

IVONE LIMA SANTANA

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO POR CALOR EM
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE RESINAS COMPOSTAS**

São Paulo
2005

Ivone Lima Santana

**Estudo da Influência do tratamento por calor em propriedades
mecânicas de resinas compostas**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da
Universidade de São Paulo, para obter o título de
Doutor pelo Programa de Pós-Graduação em
Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Leonardo Eloy Rodrigues Filho

São Paulo
2005

FOLHA DE APROVAÇÃO

Santana IL. Estudo da Influência do tratamento por calor em propriedades mecânicas de resinas compostas [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

São Paulo, 31/10/2005

Banca Examinadora

1) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

2) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

3) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

4) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

5) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

À **Deus**, fonte de minha inspiração. Companheiro inseparável. A Ti Pai dedico este trabalho, só nós sabemos quão difícil foi chegar até aqui. Quantos obstáculos ultrapassados! Quantos ensinamentos adquiridos... Quanto crescimento... Te amo, Te amo, Te amo. Obrigada, obrigada, obrigada!!!!

À **Guida**, companheira de todas as horas, com amor, admiração e gratidão por seu carinho, presença e incansável apoio ao longo dessa caminhada.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha família, base de minhas convicções. Em especial aos meus pais, **Abrahão Rodrigues de Santana**, por ter dedicado a sua vida à família, e a minha amada mãe **Maria Sava Lima Santana (in Memoriam)**, por todo o amor e por todo o carinho a mim dispensado; por sua integridade de caráter e pelos princípios de vida repassados, com amor e segurança, a toda à família. Mãe, TE AMO!

Às minhas irmãs **Fernanda, Márcia Maria, Lúcia de Fátima, Áurea Maria e Oneide (in memoriam)**, obrigada pela convivência, união e amor que sempre existiu.

Aos meus irmãos **Abrahão Filho, José Ribamar, Francisco de Assis, Antonio Cícero, João Batista, Luís Paulo, Geraldo e Ataliba** obrigada pelos momentos vividos em família.

A todos os meus sobrinhos, que são muitos!

Aos meus amigos de São Luís: D. Graça, Carol, Lourdinha Noletto, Poliana, Erlinda, João, Fernanda Maia, Pierre, Zé, Almir, Plínio, Áurea, Cristiane, Ana Emília.

Aos amigos de São Paulo: Júlio, Neto, Sibebe, Zezé.

A todos, o meu muito obrigada...

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Prof. Dr. **Leonardo Eloy Rodrigues Filho**, exemplo de ética e espírito científico. Agradeço por conseguir me introduzir no mundo materiano de maneira segura. Com imenso carinho, o meu muito obrigada!

À **FACULDADE DE ODONTOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO** pela oportunidade da realização do curso de Pós-Graduação, em especial a Prof^a. Dr^a. **Rosa Helena Miranda Grande** pelo espírito de bravura e determinação quanto da implantação do projeto PQI/CAPES.

Ao Prof. Dr. **Antonio Muench** pela ajuda na análise e interpretação estatística.

A todos do **DEPARTAMENTO DE MATERIAIS DENTÁRIOS** pela ajuda oferecida na realização deste trabalho, em especial ao **Silvio, Antonio, Paulo, Rosa Cristina, Dona Maria e Mirtes**, o meu muito obrigada.

Ao Prof. Dr. **Jivaldo do Rosário Matos** do Instituto de Química da Universidade de São Paulo, pela ajuda científica, pela acolhida e sensibilidade, e por me fazer gostar das análises térmicas.

À Edmea Ludovic pela ajuda na reta final deste trabalho.

À **UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO** pela oportunidade da realização do doutorado, em especial a Prof^a. Dr^a. **Claudia Maria Coelho Alves**.

Aos amigos do PQI: **José Ferreira Costa** e **Ana Maria Lima Almeida**.

À **CAPES**, pelo apoio financeiro proporcionado através do Programa de Qualificação Institucional – PQI, indispensável à concretização deste objetivo.

Aos **amigos materianos**, alunos e professores, obrigada por tudo.

Quanto mais certo de que estou certo me sinto convencido, tanto mais corro o risco de dogmatizar minha postura, de congelar-me nela, de fechar-me sectariamente no ciclo de minha verdade.

Isto significa reconhecer o caráter histórico de minha certeza. A historicidade do conhecimento (...). Significa reconhecer o conhecimento como uma produção social, que resulta da ação e reflexão, da curiosidade em constante movimento de procura.

Paulo Freire

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi o de avaliar o efeito de tratamentos por calor nas propriedades mecânicas de resistência flexional e microdureza Knoop de três marcas comerciais de resinas compostas para uso direto (FillMagic, P60 e TPH), na condição de incluída ou não em revestimento durante um tratamento térmico (calor seco/170°C), por três períodos (5, 10 e 15 min). A temperatura adotada para os tratamentos foi baseada em análises prévias (termogravimetria e calorimetria exploratória diferencial) com a finalidade de se determinar a temperatura de início de perda de massa e de transição vítrea das resinas. Os corpos-de-prova (n=7) foram confeccionados com o auxílio de uma matriz metálica (10 mm x 2 mm x 2 mm), sendo o compósito inserido em bloco único e irradiado numa única superfície (600mW/cm² por 40s). Foram obtidos, no total, sete grupos experimentais por resina, sendo o controle a condição de apenas fotoativada. Os espécimes foram submetidos ao ensaio de resistência à flexão, com distância entre apoios de 8 mm, em uma velocidade constante de 0,5 mm/min e célula de carga de 1000N. A dureza Knoop foi obtida com carga de 100 g e tempo de penetração de 15 s. As médias de resistência flexional, em MPa, foram de 174,80 para a resina FillMagic, 182,64 para a P60 e 172,22 para a TPH. Na mesma ordem, as médias de microdureza Knoop foram de 73,1; 102,0 e 74,0. A análise de variância dos resultados obtidos permitiram concluir que os tratamentos experimentais aumentaram a resistência flexional das resinas

indistintamente. Os valores de microdureza também aumentaram, mas houveram diferenças de suscetibilidade ao tratamento térmico entre as resinas.

Palavras-Chave: Resina composta; Resistência à flexão, Dureza, Tratamento térmico adicional

Santana IL. Influence of heat treatment on the mechanical properties of resin composites [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

ABSTRACT

The aim of this study was to assess the effect of heat treatment on mechanical properties of flexure strength and Knoop micro hardness of three commercially available brands of resin composites for direct use (FillMagic, P60 and TPH) included or not in investments during heat treatment (dry heat/170°C) by three periods (5, 10 and 15 min.) The temperature adopted for the treatments was based on previous analysis (thermo gravimetric and differential exploratory heating) in order to determine the initial temperature of mass loss and glass transition of resin composites. The samples (n=7) were prepared with a metallic matrix (10 mm x 2mm x 2mm) in which the resin composite was inserted in a single block and only one surface was irradiated (600mW/cm² 40s). Seven experimental groups were obtained for each resin composite in which the control group was solely light-cured. The flexure strength test was performed with a support distance of 8 mm, cross-head speed of 0.5 mm/min. and 1000 N load. Knoop micro hardness was obtained with a load of 100 g and penetration time of 15 s. The flexure strength averages in MPa were 174.80 for FillMagic, 182. 64 for P60 and 172. 22 for TPH. Thus, Knoop micro hardness means were 73.1; 102.0 and 74.0. The analysis of variance indicated that the experimental treatments increased flexure strength of resin composites. Micro hardness values also increased, but there were differences in the resin composites susceptibility to the heat treatment.

Keywords: Resin composite; Flexural strength, Hardness, Additional heat-treated

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 4.1 - Matriz bipartida contendo o cp.....	42
Figura 4.2 - Matriz metálica contendo o cp.....	43
Figura 4.3 - Desenho esquemático do cp com marcações.....	43
Figura 4.4 - Forno digital utilizado para o tratamento térmico.....	44
Figura 4.5 - Desenho esquemático do dispositivo para o ensaio de resistência à flexão.....	46
Figura 4.6 - Cp, lixados e polidos.....	47
Figura 4.7 - Desenho esquemático do cp posicionado para o ensaio de resistência à flexão e detalhe da área lateral do cp destinada ao ensaio de microdureza.....	47
Figura 4.8 – Esquema dos procedimentos.....	48
Figura 5.1 – TGA/DTGA da resina composta FillMagic fotopolimerizada.....	50
Figura 5.2 - TGA/DTGA da resina composta P60 fotopolimerizada.....	51
Figura 5.3 - TGA/DTGA da resina composta TPH fotopolimerizada.....	52
Figura 5.4 – DSC da resina composta FillMagic fotopolimerizada.....	53
Figura 5.5 - DSC da resina composta P60 fotopolimerizada.....	53
Figura 5.6 - DSC da resina composta TPH fotopolimerizada.....	53
Figura 5.7 – Médias de resistência à flexão (MPa) correspondente ao fator Material.....	55

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Características dos compósitos utilizados.....	40
Tabela 5.1 - Análise de variância da resistência à flexão.....	54
Tabela 5.2 - Médias de resistência à flexão (MPa) correspondente ao fator Tratamento e valor crítico para contrastes.....	56
Tabela 5.3 - Médias de resistência flexional (MPa) correspondentes à interação Material X Tratamento.....	56
Tabela 5.4 - Análise de variância da resistência à flexão correspondente às resinas para uso direto.....	57
Tabela 5.5 - Médias de resistência á flexão (MPa) correspondentes às resinas para uso direto e indireto.....	57
Tabela 5.6 - Análise de variância da dureza Knoop.....	58
Tabela 5.7 - Médias de microdureza correspondentes ao fator Material e valor crítico para contrastes.....	59
Tabela 5.8 - Médias de dureza Knoop correspondentes ao fator Tratamento e valor crítico para contrastes.....	59
Tabela 5.9 - Médias de dureza Knoop correspondentes ao fator Região e valor crítico para contrastes.....	60
Tabela 5.10 - Médias de dureza Knoop correspondentes ao fator Tratamento X Material e valor crítico para contrastes.....	60
Tabela 5.11 - Médias de dureza Knoop correspondentes à interação Região X Material e valor crítico para contrastes.....	60
Tabela 5.12 - Médias de dureza Knoop correspondentes à interação Região X Tratamento (n.s.).....	61
Tabela 5.13 - Médias de dureza Knoop correspondentes à Interação Região X Material X Tratamento e valor crítico para contrastes.....	61
Tabela 5.14 - Análise de variância da dureza Knoop correspondente aos valores Controle e “Controle 2”	61

Tabela 5.15 - Médias de dureza Knoop correspondentes às resinas para uso direto na condição apenas fotoativadas, da resina para uso indireto e valor crítico para contrastes.....	62
Tabela 5.16 – Análise de variância da dureza Knoop correspondente aos maiores valores do material para uso direto condição de tratamento e “Controle 2”	62
Tabela 5.17 - Médias de dureza Knoop correspondentes às resinas para uso direto nas condições de maiores valores, da resina para uso indireto e valor crítico para contrastes.....	63

SUMÁRIO

	p.
1. INTRODUÇÃO.....	15
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	20
2.1 Resinas Compostas.....	20
2.2 Polimerização/ dureza.....	25
2.3 Resistência á flexão/ Tratamento Térmico adicional.....	29
2.4 Análises Térmicas.....	33
3. PROPOSIÇÃO.....	39
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	40
5. RESULTADOS.....	50
6. DISCUSSÃO.....	64
7. CONCLUSÕES.....	75
REFERÊNCIAS.....	76

1 INTRODUÇÃO



Através dos anos, diversos métodos e materiais foram desenvolvidos e empregados na busca de uma restauração ideal. Um dos maiores incentivos a essa busca foi a crescente conscientização dos pacientes quanto à possibilidade de se obter restaurações mais estéticas. Dessa forma passaram, a exigir restaurações que se assemelhassem à estrutura dental, exigindo também, do ponto de vista econômico, algo com maior durabilidade e menor custo.

Nesse contexto, as resinas compostas vêm sendo intensamente estudadas. As resinas compostas dentais foram introduzidas comercialmente nos anos 60 para a restauração de dentes anteriores. Desde seu advento sofreram desenvolvimento significativo com o objetivo de aumentar a longevidade das restaurações.

Uma das etapas mais importantes desse desenvolvimento foi o aperfeiçoamento da técnica de tratamento superficial das partículas de carga com um agente de união (organo-silano), permitindo o estabelecimento de uma interação química entre estas e a matriz orgânica, melhorando as propriedades mecânicas das resinas compostas.

A melhoria na formulação dessa classe de materiais restauradores, principalmente no que diz respeito ao tipo, tamanho e concentração de partículas de carga adicionadas à matriz resinosa, tornou indispensável o desenvolvimento de sistemas de ativação de polimerização que facilitassem o procedimento clínico.

Porém, apesar das melhorias ampliarem as indicações de uso, as resinas compostas atuais têm ainda limitações na sua aplicação. A inadequada resistência (perda de forma anatômica) sob atrito mastigatório, e a freqüente infiltração

marginal, devido à contração de polimerização, são os principais problemas. (NEVES et al., 2002) Estas desvantagens garantem apenas sua utilização em cavidades conservadoras de classe I e II e constituem o principal obstáculo para a aceitação desse material como substituto para o amálgama. (AMERICAN DENTAL ASSOCIATION, 1998; NEVES et al., 2002)

Neves et al. (2002), relatam ainda que as resinas compostas vêm sofrendo aperfeiçoamento com o objetivo de melhorar suas propriedades mecânicas permitindo, desta forma, que sejam usadas em dentes posteriores como alternativa ao amálgama dental, contribuindo para melhoria da estética. Ressaltam, porém, que problemas clínicos associados à sua utilização são comumente observados, dentre eles sua baixa resistência ao desgaste e à abrasão, a contração de polimerização, a microinfiltração marginal e sua deformação permanente.

Em relação a microinfiltração marginal, Versluis e Tantbirojn (1999), relatam que a redução do estresse parece ser a melhor forma de otimizar uma boa adaptação.

Dentre os problemas clínicos observados, a contração de polimerização, talvez, seja o mais crítico. A contração de polimerização de resinas compostas conduz freqüentemente à formação de fenda marginal, permitindo a passagem de bactérias, fluidos, moléculas ou íons entre a restauração e a parede da cavidade.(CHUNG; GREENER, 1990; CRAIG; POWERS, 2004; NEVES et al., 2002; ROULET, 1997; SAKAGUCHI et al., 1992; SANTOS; SOUZA JR; MONDELLI, 2002) Apesar das deficiências, a resina composta ainda é o material de escolha para restaurações estéticas dos elementos dentais, quer seja para uso direto ou indireto. (LLOYD; BROWN, 1984; SANTOS SOUZA JR; MONDELLI, 2002)

Atualmente tem-se atentado para a utilização de compósitos para restaurações tipo *inlay/onlay*. Para isso têm sido sugeridas resinas específicas para esse fim, mas, que são fundamentalmente da mesma composição básica dos compósitos para

restauração direta (ELDIWANY; POWERS; GEORGE, 1993). Houve também modificação nos equipamentos utilizados para a ativação e polimerização desses novos compósitos, visando um maior grau de polimerização com menos porosidades e assim possibilitando melhores propriedades mecânicas de resistência. (ELDIWANY POWERS; GEORGE, 1993; RUYTER, 1992; TERRY; TOUATI, 2001; TOUATI, 1996)

As vantagens advindas das luzes halógenas difundiram esse tipo de fonte ativadora que hoje é o mais empregado em todo mundo. Mesmo assim há uma considerável diferença estatística entre o grau de polimerização obtido na superfície irradiada, próximo à fonte de luz ativadora, e as camadas mais profundas (FERRACANE, 1985; PIANELLI et al., 1999; MASUDA; MALUF; MUENCH, 1999; TANOUE et al., 2001).

A polimerização secundária é um método utilizado para aumentar o grau de conversão nas resinas compostas. Um exemplo de polimerização secundária é o tratamento com calor. Pesquisas laboratoriais indicam que um segundo tratamento de aquecimento a seco da resina composta para restaurações posteriores melhora as propriedades físicas destes materiais (BAUSCH JR; DE LANGE; DAVIDSON, 1981; REINHARDT; BOYER; STEPHENS, 1994; WENDT JR, 1987a,1987b; WENDT JR, 1990)

Objetivando melhoria na taxa de polimerização e maior número de ligações cruzadas através de tratamento térmico, Santos et al. (2003), desenvolveram uma pesquisa com uma resina microhíbrida (FillMagic) variando o tempo e a temperatura. A maior resistência à flexão foi obtida com o tratamento a 150°C por 30 min.

De acordo com os resultados encontrados por Santos et al. (2003), Santana et al. (2004a, 2004b), realizaram pesquisas tendo como base o tempo de 30 min e temperatura de 150°C. Utilizaram nas duas pesquisas seis resinas compostas. Onde concluíram que o efeito do aumento da resistência observado com o tratamento

térmico adicional foi dependente do tipo de resina. Provavelmente devido as diferentes temperaturas de transição vítrea.

Segundo Eldiwany, Powers e George (1993), a temperatura utilizada no tratamento com calor deve ser próxima à de transição vítrea (Tg) da resina composta. O tratamento térmico pode ser feito em forno, em autoclave ou colocando a peça no interior de um saco plástico hermeticamente fechado que é levado a um banho de água fervente por 10 min. Para Peutzfeld e Asmussen (1992), a temperatura ideal está entre 125 e 150°C. Sugerem, em relação ao tempo de aplicação do calor, o período de uma hora, visto que períodos maiores, apesar de resultarem em melhores propriedades mecânicas, causam descoloração da resina.

De acordo com Touati (1996), estão disponíveis no mercado alguns materiais para confecção de restaurações estéticas indiretas, entre eles as seguintes marcas comerciais: Artglass, belleglass, Sculpture e Targis. Para a utilização desses materiais foram desenvolvidos “fornos” com lâmpadas especiais, aplicação de calor e/ou atmosfera saturada por nitrogênio e fornecimento de calor. Porém suas composições apresentam poucas modificações em relação às resinas compostas de uso direto.

Os compósitos têm algumas vantagens em relação aos materiais cerâmicos que são maior preservação da estrutura dentária, menor tempo de trabalho e custo. Os *inlays/onlays* em resina composta foram desenvolvidos para superar as desvantagens das restaurações diretas devido ao aumento do grau de polimerização da matriz de resina e possuírem como características as vantagens de melhor contato interproximal, melhor adaptação marginal, maior resistência ao desgaste e melhor acabamento. (RUEGGERBERG; CRAIG, 1988; RUYTER, 1992; TERRY; TOUATI, 2001)

Tendo em vista que as resinas para uso direto e indireto têm composições semelhantes, acredita-se ser possível que, por meio de modificações técnicas simples,

(PEUTZFELDT, ASMUSSEN, 1992) as resinas mais baratas para uso direto, mesmo sem utilização de equipamentos especiais, possam alcançar patamares de resistência mecânica semelhante aos de sistemas para uso indireto (WENDT JR, 1987a, 1987b; RUYTER, 1992; SANTOS et al., 2003).

À vista do exposto, somado ao fato da necessidade de maior abrangência social dos trabalhos odontológicos, parece ser indispensável o conhecimento da eficácia de tratamento térmico adicional de resinas para uso direto, tendo como possível resultado melhoria de suas propriedades mecânicas.

2 REVISÃO DA LITERATURA



Em vista dos diversos aspectos envolvidos no tratamento térmico de resinas compostas para uso direto, este capítulo foi dividido em tópicos. O objetivo é contextualizar assuntos essenciais ao entendimento do tema proposto, como resinas compostas, polimerização/dureza, resistência à flexão/tratamento térmico pós-cura e análises térmicas. Ainda visando o leitor, adotou-se respeitar a cronologia das publicações apenas enquanto favoreça a fluência do texto.

2.1 Resinas Compostas

As resinas compostas são utilizadas para substituir a estrutura dentária perdida e manter a cor e o contorno dos dentes, melhorando assim a estética (CRAIG; POWERS, 2004).

As resinas odontológicas apresentam vários componentes em sua composição, sendo os principais constituintes, a matriz orgânica e a carga inorgânica. Na porção orgânica, alguns componentes essenciais são utilizados para aumentar a eficiência e a durabilidade desta resina como o sistema de iniciação, estabilizadores e pigmentos (PEUTZFELDT, 1997).

A composição de uma resina é um dos principais fatores determinantes das suas propriedades mecânicas, sendo que o tamanho e a quantidade de carga presente no material são os aspectos de maior influência (KIM; ONG; OKUNO, 2002).

Segundo Peutzfeld (1997) a maior evolução da composição das resinas compostas ocorre nos mecanismos de iniciação e na carga, enquanto a matriz é pouco alterada pelos fabricantes. Grande parte dos materiais se baseia no bisfenol A–glicidilmetacrilato (Bis-GMA) e nas suas variações. O Bis-GMA é um monômero de grande peso molecular, portanto apresenta alta viscosidade. Essa viscosidade pode ser diminuída por meio da adição de monômeros diluentes de menor peso molecular. Quanto menor a viscosidade da matriz, maior a quantidade de carga que pode ser incorporada. Logo, a diluição do Bis-GMA possibilita a obtenção de uma resina com alto conteúdo inorgânico. Todavia, essa diluição pode resultar em aumento da contração de polimerização por causa do tamanho menor dos monômeros incorporados nas cadeias poliméricas. Os monômeros mais usados como diluentes são o etilenoglicol dimetacrilato (EGDMA) e o trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA). Enquanto a viscosidade da água é de 1mPa.s (23°C), a viscosidade do Bis-GMA é aproximadamente 1.000.000mPa.s (23°C) e a do TEGDMA é 10mPa.s (23°). A flexibilidade do TEGDMA está relacionada à sua estrutura molecular que possui grande liberdade de rotação. Já a rigidez do Bis-GMA está relacionada aos grupos aromáticos do centro da molécula que funcionam como barreiras para a sua rotação. Um monômero alternativo para o Bis-GMA é o uretano dimetacrilato (UDMA). Ambos possuem pesos moleculares semelhantes, mas o UDMA é menos viscoso (11.000mPa.s a 23°C). Para a autora é muito difícil detectar diferenças entre o desempenho dos diferentes monômeros nos estudos *in vivo* e *in vitro* porque existe muita variação no que se refere ao tipo e quantidade de carga das marcas comerciais testadas.

Ruyter e Svendsen (1978) estudando grupos remanescentes de metacrilatos através da espectroscopia de infravermelho, constataram que diferentes graus de conversão foram correlacionados às diferentes composições dos monômeros.

A preocupação com reação adversa dos tecidos bucais causadas por monômero residual já era causa de estudo desde o passado. Inoue e Hayashi (1982) descreveram um método para detectar a presença de monômero residual em vários produtos comerciais. Detectaram a presença de monômero residual de Bis-GMA em todos os materiais investigados. A quantidade Inicial observada foi 0,4 a 1,21% em peso e, após 13 dias imersos em água, 1/10 desse valor.

De acordo com Leinfelder (1995) graças ao aprimoramento das propriedades mecânicas das resinas compostas, devido a modificações na composição, tipo, formato e quantidade de carga inorgânica, bem como modificações na parte orgânica, este material tem mostrado um bom desempenho clínico também para dentes posteriores. Em sua revisão de literatura sobre as melhorias introduzidas neste grupo de materiais, assim como a performance clínica, relatou que a introdução da P-10 (3M Company) com uma modificação da composição da Concise (3M Company), para dentes anteriores, foi o marco das resinas para posteriores. A modificação consistiu na redução do tamanho das partículas o que permitiu um maior conteúdo de carga, tendo como consequência o aumento de sua resistência. Segundo este autor, a busca por materiais que apresentem características de resistência semelhante ao amálgama e que ofereça, ao mesmo tempo estética, já vem desde os anos 60.

Eldiwany, Powers e George (1993) alertaram para a utilização de compósitos para restaurações tipo *inlay/onlay*. Relataram que para isso estavam sendo sugeridas resinas específicas para esse fim, mas, que eram fundamentalmente da mesma composição básica dos compósitos para restauração direta.

Os compósitos têm algumas vantagens em relação aos materiais cerâmicos que são maior preservação da estrutura dentária, menor tempo de trabalho e custo. Em 1992, Ruyter fez uma comparação do desempenho dos sistemas de resinas compostas, que utilizam polimerização adicional, para confecção de restaurações pela

técnica indireta e constataram que em relação à composição química, são semelhantes as resinas usadas na técnica indireta. O autor relatou que a grande vantagem do sistema *inlay* é que a contração de polimerização ocorre fora da boca e é restrita à fina camada do agente cimentante, ainda permitem uma melhor adaptação marginal, melhor ponto de contato e melhor polimento superficial quando comparados com as resinas diretas. Para ele as resinas submetidas a tratamento térmico possuem uma maior conversão e conseqüentemente melhores propriedades mecânicas.

De acordo com Touati (1996) estão disponíveis no mercado alguns materiais para confecção de restaurações estéticas indiretas, entre eles as seguintes marcas comerciais: Artglass, belleglass, Sculpture e Targis. Para a utilização desses materiais foram desenvolvidos “fornos” com lâmpadas especiais, aplicação de calor e/ou atmosfera saturada por nitrogênio e fornecimento de calor. Porém suas composições apresentam poucas modificações em relação às resinas compostas de uso direto.

Os primeiros sistemas para técnica indireta surgiram no início dos anos 80. Essas resinas apresentavam um conteúdo inorgânico relativamente baixo por possuírem carga microparticulada. Suas propriedades mecânicas não eram satisfatórias e a maioria das falhas ocorriam devido à baixa resistência à flexão, baixo módulo de elasticidade e elevado desgaste (TOUATI; AIDAN, 1997). Nesta pesquisa observaram ainda a segunda geração destes sistemas e concluíram que estes devem ser escolhidos respeitando-se as indicações clínicas e que ainda precisam pesquisas que os referenciem como material mais adequado para restaurações implanto-suportadas, *inlay/onlay* e próteses para bruxistas.

Freiberg e Ferracane (1998) avaliaram um novo material projetado principalmente como sendo alternativo às porcelanas, o Artglass, em relação ao grau de conversão, resistência à flexão, tenacidade à fratura e módulo flexural.

Compararam também a eficácia de duas unidades de cura: a do Artglass e da Charisma. Observaram aumento do grau de conversão, resistência à flexão tenacidade à fratura e módulo flexural para o Artglass e grau de conversão e módulo flexural para a Charisma quando a unidade de cura estroboscópica foi usada.

Esses materiais estéticos para técnicas indiretas tiveram suas propriedades físicas melhoradas para atender as mais diferentes situações clínicas permitindo uma aplicação clínica mais conservadora atendendo as situações de harmonia e estética (TERRY; TOUATI, 2001).

Suzuki et al. (2000) fizeram um estudo *in vitro* sobre a eficácia da melhoria dos constituintes de compósito indiretos em relação as suas propriedades físicas. Analisaram os seguintes materiais: Targis, Artglass, Solidex, Sculpture, Estenia belleGlass, e Cristobal e, uma liga de ouro tipo III como controle. Utilizaram um simulador de desgaste em três condições (desgaste generalizado, desgaste localizado e desgaste com esmalte antagonista). Os materiais belleGlass, Sculpture, Estenia e Cristobal mostraram os menores valores para o uso generalizado, e o Targis os maiores valores. No desgaste localizado os materiais Sculpture, Cristobal, belleGlass e Solidex exibiram valores similares e o Targis exibiu os maiores valores. No teste tendo o esmalte como antagonista, os valores do Cristobal+, belleGlass, Sculpture e Targis foram estatisticamente similares ao do controle.

2.2 Polimerização/dureza

A polimerização das resinas à base de di-metacrilatos acontece geralmente a partir de uma reação por adição exotérmica, via radicais livres. No início da reação,

existe uma maior quantidade de monômeros do que de radicais livres, favorecendo a taxa de propagação das cadeias reativas. Em um determinado momento, com o meio reacional ainda pouco viscoso, as concentrações se equivalem, pois uma parte dos monômeros já foi incorporada às cadeias em propagação, gerando os macroradicaís. Logo em seguida, a taxa de terminação da reação cresce pela grande probabilidade de interação dos radicais cadeias, que tendem a se ligarem por combinação (ELLIOT; LOVELL; BOWNMA, 2001).

Apesar de não formar subprodutos, a reação não é completa, pois o número de ligações vinílicas $C=C$ no meio reacional não é totalmente consumido durante a reação (RUYTER; SVENDSEN, 1978; PEUTZFELDT, 1997). As ligações remanescentes estão presentes nos monômeros que não reagiram (monômero residual) ou nos que reagiram parcialmente com as cadeias poliméricas (grupamento pendente).

Devido à necessidade de um ótimo nível de polimerização, os investigadores estudaram o efeito de diferentes parâmetros na profundidade de cura. Acharam que a profundidade de cura das resinas compostas fotoativadas depende da composição do material (SHIN et al., 1993; SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2002; CHUNG; GREENER, 1990), da intensidade da fonte luminosa (BOUSCHLICHER; RUEGGERBERG; BOYER, 2000; MARTINS et al., 2002; SILIKAS; ELIADES; WATTS, 2000) ou da espessura das camadas (ARIKAWA et al., 2004; BOUSCHLICHER RUEGGERBERG; BOYER, 2000; MASUDA; MALUF; MUENCH, 1999).

Ferracane (1985) utilizando espectroscopia de infravermelho, encontrou forte correlação entre o grau de conversão e a dureza das resinas compostas e conclui, nesta pesquisa, que as propriedades mecânicas são altamente dependentes do grau de conversão devido à grande influência deste na formação e na quantidade de ligações cruzadas no interior da cadeia polimérica.

O grau de polimerização da resina composta é avaliado principalmente pela microdureza (TURBINO; SANTOS; MATSON, 2000) e esta está associada à intensidade de luz e tempo de polimerização. Assim como veremos ao longo da revista da literatura resultados de pesquisas que apontam para uma forte correlação entre o grau de conversão e a dureza das resinas compostas (BAUSCH JR; DE LANGE; DAVIDSON, 1981; FERRACANE, 1985; CHUNG; GREENER, 1990; NEVES et al., 2002).

Em um estudo sobre a dureza de resinas compostas em função do número relativo de radicais livres realizado por Menezes e Muench (1998), verificaram que o número de radicais livres aumentou com a intensidade da irradiação. Utilizaram corpos-de-prova com espessura de 2 mm e a dureza Knoop foi determinada, em relação ao lado irradiado e não irradiado. Foram utilizadas 3 resinas compostas, cada uma delas nas cores clara e escura. Para o ensaio do número relativo de radicais livres, as irradiações foram: 110, 180, 300 e 580 mW/cm², pelos tempos de 10, 20, 30, 40, 50, 60, 80 e 90 segundos. As durezas foram determinadas com as cores claras com irradiação de 110 e 300 mW/cm², por 20, 40, 60 e 80 segundos, nas idades de 5min, 1 h, 1 dia, 1 semana e 1 mês. Uma das resinas apresentou cerca de 3 vezes mais radicais livres que as outras duas.

A preocupação com a avaliação da conversão dos monômeros, em diferentes profundidades de resinas compostas ativadas por luz sempre foi uma constante.

Watts, Amer e Combe (1984) avaliaram a profundidade de polimerização de cinco compósitos, cada um deles ativado com suas unidades fotoativadoras específicas. Para este fim utilizaram como parâmetro o número de dureza Knoop a cada milímetro de profundidade. As superfícies mais próximas às fontes ativadoras apresentaram os melhores resultados e as fontes que emitiram luzes com comprimento de onda próximo de 470nm, também se mostraram superiores às

demais. Os autores afirmaram que as fontes menos eficazes devem ter o seu tempo de irradiação sobre o compósito aumentado.

Alguns fatores, que influenciam a profundidade de polimerização de resinas compostas, foram também avaliados por Pianelli et al. (1999), que mediram a profundidade de polimerização do compósito Z-100, irradiado com uma intensidade de $800\text{mW}/\text{cm}^2$. Foram testadas três condições experimentais, variando o tempo de exposição à luz de 20, 40 e 60 segundos. O grau de conversão foi avaliado a partir da espectroscopia de micro-Raman e de infravermelho. Também foi avaliado o módulo de elasticidade para as mesmas condições. Até a profundidade de 2mm, o grau de conversão, por espectroscopia de micro-Raman mostrou-se constante e com valores próximos a 50%, independentemente do tempo de exposição à luz. O grau de conversão aos 3mm de profundidade ficou próximo destes valores, quando ativado por 60s, mas a diminuição do tempo de irradiação causou decréscimo do grau de conversão. Os autores acreditam que propriedades mecânicas como módulo de elasticidade sejam mais sensíveis que estudos espectroscópicos para evidenciar discretas alterações no grau de conversão. Os mesmos recomendaram incrementos de 2mm de espessura e tempo de fotoativação de 40s para se obter um grau de conversão satisfatório.

Outros fatores foram abordados por Masuda, Maluf e Muench (1999). Empregaram duas marcas de resinas em dois tempos de irradiação (40s e 80s). A intenção da pesquisa foi a de obter corpos-de-prova com 6mm de altura, mas com disposição de camadas de espessuras diferentes: 4/2 – a primeira camada do fundo com 2mm de altura e a segunda, ou superior, com 4mm; 2/4 – a primeira camada do fundo com 4mm de altura, e a segunda, ou superior, com 2mm. A dureza foi determinada nas idades de 1 semana, 1 mês e 2 meses. Concluíram que um maior tempo de irradiação aumentou a dureza de uma resina e não da outra, que

apresentava grande número de radicais livres. A dureza Knoop diminuiu com a profundidade, principalmente nas maiores espessuras.

O tempo de ativação é outro aspecto muito abordado nas pesquisas, e Tanoue et al. (2001) avaliaram a influência do tempo e das diferentes matizes e saturações na profundidade de polimerização de compósitos de uso indireto. Os compósitos foram divididos em cores claras (A1, B1, C1 e D1) e escuras (A4, B4, C4 e D4) inseridos em uma matriz metálica cilíndrica de 4 mm de diâmetro por 8 mm de profundidade e fotoativados, por 20, 30, 60 e 90 segundos, na unidade fotoativadora UniXS, Após a irradiação as porções não polimerizadas eram excluídas e, a parte polimerizada era medida. A cor B1 apresentou a maior profundidade de polimerização e a cor D4 a menor. Foi notada grande influência do tempo de ativação e das saturações na profundidade de polimerização. Nas cores claras, as profundidades com 20s de ativação foram de 1,52mm a 1,77mm e com 90s a variação foi de 2,68mm a 3,06mm. Com as cores escuras foram menores, respectivamente de 1,40mm a 1,49mm e 2,38mm a 2,48mm.

Um outro aspecto muito importante no grau de polimerização foi estudado por Halvorson, Erickson e Davidson (2002). Buscaram estabelecer uma correlação entre o grau de conversão e a densidade de energia irradiada sobre as amostras de compósito. No presente estudo foram utilizadas quatro marcas comerciais de compósitos fotoativados (Heliomolar, Silux Plus, Z-100 e Herculite XRV) irradiadas por intervalos de tempo diferentes, mantendo a densidade de energia (mJ/cm^2) constante para algumas condições experimentais, e variando-a também em outras condições. A avaliação do grau de conversão foi realizada com cinco minutos e 24h após a irradiação das amostras pela unidade fotoativadora 3M XL 3000 Curing Lamp (3M). Os resultados mostraram um aumento estatisticamente significativo no valor de conversão quando comparados 5min e 24h, os autores atribuem estes valores à

continuação de polimerização em uma fase dita escura. Todos os compósitos mostraram ter o seu grau de conversão dependente da densidade de energia irradiada sobre os mesmos.

Para Santos, Souza Junior e Mondelli (2002), em uma revisão de literatura feita por eles, foi possível verificar que inúmeros fatores são responsáveis pelo estresse gerado pela contração de polimerização, tais como módulo de elasticidade, composição da resina, fator de configuração da cavidade e intensidade de luz. Como formas de minimizar esta contração salientam-se o uso de intensidade de luz mais baixas, com o intuito de prolongar a fase pré-gel e o uso da técnica incremental, com o propósito de reduzir o Fator C. Assim como a utilização de sistemas adesivos com valores mais altos de adesão.

2.3 Resistência à flexão/Tratamento térmico adicional

Apesar de universalmente utilizado na Odontologia e, apesar de ter uma especificação (4049) da *International Organization for Standardization* (ISO), encontra-se, na literatura, diversas metodologias para o teste de resistência à flexão. Algumas se aproximam das normas da ISO que preconiza corpos-de-prova com 25mm e distância entre apoios de 20mm, sendo que a maioria utiliza corpos-de-prova menores.

O teste de resistência à flexão ou ao dobramento em 3 pontos é realizado através da aplicação de uma carga contínua sobre uma barra suportada por 2 apoios até que ocorra a fratura do corpo-de-prova. Esse teste pode ser utilizado para avaliar o efeito em modificações de composição química, modo de polimerização e

tratamento térmico adicional de resinas compostas. Reinhardt, Boyer e Stephens (1994) ainda recomendam este teste para avaliação de resinas compostas que serão submetidas a esforços mastigatórios em áreas de contato oclusal.

Investigando a influência da temperatura na microdureza e resistência de compósitos, Bausch Jr, de Lange e Davidson (1981) encontraram melhoria das propriedades mecânicas das resinas estudadas e concluíram que o tratamento térmico empregado aumentou a quantidade de radicais livres, originado com isso uma maior conversão.

Por meio de tratamento térmico à seco, nas temperaturas de 60°C, 100°C, 125°C, 150°C, 175°C e 200°C, Wendt Jr (1987a), avaliou as mudanças nas propriedades físicas (resistência à tração diametral, à compressão, módulo de elasticidade e de resiliência) de três resinas compostas. Constatou que o tratamento térmico empregado (10min) aumentou a resistência à tração diametral de duas resinas (P-30 e Occlusin), sendo que a resina P-30 teve a resistência à compressão aumentada em todas as temperaturas, exceto nas de 60°C e 200°C, apresentando até diminuição dos valores em relação às resinas que não receberam tratamento térmico. Não houve diferença significativa entre as condições testadas para os módulos de elasticidade e de resiliência ($p < 0,05$). Conclui que os materiais não ficaram mais friáveis com o tratamento térmico, mesmo com temperaturas altas de tratamento, possivelmente, devido à ação do calor na melhor distribuição das tensões.

Em um outro estudo, Wendt Jr (1987b) avaliou outras propriedades físicas (resistência ao desgaste, dureza superficial e estabilidade de cor) das mesmas resinas testadas anteriormente (Profile TLC, P-30 e Occlusin) nas mesmas condições de tratamento térmico. Afirmou que as propriedades físicas testadas melhoraram com o tratamento térmico, sendo os maiores valores observados na temperatura de 125°C. Segundo o autor, essa temperatura coincidiu com a temperatura de transição vítrea

(Tg) do material, produzindo na resina uma maior interação carga x matriz e conseqüente aumento nas propriedades mecânicas.

Wendt Jr (1989) utilizou as mesmas resinas testadas nos dois outros estudos prévios, desta vez padronizando a temperatura do tratamento térmico em 125°C, que foi a que possibilitou as melhores propriedades em relação à resistência ao desgaste, dureza superficial e estabilidade de cor. Variou o tempo em 2,5; 5; 7,5; 10, e 15 minutos. Encontrou significativo aumento da resistência diametral e da dureza em todos os tempos utilizados para o tratamento térmico. A resistência ao desgaste também foi melhorada para todos os tempos, porém sendo maior no tempo de 7,5m.

Apesar do estudo clínico de Wendt Jr e Leinfelder (1990) não ter mostrado melhora da resistência ao desgaste das resinas tratadas com calor os autores observaram que essas restaurações apresentavam baixo índice de infiltração marginal. Para Ruyter (1992), a maior vantagem do uso da técnica indireta com tratamento térmico é a sua melhor integridade marginal que está ligada ao fato do tratamento com o calor promover o máximo de contração de polimerização fora da boca.

Powers et al. (1993) estudaram os efeitos do tratamento térmico pós-cura sobre as propriedades mecânicas de um compósito (Herculite XRV). Encontraram melhora de 24 a 39% da resistência à tração diametral, 8 a 22% da dureza Knoop. O módulo de elasticidade não foi influenciado.

Loza-Herrero e Rueggeberg (1998) compararam a influência das unidades polimerizadas para resinas indiretas, sobre a resistência à flexão da resina direta Herculite XRV e encontraram aumento de 50% em relação ao grupo que foi somente fotoativado. Já Bagis e Rueggeberg (2000), observaram que o tratamento térmico diminuiu a quantidade de monômero residual na mesma resina Herculite XRV.

Assim como Santana et al. (2004a, 2004b), Eldiwany, Powers e George (1993), observaram diferentes respostas ao tratamento térmico dependendo da composição do material. Eles analisaram as propriedades mecânicas (resistência à tração diametral, dureza e módulo de elasticidade) de várias marcas comerciais de resinas (Brilliant, Charisma, Clearfil Photo Posterior, Conquest, Herculite XRV, Pertac-Hybrid e True Vitality) e verificaram que as marcas Conquest e Clearfil Photo Posterior tiveram aumento significativo do módulo de elasticidade após a aplicação do calor, respectivamente 22 e 35%. As resinas Brilliant, Charisma, Clearfil, Herculite e True Vitality tiveram aumento da dureza em, respectivamente, 2%, 46%, 16%, 17% e 7%, já a resina Conquest não teve aumento da dureza e a resina Pertac-Hybrid não sofreu nenhuma influência. As resinas Brilliant, Conquest, Clearfil e Herculite tiveram aumento da tração diametral respectivamente em 15%, 29%, 16% e 39%, não tendo efeito sobre as resinas Pertac-Hybrid e True Vitality. Concluíram que as propriedades mecânicas de um compósito podem ser otimizadas com tratamento térmico a uma temperatura próxima a sua temperatura de transição vítrea; infelizmente, as temperaturas de transição vítrea da maioria dos compósitos testados não são informadas na literatura e que os fabricantes deveriam informar as condições de pós-cura dos seus produtos.

Tanoue et al. (2000), fizeram uma pesquisa onde avaliaram comparativamente o tratamento térmico adicional e o aumento da intensidade de luz sobre as propriedades de duas resinas para técnica indireta: Artglass e Dentacolor. Utilizaram três modos de cura: exposição por meio de um fotopolimerizador com uma fonte de luz estroboscópica de xenônio (Dentacolor XS) por 120s; exposição ao fotopolimerizador de xenônio por 120s, seguida por um aquecimento num forno (KKL 100) a 100°C por 15min e exposição a um fotopolimerizador com duas lâmpadas halógenas (Hyper LII) por 120s. Apesar do tratamento térmico ter elevado

consideravelmente a dureza Knoop para ambos os materiais, a maior dureza foi obtida com o uso do fotopolimerizador de luz halógena.

Há consenso entre alguns autores que o tratamento térmico com calor diminui a resistência de união das restaurações com o cimento resinoso. Isso ocorre porque o aumento do grau de polimerização da restauração promovido pelo tratamento térmico deixa um pequeno número de duplas ligações disponíveis para a união com o cimento. Recomenda-se, então, que o interior da peça seja sempre asperizado e silanizado antes da cimentação (RUYTER, 1992; ROULET, 1997; TOUATI; AIDAN, 1997)

2.4 Análises Térmicas

As análises térmicas são definidas como “um grupo de técnicas por meio das quais uma propriedade física de uma substância e/ou de seus produtos de reação é medida em função da temperatura, enquanto essa substância é submetida a uma programação controlada de temperatura e sob uma atmosfera especificada”. A análise térmica é aplicada a uma variedade de materiais poliméricos, tais como: elastômeros, adesivos, revestimentos, compósitos dentre outros (CANEVAROLO JR, 2004). Nesta pesquisa foram utilizadas duas técnicas de caracterização de polímeros, Termogravimetria – TG e Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC.

As análises térmicas já vêm sendo uma realidade dentro do contexto das pesquisas odontológicas tanto para resinas compostas para uso direto quanto para indireto. De acordo com Rosentritt et al. (1999), as análises térmicas são métodos para determinação das propriedades físicas e químicas em função da temperatura

(dinâmica) ou tempo (curva isotérmica). Os métodos de análise térmica são por calorimetria exploratória diferencial (DSC), termogravimetria (TGA), análise térmica diferencial (DTA), análise termomecânica (TMA), e termodilatometria. Esses autores utilizaram análise térmica diferencial (DTA) e análise termogravimétrica (TGA) para caracterizar compósitos para uso indireto: Visio-Gem e Sinfony (Espe, Germany), Artglass e Dentacolor (Kulzer, Germany) e Targis (Ivoclar, Liechtenstein). Como grupo controle, foram examinadas amostras de todos os materiais não curados. Todos os materiais não curados mostraram uma transição vítrea, T_g , na faixa de temperatura entre 30°C e 60°C. Em todos os materiais, um sinal exotérmico começa a uma temperatura entre 150°C e 300°C. Os resultados da análise termogravimétrica mostram uma perda de massa de até 50% entre 250°C e 600°C em todos os materiais.

Lovell et al. (2001), utilizaram uma formulação experimental de monômero na proporção de 75/25 bis-GMA/TEGDMA e três iniciadores (XDT, canforoquinona e amina terciária) adicionados ao monômero em concentrações de 0,1%, 0,6% e 0,6%, em peso, respectivamente. Cada um dos iniciadores foi submetido ao seu modo específico de ativação. Os autores empregaram a espectroscopia de infravermelho e um aparelho de análise dinâmica mecânica que analisa a T_g e o módulo de elasticidade. O propósito deste estudo foi avaliar o efeito do grau de conversão nestas propriedades mecânicas. Independentemente do método de ativação empregado, percentuais de conversão polimérica semelhantes resultaram em valores de módulo de elasticidade e T_g também semelhantes. A T_g aumentou de forma curvilínea crescente. Com grau de conversão 41,5%, a T_g estava apenas em 46,8°C, com 69,2% a T_g chegou a 90,8°C.

Através da Espectroscopia Raman Leloup et al. (2002), estudaram a profundidade de polimerização de 6 compósitos utilizando 4 unidades ativadoras

diferentes. Foram confeccionadas três amostras retangulares (10mm x 4mm) com diferentes espessuras (0,5mm; 1mm; 1,5mm; 2mm; 2,5mm; 3mm e 4mm) para cada condição experimental. Os materiais compósitos mais translúcidos permitiram maior penetração que os mais opacos, independente da fonte ativadora. Já os corpos-de-prova mais espessos criaram maior dificuldade para a passagem de luz e a fonte ativadora Vivalux, que era a que emitia luz com menor intensidade (300 mW/cm²), o que acarretou em menor eficiência ao polimerizar os compósitos com espessura superior a 2,5 e 3,0 mm.

Já Neves et al. (2002), utilizaram as análises térmicas objetivando avaliar a correlação entre a microdureza e o grau de conversão. Os autores utilizaram três compósitos de uso indireto (Artglass, Solidex e Zeta LC) para a confecção dos corpos-de-prova, em uma matriz metálica com 15 mm de diâmetro por 1 mm de espessura. Todos os três compósitos foram submetidos à polimerização em três unidades pelo tempo recomendado pelos fabricantes: UniXS (Heraeus Kulzer) por 270s e as unidades Solidelite (Shofu) e Experimental (desenvolvido pela UFMG) por 240s. Ao término da fotoativação as amostras foram armazenadas em ambiente seco e escuro a 37°C por 24h. Os ensaios de microdureza e grau de conversão, através de espectroscopia de infravermelho, foram realizados na superfície voltada para luz e na face oposta, foi ainda determinado o conteúdo inorgânico dos compósitos através de análise termogravimétrica, utilizando fragmentos dos compósitos aquecidos à temperatura de 800°C. Os resultados mostraram haver forte correlação entre o conteúdo de partículas inorgânicas e a microdureza Vickers. Tanto os compósitos quanto às fontes de luz influíram nos valores de grau de conversão e, analisando cada compósito separadamente, os autores observaram forte correlação entre o grau de conversão e a microdureza.

Imazato et al. (2001), fizeram um estudo onde comparam os resultados obtidos por DTA com os obtidos através do FTIR (Fourier Spectroscopy Infravermelho), utilizados para medir o grau de conversão (DC). Utilizaram nesta pesquisa compósitos comerciais e experimentais. Foi observado aumento do DC, tanto pelo DTA como pelo FTIR dos compósitos experimentais, a medida que aumentava a proporção de TEGDMA, embora o DTA tenha mostrado maior aumento em 3% a 10% em relação ao FTIR. Os valores do DTA não foram significativamente diferentes aos do FTIR a 20s de exposição para os compósitos comerciais com carga híbrida. O maior tempo de exposição resultou em maior DC para ambos os métodos, e o DTA mostrou de 5% a 7% maiores valores em relação ao FTIR. Informaram ainda que o DTA pode ser mais útil para medir DC de compósitos que contém carga pré-polimerizada.

Pianelli et al. (1999), também utilizaram análises térmicas para medir o grau de conversão de resinas compostas. Descreveram as vantagens e limitações da espectroscopia de micro-Raman comparada a FTIR e outras técnicas. Concluíram ser o micro-Raman uma técnica de fácil aplicação para acompanhar a evolução do DC e profundidade de cura de resinas à base de metacrilato, sendo uma técnica de melhor emprego e adaptação que a do FTIR. Sendo ainda mais sensível que a técnica vibracional para mensurar mudanças lentas no DC quando a rede de ligações cruzadas é completada.

Lloyd investigou o aumento máximo da temperatura e calor da reação de compósitos. A transformação do estado fluido para o sólido foi acompanhado continuamente por análise térmica diferencial (DTA). Encontrou relações lineares entre a massa resinosa e o aumento máximo de temperatura ou o calor da reação para todos os produtos testados. A natureza de elevada exotermia da reação é devido a

presença do monômero Bis-GMA. O autor aconselhou que estes materiais sejam aplicados em menores volumes.

McCabe (1985) também descreve o emprego do DTA para determinar a performance de cura de compósitos. Recomenda a análise térmica para o estudo do grau de cura e aumento de temperatura em função do tempo de irradiação

Vaidyanathan, Vaidyanathan e Cherian (2003), realizaram caracterização termoanalítica de compósitos comerciais e experimentais através do DSC, DTA e TMA. Recomendaram as análises para verificação do calor de cura, coeficiente de expansão térmica, mudanças dimensionais sob temperaturas pré-determinadas, porcentagem de carga e degradação (temperatura inicial e final).

Yoon et al. (2002), utilizaram FTIR para estudar a influência do uso de diferentes fontes luminosas na profundidade de polimerização de compósitos restauradores. Os compósitos avaliados foram: Revolution (flow - cor A3), Surefil (compactável - cor A) e Z 250 (híbrida de uso universal - cor A3). Para cada fonte de ativação foram utilizados dois tempos de exposição, que foram determinados em função da intensidade de luz emitida, com o objetivo de fornecer a mesma densidade de energia às amostras. Desta forma os grupos ativados por luz halógena e por LED foram irradiados por 20s ou 40s e os ativados com arco de plasma por 5s ou 10s, para que a densidade de energia fosse de 8 J/cm^{-2} e 16 J/cm^{-2} respectivamente, para cada fonte ativadora. A matriz tinha 5,0mm de altura e, com auxílio de um micrótomo foram realizados cortes de $100\mu\text{m}$ de espessura a 1mm, 2mm, 3mm e 4mm da superfície. Comparando somente os grupos expostos à menor densidade de energia (8 J cm^{-2}) as unidades fotoativadoras mostraram resultados similares, o compósito Surefil apresentou os menores valores de grau de conversão e aos 3,0mm de profundidade o grau de conversão decresceu significativamente. Quando a densidade era total houve um pequeno aumento no grau de conversão na profundidade de 3mm

e 4mm. O grau de conversão a 1mm de profundidade decresceu na seguinte ordem: Revolution, Z 250 e Surefil. Os autores concluíram que o grau de conversão pode ser influenciado pela composição do compósito, profundidade da superfície irradiada, fonte ativadora e densidade de energia.

3 PROPOSIÇÃO



É objetivo deste trabalho testar as propriedades mecânicas de resistência à flexão e dureza Knoop, de compósitos indicados para restaurações diretas submetidos ou não a tratamentos experimentais por calor.

4 MATERIAL E MÉTODOS



As resinas compostas utilizadas neste trabalho, três (3) indicadas para uso direto e uma (1) para restauração indireta, estão descritas na tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Características dos compósitos utilizados

Material	Fabricante	Composição	Lote
FillMagic	Vigodent S.A. Indústria e Comércio, Bonsucesso, Rio de Janeiro, Brasil	silica pirogênica, silicato de bário e alumínio, 80% de vidro de bário com 0,5 µm. Matriz orgânica composta de Bis-GMA, TEGDMA, Bis-EMA + UDMA.	123/04
P60	3 M, St-Paul MN, USA	zircônia/silica, 61% (em volume) com 0,19 a 3,3 µm. Matriz orgânica composta de BIS-GMA e UDMA.	4MM
TPH	Dentsply De Trey, Konstanz, germany	79% de vidro de bário e sílica microparticulada com 0,8µm. Matriz orgânica composta de Bis-GMA, TEGDMA e UDMA.	72562
belleGlass	Belle de st. Claire, Orange, Calif.	vidro de bário/borosilicato 74% (peso) e 63% (volume) com 0,6 µm. Matriz orgânica composta de UDMA.	406066

Numa primeira etapa, a fim de assegurar um tratamento térmico que permitisse a libertação de tensões induzidas pela fotopolimerização e uma possível cura adicional, procurou-se determinar a mais alta faixa de temperatura, superior a da transição vítrea, que não causasse danos ao material. O objetivo foi garantir uma maior energia para o sistema, onde não houvesse perda de massa, indicativo de processo de degradação do polímero.

Para essa caracterização dos compósitos, foram empregadas as técnicas termoanalíticas conhecidas como termogravimetria e calorimetria exploratória diferencial, que permitem medir propriedades como variação de massa e entalpia.

A termogravimetria (TG) é uma técnica na qual a variação de massa da amostra (perda ou ganho) é determinada em função da temperatura e/ou tempo,

enquanto a amostra é submetida a uma programação controlada de temperatura. Permite estabelecer, por exemplo, em que faixa de temperatura começa a decomposição da amostra. Já na termogravimetria derivada (DTG) são obtidas curvas por diferenciação da obtida na TG, o que permite apresentar as informações com uma forma de visualização facilitada. Por outro lado, a técnica de calorimetria diferencial (DSC) é dependente de variação de energia. A propriedade física medida é a diferença de temperatura entre a amostra e um material de referência, enquanto ambos são submetidos a uma programação rigorosamente controlada de temperatura Canevarolo Jr (2004). Neste estudo foram empregadas as técnicas DSC e TG/DTG.

Os corpos-de-prova (cp) sólidos utilizados na caracterização foram confeccionados em moldes de poliacetal em forma cilíndrica com dimensões 3X2mm, para o DSC, e 2X2mm para a TGA. As curvas DSC foram obtidas na faixa de temperatura entre 25 e 550°C, utilizando-se célula calorimétrica modelo DSC-50 da marca Shimadzu, sob atmosfera dinâmica de nitrogênio (100 mL min^{-1}), razão de aquecimento de $10^\circ\text{C min}^{-1}$, utilizando cápsula de alumínio contendo aproximadamente 15 mg de amostra. A célula DSC foi calibrada e/ou verificada antes dos ensaios no eixo de temperatura utilizando padrões de índio ($T_{\text{fusão}} = 156,6^\circ\text{C}$) e zinco ($T_{\text{fusão}} = 419,5^\circ\text{C}$) metálicos com pureza de 99,99%. Para a quantidade de calor empregou-se o $\Delta H_{\text{fusão}}$ do índio metálico ($28,7 \text{ J.g}^{-1}$). As curvas TG/DTG foram obtidas na faixa de temperatura entre 25 e 900°C, utilizando-se termobalança modelo TGA-50 da marca Shimadzu, sob atmosfera dinâmica de ar (50 mL.min^{-1}), razão de aquecimento de $10^\circ\text{C.min}^{-1}$, utilizando cadinho de platina contendo massa de amostra em torno de 15 mg. Antes dos ensaios verificou-se a adequação do instrumento para as medidas empregando-se uma amostra de oxalato de cálcio monoidratado conforme, norma ASTM (1582 – 93). Em ambos os casos, foi obtida uma curva com cadinho vazio (branco), nas mesmas condições experimentais em que foram

executados os ensaios. Esta curva em branco (linha base) foi utilizada para corrigir a curva termoanalítica da amostra.

Confeção das amostras para os ensaios mecânicos

Os cp foram confeccionados em uma matriz de aço inoxidável bipartida, com um nicho interno tetragonal com dimensões de 10,0X2,0X2,0mm (Corrêa, 2000) conforme figura 4.1.

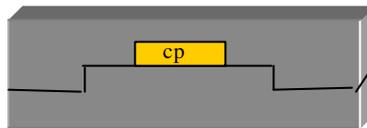


Figura 4.1 – Matriz bipartida contendo o cp

O nicho, ou molde, acima descrito foi preenchido com resina com a janela da matriz sobreposta a uma tira de poliéster (Labordental Ltda) com 0,005mm de espessura e apoiada na bancada. A seguir, sobre a resina, foi colocada outra tira de poliéster e, sobre esta, foi pressionada uma lâmina de vidro até que o pequeno excesso de resina escoasse por completo (Figura4.2). Dessa forma foram obtidos os blocos de resina nas dimensões aproximadas às do molde. A polimerização do compósito se deu pela irradiação da face superior por 40s, com a ponta, 12 mm de diâmetro, do fotoativador, Optilux 500 Demetron - USA encostada na tira de plástico. A potência do aparelho é de 600mW/cm², e foi aferida por um radiômetro (n.s. 111231, Demetron Research, Danbury, CT). Após a fotoativação, a face irradiada de

cada cp foi identificada por meio de duas marcas feitas com a ponta de uma caneta para retroprojetor, próximos a vértices opostos (Figura 4.3).



Figura 4.2 – Matriz metálica contendo cp



Figura 4.3 – Desenho esquemático do cp com marcações

Assim que removido do molde, cada cp foi submetido a acabamento, remoção dos sobrecotornos (“flashes”) com uma lima triangular diamantada (Ref. 7022 – KG Sorensen).

Todo o procedimento para obtenção dos cp foi conduzido em ambiente com temperatura (23°C) e umidade relativa (50%) controladas.

Obtidas sete repetições para cada condição (n=7) do experimento, os cp foram armazenados em tubos para filmes fotográficos, tampados e identificados, um tubo para cada condição, em estufa a 37°C (Ética Equipamentos Científicos S.A. - São Paulo – Indústria Brasileira) por períodos específicos. Os espécimes que sofreram tratamento térmico foram removidos da estufa após 48h para o tratamento por calor. Em seguida, voltaram para a estufa para completar um período de 120h de armazenagem, de maneira semelhante aos espécimes que não foram tratados. Após o período de 120h, os cp foram submetidos ao ensaio de resistência flexional.

Tratamento térmico Experimental

O tratamento por calor foi realizado a seco num forno (Mod. 10060 - Flii MANFREDI – Scientific Apparatus Electronic devices – SAED – ITALY) digital (Fig. 4.4) em temperatura de 170°C, aferida por um par termoeletrico (SALVTERM 1200K – SALCAS Ind. Com. Ltda).



Figura 4.4 – Forno digital utilizado para o tratamento térmico

Quanto ao período de tratamento, foram três os níveis: 5, 10 e 15min.

Os cp submetidos ao tratamento térmico experimental foram levados ao forno pelos períodos descritos sob duas condições: embutidos em revestimento (Cristobalite – Dentsply Brasil) ou não.

Para o embutimento foram utilizadas caixas de fósforos (1 para cada grupo). O revestimento foi vertido até a metade da altura do recipiente que continha os palitos, e, então os 7 cp do grupo foram colocados sobre a superfície do revestimento. Após a presa inicial, a outra metade da caixa foi preenchida com uma nova porção de

revestimento. Entre as metades foram feitos entalhes - linha de fragilidade para facilitar a posterior desinclusão.

A resina belleGlass, indicada para restaurações indiretas, não foi submetida às condições do tratamento experimental. Os espécimes desta resina foram obtidos somente na condição de confecção proposta pelo fabricante, com o objetivo de servir apenas como parâmetro de resistência (controle para as resinas indicadas para uso direto). Assim, foram inicialmente fotoativadas, no mesmo molde utilizado para as outras resinas, de maneira igual a já descrita. Em seguida os 7 cp foram levados à unidade HP (SDSKERR) para um ciclo de 20min a 140°C, sob pressão de nitrogênio (5,5 bar).

Ensaio de resistência à flexão

Os testes de resistência flexional foram conduzidos em uma máquina para ensaios universal (Kratos Dinamômetros Ltda., São Paulo), com uma célula de carga de 1000N. Os cp foram mensurados com auxílio de um paquímetro digital com 1µm de precisão (Mitutoyo, Tokyo, Japão) e, a seguir, posicionados com o auxílio de um guia de alumínio para garantir a centralização. A distância entre os apoios foi de 8mm. As barras de apoio e de aplicação de carga têm o formato cilíndrico com 2mm de diâmetro (Figura 4.5). O carregamento foi feito à velocidade de 0,5 mm/min com ação incidente na face irradiada.

Os valores de carga de ruptura, obtidos em Newtons, bem como as dimensões exatas de cada espécime, foram tabelados para a obtenção dos valores de tensão em

MPa, através da seguinte fórmula:

$$RF = \frac{3 l f}{2 b h^2}$$

- Onde RF é a resistência à flexão (MPa); f é a carga de ruptura (N); l a distância entre os apoios (8mm); b a largura e h a altura do espécime (mm).

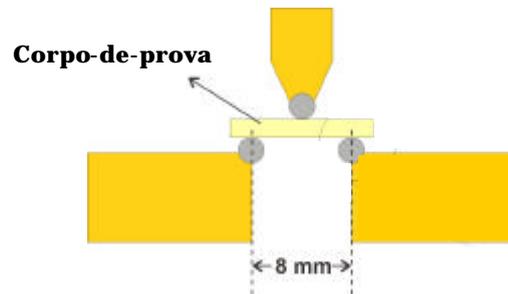


Figura 4.5 – Desenho esquemático do dispositivo para o ensaio de resistência à flexão

Após os ensaios de resistência flexional, os sete cp, de cada condição experimental, foram colocados dentro de tubos de PVC com as superfícies laterais apoiadas sobre uma fita de dupla face, em uma placa de vidro, e foram embutidos em resina acrílica JET (Clássico Artigos Odontológicos Ltda) .

Após a polimerização da resina acrílica, as superfícies foram lixadas sob refrigeração, com utilização, inicial, de lixas de carbetto de silício (Union Carbide do Brasil, Cubatão, SP), granulação 600 e 1200. Em seqüência, polidas na politriz de bancada (DPU 10 Panambra SA, São Paulo, SP) com feltro e pastas diamantinas (Struers Ap-Paste), com granulação de 1 e 0,3 μm . Após a obtenção de uma superfície, completamente plana e polida (Fig. 4.6), os espécimes foram levados a um

microdurômetro (Shimadzu HMV-2, Tóquio, Japão), com carga de 100 g e 15 s de aplicação, para obtenção dos valores de microdureza Knoop.

A face que recebeu o polimento foi inicialmente endentada numa localização equidistante 200 μm da borda da superfície irradiada e da extremidade do cp. A seguir, na mesma direção e no sentido da linha de fratura, foram feitas mais duas endentações, uma a cada 200 μm . Simetricamente foi realizada a mesma operação, agora próximo à face inferior, não irradiada, do cp. Por último, essa operação foi repetida na região compreendida entre as anteriores (Figura 4.7).

Os valores foram tabelados para posterior análise estatística.



Figura 4.6 – Corpos-de-prova embutidos, lixados e polidos

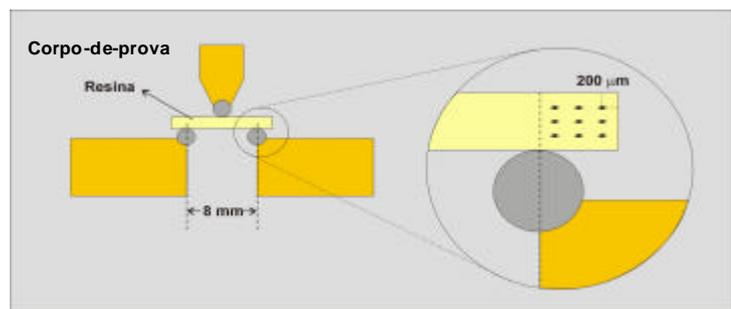


Figura 4.7 – Desenho esquemático do cp posicionado para o ensaio de resistência à flexão e detalhe da área lateral do cp destinada ao ensaio de microdureza

Visando melhor entendimento, as condições do estudo estão representadas na figura a seguir:

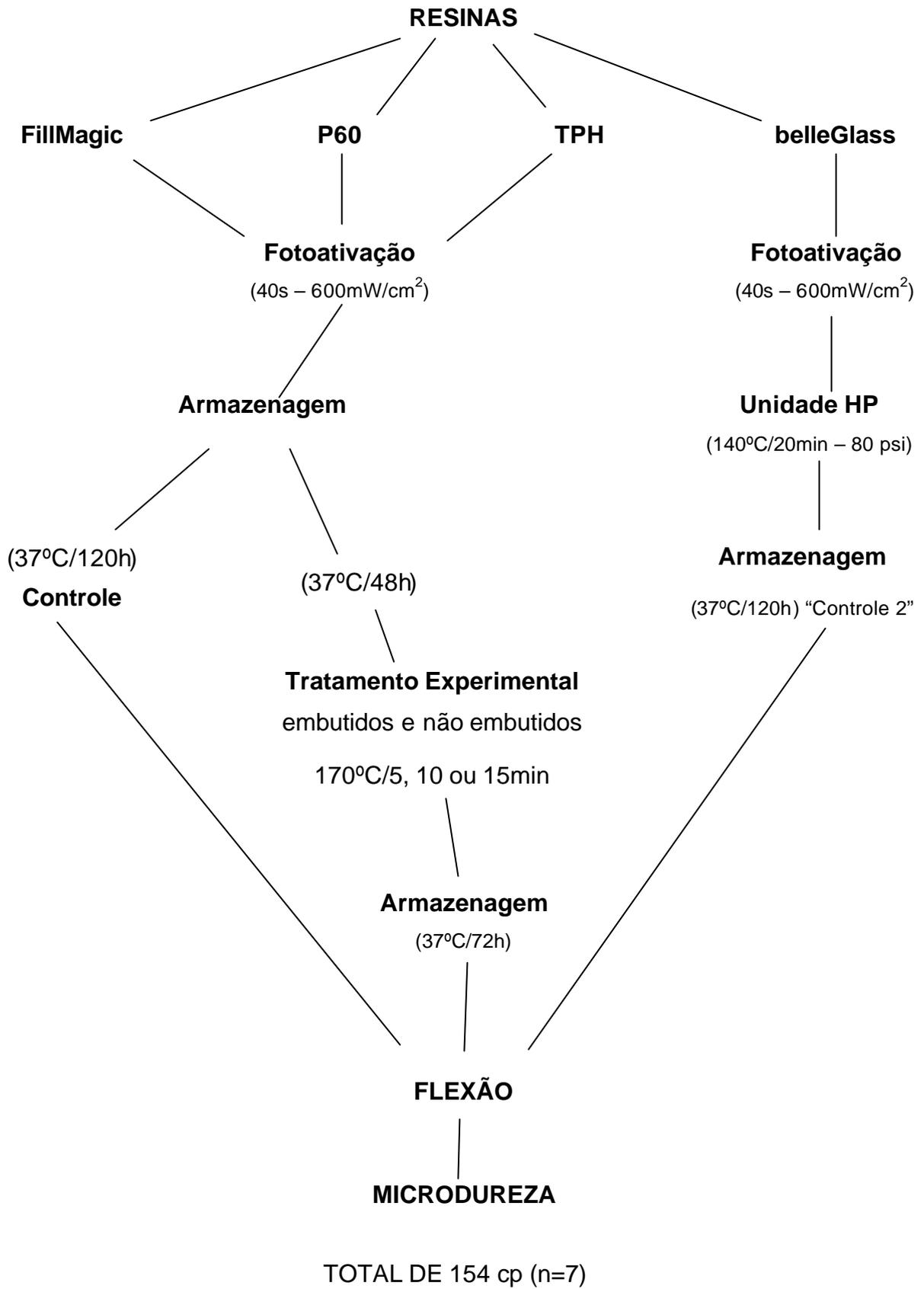


Figura 4.8 – Esquema dos procedimentos

As análises estatísticas foram feitas para cada variável (grandeza) independentemente e, dentro de cada variável estudada, foram feitas duas análises, uma só com o grupo de materiais indicados para restaurações diretas, que foi submetido a todas as condições experimentais, outra comparando a condição controle, ou a condição de maior valor, com a resina indicada para restaurações indiretas (“controle 2”).

5 RESULTADOS

Inicialmente estão apresentados os resultados das termoanálises, que balizaram a seqüência do estudo.

TGA/DTGA

As figuras 5.1 a 5.3 apresentam os gráficos com as curvas de TGA/DTGA para as três resinas indicadas para restaurações diretas (FillMagic, P60 e TPH) obtidos com os compósitos previamente fotoativados.

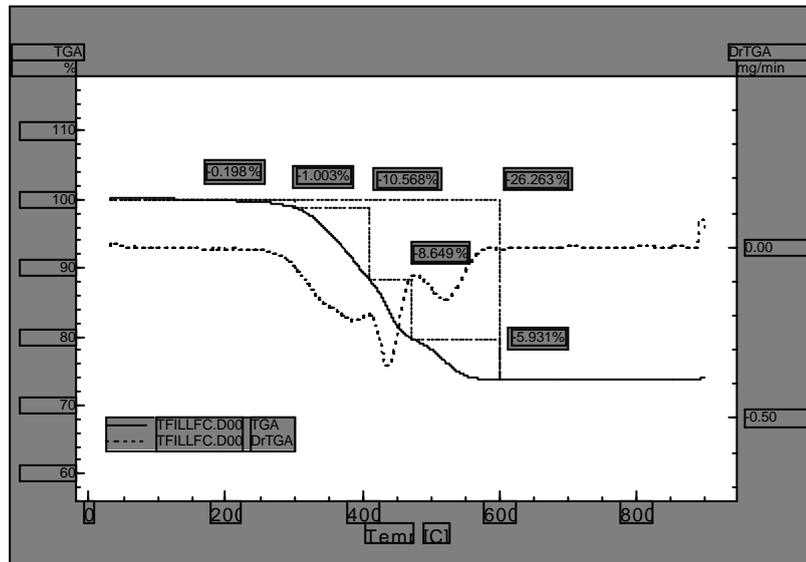


Figura 5.1 – TGA/DTGA da resina composta FillMagic fotopolimerizada

É possível observar que em algum ponto muito próximo de 180°C começa haver pequena perda de massa da amostra da resina FillMagic, que pode apontar para o início de degradação. No intervalo de temperatura correspondente a 200 e 400°C, a degradação aferida chega a 10,57% da massa. Até os 600°C a perda chegou a 26,26%, a partir daí houve estabilidade, o que deixa claro que o restante da massa é de natureza inorgânica e correspondente a 73,74% em peso.

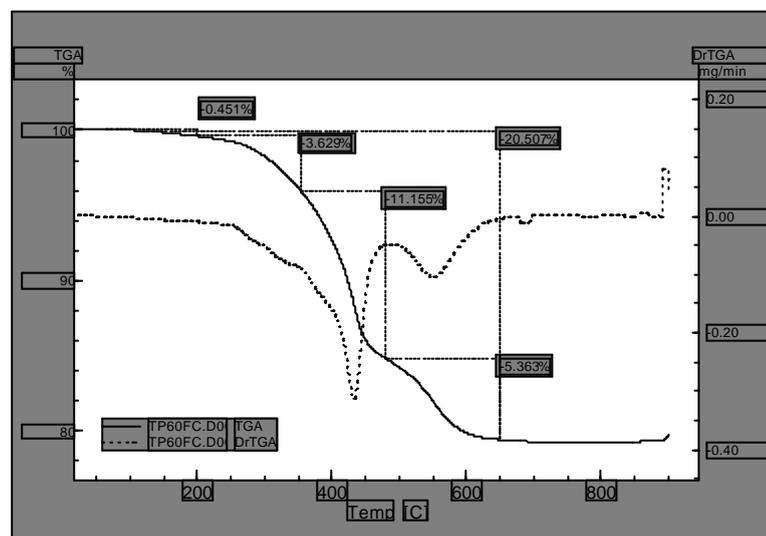


Figura 5. 2 – TGA /DTGA da resina composta P60

Na figura 5.2, correspondente às curvas obtidas com a resina P60, também se pode notar um aumento mais acelerado da degradação a partir dos 200°C. No intervalo entre 200 e 500°C a perda é de 11,16%. A estabilidade é alcançada com a temperatura de 650°C e nota-se então que o conteúdo inorgânico é da ordem de 79,5% neste compósito.

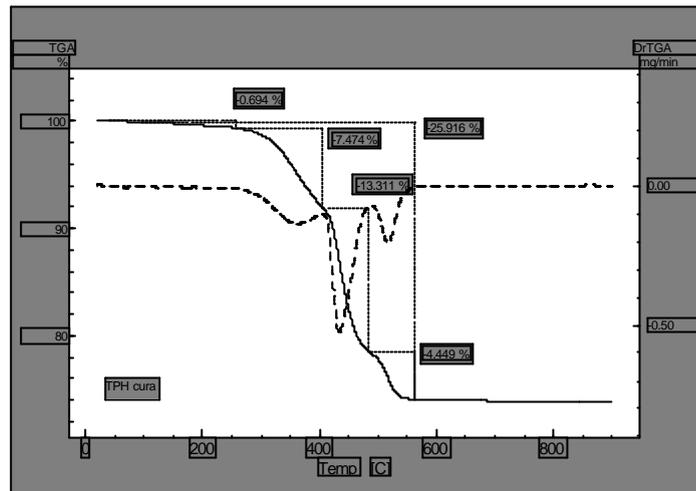


Figura 5.3 – TGA/DTGA da resina composta TPH

Para a resina TPH, figura 5.3, as curvas não são muito diferentes das anteriores. A perda de massa no intervalo de temperatura entre 200 e 500°C é de 13,31%, havendo estabilização em torno de 580°C e conteúdo inorgânico de 74,04%.

Para os três compósitos, é possível verificar que há uma inflexão acentuada das curvas DTGA (linha pontilhada) num intervalo compreendido entre 400 e 450°C, indicativo de degradação mais intensa nessa faixa e, também de forma semelhante, o início da perda de massa mais significativo se dá em temperaturas na faixa de 180°C.

DSC

Os resultados da calorimetria exploratória diferencial encontram-se nos gráficos correspondentes às figuras de número 5.4 a 5.6.

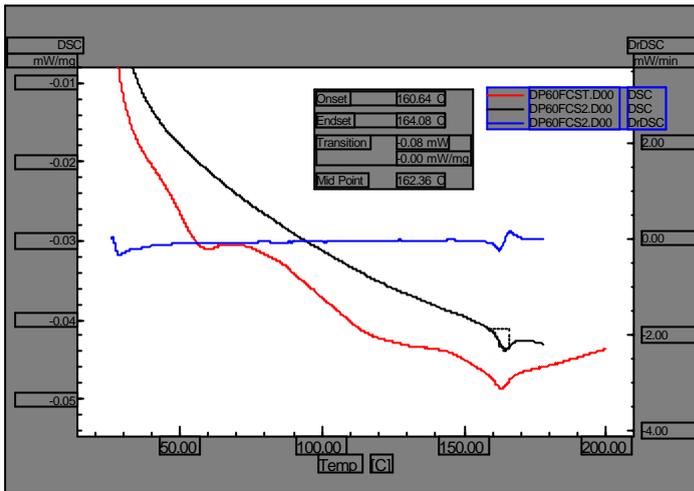


Figura 5.4 – DSC da resina composta FillMagic fotopolimerizada

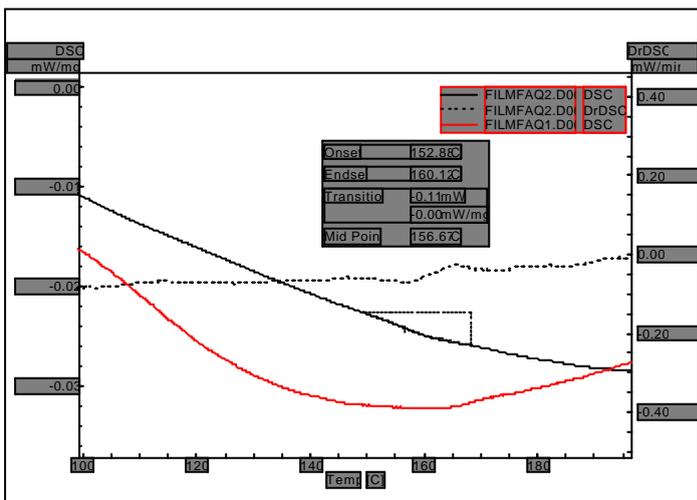


Figura 5.5 – DSC da resina composta P60 fotopolimerizada

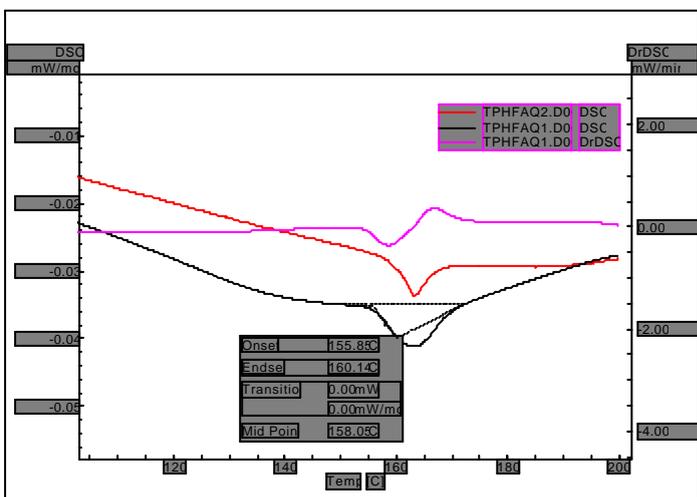


Figura 5.6 – DSC da resina composta TPH fotopolimerizada

As temperaturas denominadas como “onset” e “endset” correspondem ao início e fim, respectivamente, da variação de calor específico da amostra, faixa que caracteriza a transição vítrea do polímero. A temperatura média (“Mid Point”), que pode ser citada como aquela da transição vítrea, corresponde a 156,67°C para a FillMagic, 162,36°C para o P60 e 158,05°C para a TPH.

5.1 Resistência à Flexão

A partir dos dados individuais de carga de ruptura e dimensões dos espécimes, foram obtidos os valores de resistência à flexão, em MPa, para cada um dos corpos-de-prova. Esses valores individuais de tensão foram devidamente tratados por um teste estatístico apropriado para o caso, que foi a análise de variância, já que a distribuição amostral é normal e homocidástica. Os resultados correspondentes encontram-se na tabela 5.1. Os demais resultados comparativos entre as médias dos fatores, bem como das interações, encontram-se nas tabelas de 5.1 a 5.5 e na figura 5.1.

Tabela 5.1 - Análise de variância da resistência à flexão

Fonte de variação	G.L.	Quadrados médios	R.Q.M.
Material (M)	2	1442,9442	2,78 n.s
Tratamento (T)	6	2263,5278	4,35 *
Interação (M X T)	12	906,3076	1,74 n.s
Resíduo	126	519,8549	
Varição Total	146		

n.s. – não significativa

* - significativa ao nível de 0,01%

Com base na tabela 5.1, pode-se observar que o fator material não foi significativo. O que implica dizer que este fator não influenciou o parâmetro mecânico estudado.

Desse modo, como ilustrado na figura 5.7, verifica-se que, numericamente, o material P60 obteve uma média mais alta de resistência à flexão, porém não o suficiente para influir seletivamente.

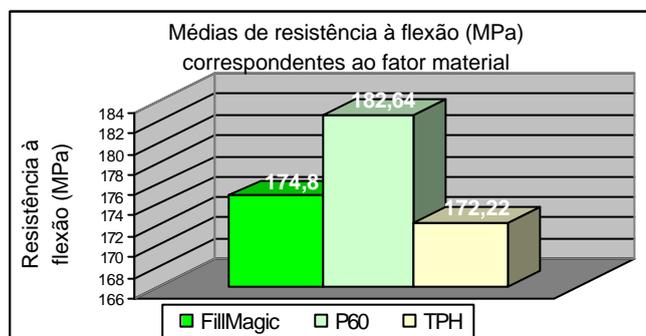


Figura 5.7 – Médias de resistência à flexão (MPa) correspondente ao fator Material

Ainda pela tabela 5.1 pode-se verificar que, quanto às fontes de variação principais, somente o fator tratamento foi significativo. O que implica dizer que o parâmetro mecânico estudado foi diretamente influenciado pelo tipo de tratamento térmico utilizado. Junto às médias da tabela 5.2, resistência à flexão do fator tratamento, encontra-se também o valor crítico para contraste, pelo Teste de Tukey (21,08). Qualquer diferença, entre as médias correspondentes, igual ou maior que o valor crítico, serão significativamente diferentes entre si.

Tabela 5.2 – Médias de resistência à flexão (MPa) correspondente ao fator Tratamento e valor crítico para contraste

Tratamento	Médias	Tukey (5%)
Só fotoativada (f)	157,18 b	21,08
170°C/5 min n/embutidos (5n)	192,36 a	
170°C/5 min embutidos (5e)	174,72 ab	
170°C/10 min n/embutidos (10n)	177,30 ab	
170°C/10 min embutidos (10e)	175,62 ab	
170°C/15 min n/embutidos (15n)	180,04 a	
170°C/15 min embutidos (15e)	178,67 a	

Desse modo, verifica-se que o tratamento com 5 min sem inclusão obteve os maiores valores numéricos de resistência flexional, estatisticamente superiores aos da condição somente fotoativadas.

Para uma melhor visualização geral dos resultados e compreensão do estudo, a seguir está apresentada a tabela com as médias de resistência flexional para todas as condições a que foram submetidas as três resinas para restaurações diretas estudadas.

Tabela 5.3- Médias de resistência flexional (MPa) correspondentes à interação Material X Tratamento

Tratamento	Material		
	FillMagic	P60	TPH
Só fotoativada (f)	151,70	152,80	167,03
170°C/5 min n/embutidos (5n)	173,51	211,27	192,30
170°C/5 min embutidos (5e)	179,87	176,80	167,50
170°C/10 min n/embutidos (10n)	170,17	189,31	172,43
170°C/10 min embutidos (10e)	184,93	169,03	172,90
170°C/15 min n/embutidos (15n)	181,43	196,33	162,37
170°C/15 min embutidos (15e)	181,99	182,97	171,04

Apenas para efeito de comparação foi feita uma análise de variância com os valores de resistência das resinas para uso direto na condição de “fotoativada apenas” (f) (controle) e com os valores da resina para uso indireto. Esta análise encontra-se na tabela 5.4.

Tabela 5.4 - Análise de variância da resistência à flexão correspondente às resinas para uso direto e indireto

Fonte de variação	G.L.	Quadrados médios	R.Q.M.
Material (M)	3	561,7917	1,28 n.s.
Resíduo	24	439,4375	
Variação Total	27		

n.s. – não significante

As médias correspondentes estão apresentadas a seguir, na tabela 5.5

Tabela 5.5 – Médias de resistência à flexão (MPa) correspondente as resinas para uso

Material	Médias
Fillmagic	151,71
P60	152,79
TPH	167,03
belleGlass	145,96

Pode-se observar que a resina belleGlass, que serviu como comparação (“controle 2”), apresentou os valores numericamente mais baixos de resistência à flexão, mas não estatisticamente diferente dos demais

5.2 Microdureza Knoop

A partir dos dados individuais dos valores de dureza, 3 na porção superior (mais próxima da superfície irradiada), 3 na intermediária e 3 na inferior, foram obtidas as 3 médias por corpo-de-prova. Estes 441 valores médios de microdureza, correspondentes a sete repetições para três resinas tratadas sob sete condições e três

regiões de medida, por apresentarem distribuição normal e homocidasticidade (teste de homocidasticidade de Cochran) foram submetidos à análise de variância.

Os resultados da análise encontram-se na tabela seguinte (5.6). Os demais resultados comparativos entre as médias dos fatores principais bem como das interações, encontram-se nas demais tabelas (5.7 – 5.15).

Tabela 5.6 - Análise de variância da microdureza Knoop

Fonte de variação	G.L.	Quadrados médios	R.Q.M.
Material (M)	2	39600,4570	430,81 *
Tratamento (T)	6	1379,4901	15,09 *
Int. (M X T)	12	684,9556	7,45 *
Resíduo I	126	91,9214	
Região (R)	2	607,5859	26,05 *
Int. R X M	4	71,0640	3,05 **
Int. R X T	12	36,9262	1,58 n.s.
Int. R X M X T	24	39,6084	1,70 **
Resíduo II	252	23,3262	
Varição Total	440		

n.s. – não significativa

* - significativa ao nível de 0,01%

** - significativa ao nível de 5%

Pela tabela 5.6 pode-se observar que, com exceção da interação Região X Tratamento, todas as outras (duplas ou triplas), assim como os fatores principais (Material, Tratamento e Região) foram significantes.

Assim, na tabela 5.7 estão apresentadas as médias de microdureza Knoop, bem como o valor crítico para contraste, das três resinas indicadas para restauração diretas.

Tabela 5.7 – Médias de microdureza correspondentes ao fator Material e valor crítico para contrastes

Material	Dureza Knoop	Tukey (5%)
P60	102,0 a	2,62
FillMagic	73,1 b	
TPH	74,0 b	

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

Nota-se pela tabela acima que a resina P60 apresentou maior média de dureza. Já os materiais FillMagic e TPH foram estatisticamente semelhantes.

As médias correspondentes aos sete níveis do fator tratamento estão apresentadas, juntamente com o valor crítico para contraste, na tabela 5.8

Tabela 5.8 – Médias de microdureza Knoop correspondentes ao fator Tratamento e valor crítico para contraste

Tratamento	Dureza Knoop	Tukey (5%)
Só fotoativada (f)	80,1 cd	5,04
170°C/5 min n/embutidos (5n)	76,7 d	
170°C/5 min embutidos (5e)	89,4 a	
170°C/10 min n/embutidos (10n)	83,9 bc	
170°C/10 min embutidos (10e)	84,0 bc	
170°C/15 min n/embutidos (15n)	79,0 cd	
170°C/15 min embutidos (15e)	88,0 ab	

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

Os valores de microdureza Knoop correspondentes ao tratamento 170°C por 5 e 15 minutos embutidos em revestimento foram estatisticamente superiores ao controle (só fotoativado).

Já quando se considera o fator Região, é possível notar um gradiente decrescente nos valores de dureza da superfície irradiada superior para a oposta (tabela 5.9).

Tabela 5.9 – Médias de microdureza KnoOp correspondentes ao fator Região e valor crítico para contrastes

Região	Dureza Knoop	Tukey (5%)
superior	85,2 a	1,32
intermediária	82,6 b	
inferior	81,2 c	

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

Na seqüência estão apresentadas as tabelas com as médias de microdureza Knoop correspondentes às interações duplas Tratamento X Material (tabela 5.10), Região X Material (tabela 5.11) e Região X Tratamento (tabela 5.12). Por fim, a última interação correspondente a análise da tabela 5.1, a tripla Material X Região X Tratamento, tem suas médias apresentadas na tabela 5.13.

Tabela 5.10 – Médias de microdureza KnoOp correspondentes à interação Tratamento X Material e valor crítico para contrastes

Tratamento	Material			Tukey (5%)
	FillMagic	P60	TPH	
Só foto (f)	74,5 fgh	97,9 bc	68,0 h	10,54
5s	69,3 gh	93,0 cd	67,9 h	
5c	73,1 fgh	107,4 ab	87,7 cde	
10s	79,7 efg	97,9 bc	74,0 fgh	
10c	74,4 fgh	111,0 a	66,5 h	
15s	68,5 h	96,2 cd	72,2 fgh	
15c	72,2 fgh	110,3 a	81,5 def	

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

Tabela 5.11 – Médias de microdureza KnoOp correspondentes à interação Região X Material e valor crítico para contrastes

Região	Material			Tukey (5%)
	FillMagic	P60	TPH	
Superior	76,3 c	103,5 a	75,9 c	3,03
Intermediária	71,3 d	102,9 a	73,6 cd	
Inferior	71,8 d	99,5 b	72,4 d	

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

Tabela 5.12 – Médias de microdureza KnoOp correspondentes à interação Região X Tratamento (n.s.)

Tratamento	Região		
	superior	Intermediária	inferior
Só foto (f)	84,9	78,4	77,2
5s	79,2	77,4	73,6
5c	91,9	88,9	87,5
10s	86,3	84,0	81,4
10c	85,0	84,0	82,9
15s	80,0	78,5	78,4
15c	89,3	87,0	87,7

Tabela 5.13 – Médias de microdureza KnoOp correspondentes à interação Região X Material X Tratamento e valor crítico para contrastes

Região	Material	Tratamento							Tukey (5%)
		f	5s	5c	10s	10c	15s	15c	
Superior	FillMagic	83,7	72,0	76,9	82,7	76,3	69,6	72,9	10,61
	P60	99,0	95,1	111,1	100,4	108,9	97,7	112,3	
	TPH	71,9	70,6	87,6	75,7	70,0	72,9	82,9	
Intermediária	FillMagic	69,9	69,4	71,7	78,0	71,6	65,9	72,6	
	P60	97,3	94,7	106,6	100,6	113,3	97,0	110,6	
	TPH	68,0	68,0	88,3	73,3	67,0	72,6	78,0	
Inferior	FillMagic	70,0	66,4	70,9	78,4	75,4	70,0	71,3	
	P60	97,0	89,3	104,6	92,7	110,7	94,0	108,0	
	TPH	64,1	65,1	87,1	73,1	62,4	71,3	83,7	

De maneira semelhante àquela feita para a variável resistência flexional, também para a microdureza Knoop apresenta-se a seguir a tabela (tab. 5.14) de análise de variância referente aos valores de controle, resinas indicadas para restaurações diretas na condição de somente fotoativadas, e “Controle 2”, da resina indicada para restaurações indiretas belleGlass, na condição do estudo.

Tabela 5.14 – Análise de variância da microdureza Knoop correspondente aos valores Controle e “Controle 2”

Fonte de Variação	G.L.	Quadrados Médios	R.Q.M.
Material (M)	3	8895,8486	134,72 *
Região (R)	2	25,3438	0,38 n.s.
Interação (M X R)	6	128,3616	1,94 n.s.
Resíduo	72		
Varição Total	83	66,0317	

* - significativa ao nível de 0,1% / n.s. – não significativa

Pela tabela 5.14 pode-se observar que para o fator principal Material as médias de microdureza conduziram a valores diferentes . Tais médias, com respectivo valor crítico para contrastes, estão apresentadas na tabela 5.15.

Tabela 5.15 – Médias de microdureza Knoop correspondentes às resinas para uso direto na condição apenas fotoativadas, da resina para uso indireto e valor crítico para contrastes

Material / Tratamento	Microdureza Knoop	Tukey (5%)
FillMagic f	70,3 c	6,58
P60 f	99,5 b	
TPH f	68,0 c	
belleGlass	108,8 a	

Letras iguais significam médias estatisticamente semelhantes

Nota-se, pela tabela acima, que na condição estudada a resina belleGlass apresentou um maior valor médio de microdureza, seguido da P60 e, por último, as resinas TPH e FillMagic os menores.

Ainda quanto aos valores de microdureza uma nova análise, comparando-se os valores que conduziram às maiores médias encontradas em função do Tratamento das resinas para uso direto (10 C para a P60, 10 S para a FillMagic e 5 C para a TPH), com aqueles correspondentes ao “Controle 2”, resina para uso indireto, está apresentada na tabela 5.16.

As médias correspondentes e o valor crítico para contrastes encontram-se na tabela 5.17.

Tabela 5.16 – Análise de variância da microdureza Knoop correspondente aos maiores valores do material para uso direto/condição de tratamento e “controle 2”

Fonte de Variação	G.L.	Quadrados Médios	R.Q.M.
Material/Tratamento	3	4025,5625	23,23 *
Resíduo	80		
Variação Total	83	173,2750	

* - significativa ao nível de 0,01%

Tabela 5.17 – Médias de microdureza Knoop correspondentes às resinas para uso direto nas condições de maiores valores, da resina para uso indireto e valor crítico para contrastes

Material / Tratamento	Microdureza Knoop	Tukey (5%)
FillMagic 10 s	79,7 b	10,68
P60 10 c	111,0 a	
TPH 5 c	87,7 b	
belleGlass	108,8 a	

Pode-se observar, pelas duas últimas tabelas apresentadas, que os valores de microdureza são função do material. Nota-se também que, em função do tratamento, a resina P60, indicada para uso direto, alcançou valores semelhantes aos da resina belleGlass.

6 DISCUSSÃO



A princípio, e na mesma seqüência da apresentação dos resultados, serão feitas considerações a respeito dos dados obtidos das termoanálises. Apesar de não ter sido objetivo final do estudo, puderam ser constatadas, como dados da termogravimetria, as quantidades relativas aos conteúdos inorgânico e orgânico das resinas. A resina P60 apresentou 79,5%, em peso, de carga, o que é compatível com os 61% em volume indicado pelo fabricante. Quantidades menores foram encontradas para as resinas TPH (74,04% em peso) e FillMagic (73,74% em peso). Os fabricantes dessas duas últimas resinas apontam para quantidade maior de carga, 79% e 80% respectivamente. Kim, Ong e Okuno (2002) encontraram 74,72%, em peso, para a TPH, valor semelhante aos deste estudo. Em outros trabalhos, como os de Willems et al. (1992) e de Sabbagh (2004), utilizando a termogravimetria para caracterização de 39 compósitos, também foram encontrados valores de quantidade de carga diferentes daqueles informados pelos fabricantes.

Apesar de que a composição e granulometria da carga é particularidade de cada resina, como as utilizadas neste estudo, um maior porcentual pode ser indicativo de maior relação volumétrica carga/matriz, o que influi diretamente nas propriedades mecânicas do material, aumentando-as, conforme afirmaram Chung e Greener (1990), por terem encontrado correlação positiva entre o volume de carga e a resistência à tração diametral e, também, entre o volume de carga e a dureza Knoop de compósitos. Kim, Ong e Okuno (2002) e Neves et al. (2002), também chegaram às mesmas conclusões após encontrarem resultados semelhantes. Dessa forma, seria altamente desejável que o volume relativo ao conteúdo inorgânico, ou

conseqüentemente da matriz, dos compósitos fosse informado de maneira precisa, já que pode ser determinante na escolha do material.

Quanto aos resultados obtidos da técnica de calorimetria exploratória diferencial (DSC), duas observações importantes puderam ser feitas. Uma se refere ao fato de que não foi possível se verificar de maneira clara, nas curvas correspondentes aos gráficos obtidos, inflexões indicativas de pós-cura. Outro fator significativo é que as temperaturas observadas como as de Tg dos compósitos polimerizados; 156,05°C para a FillMagic, 162,36°C para a P60 e 158,05°C para a TPH, estão numa faixa relativamente alta em relação àquelas, até então, descritas na literatura. Greener e Bakir (1986), por meio de análise termodinâmica, encontraram valores de Tg que variaram de 110 a 120°C para a resina Marathon, 90 a 105°C para a Sinterfil e 87 a 93°C para a Occlusion. Lovell et al. em 2001, também com análise termodinâmica, encontraram Tg de até 90°C para uma resina experimental sem carga, composta por 75% de bis-GMA e 25% de TEGDMA, e calcularam em 320°C a Tg para a hipótese de a resina ser totalmente polimerizada. Afirmaram ainda que as diferentes técnicas experimentais usadas para medir a Tg podem contribuir para a variação vista nos resultados reportados. Deve-se levar em consideração que a Tg de um polímero termorrígido depende do grau de conversão da reação de reticulação. O aumento da densidade de ligações cruzadas reduz a mobilidade de segmentos da cadeia e, conseqüentemente, aumenta a temperatura de transição vítrea (CANEVAROLO JR, 2004). Assim tanto para as resinas atualmente disponíveis, bem como para as unidades fotoativadoras, procura-se otimizar, como resultado, o grau de conversão, trabalhando de um lado os fotoiniciadores e de outro a potência e qualidade de luz emitida. Além disso, as dimensões e forma de obtenção dos espécimes utilizados para esta caracterização deste estudo, também podem ter colaborado no sentido da obtenção de um alto grau de polimerização.

Quanto à variável resistência flexional, ainda seguindo a ordem de apresentação dos resultados do capítulo anterior e respeitando-se a seqüência de entrada dos fatores principais (tabela 5.1), nota-se que não há diferença estatística entre os valores de resistência apresentados pelas resinas compostas. Apesar disso, vale ressaltar que, pelas médias correspondentes (figura 5.1) é possível notar um valor numérico ligeiramente maior para a resina P60 (182,64 MPa) quando comparado a 174,8 MPa da FillMagic e 172,22 MPa para a TPH. De certa forma, esses resultados não são surpreendentes, já que esses compósitos têm algumas características semelhantes tais como os componentes majoritários da matriz (tabela 4.1) e, conforme observado por meio da termogravimetria, quantidades de cargas relativamente próximas: 73,74% para a resina FillMagic, 79,50% para a P60 e 74,04% para a TPH. Contudo, é curioso notar que, apesar de não ser estatisticamente significativa, a resina P60, que apresentou numericamente a maior média de resistência à flexão é também aquela de maior porcentual de conteúdo inorgânico, o que de certa forma vai de encontro ao afirmado por Terry e Touati (2001), numa revisão, onde verificaram que a carga é a determinante principal das propriedades físico-químicas da resina composta.

O fator de tratamento, por sua vez, foi altamente significativo. Em relação aos espécimes na condição somente fotoativadas, de maneira geral, o fornecimento de calor pelos diversos períodos estudados, com embutimento ou não dos corpos-de-prova, conduziu a um aumento de resistência flexional, seja apenas numérico ou estatisticamente significativo. Pelo valor crítico para contrastes constante na tabela 5.2, é possível notar que mesmo a média mais baixa entre as das condições que recebiam tratamento por calor, 174,72 MPa, está perto de ser maior, do ponto de vista estatístico, que aquela da condição somente fotoativada, com 157,18 MPa.

Assim, também Powers et al. (1993) encontraram valores resistência à tração diametral, 47 a 53 MPa, com aumentos significantes, entre 24 e 39%, para a resina Herculite tratada por calor em relação à condição de somente fotoativada. No presente trabalho, na condição de fornecimento de calor por cinco minutos com os corpos-de-prova não embutidos em revestimento (tabela 5.2) o alto valor médio de resistência flexional (192,36 MPa) alcançado para as resinas chegou a ser da ordem de 22% maior que na condição controle, somente fotoativadas. Apesar de não se poder simplesmente comparar os valores encontrados nos distintos trabalhos, é bastante evidente a concordância quanto ao efeito dos tratamentos utilizados. Da mesma forma Wendt Jr (1987 e 1989), entre outros parâmetros estudados, verificou aumento da resistência à tração diametral nas resinas que receberam tratamento por calor. Mais recentemente, Peutzfeldt e Asmussen (2000) através das variáveis tração diametral e resistência flexional, e Santana (2004a e 2004b) por meio da resistência à flexão, verificaram aumento nos valores para o material tratado por calor. Dessa maneira, e considerando-se a grande variedade de marcas comerciais dos compósitos, bem como os métodos utilizados para o tratamento pós cura, nos estudos até agora citados, parece bastante evidente que, de maneira geral é possível afirmar que tais condutas levaram a uma melhoria das propriedades mecânicas mencionadas, tal qual ocorreu no presente trabalho.

Como, a partir dos dados obtidos da termogravimetria e calorimetria exploratória diferencial, foi fixada a temperatura de 170°C para o tratamento dos espécimes neste estudo, as condições referentes aos períodos (5, 10 e 15 min) e uso ou não de revestimento passaram a ser consideradas sob as possíveis combinações. É possível observar que, ainda pela tabela 5.2, conjugando-se os níveis do fator material às maiores médias de resistência à flexão, estatisticamente superiores à obtida do controle, são aquelas do período de 15 min, com ou sem embutimento dos espécimes,

e a correspondente ao período de 5 minutos na condição de não inclusão em revestimento, que por sua vez obteve o maior valor numérico, 192,36 MPa. Pelo exposto, com a intenção de otimizar a variável em questão, parece que seria de bom senso escolher a condição de 5 minutos sem inclusão, como o modo mais prático de se obter tal melhoria mecânica. De qualquer forma, os resultados aqui apresentados estão, de maneira geral, corroborados pelos de Wendt Jr (1989) que relatou não ter encontrado diferença na resistência diametral entre os períodos de aplicação de calor (125°C) 2,5, 5, 7,5, 10 e 15 minutos. Também Peutzfeldt e Asmussen (2000) encontraram algo semelhante quando, avaliando o grau de conversão de compósitos, afirmaram ser mais importante o efeito da temperatura que o período de aplicação do calor.

Sabendo-se que o fator *tratamento* teve ação semelhante independentemente do material utilizado, interação M x T não significativa, quando da exposição das 21 médias de resistência flexional de todas as condições do experimento (tabela 5.3) é possível observar um certo paralelismo entre os valores de cada material, mais uma vez enfatizando a importância relativa da temperatura sobre o tempo, já que há uma tendência de estabilização da variável observada.

Cabem agora algumas considerações a respeito dos períodos decorridos desde a obtenção dos espécimes até o tratamento por calor e depois o momento do ensaio mecânico de resistência. Neste estudo, o tratamento por calor não foi realizado dentro de intervalo curto após a fotoativação, tendo sido feito somente 48 horas depois. Pode-se supor que esta seja uma condição desfavorável, quando se objetiva um aumento de resistência dos espécimes que receberam tratamento em comparação aos somente fotoativados. Já foi verificado num estudo que fez tratamentos térmicos a 100°C por 7 min, por meio de espectroscopia por infravermelho, que a maior conversão de monômeros é obtida quando o fornecimento de calor se dá num período

de até 6 horas após a ativação. Depois deste período a quantidade de monômeros residuais, que vai diminuindo com o tempo, tende a se aproximar para os espécimes que receberam ou não calor até 120°C quando, de fato, os valores se tornaram equivalentes. Paralelamente, os valores de resistência flexional foram obtidos e, pelos resultados, parece que os espécimes que não receberam tratamento por calor foram ganhando resistência com o tempo e depois de 6 horas, em todos os períodos, os valores de resistência foram semelhantes (LOZA-HERRERO et al., 1998). Em outro estudo, onde os espécimes de resina composta foram submetidos a tratamento por calor seco, durante 7 minutos, às temperaturas de 50, 75, 100 e 125°C comparativamente às somente fotoativadas, a análise de monômeros residuais foi feita através de cromatografia do líquido usado na lixiviação dos corpos-de-prova e, verificou-se que a quantidade de monômeros foi reduzida de forma significativa pelo calor, porém acima de 75°C não houve diferença (BAGIS; RUEGGERBERG, 2000). Na mesma linha, foi verificado através de espectroscopia por infravermelho que o tratamento de pós-cura por fornecimento de calor (110°C) efetivamente diminuía a quantidade de monômeros residuais; por outro lado, as propriedades mecânicas aumentaram para uma marca comercial de resina (Charisma) enquanto para a outra (Z100) não (PEUTZFELDT ; ASMUSSEN, 2000).

No presente trabalho não pode ser observado, como já foi mencionado, sinais de polimerização complementar pelo calor quando dos ensaios calorimétricos; além disso os tratamentos propostos só foram feitos após 48 horas da fotoativação dos corpos-de-prova, e sobretudo, os ensaios de flexão só foram feitos 120 horas após, o que, pelo exposto, levaria a supor não haver diferença encontrada entre o grupo controle (somente fotoativada) e aqueles que receberam calor. Por outro lado, não podemos esquecer que o processo de polimerização dos compósitos, por si só, é indutor de tensões e a libertação destas, que obviamente pode aumentar as

propriedades mecânicas de resistência, é dependente do binômio tempo/temperatura (ANUSAVICE, 1998; CRAIG; POWERS, 2004). Assim, é bastante provável que o mecanismo de libertação de tensões tenha um papel mais relevante do que aquele atribuído em outros estudos. A pós-cura por aquecimento sujeita os espécimes a um processo de alívio de tensões por movimentação de segmentos de moléculas (LOZA-HERRERO et al., 1998). Dessa forma, a temperatura utilizada no tratamento deveria, necessariamente, passar pela Tg do material, o que permite a movimentação de segmentos da cadeia polimérica e conseqüentemente a relaxação molecular (CANEVAROLO JR, 2004). Como os ensaios de flexão deste estudo foram conduzidos somente 120 horas após a fotoativação e, ainda assim, observou-se aumento de resistência para as resinas tratadas por calor (48 h após a fotoativação), parece que a temperatura utilizada, 170°C, foi o fator mais importante na determinação destes resultados.

A comparação entre a resina belleGlass, indicada para restaurações indiretas (Tabelas 5.4 e .5.5), e as resinas P60, TPH e FillMagic na condição de fotoativadas, mostrou que a idéia de usar as resinas indicadas para restaurações diretas em situações clínicas mais severas, como as indicativas de procedimentos indiretos (PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 1992) é bastante plausível, pelo menos do ponto de vista da resistência à flexão (RUYTER,1992; WENDT JR, 1987^a; WENDT JR, 1987b). Em que pese não haver diferença estatística entre as médias, a resina belleGlass apresentou o menor valor numérico (145,96 MPa), enquanto a TPH mostrou o maior (167,03 MPa). Tais resultados, de fato, não são surpreendentes, já que os materiais são fundamentalmente semelhantes (ELDIWANY; POWERS; GEORGE, 1993; TOUATI, 1996). De qualquer maneira essa comparação tem as limitações inerentes ao trabalho, não cabendo aqui qualquer extrapolação mais incisiva, mesmo porque, do sistema belleGlass foi utilizado somente um tipo de resina.

Diferentemente do que foi observado com o parâmetro resistência à flexão, a análise de variância correspondente aos valores de microdureza Knoop das resinas para uso direto (tabela 5.6.) mostra diferença para o fator *material*. A resina P60 teve desempenho superior, enquanto as duas outras resinas foram semelhantes entre si. No caso da resistência flexional, a resina P60, como salientado anteriormente, havia tido, apenas numericamente, a maior média.

O grau de polimerização tem sido freqüentemente avaliado pela microdureza e, é apontada uma forte correlação entre essa variável e o grau de polimerização dos compósitos (BAUSCH JR; DE LANGE; DAVIDSON, 1981; CHUNG; GREENER, 1990; FERRACANE, 1985; NEVES et al., 2002). Por outro lado, já é sabido que também há uma forte correlação entre o conteúdo de partículas inorgânicas e a microdureza (NEVES et al., 2002). Deve-se lembrar aqui, mais uma vez, que pelos dados obtidos da termogravimetria, a resina P60 foi a que apresentou a maior porcentagem de carga.

É possível também que outras particularidades pertinentes ao ensaio de microdureza feito neste trabalho, como o grande número de dados que compuseram cada média, tenham ajudado a possibilitar a diferenciação observada para o fator *material*.

O fator *tratamento* também foi significativo, fundamentalmente devido ao aumento dos valores verificados nas condições de 5 e 15 minutos com os espécimes embutidos. Todavia, numericamente, os valores encontrados para o período de 10 minutos, com ou sem embutimento, também são altos e estão relativamente perto da significância. Deve-se considerar aqui que os corpos-de-prova que receberam calor embutidos em revestimento levaram mais tempo para entrar em equilíbrio térmico com a temperatura do forno, porém demandaram um período maior para perder calor para o ambiente. Isso também explica a média relativamente baixa para a

condição 5 min/não embutido. Assim, parece bastante claro que, de modo geral, o fornecimento de calor resultou em aumento de dureza para os compósitos, o que está de acordo com o relatado por outros autores (POWERS et al., 1993; TERRY; TOUATI, 2001; WENDT JR, 1989). Deve-se lembrar também, que o possível efeito no aumento da dureza pelo aumento do grau de conversão pode ser devido à localização das endentações, a 200 µm da extremidade do corpo de prova. Os espécimes tinham 10 mm de comprimento e o diâmetro total da ponta do fotoativador, 12 mm. Contudo apenas 11 mm de diâmetro “útil”, que emite luz. Isto pode ter provocado, nas extremidades dos espécimes, um efeito como de afastamento da fonte de luz, levando esta região a um menor grau de conversão (PIANELLI et al., 1999; WATTS; AMER; COMBE, 1984). Os aspectos recém abordados valem também para o último fator principal, *região*, que foi igualmente significativa. Pelas médias contidas na tabela 5.9 pode-se observar a tendência de um gradiente de dureza decrescente da face irradiada para a face oposta. Apesar disso, os valores são muito próximos, e não chega haver diferença estatística entre a porção intermediária e inferior. A altura do corpo de prova aumentada, certamente conduziria a um gradiente mais evidente e definido (MASUDA; MALUF; MUENCH, 1999). Neste estudo, a espessura foi de apenas 2 mm, o que certamente minimizou o efeito de diminuição da densidade de energia em função da profundidade da resina.

O fato da interação *material x tratamento* ser significativa (tabela 5.10) encontra explicação, em primeiro lugar, pelo fato de que a resina FillMagic praticamente tem os mesmos valores nos extremos da tabela (só foto e 15c), diferente do que aconteceu com os outros dois materiais, que demonstraram aumento da microdureza em função dos tratamentos pelo calor. De qualquer forma, é preciso ter em mente que existem fatores determinantes que são inerentes à particularidades da composição do material (PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2000).

Da mesma forma, é possível explicar a significância da interação *região x material*. As médias correspondentes encontram-se na tabela 5.11, onde pode-se observar que a resina P60 obteve maiores valores em qualquer uma das três regiões, enquanto a FillMagic e a TPH tiveram comportamento semelhante. Além disso a resina FillMagic mostrou acentuada queda da região superior para a intermediária, o que não ocorreu com as demais. É possível ainda visualizar o “gradiente” de dureza anteriormente comentado.

A única interação dupla não significativa, *região x tratamento* (tabela 5.12), mostra um paralelismo bastante evidente entre as linhas formadas pelos pontos das médias de região para os diversos tratamentos, ou seja, para qualquer tratamento as médias de microdureza tendem a diminuir da face superior para a inferior. O tratamento teve o mesmo tipo de ação para qualquer região, mantendo um proporcionamento entre as regiões para qualquer alteração observada. O resultado da conjugação das diversas duplas interações significantes, como era de se esperar, acaba se manifestando na interação que contém todas as médias estudadas para essa variável, interação *região x material x tratamento* (tabela 5.13). Nota-se, por exemplo, que quando se considera a região superior, numa comparação entre as médias das condições “f” e “15c”, estas sobem para as resinas P60 e TPH, enquanto cai para a FillMagic. Na região intermediária ainda sobe para a P60 porém, não muda para as demais. Sob quaisquer circunstâncias os melhores resultados foram obtidos para a resina P60, o que certamente está ligado a fatores da composição das resinas (CHUNG; GREENER, 1990; PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2000; SHIN et al, 1993; SIDERIDOU; TSERKI; PAPANASTASIOU, 2002).

Quando compara-se a microdureza das resinas indicadas para restaurações diretas na condição de tratamento controle (só fotoativadas) com a resina indicada para restaurações indiretas, obtida conforme as condições do estudo, “controle 2”, é

possível classificar a resina belleGlass como a de maior microdureza (tabelas 5.14 e 5.15). Parece bastante claro, pelo descrito até aqui, que isso se deve a dois fatores: composição e processamento dos materiais. Conforme a informação do fabricante, a resina belleGlass tem uma grande quantidade de carga (tabela 4.1) e além disso, a condição de obtenção dos espécimes desse material, que passou por uma etapa de controle de atmosfera e fornecimento de calor, certamente influenciou na diferença observada.

Quando observamos as tabelas seguintes, 5.16 e 5.17, correspondentes à comparação entre os valores de microdureza da resina belleGlass com as resinas P60, TPH e FillMagic nas condições que conduziram aos maiores valores numéricos para cada uma, as observações feitas no parágrafo anterior podem ser consideradas referendadas.

Aspectos relacionados à inclusão ou não das resinas em revestimentos poderiam ser melhor avaliadas por outras variáveis como alteração de cor, adaptação marginal, alteração de peso e sorção. Enquanto se dava o fornecimento de calor seco, os espécimes confinados tinham um menor aporte de oxigênio, o que pode tornar o ambiente menos reativo e, enquanto passavam pela temperatura de transição vítrea, que permite a maior libertação de tensões, qualquer distorção poderia ser prevenida. Aparentemente, nenhuma alteração em relação aos corpos-de-prova não incluídos em revestimento foi observada.

Por último, deve-se considerar a possibilidade de avaliação clínica da alternativa de utilização de compósitos indicadas para restaurações diretas manipulados conforme condição de tratamento aqui utilizada.

7 CONCLUSÕES



Pode-se concluir que os tratamentos experimentais influenciaram as propriedades mecânicas das resinas para uso direto estudadas, sendo que:

1. a resistência à flexão das resinas para uso direto foi semelhante
2. os tratamentos experimentais aumentaram a resistência à flexão das resinas para uso direto
3. a resina para uso indireto teve valor de resistência à flexão semelhante às de uso direto na condição de somente fotoativadas
4. os valores de microdureza foram dependentes do material e aumentaram com os tratamentos térmicos
5. a resina para uso indireto mostrou maior valor de microdureza que os obtidos para as resinas de uso direto na condição controle
6. a resina P60, na condição de tratamento 10min/ com inclusão, alcançou valor de microdureza semelhante à resina de uso indireto

REFERÊNCIAS¹



American Dental Association. Programs. Statement on posterior resin-based composites. J Am Dent Assoc 1998;129(11):1627-8.

Anusavice KJ. Materiais Dentários. 10^a ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1998.

Arikawa H, Kanie T, Fujii K, Shinohara N. Bending strength and depth of cure of light-cured composite resins irradiated using filters that simulate enamel. J Oral Rehabil 2004;31(1):74-80.

Bagis YH, Rueggeberg, FA. The effect of post-cure heating on residual, unreacted monomer in a commercial resin composite. Dent Mater 2000;16(1):244-7.

Bausch JR, de Lange C, Davidson CL. The influence of temperature on some physical properties of dental composites. J Oral Rehabil 1981;8(4):309-17.

Bouschlicher MR, Rueggeberg FA, Boyer DB. Effect of stepped light intensity on polymerization force and conversion in a photoactivated composite. J Esthet Dent 2000;12(1):23-32.

Canevarolo Jr. SV. Técnicas de caracterização de polímero 1^a ed. São Paulo: Artliber; 2004.

Chung KH, Greener EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. J Oral Rehabil 1990;17(5):487-94.

Corrêa IC. Influência das dimensões dos espécimes e tratamento térmico pós-ativação na resistência à flexão de uma resina composta [Dissertação de Mestrado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2000.

Craig RG, Powers JM. Materiais dentários restauradores. 11^a ed. São Paulo: Santos; 2004

¹ De acordo com Estilo de Vancouver. Abreviatura de periódicos Segundo base de dados MEDLINE.

Eldiwany M, Powers JM, George LA. Mechanical properties of direct and post-cured composites. *Am J Dent* 1993;6(5):222-4.

Elliott, JE, Lovell LG, Bownman CN. Primary cyclization in the polymerization of bis-GMA and TEGDMA: a modeling approach to understanding the cure of dental resins. *Dent Mater* 2001;17(3):253-9.

Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1985;1(1):11-4.

Freiberg RS, Ferracane JL. Evaluation of cure, properties and wear resistance of Artglass dental composite. *Am J Dent* 1998;11(5):214-8.

Greener EH, Bakir N. Glass transition temperatures in posterior composites. [abstract 450]. *J Dent Res* 1986;65:219

Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater* 2002;18(6):463-9.

Imazato S, McCabe JF, Tarumi H, Ehara A, Ebisu S. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. *Dent Mater* 2001;17(2):178-83

Inoue K, Hayashi I. Residual monomer (Bis-GMA) of composite resins. *J Oral Rehabil* 1982;9(6):493-7.

Kim KH, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent* 2002;87(6):642-49.

Leinfelder KF. Posterior composite resins: the materials and their clinical performance. *J Am Dent Assoc* 1995;126:663-76.

Leloup G, Holvoet PE, Bebelman S, Devaux J. Raman scattering determination of the depth of cure of light-activated composites: influence of different clinically relevant parameters. *J Oral Rehabil* 2002;29(6):510-5.

Lloyd CH. A differential thermal analysis (DTA) for the heats of reaction and temperature rises produced during the setting of tooth coloured restorative materials. *J Oral Rehabil* 1984;11(2):111-21.

Lloyd CH, Brown EA. The heats of reaction and temperature rises associated with the setting of bonding resins. *J Oral Rehabil* 1984;11(4):319-24.

Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dent Mater* 2001;17(6):504-11.

Loza-Herrero MA, Rueggeberg FA, Caughman WF, Schuster GS, Lefebvre CA, Gardner FM. Effect of heating delay on conversion and strength of a post-cured resin composite. *J Dent Res* 1998;77(2):426-31

Martins F, Delbem ACB, Soares HLO, Martins EOB. Microdureza de resinas em função da cor e luz halógena. *Pesqui Odontol Bras* 2002;16(3)246-50.

Masuda MS, Maluf WI, Muench A. Dureza Knoop de resinas compostas em função do tempo de irradiação, das espessuras das camadas, da idade e da profundidade. *Rev Pós-Grad FOU SP* 1999;6(1):25-30.

McCabe JF. Cure performance of light-activated composites by differential thermal analysis (DTA). *Dent Mater* 1985;1(6):231-4.

Menezes MA, Muench A. Dureza Knoop de resinas compostas em função do número relativo de radicais livres. *Rev Odontol Univ São Paulo* 1998;12(3):281-5.

Neves AD, Discacciati JAC, Oréfica RL, Jansen WC. Correlação entre o grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico em compósitos. *Pesqui Odontol Bras* 2002;16(4):349-54.

Peutzfeldt A, Asmussen E. Effect of temperature and duration of post-cure on selected mechanical properties of resin composites containing carboxylic anhydrides. *Scand J Dent Res* 1992;100(5):296-98.

Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci* 1997;105(2):97-116.

Peutzfeldt A, Asmussen E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. *J Dent* 2000;28(6):447-52.

Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater* 1999;48(5):675-81.

Powers JM, Smith LT, Eldiwany M, Ladd GD. Effects of post-curing on mechanical properties of a composite. *Am J Dent* 1993;6(5):232-4.

Reinhardt JW, Boyer DB, Stephens NH. Effects of secondary curing on indirect posterior composite resins. *Oper Dent* 1994;19(4-6):217-20.

Rosentritt M, Behr M, Leibrock A, Handel G. Veneering composites: a thermoanalytical examination. *J Mater Sci Mater Med* 1999;10(1):91-8.

Roulet JF. Benefits and disadvantages of tooth-coloured alternatives to amalgam. *J Dent* 1997;25(96):459-73.

Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light cured composite. *J Dent Res* 1988;67(6):932-7.

Ruyter IE, Svendsen SA. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. *Acta Odontol Scand* 1978;36(2):75-82.

Ruyter IE. Types of resin-based inlay materials and their properties. *Int Dent J* 1992;42(3):139-44.

Sakaguchi RL, Peters MCRB, Nelson SR, Douglas WH, Port HW. Effects of polymerization contraction in composite restorations. *J Dent* 1992 ;20(2) :178-82.

Santana IL, Rodrigues Filho LE, Geraldeli S, Atui RAFL. Estudo da resistência flexional de resinas compostas [abstract PA82]. *Rev Pós-Grad FOU SP* 2004a;11(3):289.

Santana IL, Rodrigues Filho LE, Geraldeli S, Atui RAFL. Estudo da resistência flexional de resinas compostas híbridas, microparticuladas e nanoparticuladas [abstract Pa204]. *Pesqui Odontol Bras* 2004b;17(1):136.

Santos MJMC, Souza Júnior MHS, Mondelli RFL. Novos conceitos relacionados à fotopolimerização das resinas compostas. *JBD* 2002;1(1):14-21

Santos GBD, Muench A, Rodrigues Filho LE, Monte Alto RV, Guimarães JGA, Vasconcelos AB, et al. Resistência flexural de um compósito em função do tempo de confinamento durante a TG. [abstract Pc176]. *Pesqui Odontol Bras* 2003;17(2):231.

Shin WS, Li XF, Schwartz B, Wunder SL, Baran GR. Determination of the degree of cure of dental resins using Raman and FT-Raman spectroscopy. *Dent Mater* 1993; 9(8):317-24.

Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2002;23(8):1819-29.

Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dent Mater* 2000;16(4):292-6.

Suzuki S, Nagai E, Taira Y, Minesaki Y. In vitro wear of direct composite restoratives. *J Prosthet Dent* 2002;88(4):431-6.

Tanoue N, Koishi Y, Matsumura H, Atsuta M. Comparative evaluation of secondary heat treatment and a high intensity light source for the improvement of properties of prosthetic composites. *J Oral Rehabil* 2000;27(1):288-93.

Tanoue N, Koishi Y, Matsumura H, Atsuta M. Curing depth of different shades of a photo-activated prosthetic composite material. *J Oral Rehabil* 2001;28(7):618-23.

Terry DA, Touati B. Clinical considerations for aesthetic laboratory-fabricated inlay/onlay restorations: a review. *Pract Proced Aesth Dent* 2001;13(1):51-8.

Touati B. The evolution of aesthetic restorative materials for inlays and onlays: a review. *Int Aesth Chron* 1996;8(7):657-66.

Touati B, Aidan N. Second generation laboratory composite resins for indirect restorations. *J Esthet Dent* 1997;9(3):108-18.

Turbino ML, Santos LA, Matson E. Microdureza de resina composta fotopolimerizável : a cor da matriz experimental pode alterar os resultados dos testes ? *Pesqui Odontol Bras* 2000;14(3) :232-6.

Vaidyanathan TK, Vaidyanathan J, Cherian Z. Extended creep behavior of dental composites using time-temperature superposition principle. *Dent Mater* 2003;19(1) :46-53.

Versluis A, Tantbirojn D. Theoretical considerations of contraction stress. *Compend Contin Educ Dent* 1999;20(25supp) :S24-32.

Watts DC, Amer O, Combe EC. Characteristics of visible-light-activated composite systems. *Br Dent J* 1984;156(6):209-15.

Wendt Jr SL. The effect of heat used as a secondary cure upon the physical properties of three composite resins. I. Diametral tensile strength, compressive strength, and marginal dimensional stability. *Quintessence Int* 1987a;18(4):265-71.

Wendt Jr SL. The effect of heat used as a secondary cure upon the physical properties of three composite resins. II. Wear, hardness, and color stability. *Quintessence Int* 1987b;18(5):351-6.

Wendt Jr SL. Time as a factor in the heat curing of composite resins. *Quintessence Int* 1989;20(4):259-63.

Wendt Jr. SL, Leinfelder KF. The clinical evaluation of heat-treated composite resin inlays. *J Am Dent Assoc* 1990;120(2):177-81.

Willems G, Lambrechts P, Braem M, Celis JP, Vanherle G. A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. *Dent Mater* 1992;8(5):310-19.

Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J Oral Rehabil* 2002;29(12):1165-73.