxido de silano organossilano (ATES) e as utilizaram para melhorar as propriedades mecânicas dos compósitos à base de resina Z100, 3M ESPE. As nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  foram sonicadamente dispersadas em solução de etanol contendo ATES. As partículas modificadas foram lavadas em etanol puro e secas antes de serem utilizadas como carga. A Espectroscopia Infravermelha de Transformação de Fourier (FTIR) e microscopia eletrônica de transmissão (TEM) foram utilizadas para análise das nanopartículas. Cinco grupos de espécimes de resina composta foram preparados: 1 grupo controle e 4 grupos

utilizando tanto nanopartículas modificadas como não modificadas com 0,5% ou 1,0% de material em peso. As propriedades mecânicas (microdureza e resistência flexural) de todos os 5 grupos de espécimes foram mensuradas. Após a modificação, imagens através da TEM mostraram que as partículas modificadas tiveram melhor dispersão e que seus aglomerados são pequenos o suficiente para criar uma superfície homogênea nas resinas compostas (RBCs). Os espécimes que tiveram inclusão de  $\text{TiO}_2$  tiveram significativamente melhores propriedades mecânicas do que o grupo controle ( $p < 0,05$ ). A melhora nas propriedades mecânicas quando adicionado 1,0 Wt% de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  foi maior do que quando adicionado 0,5 Wt%. Os autores concluíram que as modificações da superfície feitas pelos ATEs organossilanos influenciaram na dispersão e ligação das nanopartículas de óxido de titânio com a matriz resinosa, e partículas modificadas são encontradas para melhorarem a microdureza e a resistência flexural de RBCs.

Rodrigues Junior *et al.* (2008) avaliaram se o conteúdo inorgânico exerce influência 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 1 mm/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. 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.

Rodrigues Jr. *et al.*, 2008, em seu estudo caracterizaram a microestrutura e a composição de diferentes resinas compostas e determinaram a influência dessas características nas propriedades físicas e no comportamento à fratura. As resinas utilizadas foram a microhíbrida Filtek Z250 - Z2 e a nanoparticulada Filtek Supreme – SU, analisadas através da microscopia eletrônica e espectroscopia dispersiva de elétrons (EDS). O conteúdo de carga em peso (Wt%) foi determinado pela análise termogravimétrica. A resina Z2 apresentou maior conteúdo de carga em peso (Wt%). A carga de SU apresentou-se como aglomerados de nanopartículas. Através do EDS verificou-se a presença de sílica e zircônia em ambas as resinas compostas sem diferença estatística.



## **MATERIAIS E MÉTODOS**

### **4.1 Materiais**

Foram selecionadas 3 marcas de resinas compostas disponíveis comercialmente classificadas como nanoparticuladas. Compósitos, então, de partículas nanométricas de tamanho médio semelhante e diferenças no percentual em peso de seus conteúdos inorgânicos. As resinas compostas deste estudo foram divididas em 6 grupos, de acordo com a marca da resina composta e a cor, que foi padronizada em A2 (Esmalte - E ou Dentina - D) (Tabela 1).

Grupo	Marca Comercial	Lote	Matriz Orgânica	Composição da Carga	Tamanho médio da partícula de carga ( $\mu\text{m}$ )	Forma da Carga	Conteúdo de Carga (Wt%)	Tempo de Exposição
<b>Esthet X A2d</b>	Esthet X (Dentsply, Caulk, Milford, EUA) *	0509082	UDMA, Bis-GMA, TEGDMA	Silicato de Bário, Boro e fluoralumínio	0,6 - 0,8 <i>espaço entre elas preenchido por nanopartículas (0,04)</i>	Irregular	71,9	40s
<b>Esthet X A2e</b>	Esthet X (Dentsply, Caulk, Milford, EUA) *	0509141	UDMA, Bis-GMA, TEGDMA	Silicato de Bário, Boro e fluoralumínio	0,6 – 0,8 <i>espaço entre elas preenchido por nanopartículas (0,04)</i>	Irregular	71,9	20s
<b>Filtek Supreme A2d</b>	Filtek Supreme XT (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) *	5AJ	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA	Agregado de zircônia com aglomerados de sílica	0,005 – 0,02 <i>(partícula)</i> 0,6 – 1,4 <i>(aglomerados)</i>	Esférica	78,5	40s
<b>Filtek Supreme A2e</b>	Filtek Supreme XT (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) *	6BW	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA	Agregado de zircônia com aglomerados de sílica	0,005 – 0,02 <i>(partícula)</i> 0,6 – 1,4 <i>(aglomerados)</i>	Esférica	78,5	20s
<b>Grandio A2d</b>	Grandio (Voco, GMBH – Cuxhaven – Alemanha) *	581271	Bis-GMA, TEGDMA	Dióxido de silício e partículas finas de vidro	0,02 – 0,05	Esférica	87	40s
<b>Grandio A2e</b>	Grandio (Voco, GMBH – Cuxhaven – Alemanha) *	732242	Bis-GMA, TEGDMA	Dióxido de silício e partículas finas de vidro	0,02 – 0,05	Esférica	87	20s

QUADRO 1 – Divisão dos grupos e das marcas comerciais, número do lote, matriz orgânica, composição da carga, tamanho médio das partículas de carga ( $\mu\text{m}$ ), forma da carga e conteúdo de carga (Wt%), segundo a descrição de cada fabricante.

\* De acordo com as informações técnicas dos catálogos de produtos do respectivo fabricante (2007; 2005; 2005).

## **4.2 Métodos**

### **4.2.1 Análise Termogravimétrica**

Para cada grupo, dez amostras de 20 mg ( $\pm 10$ ) da resina composta, pesados em balança de precisão AG 204 (Mettler/Toledo, Zurich, Schwerzenbach, Suíça), foram inseridas em um cadinho de platina e submetidas a uma taxa de aquecimento de 20°C/min até atingir 700°C no dispositivo TGA 2050 (TA Instruments, EUA). No dispositivo citado, a temperatura de decomposição da matriz orgânica foi determinada, assim como o percentual em peso (Wt%) de carga inorgânica. No momento em que houve a estabilização do peso da amostra, a quantia de resíduos inorgânicos foi registrada (Neves et al., 2002; Kim, Ong e Okuno, 2002).

### **4.2.2 Espectrografia por Dispersão de Raios X (EDS)**

A observação da composição da carga de cada resina composta (Khan *et al.*, 1992) foi realizada utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura XL 30 (Phillips, Eindhoven, Eindhoven, Alemanha),

#### 4.2.3 Análise na Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras foram preparadas através de um incremento (0,5 g) (Beun *et al.*, 2007) de cada resina composta colocado no centro de uma lâmina de vidro com espátula para resina (Thompson – TD4X). A dissolução da matriz resinosa foi obtida através do gotejamento de solvente orgânico – acetona P.A. (Klintex, Cachoeirinha–RS) – diretamente sobre cada incremento, propiciando, assim, a eliminação da fase orgânica. O gotejamento foi repetido quinze vezes com intuito de promover a completa separação da fase orgânica da inorgânica, evidenciando-se as partículas de carga e secas durante 6 horas a 37°C em estufa para culturas 002 CB (Fanem, São Paulo-SP, Brasil) (Queiroz *et al.*, 2007; Beun *et al.*, 2007).

Para análise microscópica, cada amostra, após a eliminação da fase orgânica, foi colocada sobre os “*stubs*” e submetida ao processo de metalização (*sputtering*) na metalizadora SCD 005 (Baltec, Fürstentem, Liechtenstein, Áustria) para, em seguida, ser posicionada na câmara a vácuo do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) AMRAY modelo 2030L e XL 30 (Phillips, Eindhoven, Eindhoven, Alemanha) do Centro de Microscopia e Microanálises (CEMM) da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

#### **4.2.3.1 Análise Quantitativa do Tamanho Médio das Partículas de Carga**

A avaliação dos resultados quantitativos foi feita através da inserção das imagens adquiridas em MEV no software Image Pro Plus 4.5.1 realizada com base na análise estatística ANOVA, seguida do teste de Tukey no nível de significância de 5%. Representação das mensurações na tabela 3 e figuras 1 e 2.

#### **4.2.3.2 Análise Qualitativa das Imagens da MEV**

Os aspectos morfológicos obtidos através da microscopia eletrônica de varredura das partículas de carga de cada resina composta avaliada foram observados e dispostos nas figuras 3 a 14.



## RESULTADOS

Os resultados deste estudo estão apresentados nas Tabelas de 1 a 3, Gráficos de 1 a 12 e Figuras de 1 a 14.

### 5.1 Conteúdo de Carga em Peso (Wt%)

Através da análise termogravimétrica, foi verificado que os valores em peso do conteúdo de carga variaram de 75,75 a 87 Wt%, cujos valores estão para o grupo da resina composta Esthet X D e o grupo da resina composta Grandio E, respectivamente.

TABELA 1 – Tabela descritiva do Conteúdo de carga em peso (Wt%) avaliado através da análise termogravimétrica.

Grupos	Wt%
Esthet X E	76,8
Esthet X D	75,75
Filtek Supreme E	76,22
Filtek Supreme D	76,54
Grandio E	87
Grandio D	86,89

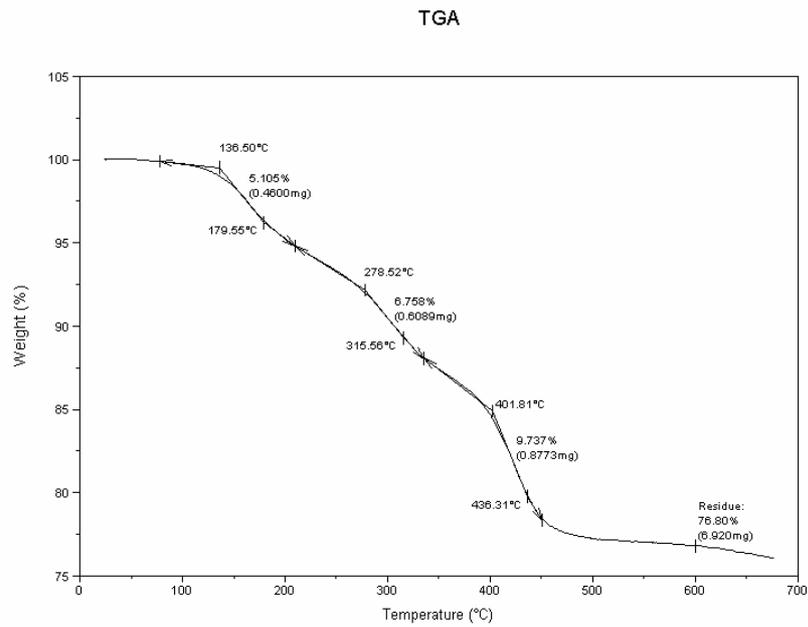


GRÁFICO 1 – Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Esthet X E, conteúdo de carga em peso (Wt%).

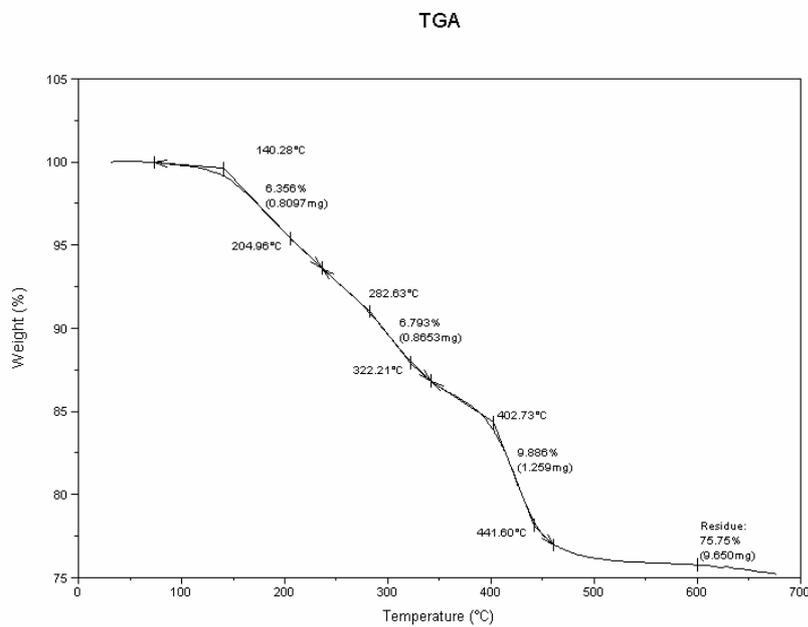


GRÁFICO 2 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Esthet X D, conteúdo de carga em peso (Wt%).

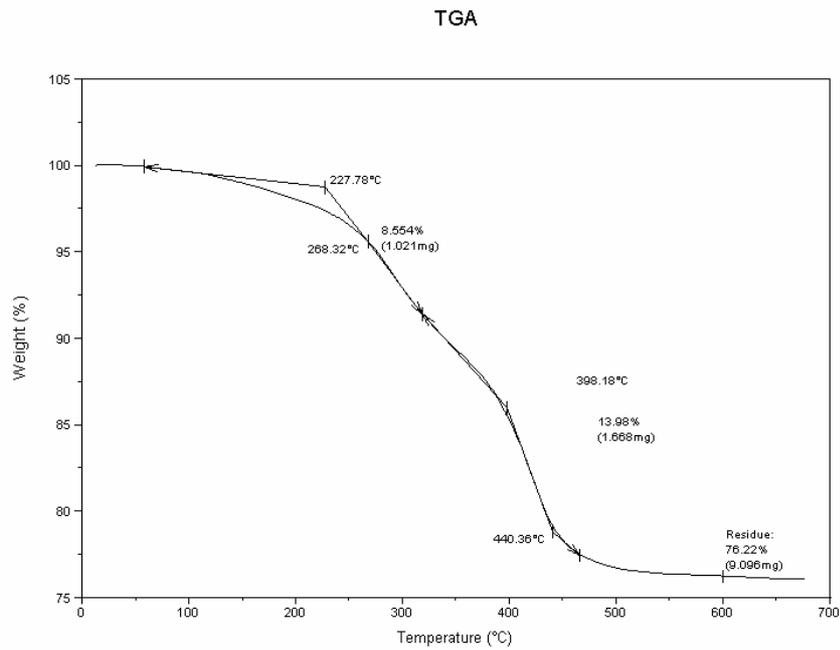


GRÁFICO 3 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Filtek Supreme E, conteúdo de carga em peso (Wt%).

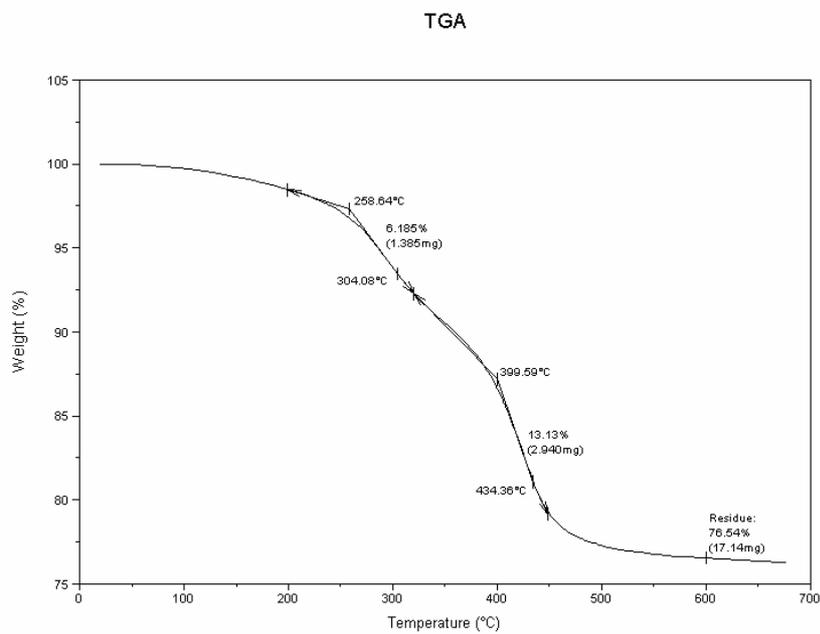


GRÁFICO 4 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Filtek Supreme D, conteúdo de carga em peso (Wt%).

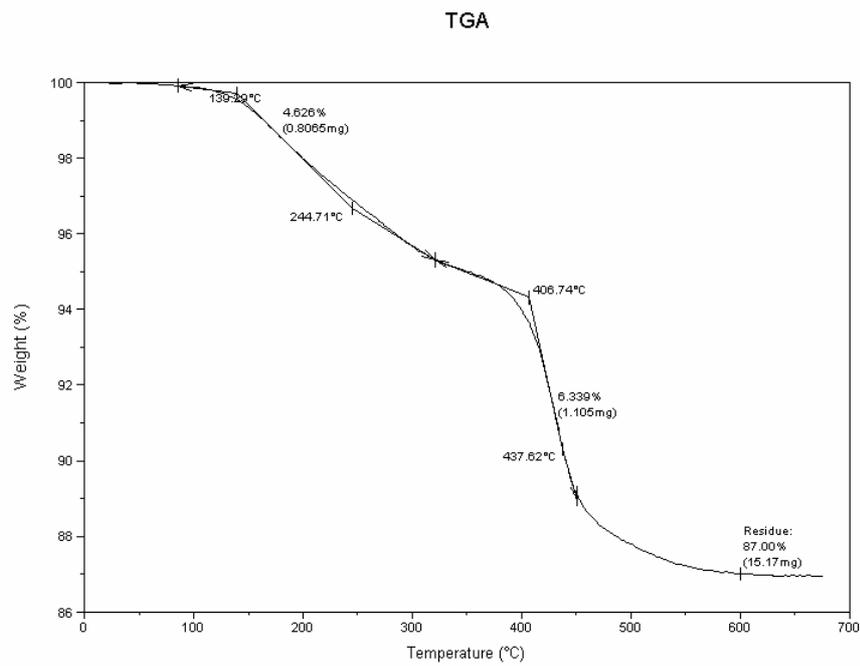


GRÁFICO 5 - Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Grandio E, conteúdo de carga em peso (Wt%).

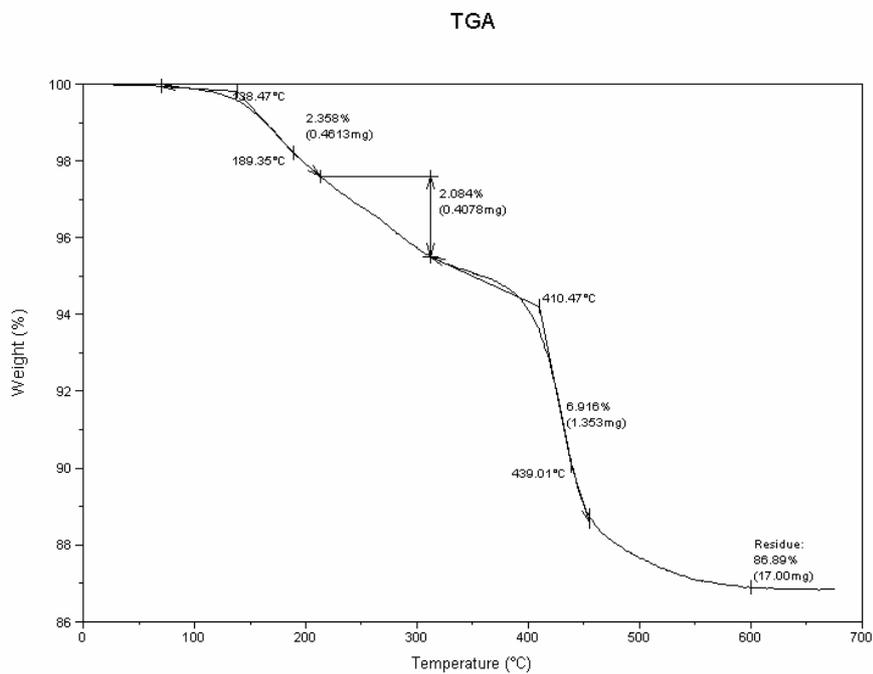


GRÁFICO 6 – Representação gráfica da análise termogravimétrica da resina composta Grandio D, conteúdo de carga em peso (Wt%).

## 5.2 Espectrografia por Dispersão de Raios X (EDS)

A partir do teste de Espectrografia por Dispersão de Raios X, foram observados os componentes do conteúdo de carga de cada grupo de resina composta avaliada e não foi observada a presença dos elementos Bário e Alumínio nas resinas compostas Filtek Supreme E e D, e o elemento Bário no grupo da resina composta Grandio E. Nos demais grupos, além desses elementos citados, Sílica e Oxigênio também foram obtidos e mensurados os valores conforme o peso que cada elemento tem no conteúdo de carga (Wt%).

TABELA 2 – Tabela descritiva dos elementos observados (Wt%) no teste de Espectrografia por Dispersão de Raios X em relação aos materiais testados.

<b>Grupos</b>	<b>Ba</b>	<b>Al</b>	<b>O</b>	<b>Si</b>
<b>Esthet X E</b>	37,56	6,15	23,37	32,92
<b>Esthet X D</b>	37,00	6,05	17,42	39,53
<b>Filtek Sup E</b>	–	–	40,79	59,26
<b>Filtek Sup D</b>	–	–	37,38	62,62
<b>Grandio E</b>	–	10,38	36,93	52,70
<b>Grandio D</b>	5,18	10,12	33,27	51,42

– não observado

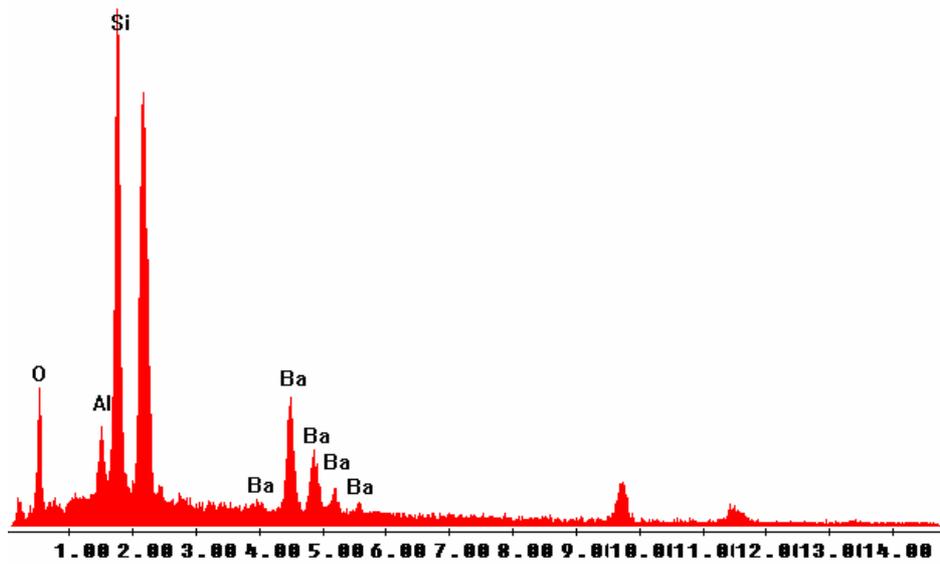


GRÁFICO 7 – Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Esthet X E.

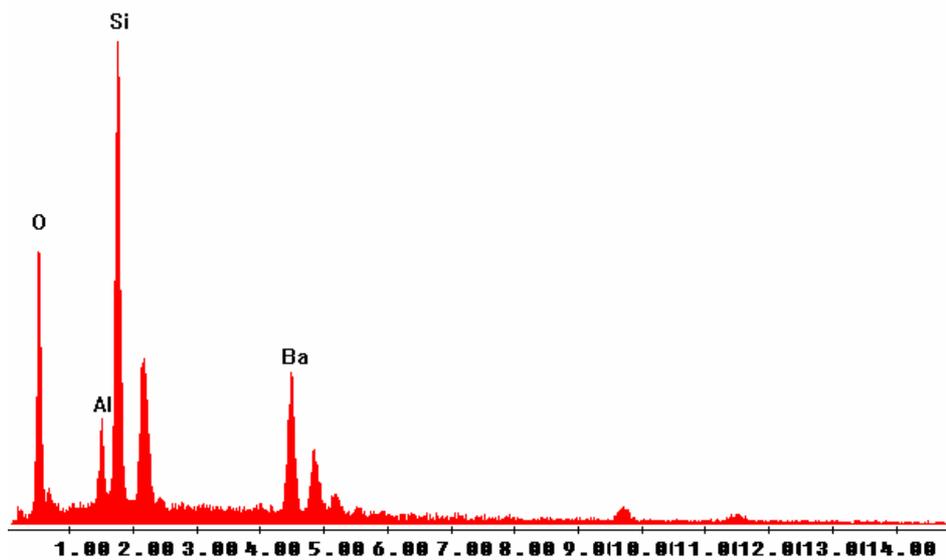


GRÁFICO 8 – Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Esthet X D.

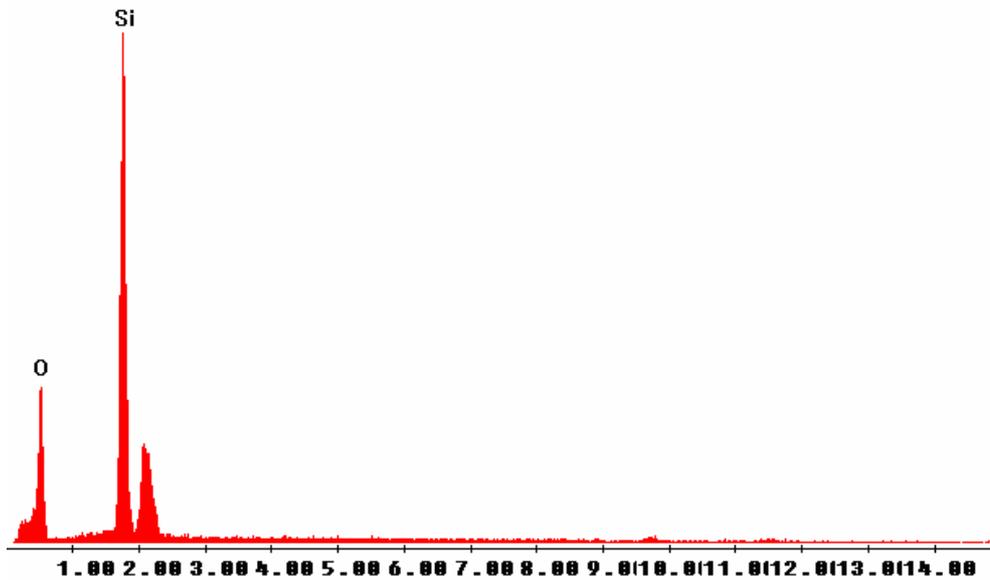


GRÁFICO 9 – Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Filtek Supreme E.

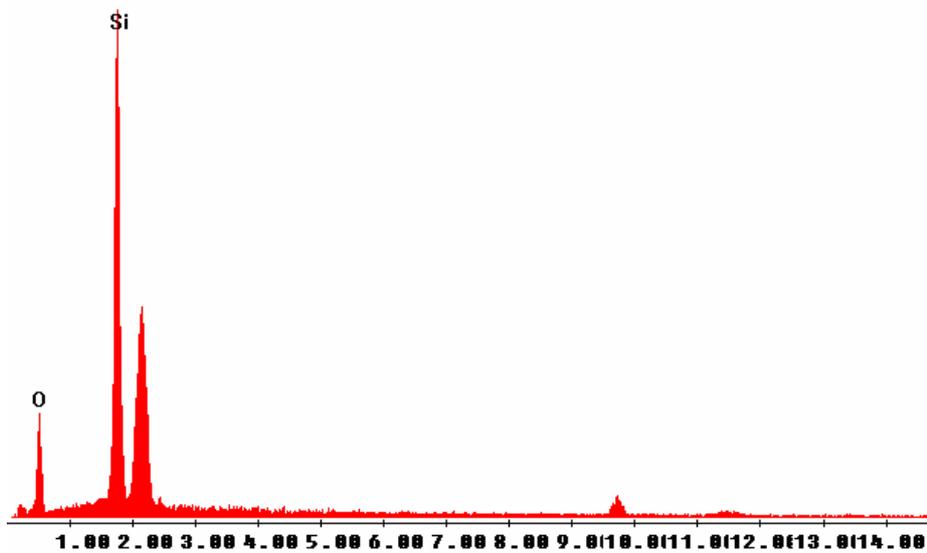


GRÁFICO 10 – Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Filtek Supreme D.

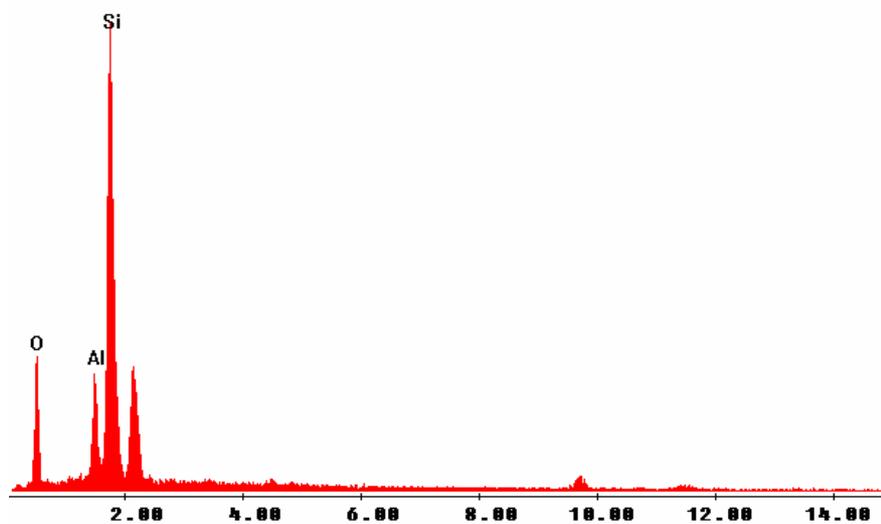


GRÁFICO 11 – Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Grandio E.

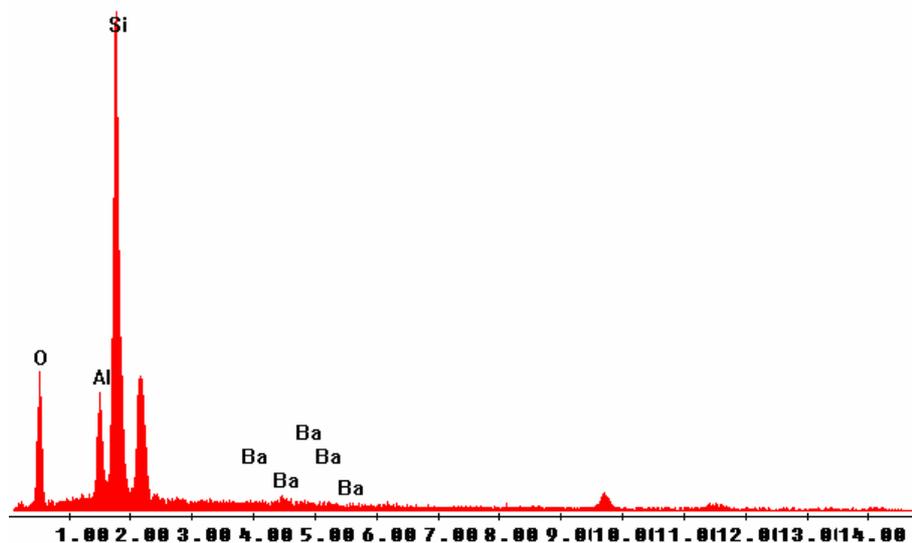


GRÁFICO 12 – Representação gráfica da análise de EDS da composição do conteúdo de carga da Resina Grandio D.

### 5.3 Análise através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

#### 5.3.1 Análise Quantitativa do Tamanho Médio das partículas de carga

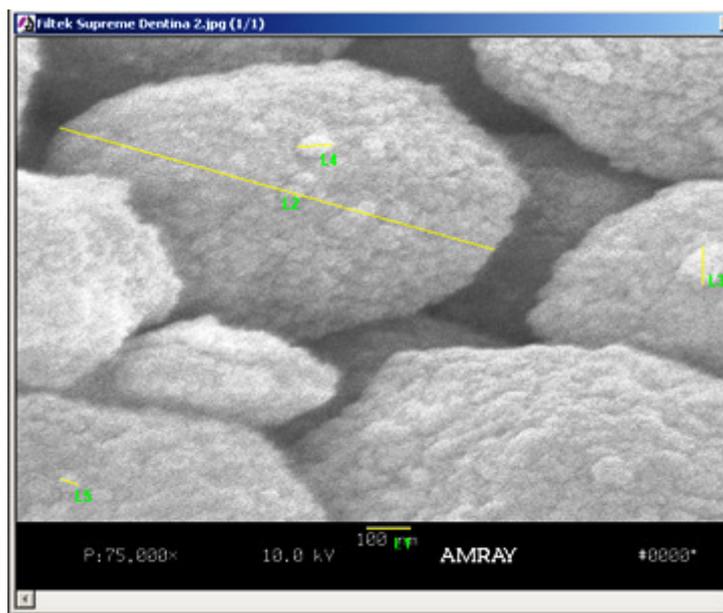
Para avaliação dos resultados quantitativos, foi realizada a análise estatística ANOVA, seguida do teste de Tukey no nível de significância de 5%. Estes resultados se encontram na tabela 3, mostrando valores médios das partículas de carga e aglomerados de partículas de carga, onde os grupos Filtek Supreme D e Grandio E não diferem estatisticamente dos demais e o grupo Grandio D difere estatisticamente dos Grupos Filtek Supreme E e Esthet X D e E, que não apresentam diferenças estatísticas significativas entre si.

Exemplos das medições estão apresentados nas figuras 1 e 2.

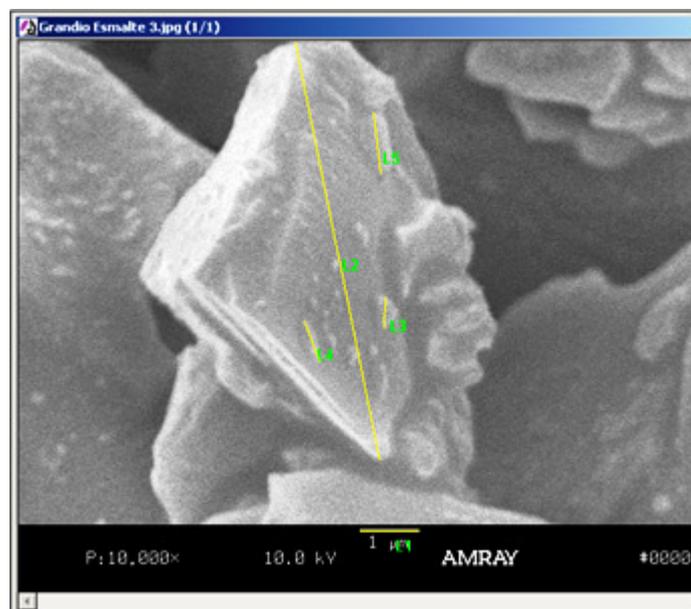
TABELA 3 – Tabela descritiva do tamanho médio ( $\mu\text{m}$ ) das partículas de carga e aglomerados de partículas de carga e desvio-padrão.

Grupos	Número de medições	$\mu\text{m}$	Desvio-padrão
<b>Grandio D</b>	09	3,10 A	2,27
<b>Grandio E</b>	09	2,05 AB	2,39
<b>Esthet X D</b>	09	1,39 B	0,44
<b>Esthet X E</b>	09	1,16 B	0,41
<b>Filtek Supreme D</b>	09	1,14 AB	1,19
<b>Filtek Supreme E</b>	09	0,60 B	0,74

\*Médias seguidas de letras distintas diferem entre si ao nível de significância de 5% pelo teste de análise de variância e Tukey.



**FIGURA 1** - Figura ilustrativa do software Image Pro Plus 4.5.1 da aplicação da metodologia na medição do conteúdo inorgânico da resina Filtek Supreme XT D.

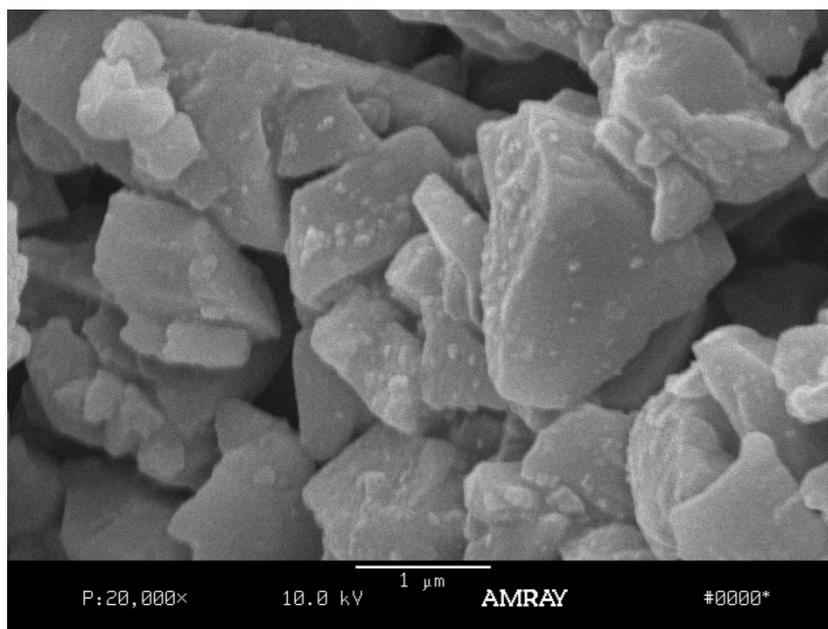


**FIGURA 2** - Figura ilustrativa do software Image Pro Plus 4.5.1 da aplicação da metodologia na medição do conteúdo inorgânico da resina Grandio E.

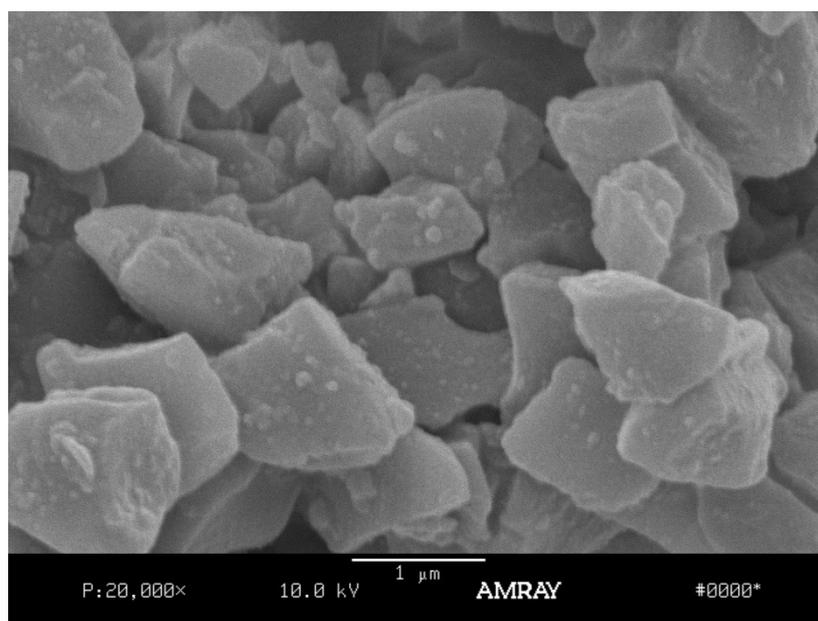
### 5.3.2 Análise Qualitativa das partículas de carga em MEV

Os aspectos morfológicos obtidos em MEV (Figuras 3 a 14) das partículas de carga das resinas compostas Esthet X (Esmalte e Dentina), Filtek Supreme (Esmalte e Dentina) e Grandio (Esmalte e Dentina), dispostos a seguir, mostram que há padrões semelhantes na morfologia e tamanho das partículas de carga nos grupos Esthet X e Grandio, sem diferenças qualitativas também quando se compara as cores para esmalte e dentina; diferentemente do grupo das resinas Filtek Supreme em que a morfologia e tamanho das partículas não se assemelham aos grupos da Esthet X e Grandio, mas também não apresentam diferenças qualitativas entre as cores para esmalte e dentina.

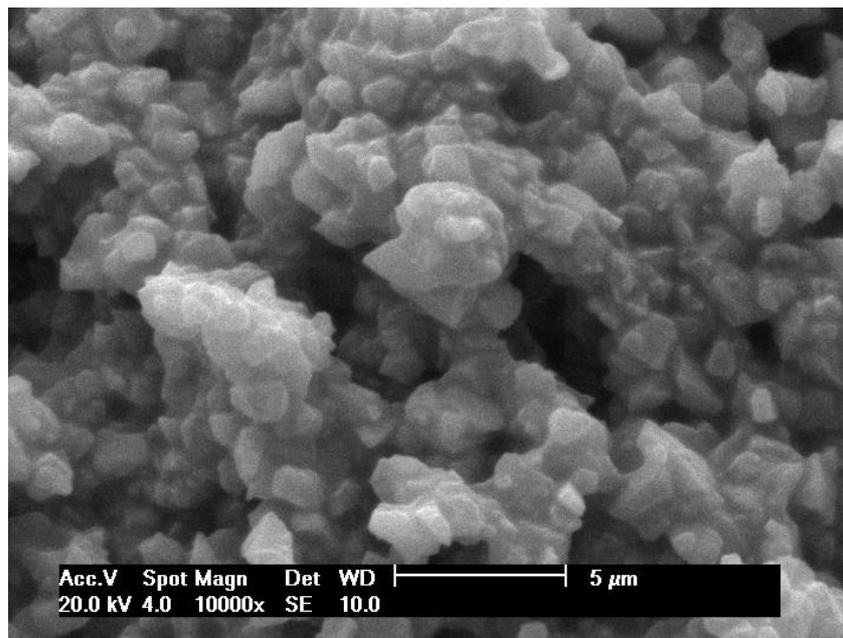
Através de uma análise qualitativa podemos constatar que as figuras de 3 a 6 e de 11 a 14 apresentam características semelhantes entre si, evidenciando grande quantidade de partículas de carga inorgânica irregulares, de morfologia heterogênea, em formato de “escamas” (Queiroz *et al.*, 2007), apresentando, predominantemente, partículas de maior dimensão com partículas de menor dimensão dispostas ao redor e/ou sobre estas partículas maiores com a finalidade de preenchimento. Por outro lado, as figuras de 7 a 10 apresentam características diferentes das demais e semelhantes entre si, evidenciando grande quantidade de partículas de carga inorgânica esféricas, regulares, com distribuição e tamanho homogêneos, caracterizando-se como aglomerados de partículas de carga inorgânica quando realizado observações de maior aumento à microscopia eletrônica de varredura.



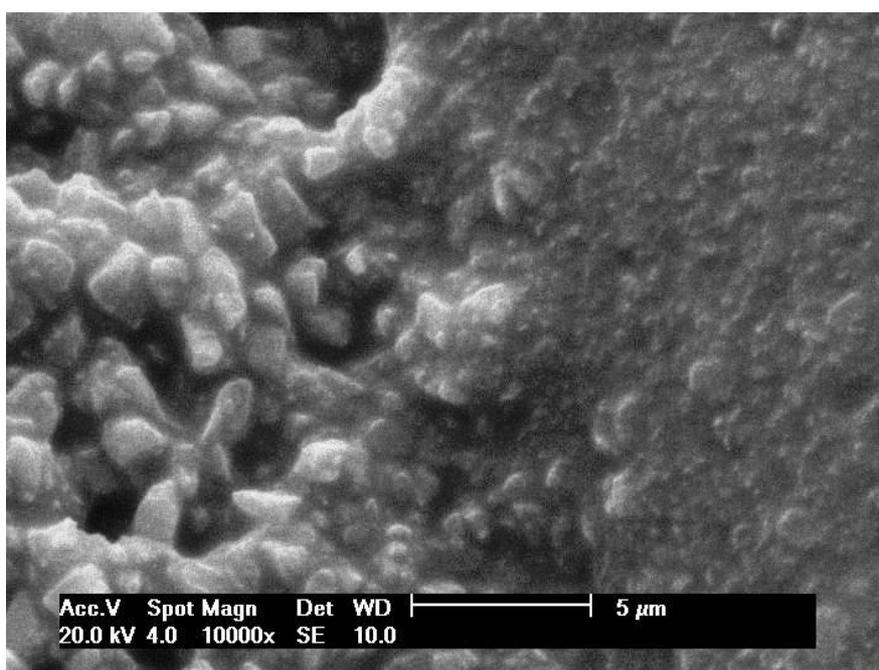
**FIGURA 3** – Aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Esthet X D (X20000).



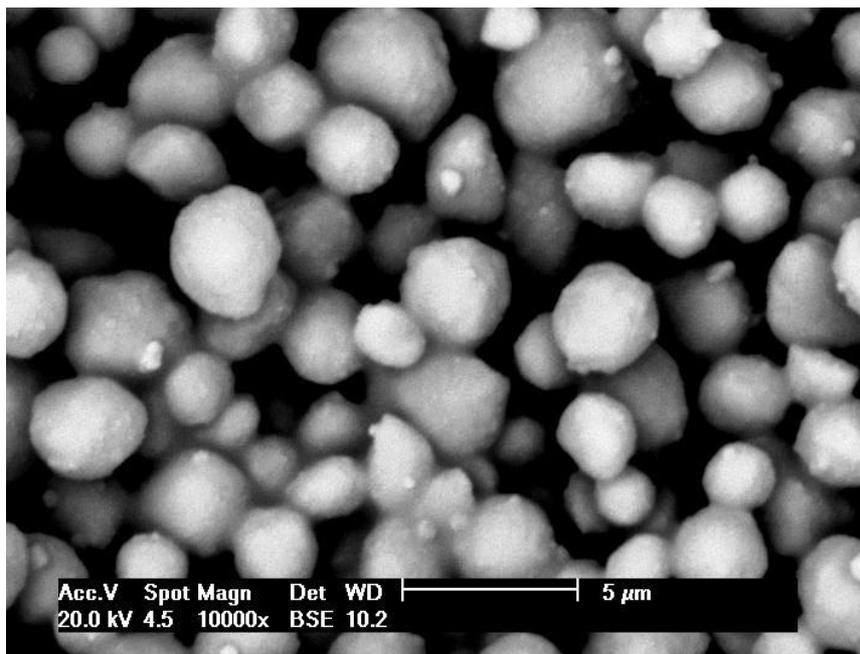
**FIGURA 4** – Aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Esthet X D (X20000).



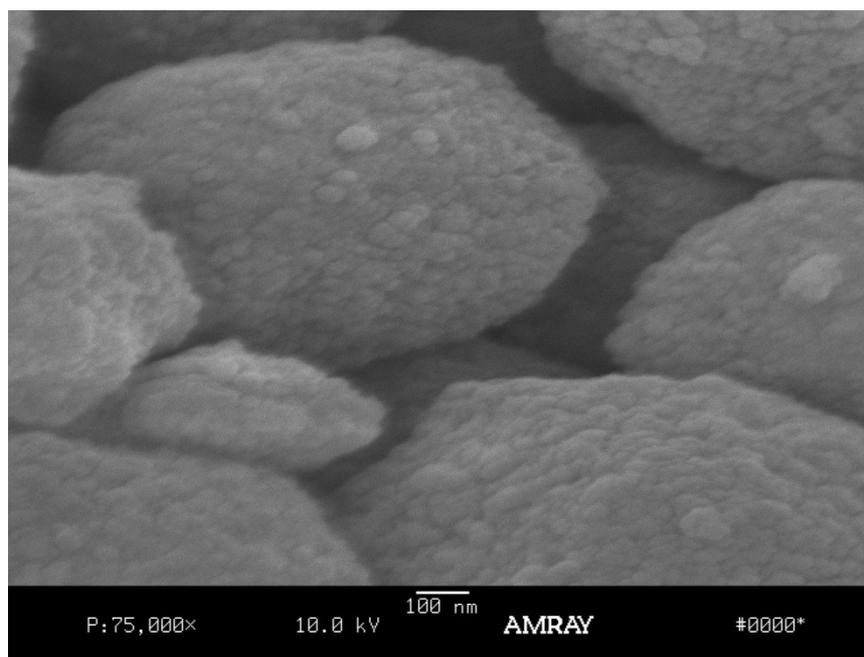
**FIGURA 5** – Aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Esthet X E (X10000).



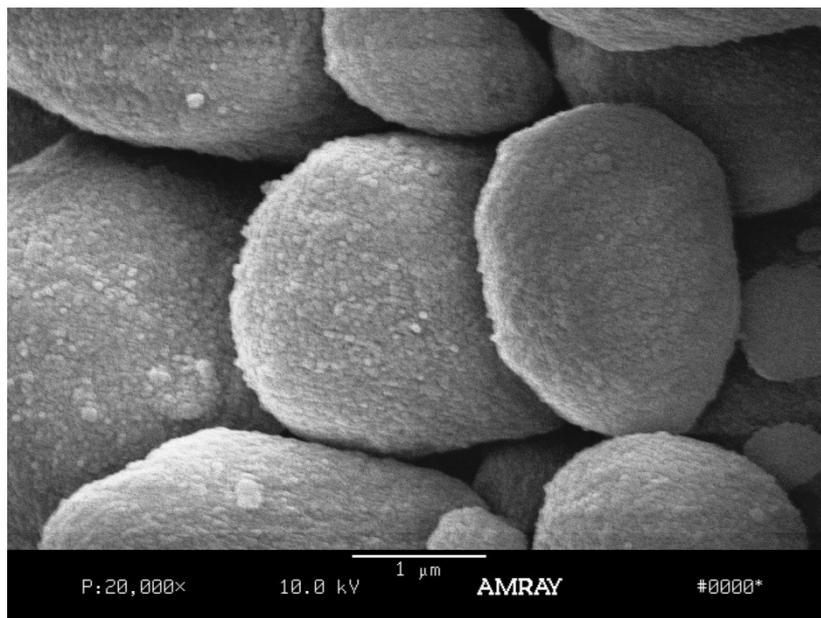
**FIGURA 6** - Aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Esthet X E (X10000).



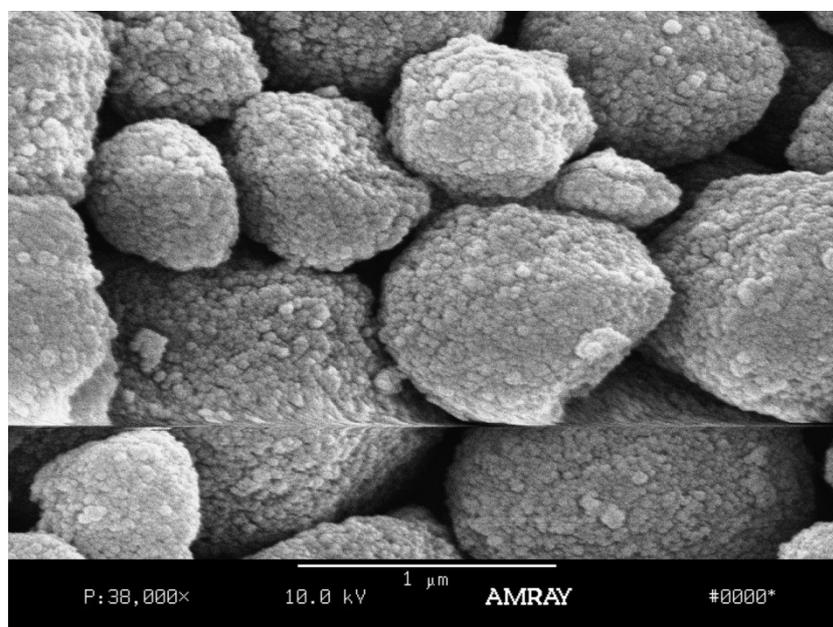
**FIGURA 7** – Aspecto morfológico do aglomerado de partículas de carga da resina composta Filtek Supreme D (X10000).



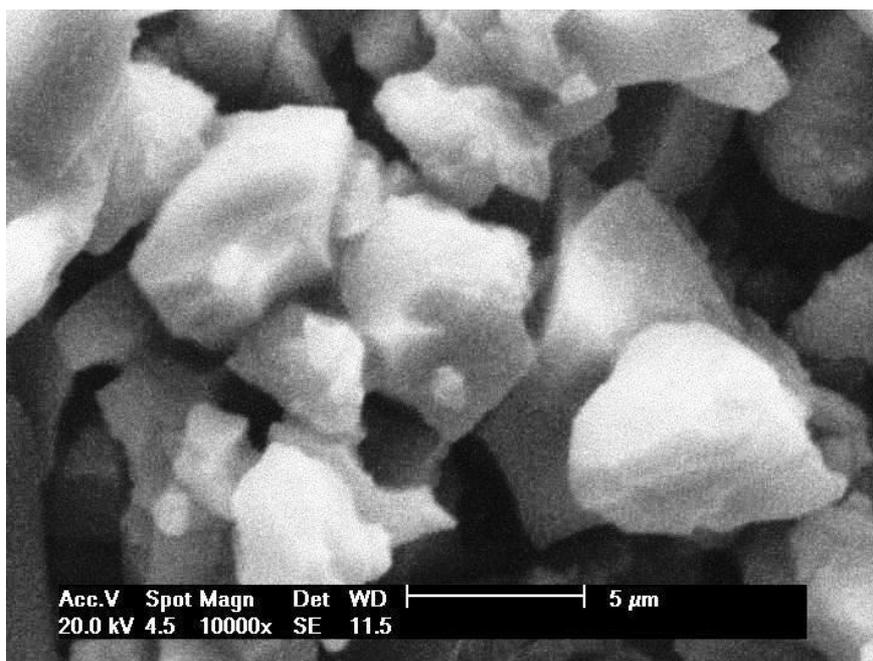
**FIGURA 8** – Aspecto morfológico do aglomerado de partículas de carga da resina composta Filtek Supreme D (X75000).



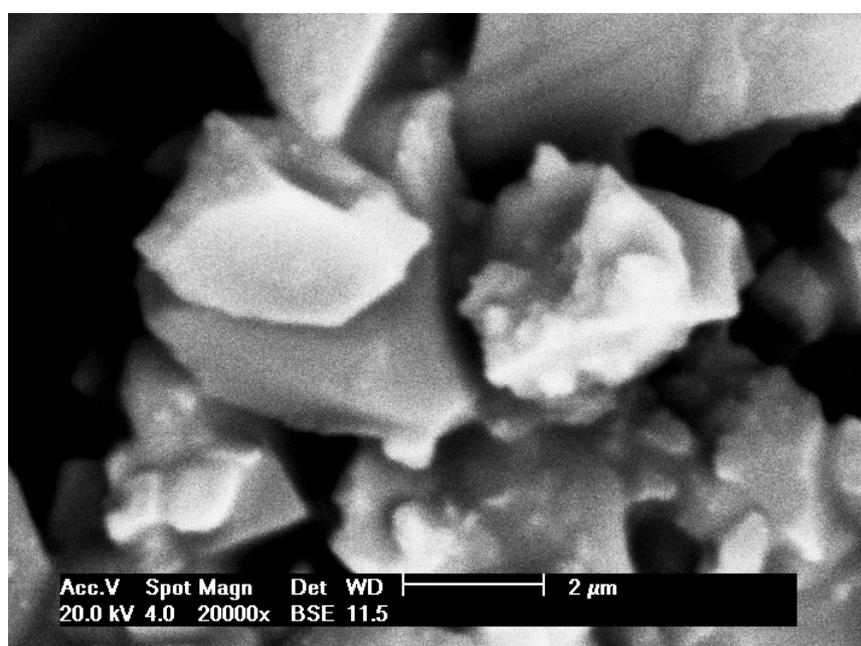
**FIGURA 9** – Aspecto morfológico do aglomerado de partículas de carga da resina composta Filtek Supreme E (X20000).



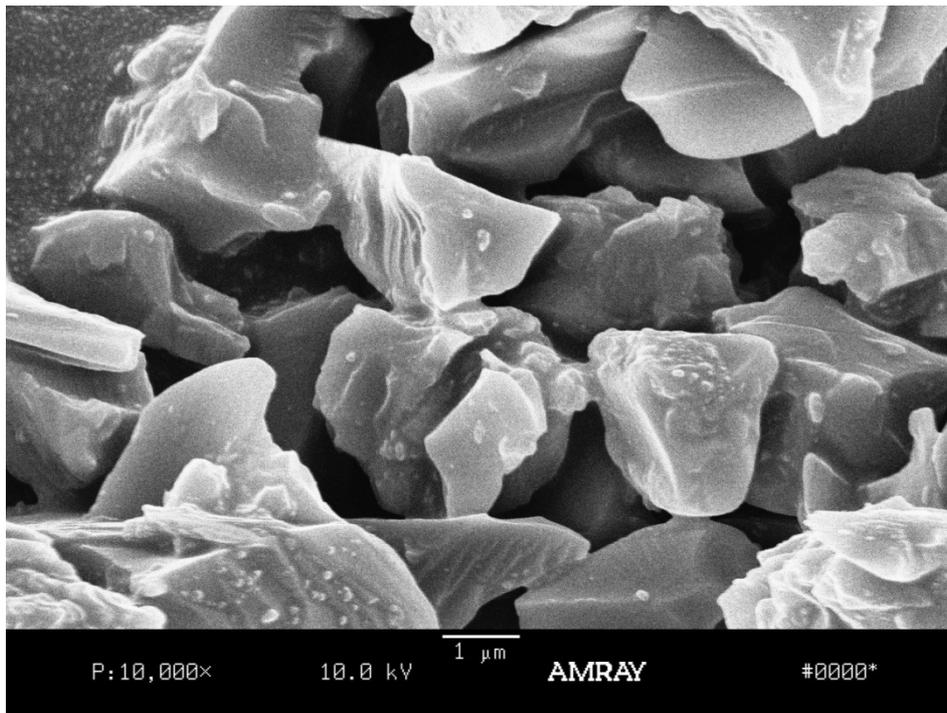
**FIGURA 10** – Aspecto morfológico do aglomerado de partículas de carga da resina composta Filtek Supreme E (X38000).



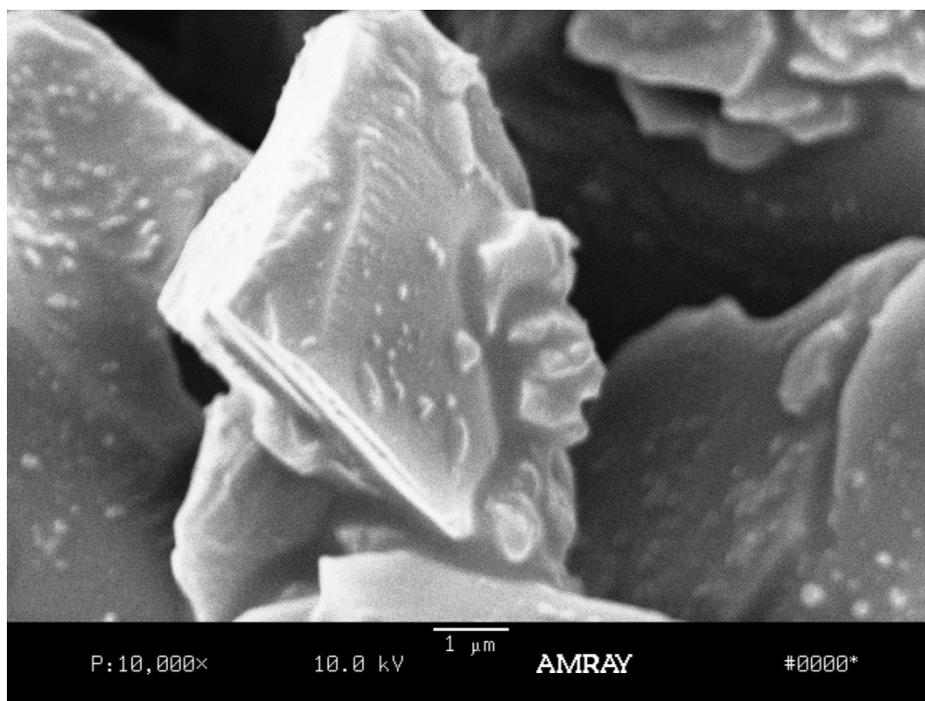
**FIGURA 11** – Aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Grandio D (X10000).



**Figura 12** – Aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Grandio D (X20000).



**FIGURA 13** – Aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Grandio E (X10000).



**FIGURA 14** – Aspecto morfológico das partículas de carga da resina composta Grandio E (X10000).



## DISCUSSÃO

A análise termogravimétrica é um método de determinação do conteúdo de carga baseado na diferença, em peso, da amostra antes e depois da volatilização de todo conteúdo orgânico através de aquecimento até 700 °C em uma atmosfera saturada de nitrogênio, restando apenas seu conteúdo inorgânico. O conteúdo observado no presente estudo mostrou que os valores em peso do conteúdo de carga variaram de 75,75 a 87 Wt%. Conforme os fabricantes de cada compósito, as resinas compostas Esthet X, Filtek Supreme XT e Grandio apresentam valores em peso do conteúdo de carga de 71,9 Wt%, 78,5 Wt% e 87Wt%, respectivamente, sendo somente o último valor de acordo com o observado neste estudo, mas discordando do encontrado por Beun *et al.* (2007), cujo valor em peso do conteúdo de carga para resina composta Grandio foi de 84,1 Wt%. Ainda neste estudo, Beun *et al.* encontraram 71,9 Wt% para a resina composta Filtek Supreme, concordando com o fabricante e discordando do valor encontrado no atual estudo, no qual teve seu registro mais alto. O grupo da resina composta Esthet X apresentou valor diferente do relatado por Sabbagh *et al.*, em 2004, cujo valor foi de 73,3 Wt%. Além disso, no presente estudo, foi verificado que o conteúdo de carga em peso dos grupos das resinas compostas Filtek Supreme esmalte e dentina foi de 76,22 Wt% e 76,54 Wt%, respectivamente, diferentemente do encontrado por Rodrigues Junior *et al.* (2008), na qual o valor foi de 73,2 Wt%. Já no que diz respeito à morfologia da carga, concorda com estes autores, caracterizando as partículas de carga como esféricas homogêneas, representando aglomerados de

nanopartículas. Além disso, o presente trabalho está de acordo com os autores somente com a presença de Oxigênio (O) e Silício (Si), não encontrando a presença de Carbono (C) e Zircônia (Zr) no conteúdo de carga.

Outros métodos para análise termogravimétrica foram propostos por Bowen (1964) e Sabbagh, Vreven e Leloup (2002). No entanto, metodologicamente são discutíveis, tendo em vista que os pesquisadores aqueceram a amostra de resina composta ao ar livre, o que poderia levar à combustão e incorporação de carbono, ao invés de gerar a ebulição da matriz orgânica. Ou então, determinaram o conteúdo de carga em volume e, baseado na densidade dos materiais, determinaram o conteúdo em peso. Taylor *et al.* (1998) concluíram que o conteúdo máximo de carga está relacionado à natureza da carga e monômero de peso molecular maior como BisGMA, UDMA e BisEMA. No entanto, neste estudo, a presença de maior conteúdo de carga se deu para resina composta Grandio, que dos monômeros citados, contém apenas BisGMA, segundo o fabricante, a resina composta Esthet X apresenta dois destes monômeros em sua composição (UDMA, BisGMA), segundo fabricante e Filtek Supreme XT apresenta todos estes monômeros como seus constituintes.

A observação das partículas de carga em MEV em diferentes aumentos nos auxiliou na análise morfológica e do tamanho das mesmas. Os complexos aglomerados, 1 a 25  $\mu\text{m}$ , caracterizam-se por agrupamentos artificiais de micropartículas (0,001 a 0,1  $\mu\text{m}$ ) puramente inorgânicas. Este método permite maior inserção de carga (Lutz e Philips, 1983). Hosoda, Yamada e Inokoshi (1990) examinaram resinas compostas em microscopia eletrônica de varredura e análise qualitativa a fim de obter uma classificação adequada para o uso

clínico. A partir da avaliação de superfícies polidas das resinas testadas em microscopia eletrônica e determinação qualitativa da composição superficial, sete grupos foram determinados pelos autores: resina composta tradicional (macro); resina composta de micropartículas (0,04 a 0,06  $\mu\text{m}$ ) com complexo aglomerado; resina composta submicroparticulada (0,2 a 0,3  $\mu\text{m}$ ); resina composta híbrida com complexo unido ou aglomerado; resina composta semi-híbrida altamente carregada com carga. Mitra, Wu e Holmes (2003) desenvolveram duas resinas compostas nanoparticuladas; desenvolveram o compósito nanoparticulado Filtek Supreme Standard, 3M, composto por partículas nanométricas com tamanho médio de 6 nm e nanoaglomerados, com tamanho médio de 20 nm; 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. Queiroz *et al.* (2007) avaliaram, através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), a forma, tamanho e distribuição das partículas de carga inorgânica de diferentes resinas compostas. Os resultados evidenciaram diferentes formas e tamanhos de partículas inorgânicas, independente do tipo de resina composta. Pôde-se concluir que as resinas compostas apresentaram características físicas de formas irregulares e tamanhos uniformes nas resinas Esthet X e Grandio com relação às partículas de carga inorgânica, e aglomerados de partículas nanométricas que podem chegar ao tamanho de partículas micro-híbridas de formatos uniformes na resina Filtek Supreme. Estão disponíveis em diferentes tamanhos classificando as resinas compostas em macroparticuladas ou tradicionais (até 50  $\mu\text{m}$ ) (Anusavice, 2005), microparticuladas (0,04 a 0,2  $\mu\text{m}$ ), híbridas (8 a 30  $\mu\text{m}$ ) e micro-híbridas (0,7 a 3,6  $\mu\text{m}$ ) (Lutz e Phillips, 1983). Os

resultados deste estudo, de acordo com a classificação dada por Lutz e Phillips, 1983, mostraram todos os grupos, exceto o grupo Filtek Supreme E, dentro da classificação micro-híbrida, o que discorda do fabricante, que sugere classificação de nanocompósitos, de cada uma das resinas compostas avaliadas. No entanto, à microscopia eletrônica de varredura em maior aumento, percebe-se que tanto o grupo Filtek Supreme E quanto o grupo Filtek Supreme D se enquadram na classificação proposta por Mitra, Wu e Holmes (2003), na qual se verifica, como o observado em MEV também por Beun *et al.* (2007), aglomerados de partículas nanométricas que podem chegar ao tamanho de partículas micro-híbridas. Já Anusavice, em 2005, considera que toda resina composta com partículas de carga de dois ou mais tamanhos deve ser classificada como híbrida, independente do seu tamanho.

Neste estudo, concordando com Queiroz *et al.* (2007) e o fabricante do compósito, as partículas de carga da resina composta Esthet X, tanto para o grupo Esthet X E, quanto para o grupo Esthet X D, apresentaram-se em grande quantidade, com formas irregulares e tamanhos uniformes, no entanto, discorda do tamanho médio aproximado observado por Queiroz *et al.* (2007) de 3  $\mu\text{m}$  e do fabricante, que sugere partículas de carga de 0,6 a 0,8  $\mu\text{m}$ . O resultado deste estudo mostrou uma média do tamanho de partícula de carga de 1,16  $\mu\text{m}$  para Esthet X E e 1,39  $\mu\text{m}$  para Esthet X D, sem diferenças significativas entre os grupos de mesma marca comercial. Além disso, as análises da microscopia eletrônica de varredura dos grupos Filtek Supreme E e D vão de acordo com o que fora observado por Queiroz *et al.* (2007) e o que sugere o fabricante – arranjo aglomerado de partículas de carga inorgânica. Discordando deste autor, quando relata formas pouco regulares e tamanhos de

partículas de 2 a 4  $\mu\text{m}$ . O conteúdo observado nestes grupos apresentou aglomerados de partículas esféricas regulares, como fabricante propõe, e com tamanho médio dos aglomerados de 0,6  $\mu\text{m}$  e 1,14  $\mu\text{m}$ , para o grupo Filtek Supreme E e Filtek Supreme D, respectivamente, concordando novamente com fabricante. Já os resultados da microscopia eletrônica de varredura dos grupos da resina composta Grandio apresentaram partículas de carga de formato irregular, concordando com Beun *et al.* (2007), semelhante às partículas dos grupos do compósito Esthet X, morfologicamente de acordo com o estudo de Sabbagh *et al.* (2004), e com partículas de carga nos tamanhos médios de 2,05  $\mu\text{m}$  para o grupo Grandio E (sem diferença estatisticamente significativa às partículas da resina composta Esthet X) e 3,10  $\mu\text{m}$  para o grupo Grandio D (diferente estatisticamente dos grupos da resina composta Esthet X, mas sem diferença estatística significativa em relação ao grupo Grandio E). Portanto, não concordando com os dados descritos pelo fabricante.

Com relação aos elementos observados no teste de espectrografia por dispersão de raios X, foram encontrados os elementos bário, alumínio, oxigênio e silício em todos os grupos, exceto bário que não foi encontrado em Filtek Supreme E e D e Grandio E; além de alumínio também não ser encontrado nos grupos da resina composta Filtek Supreme. Assim como no estudo de Sabbagh *et al.* (2004), que encontraram bário, alumínio, oxigênio e silício na resina composta Esthet X, além de flúor, não observado no presente estudo. Anusavice (2005) relata que a incorporação de estrôncio (Sr), vidros de bário (Ba) e outros metais pesados geram aumento na radiopacidade por absorverem os raios X. Frente a isso, pode-se sugerir que as resinas compostas Esthet X e Grandio (opaca), cujos grupos são Esthet X E, Esthet X

D e Grandio D, apresentam maior radiopacidade quando comparadas às resinas dos outros grupos. Além disso, o EDS apresenta uma limitação, pois consegue realizar uma avaliação superficial de até 6  $\mu\text{m}$  de profundidade, podendo ser uma explicação para a não observação de alguns elementos em determinados grupos.

Sugere-se, então, novos estudos para complementação, favorecendo a aplicação clínica adequada de cada produto, com a indicação clara de cada um conforme tamanho médio e forma da partícula de carga já que, conforme Leinfelder (1985), o grau de desgaste é fortemente influenciado pelo tamanho e dureza da partícula de carga, quanto maior a partícula, a concentração de estresse se distribui em uma área maior de partícula, ao passo que com partículas bastante pequenas, essa distribuição se dá numa área mais restrita, propagando-se para as demais. Além disso, há de se realizar mais estudos da análise termogravimétrica e espectrografia por dispersão de raios X dos materiais avaliados por haver discordâncias entre a própria literatura, provavelmente, pela existência de diferentes metodologias, e também com o fabricante.



## CONCLUSÃO

Baseado nas análises deste estudo e de acordo com a metodologia aplicada pôde-se observar que somente os grupos da resina Filtek Supreme XT (3M ESPE), no que diz respeito à morfologia e tamanho médio de partícula, estão de acordo com o fabricante e a literatura. Podendo, assim, serem classificadas como resinas compostas nanoparticuladas de arranjo esférico-aglomerado. As outras duas resinas compostas avaliadas, Esthet X (Dentsply) e Grandio (Voco), poderiam ser classificadas como resinas híbridas de partículas em forma de escamas, e não como nanoparticuladas como os fabricantes propõem, cuja finalidade se torna exclusivamente comercial.

## *8. Referências Bibliográficas*

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS<sup>♦</sup>

3M ESPE. *Filtek Supreme XT Universal Restorative System. Technical Product Profile*. St. Paul, 2005.

ANUSAVICE, K.J. Resinas Restauradoras. In: Anusavice, K.J. **Phillips materiais dentários**. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005. Cap. 15, p. 375-417.

ASMUSSEN, E.; PEUTZFELDT, A. Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 14, n. 1, p. 51-6, Jan. 1998.

BASEREN, M. Surface roughness of nanofill and nanohybrid composite resin and ormocer-based tooth-colored restorative materials after several finishing and polishing procedures. **J Biomater Appl**, London, v. 19, n. 2, p. 121-34, Oct. 2004.

---

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

BEUN, S.; GLORIEUX, T.; DEVAUX, J.; VREVEN, J.; LELOUP, G.  
Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites.

**Dent Mater**, Copenhagen, v. 23, n. 1, p. 51-9, Jan. 2007.

BOWEN, R.L. Properties of silica-reinforced polymer for dental restorations. **J Am Dent Assoc**, Washington, v. 66, p. 57-64, Jan. 1963.

BOWEN, R.L. Effect of particle shape and size distribution in a reinforced polymer. **J Am Dent Assoc**, Washington, v. 69, p. 481-495, Oct. 1964.

BURGESS, J.O.; WALKER, R.; DAVIDSON, J.M. Posterior resin-based composite: review of the literature. **Pediatr Dent**, Chicago, v. 24, n. 5, p. 465-79, Sep./Oct. 2002.

CHEN, M.H.; CHEN, C.R.; HSU, S.H.; SUN, S.P.; SU, W.F. Low shrinkage light curable nanocomposite for dental restorative material. **Dent Mater**, v. 22, p. 138-45, 2006.

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

DEBNATH, S. *et al.* Interface effects on mechanical properties of particle reinforced composites. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 20, n. 7, p. 677-86, Sep. 2004.

DENTSPLY. *Esthet X*. Disponível em: <<http://www.dentsply.com/luminas/lumclub.pdf>>. Acesso em 15/10/2008.

DENTSPLY. *Esthet X*. Bula técnico comercial do produto – lotes 0509082 e 0509141, 2007.

HOSODA, H.; YAMADA, T.; INOKOSHI, S. SEM and elemental analysis of composite resins. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 64, n. 6, p. 669-76, Dec. 1990.

IKEJIMA, I.; NOMOTO, R.; McCABE, J.F. Shear punch strength and flexural strength of model composites with varying filler volume fraction, particle size and silanation. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 19, n. 3, p. 206-11, May 2003.

JAARDA, M.J.; LANG, B.R.; WANG, R.F.; EDWARDS, C.A. Measurement of composite resin filler particles by using scanning electron microscopy and digital imaging. **J Prosthet Dent**, v. 69, p. 416-24, 1993.

KHAN, A.M. *et al.* Characterization of inorganic fillers in visible light cured composites resins. **J Oral Rehabil**, v. 19, p. 361-70, 1992.

KIM, K.H; ONG, J.L; OKUNO, O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 87, n. 6, p. 642-49, Jun. 2002.

KIRK, R.E.; OTHMER, D.F.; KROSCWITZ, J.; HOME-GRANT, M. Encyclopedia of chemical technology. **4<sup>th</sup> ed. New York: Wiley**, p. 397, 1991.

LANG, B.R.; JAARDA, M.; WANG, R.F. Filler particle size and composite resin classification systems. **J Oral Rehabil**, Oxford, v. 19, n. 4, p. 569-84, Jul. 1998.

LEINFELDER, K.F. Composite Resins. **Dent Clin North Am**, v. 29, n. 2, p. 359-71, Apr. 1985.

LI, Y. *et al.* Effect of filler content and size on properties of composites. **J Dent Res**, Chicago, v. 64, n. 12, p. 1396-401, Dec. 1985.

LU, H. *et al.* Effect of surface roughness on stain resistance of dental resin composites. **J Esthet Restor Dent**, Hamilton, v. 17, n. 2, p. 102-109, 2005.

LUTZ, F.; PHILLIPS, R.W. A classification and evaluation of composite resin systems. **J Prosthet Dent**, St. Louis, v. 50, n. 4, p. 480-88, Oct. 1983.

MITRA, S.B.; WU, D.; HOLMES, B. An application of nanotechnology in advanced dental materials. **J Am Dent Assoc**, Washington, v. 134, n. 10, p. 1387-90, Oct. 2003.

MOSZNER, N.; KLAPDOHR, S. Nanotechnology for dental composites. **Int. J Nanotechnol**, Liechtenstein, v. 1, n. 1-2, p. 130-56, 2004.

MOTA, E.G.; OSHIMA, H.M.S; BURNETT Jr., L.H.; PIRES, L.A.G.; ROSA, R.S. Evaluation of diametral tensile strength and knoop microhardness of five nanofilled composites in dentin and enamel shades. **Stomat, Balt Dent Maxil J**, v. 8, n. 3, 2006.

NEVES, A.D. *et al.* Correlação entre grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico em compósitos. **Pesqui Odontol Bras**, São Paulo, v. 16, n. 4, p. 349-54, 2002.

QUEIROZ, R.S.; PORTO, T.S.; LIMA, J.P.M.; SILVA, D.N.; PORTO-NETO, S.T. Análise morfológica e dimensional de partículas de carga inorgânica de resinas compostas. **Dental Sci – Clin e Pesq Integrada**, v. 4, n. 1, p. 245-51, 2007.

RODRIGUES Jr., S.A.; FERRACANE J.L.; BONA, A.D. Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 21, 2008.

RODRIGUES Jr., S.A.; FERRACANE, J.L.; BONA, A.D. Flexural strength and Weibull analysis of a microhybrid and a nanofill composite evaluate by 3- and 4-point bending test. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 24, p. 426-31, 2008.

RODRIGUES Jr., S.A.; SHERRER, S.S.; FERRACANE, J.L.; BONA, A.D. Microstructural characterization and fracture behavior of a microhybrid and a nanofill composite. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 24, p. 1281-88, 2008.

SABBAGH, J.; VREVEN, J.; LELOUP, G. Dynamic and static moduli of elasticity of resin-based materials. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 18, n. 1, p. 64-71, Jan. 2002.

SABBAGH, J.; RYELANT, L.; BACHÉRIUS, L.; BIEBUYCK, J.J; VREVEN J.; LAMBRECHTS, P.; LELOUP, G. Characterization of the inorganic fraction of resin composites. **J Oral Rehabil**, v. 31, p. 1090-101, 2004.

TAYLOR, D.F. *et al.* Relationship between fillers and matrix resin characteristics and properties of uncured composites pastes. **Biomaterials**, Guilford, v. 19, n. 1-3, 197-204, Jan./Feb. 1998.

TERRY, D.A. Direct applications of nanocomposite resin system: part 1 – the evolution of contemporary composite materials. **Pract Proced Aesthet Dent**, Mahwah, v. 16, n. 6, p. A-G, July 2004.

VENHOVEN, B.A. *et al.* Influence of fillers parameters on the mechanical coherence of dental restorative resin composites. **Biomaterials**, Guilford, v. 17, n.7, p. 735-40, Apr. 1996.

VOCO Research & Development. *Grandio* - Light-curing Nano-hybrid Filling Material. Cuxhaven, 2005.

VOCO. *Grandio*. Disponível em: <<http://www.vocoamerica.com/>>. Acesso em: 15/10/2008.

WILLEMS, G. *et al.* A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. **Dent Mater**, Copenhagen, v. 8, n.6, p. 310-19, Sep. 1992.

XIA, Y.; ZHANG, F.; XIE H.; GU, N. Nanoparticle-reinforced resin-based dental composites. **J Dent**, v. 36, n. 6, p. 450-5, Jun. 2008.

ZHANG, Y. *et al.* Recent development of polymer nanofibers for biomedical and biotechnological applications. **J Mater Sci Mater Med**, London, v. 16, n. 10, p. 933-46, Oct. 2005.





*Comissão Científica e de Ética  
Faculdade da Odontologia da PUCRS*

---

Porto Alegre 01 de outubro de 2008

**O Projeto de: Dissertação**

**Protocolado sob nº:** 0064/08  
**Intitulado:** Análise dimensional e morfológica das partículas de carga de resinas compostas nanoparticuladas  
**Pesquisador Responsável:** Profa. Dra. Luciana Mayumi Hirakata  
**Pesquisadores Associados:** Lucas Hörlle  
**Nível:** Mestrado

Foi **aprovado** pela Comissão Científica e de Ética da Faculdade de Odontologia da PUCRS em 03 de setembro de 2008.

**Prof. Dr. Eraldo Luiz Batista Júnior**  
Presidente da Comissão Científica e de Ética da  
Faculdade de Odontologia da PUCRS