

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

NÍVEL: DOUTORADO

BIOMATERIAIS E POLÍMEROS



**CORRELAÇÃO ENTRE TEMPO DE EXPOSIÇÃO À LUZ,
INTENSIDADE DA FONTE E DISTÂNCIA ENTRE PONTEIRA E
RESINA SOBRE AS PROPRIEDADES DE COMPÓSITO
ODONTOLÓGICO NANOPARTICULADO**

CELSO AFONSO KLEIN JÚNIOR

Porto Alegre – RS

2008

Data da defesa: _____/_____/_____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. _____

Assinatura: _____

CELSO AFONSO KLEIN JÚNIOR

**CORRELAÇÃO ENTRE TEMPO DE EXPOSIÇÃO À LUZ, INTENSIDADE DA
FONTE E DISTÂNCIA ENTRE PONTEIRA E RESINA SOBRE AS
PROPRIEDADES DE COMPÓSITO ODONTOLÓGICO NANOPARTICULADO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em
Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Rio
Grande do Sul para obtenção do título de Doutor em Ciência
dos Materiais.

Linha de pesquisa: biomateriais e polímeros

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Baumhardt Neto

Porto Alegre – RS

2008

DEDICATÓRIA

À minha esposa:

Dedico grande parte deste trabalho a você, Ana Carina Motta Klein, a qual sempre entendeu todos os momentos que passei pesquisando e escrevendo este trabalho, principalmente nas sextas feiras e finais de semana, durante 5 anos consecutivos. A pesquisa não tem um início ou se quer tem um fim, pois somos nós, seres humanos que estipulamos onde e onde deve finalizar a pesquisa. E uso estas palavras para dizer que minha admiração por você nunca terá fim, pois por mais que eu te descubra, sempre existem muitas surpresas em teu coração.

Aos meus alunos:

O crescimento de uma pessoa não é possível de ser construído sozinho, mas sim com ampliação de nossa mente e a aceitação de que se deve interagir com outras áreas próximas, de forma a trabalhar sempre na mesma direção. Muitos de meus alunos sempre acreditaram nisto, e ajudaram-me das mais variadas formas. E desta forma, parte deste trabalho é dedicado a vocês.

Aos meus pais:

Agradeço por sempre estimularem que possamos estudar mais, crescer e nos movimentar sozinhos. Vejo hoje que vocês sempre lutaram por ideais que possamos conseguir, e ainda lutam por ideais que julgamos conseguir. A cada dia, a cada hora, existe uma luta que deve ser sempre vencida e que nos conduz à satisfação, tanto pessoal, familiar ou profissional. A vontade de descobrir, ver como as coisas funcionam, a paciência, a curiosidade, o carinho e a educação, eu devo a vocês dois.

Ao meu irmão:

Todas nossas “brigas” de irmãos fizeram de nós, corações apaixonados e inseparáveis. Os modelos de vida, o modo de agir, de pensar, de estudar e trabalhar sempre nos aproximou. As pescarias e as aventuras pelo Pantanal, Patagônia, Ushuaia, nos mostraram o quanto nossa vida é bela e pode ser

simples, se quisermos ser simples. E tanto para você quanto para mim a simplicidade está dentro de cada um de nós.

Aos demais amigos:

A todas as pessoas que de uma forma ou outra contribuíram para a minha formação docente, iniciada em 1998 na ULBRA de Cachoeira do Sul.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador:

O carinho e a aproximação por uma pessoa que irá conviver com o aluno, durante um período que pode perdurar alguns anos, é a chave mestra para a execução de um trabalho de base sólida. Este carinho e esta aproximação eu descobri nos primeiros dias de trabalho, com o professor Ricardo. Desde a primeira vez que conversei com ele (exatamente à primeira vez) recebi um bom dia dizendo: "diga lá, índio velho" Esta forma de quebrar aquela distância entre o professor e o futuro aluno, ainda mais de outra área, falando termos cientificamente distintos, foi tão importante, que tornou esta Tese possível. O cansaço ao final de um trabalho de quatro anos é normal acontecer, e este cansaço não deixou que surgissem desacordos ou discussões durante o período, fato este comum entre alunos e orientadores. Questionamentos sempre houve, independente dos momentos exaustivos ou não, inovando e tornando ainda mais amplo o trabalho. Vejo que esta Tese gerou, além de ganhos científicos, algo que nos dias atuais é cada vez mais difícil de existir: uma amizade sincera.

Ao professor Ricardo Prates Macedo

Nos momentos difíceis e exaustivos de um trabalho de tese, conselhos de pessoas as quais confiamos são como lanternas na escuridão: "mostram o que nossos olhos não estão conseguindo ver". Desta forma, agradeço os conselhos recebidos durante a fase inicial deste trabalho de Tese.

À coordenação do curso de Odontologia

Em todos os momentos que tive necessidade de ausentar-me em períodos de aula; em todos os momentos que tive que optar por disciplinas do Doutorado em relação às disciplinas da graduação, sempre recebi apoio por parte da coordenação do curso de Odontologia, exercida pelo professor Francisco Roberto de Avelar Bastos.

Ao Centro de Microscopia Eletrônica da UFRGS.

Agradeço a toda e equipe de técnicos e funcionários que trabalham no centro de microscopia eletrônica da UFRGS (CME), pois em todos os momentos

necessários à execução deste trabalho, estes técnicos e funcionários estiveram dispostos a colaborar e auxiliar, possibilitando desta forma a execução e continuidade deste trabalho de pesquisa.

Ao colega Carlos Gorga

Este colega de curso disponibilizou seus conhecimentos para instruir a operação na máquina de ensaios (EMIC), estando sempre disponível para solucionar possíveis problemas de operação que ocorreram durante o decorrer dos ensaios mecânicos.

Ao colega Vinícius Veronese

Pelas análises realizadas no aparelho de TGA, as quais consumiram várias horas de trabalho e impossibilitaram esta pessoa de seguir suas pesquisas nos dias em que estava cooperando com este trabalho de Tese.

À FAPERGS

Pelo apoio financeiro ao projeto (processo 05/2080.2)

Ao professor Ricardo Rego Bordalo Correa.

Pela disponibilidade em ceder o equipamento para medição dos comprimentos de onda das fontes, no laboratório de física e auxiliar no momento destas medições.

EPÍGRAFE

“Quanto mais coisas vejo no Mundo, mais claro fica para mim que, sejam ricos ou pobres, instruídos ou não, todos desejam a felicidade e evitar os sofrimentos. Constatado que, de modo geral, as pessoas cuja conduta é eticamente positiva, são mais felizes e satisfeitas do que aquelas que se descuidam da ética. Uma revolução se faz necessária, mas não uma revolução política, ou econômica, ou mesmo tecnológica. O que proponho é uma revolução espiritual. Ao pregar uma revolução espiritual, estaria eu afinal defendendo uma solução religiosa para nossos problemas? Não. Cheguei à conclusão que não importa muito se uma pessoa tem ou não uma crença religiosa. Muito mais importante é que seja uma boa pessoa. Estas declarações podem parecer estranhas, vindas de um personagem religioso. Porém, sou tibetano antes de ser Dalai Lama, e sou humano antes de ser tibetano. Portanto, como ser humano tenho uma responsabilidade muito maior para com toda família humana – uma responsabilidade que na verdade todos nós temos.”

Dalai Lama

RESUMO

Este trabalho avaliou a influência das variáveis: tempo de exposição à luz (20, 30, 40 e 60s), intensidade da fonte halógena (180 e 580 mW.cm⁻²) e distância (0, 3, 6 e 8mm) entre a fonte de luz e resina odontológica nanoparticulada (Supreme – 3MESPE) sobre as propriedades e características finais da mesma. As propriedades avaliadas foram: microdureza, resistência à compressão, resistência à compressão diametral, força de contração por polimerização, estabilidade térmica, morfologia (fractografia) e interface cavidade-material restaurador. Os resultados significativos foram os seguintes: a) o aumento do tempo e intensidade de fotoativação produz aumento da microdureza em ambas as superfícies da amostra, enquanto o aumento da distância gera uma diminuição da microdureza; b) sobre a resistência à compressão e compressão diametral: o aumento do tempo e intensidade de irradiação aumenta a resistência à compressão, enquanto o aumento da distância faz com que diminua tal resistência; c) na contração por polimerização um aumento de intensidade de irradiação provocou um aumento na contração, não tendo o tempo e a distância efeitos sobre a mesma; d) sobre a estabilidade térmica: não houve diferenças significativas entre as resinas após polimerização. Todas elas apresentam, entretanto, maior estabilidade térmica do que a resina não polimerizada. e) morfologia da superfície de fratura (fractografia): os cones de fratura ocorreram perpendicularmente à força aplicada, sendo dependentes da intensidade e distância. f) interface cavidade/resina: a intensidade é principal fator gerador de desadaptações na interface cavitária.

ABSTRACT

This work has evaluated the influence of the experimental conditions like irradiation time, source power and distance between the light source and a nanoparticle composite resin (Supreme - 3MESPE), on the properties of the polymerized resin. Such properties are: microhardness, compression strength, diametral compression strength, contraction force induced by polymerization, thermal stability, morphology (fractography) and the interface properties between restorative material and cavity. The significant and conclusive results are the following: a) the increasing time and source power causes an increasing in both sample surfaces, while an increase in irradiation distance generate a decrease in microhardness; b) about the compressions strength and diametral compression strength: increasing time and source power, the compression strength increases, while an increase in the distance between tip an sample has an opposite effect; c) in the contraction induced by polymerization an increase in the source power causes a higher contraction. Time and distance has no effect in this property; d) with respect to the thermal stability there are no significant differences between the irradiated samples, but all them are more stable that the starting resin; e) surface fracture morphology: a standard conical profile takes place under drastic irradiation conditions, mainly on source power and distance; f) resin/cavity interface: source power is the main factor to generate the failures at the interface.

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA	LEGENDA	Pg.
2.1	Ilustração da molécula do BIS-GMA.	8
2.2	Ilustração da molécula de UDMA.	8
2.3	Ação da luz sobre a canforoquinona.	11
2.4	Geração de radicais livres no processo de polimerização.	12
4.1	Matriz de aço utilizada para confecção dos CPs.	44
4.2	Aparato utilizado para fabricação dos CPs.	44
4.3	Espaçadores de aço inoxidável.	44
4.4	Fotoativação da resina utilizando os espaçadores de 3, 6 e 8mm.	45
4.5	Corpo de prova fabricado e marcação com ponta diamantada do lado irradiado.	45
4.6	Polimento dos CPs.	45
4.7	Microdurômetro utilizado.	46
4.8	Ensaio de compressão.	46
4.9	Ensaio de compressão diametral.	47
4.10	Dimensões do CP e local de incidência da força.	48
4.11	Vista frontal do CP fraturado.	48
4.12	Inserção da resina composta para o teste de contração.	49
4.13	Fotoativação da resina composta no teste de contração.	50
4.14	Placa de vidro modificada para produzir CP para análise termogravimétrica.	51
4.15	Fotoativação da resina composta no teste de análise termogravimétrica.	51
4.16	Panela para análise termogravimétrica contendo o CP de resina composta.	52
4.17	Medição da intensidade das fontes fotoativadoras.	53
4.18	Medição do comprimento de onda das fontes fotoativadoras.	53
4.19	CP fraturado (compressão diametral) e aderido ao <i>stub</i> para metalização.	54

4.20	Eletromicrografia da superfície de fratura do CP com local de incidência da luz fotoativadora.	55
4.21	Arranjo experimental para a preparação de cavidades em dente bovino.	57
4.22	Ponta diamantada utilizada para preparo das cavidades.	58
4.23	Inserção da resina composta na cavidade já preparada, observando a metodologia de intensidade, tempo e distância.	58
4.24	Fotoativação da resina composta.	58
4.25	Remoção das superfícies proximais (verticais) dos dentes.	59
4.26	Remoção da face superior (incisal) e face inferior (cervical) dos dentes, liberando o fragmento (CP) para primeira análise em MEV.	59
4.27	Desgaste frontal do CP para expor a área interna a ser analisada em MEV.	60
5.1	Ilustração gráfica dos resultados de microdureza para o primeiro fatorial.	63
5.2	Ilustração gráfica dos resultados de microdureza para o segundo fatorial.	64
5.3	Ilustração gráfica dos resultados de compressão para o primeiro fatorial.	71
5.4	Ilustração gráfica dos resultados de compressão para o segundo fatorial.	71
5.5	Ilustração gráfica dos resultados de compressão diametral para o primeiro fatorial.	78
5.6	Ilustração gráfica dos resultados de compressão diametral para o segundo fatorial.	78
5.7	Ilustração gráfica dos resultados de contração de polimerização para o primeiro fatorial.	83
5.8	Ilustração gráfica dos resultados de contração de polimerização para o segundo fatorial.	85
5.9	Termograma da resina composta não polimerizada.	88
5.10	Termograma da resina composta, observando a metodologia	89
a	de intensidade, tempo e distância para o primeiro fatorial.	a
5.17		92

5.18	Sobreposição das curvas dos termogramas para o primeiro fatorial.	95
5.19	Termograma da resina composta, observando a metodologia de intensidade, tempo e distância para o segundo fatorial.	96
5.26		a
5.27	Sobreposição das curvas dos termogramas para o segundo fatorial.	99
5.28	Ilustração gráfica de superfície polinomial.	101
5.29	Características de emissão das fontes.	104
5.30	Eletromicrografias de CP fraturado, observando o primeiro fatorial.	108
5.37		a
5.38	Eletromicrografias de CP fraturado, observando o segundo fatorial.	109
5.45		a
5.46	Eletromicrografia associando local de aplicação da luz com direção do cone de fratura.	112
5.47	Ilustração esquemática dos locais L ₁ , L ₂ e L ₃ no CP.	114
5.48	Ilustração esquemática do local de aplicação da luz fotoativadora juntamente com L ₁ , L ₂ e L ₃ .	117
5.49	Demonstração dos escores utilizados para análise da interface da restauração com o esmalte.	119
5.50	Demonstração dos escores utilizados para análise na interface da restauração com a dentina.	122
5.51	Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior, vista lateral após desgaste, vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo e direito, para o primeiro fatorial.	124
5.58		a
5.59	Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior, vista lateral após desgaste, vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo e direito, para o segundo fatorial.	131
5.66		a
		138
		139
		a
		146

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela	Legenda	Pg.
5.1	Resultados de microdureza dos CPs para o primeiro fatorial.	61
5.2	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em microdureza, para o primeiro fatorial.	62
5.3	Resultados de microdureza dos CPs para o segundo fatorial.	62
5.4	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em microdureza, para o segundo fatorial.	63
5.5	Resultados de compressão dos CPs para o primeiro fatorial.	69
5.6	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em compressão, para o primeiro fatorial.	69
5.7	Resultados de compressão dos CPs para o segundo fatorial.	70
5.8	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em compressão, para o primeiro fatorial.	70
5.9	Resultados de compressão diametral dos CPs para o primeiro fatorial.	76
5.10	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em compressão diametral, para o primeiro fatorial.	76
5.11	Resultados de compressão diametral dos CPs para o segundo fatorial.	77
5.12	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em compressão diametral, para o segundo fatorial.	77
5.13	Resultados de contração de polimerização na resina composta, no primeiro fatorial.	82
5.14	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em contração de polimerização, para o primeiro fatorial.	83
5.15	Resultados de contração de polimerização na resina composta, no segundo fatorial.	84
5.16	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em contração de polimerização, para o segundo fatorial.	84

5.17	Resultados da temperatura de máxima taxa de decomposição, no primeiro fatorial.	93
5.18	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis, em análise termogravimétrica, para o primeiro fatorial.	93
5.19	Resultados da temperatura de máxima taxa de decomposição, no segundo fatorial.	100
5.20	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis, em análise termogravimétrica, para o segundo fatorial.	100
5.21	Efeitos das condições experimentais para ambos fatoriais.	102
5.22	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis, para ambos fatoriais.	102
5.23	Resultados dos valores de intensidade de luz em função dos quatro tempos (20,30,40 e 60 segundos).	105
5.24	Variações percentuais da intensidade da fonte em função da distância.	105
5.25	Valores de L_1 , L_2 e L_3 estimados a partir das eletromicrografias do primeiro fatorial.	115
5.26	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis, para o primeiro fatorial.	116
5.27	Valores de L_1 , L_2 , e L_3 estimados a partir das eletromicrografias do segundo fatorial.	116
5.28	Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis, para o segundo fatorial.	116
5.29	Escores (0, 1 ou 2) da interface da restauração com o esmalte, para o primeiro fatorial.	122
5.30	Escores (0, 1 ou 2) da interface da restauração com o esmalte, para o segundo fatorial.	123
5.31	Escores (0 ou 1) da interface da restauração com a dentina, para o primeiro fatorial.	125
5.32	Escores (0 ou 1) da interface da restauração com a dentina, para o segundo fatorial.	125

5.33	Totalidade dos escores atribuídos às interfaces analisadas, para o primeiro fatorial.	126
5.34	Resultados dos efeitos principais das variáveis e de interação entre variáveis, para o primeiro fatorial.	126
5.35	Totalidade dos escores atribuídos às interfaces analisadas, para o segundo fatorial.	127
5.36	Resultados dos efeitos principais das variáveis e de interação entre variáveis, para o segundo fatorial.	127

LISTA DE ABREVIações, SIGLAS E SÍMBOLOS

ASTM	American Society for Testing and Materials
°C	Grau Celsius
ANSI/ADA	American National Standart Institute/ American Dental Association
Bis-EMA	Bisfenol A - metacrilato de glicidila etoxilado
Bis-GMA	Bisfenol A - metacrilato de glicidila
CP	Corpo de prova
cP	CentiPoise
CPs	Corpos de prova
DP	Desvio-Padrão
FC	Parede de fundo da cavidade
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>
HK	Knoop hardness value
HV	Vickers hardness value
K	Temperatura na escala Kelvin
KV	Kilo Volt
LC	Parede lateral da cavidade
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
$mW.cm^{-2}$	Intensidade de luz por área, miliWatt por centímetro quadrado
N	Newton
NP	Não polimerizado.
pH	Potencial hidrogenônico
TEGDMA	Dimetacrilato de trietilenoglicol
UDMA	Dimetacrilato de uretano
W	Watt

SUMÁRIO

	Pg
Resumo	I
Abstract	II
ÍNDICE DE FIGURAS	III
ÍNDICE DE TABELAS	VI
LISTA DE ABREVIACÕES, SIGLAS E SÍMBOLOS	IX
JUSTIFICATIVA	1
1 - INTRODUÇÃO	2
2 - REVISÃO DA LITERATURA	4
2.1 - Histórico, evolução, polimerização e nanotecnologia das resinas compostas	4
2.2 - Propriedades das resinas compostas	15
2.3 – Análise fractográfica de materiais	28
2.4 - Análise da interface de adaptação das resinas compostas	30
2.5 - Método do planejamento fatorial	37
3 - PROPOSIÇÃO	39
4 - PARTE EXPERIMENTAL	40
4.1 - Materiais comuns a todas as análises	40
4.2 - Materiais específicos para cada análise	40
4.2.1 – Microdureza	40
4.2.2 – Compressão	40
4.2.3 - Compressão diametral	41
4.2.4 - Forças de contração por polimerização	41
4.2.5 - Análise termogravimétrica	41
4.2.6 - Intensidade de luz e comprimento de onda	42
4.2.7 - Microscopia eletrônica de varredura	42
4.2.7.1 - Fractografia	42
4.2.7.2 - Interface da restauração com o preparo cavitário	42
4.3 - Métodos de análises	42
4.3.1 – Microdureza	42

4.3.2 – Compressão	46
4.3.3 - Compressão diametral	47
4.3.4 - Forças de contração por polimerização	48
4.3.5 - Análise termogravimétrica	50
4.3.6 - Intensidade de luz e comprimento de onda	52
4.3.7 - Microscopia eletrônica de varredura	54
4.3.7.1 - Fractografia	54
4.3.7.2 - Interface da restauração com o preparo cavitário	55
4.3.7.2.1 - Interface da restauração com o esmalte	56
4.3.7.2.2 - Interface da restauração com a dentina	57
5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO	61
5.1 – Microdureza	61
5.2 – Compressão	68
5.3 - Compressão diametral	75
5.4 - Forças de contração por polimerização	82
5.5 - Análise termogravimétrica	88
5.6 - Intensidade de luz e comprimento de onda	104
5.7. - Microscopia eletrônica de varredura	109
5.7.1 - Fractografia	109
5.7.2 - Interface da restauração com os preparos cavitários	120
5.7.2.1- Interface da restauração com o esmalte	121
5.7.2.2 - Interface da restauração com a dentina	123
6 – CONCLUSÕES	147
6.1 Microdureza	147
6.2 Compressão	148
6.3 Compressão diametral	149
6.4 Forças de contração por polimerização	150
6.5 Análise termogravimétrica	151
6.6. Microscopia eletrônica de varredura	152
6.6.1 Fractografia	152
6.6.2 Interface da restauração com os preparos cavitários	153
7 - BIBLIOGRAFIA	156
8 - APÊNDICE	164

JUSTIFICATIVA

A técnica restauradora preconizada para resinas compostas, independente do tipo de resina (microparticulada, híbrida, nanoparticulada), requer um protocolo descrito na literatura que abrange vários cuidados, tais como campo operatório isento de umidade, preparo cavitário livre de tecido cariado, limpeza da cavidade, aplicação e polimerização do sistema adesivo, inserção correta da resina composta, até a adequada fotoativação da resina, a qual é dependente da intensidade da luz incidente, tempo de luz incidente, distância da ponteira fotoativadora à resina, comprimento de onda, método de aplicação de luz. Porém, muitas técnicas restauradoras não obedecem a estes critérios de fotoativação, ou seja, os aparelhos fotoativadores são velhos e descalibrados, estando conseqüentemente com intensidade de luz alterada; as cavidades dentárias apresentam diferentes profundidades (cavidades rasas, médias, profundas e muito profundas) o que gera diferentes distâncias da ponteira à resina composta, bem como as ponteiros são de grosso calibre, não se aproximando da parede cavitária na qual se encontra a resina; o tempo de exposição de luz não é corretamente observado pelos profissionais. Estas variáveis, unidas ou separadas, prejudicam a fotoativação de uma resina composta, e conseqüentemente, podem prejudicar suas propriedades, repercutindo em falhas do material ou ocasionar alterações no próprio órgão dental. Porém, o conhecimento sobre as interações (interações de primeira, segunda e terceira ordem) entre as variáveis intensidade de luz, tempo de fotoativação e distância da ponteira à resina, poderiam compensar as perdas de propriedades quando uma ou mais destas variáveis estiverem ocorrendo de forma a prejudicar as propriedades deste material. Cabe a esta pesquisa correlacionar e demonstrar os efeitos destas variáveis sobre as propriedades finais da resina polimerizada.

1 – INTRODUÇÃO

Os recentes avanços dos materiais restauradores bem como o aumento da demanda estética pelos pacientes têm estimulado um maior uso de materiais restauradores resinosos em comparação ao amálgama de prata. Além disto, esses materiais resinosos são compatíveis com cavidades conservadoras, sem preocupações com forma de retenção cavitária, a qual é necessária para o amálgama de prata. Porém, esses materiais, classificados como polímeros odontológicos com carga, resinas compostas ou compósitos odontológicos, são mais sensíveis ao tempo e condições de utilização, sendo dependentes de uma série de fatores que interagem com a longevidade clínica do material restaurador, relatado por pesquisadores como Rueggember, Jordan, (1983), Lambrechts, Braem, Vanherle, (1987), Anusavice (1998), Craig, Powers (2004), Beun et al (2007).

O sucesso de qualquer resina composta restauradora é muito dependente de suas propriedades físicas, mecânicas e químicas, e isto se torna muito relevante por que todas as restaurações dentárias estão em constante tensão na cavidade bucal, o que foi relatado por Penn e Craig, (1987), Chung e Greener, (1990), Asmussen, (1995), Craig, (1999), Langer, Peppas (2004), Preece, Felix, Andreou (2004). Em casos de compósitos fotoativados, as propriedades mecânicas são altamente dependentes da reação de cura do polímero e esta reação por sua vez é dependente da concentração do fotoiniciador, da intensidade de luz, do tempo de luz incidente sobre a massa de resina, conforme descrito pelos pesquisadores Ruyter, Oysaed, (1982), Brosh et al, (1997), Kalliyana-Krishan, Yamuda, (1998), Espinosa-Castaneda (2005), Klein-Júnior et al, (2006), Visvanathan et al (2007), Yazici, Kugel, Gül (2007). Salientam os autores Hansen, Asmussen, (1997), Dennison, (2000), Caldeas et al, (2003), Preece, Felix, Anreou (2004), Charton, Colon, Pla (2007) que a polimerização pode também ser afetada pela distância entre a ponteira do fotopolimerizador e a restauração, ocorrendo a diminuição da intensidade de luz conforme a distância a qual se encontra a ponteira.

Considerando que diversas variáveis podem influenciar no resultado final de uma resina composta, tanto em relação às propriedades físicas como em relação à adaptação na cavidade dentária, torna-se imprescindível correlacionar algumas destas variáveis e analisar os efeitos por elas gerados, tanto efeitos de primeira ordem quanto segunda e terceira ordem, a fim de verificar se estes apresentam influência significativa na resposta. Esta técnica, denominada planejamento fatorial, possibilita a realização de experimentos para todas as combinações possíveis dos níveis selecionados, sendo o planejamento fatorial uma ferramenta estatística de otimização de produtos e processos, conforme Pereira-Filho, (2002), Moreira (2005), Eiras, Andrade (2006).

2 - REVISÃO DA LITERATURA

2.1 - Histórico, evolução, polimerização e nanotecnologia das resinas compostas

Historicamente, uma grande variedade de materiais foi e tem sido empregada em substituição total ou parcial a dentes naturais, incluindo dentes de animais, dentes humanos, conchas marinhas, marfim, ossos, hidroxiapatita, ligas de cobalto-cromo, porcelana, titânio (implantes dentários). Autores como Ring (1985), Craig e Powers (2004), wikipedia.org, (2008) ⁽¹⁻³⁾ relatam que os materiais para substituição de porções ausentes da estrutura dental evoluíram muito, mas de modo mais lento durante o século passado. Dentre os mais antigos exemplos de materiais restauradores, estão as estruturas de ouro dos fenícios, dos etruscos, gregos e romanos. Em torno de 1562, Ambroise Paré utilizou pela primeira vez o óleo de cravo da Índia (eugenol) como sendo aplicável nas operações odontológicas para aliviar as dores de dente. Nos dias de hoje, os quatro grupos de materiais possíveis incluem metais, cerâmicas, polímeros e compósitos. Apesar de recentes aperfeiçoamentos nas propriedades físicas destes materiais, nenhum deles é permanente.

Black (1979), McLean (1997) e Anusavice (1998) ⁽⁴⁻⁶⁾, descrevem que embora a prática odontológica anteceda a era cristã, comparativamente, poucos dados históricos existem na ciência dos materiais dentários. A odontologia moderna começou em 1728 quando Fauchard, o “pai da odontologia” publicou um tratado descrevendo vários tipos de restaurações dentárias. Em 1792, De Chamant patenteou um processo para confecções de dentes de porcelana; em 1826, Taeveu usou moedas de prata e cobre para criar uma limalha que era amalgamada com o mercúrio e em 1895, G.V. Black trabalhou essa fórmula e a melhorou, surgindo o amálgama de prata. Em 1935 introduziu-se a resina acrílica polimerizada como material para confecção de dentes artificiais. Aperfeiçoamentos surgem nas áreas de polímeros, e no final dos anos 40 e início dos anos 50, foram lançadas no mercado as resinas acrílicas (sem carga) para restaurações dentárias.

Descrevem ainda Craig (1999), Craig e Powers (2004), Langer e Peppas (2004) ^(2, 7, 8) que no início do século XX, vários refinamentos melhoraram a qualidade de diversos materiais e os procedimentos utilizados na odontologia restauradora. Testes físicos e mecânicos e os fundamentos da engenharia mecânica foram aplicados aos desenhos estruturais de materiais restauradores. Destes estudos de comportamento físico, mecânico e químico, foram observadas algumas falhas estruturais dos materiais. Quando as falhas eram detectadas, o processo de melhoramento começou com o estudo de métodos de combinação química ou de melhora física. Antes de 1900, relativamente poucas pessoas se especializavam no progresso de materiais dentários ou eram capazes de verificar as falhas dos materiais disponíveis. Atualmente, vários pesquisadores trabalham em conjunto, nas áreas de física, engenharia, química e odontologia, procurando produzir materiais biocompatíveis e que tenham durabilidade muito longa.

O termo resina foi inicialmente aplicado a exsudações de plantas, que se apresentam sob a forma de gotas sólidas ou como líquidos muito viscosos, de cor amarelada, transparentes, encontradas no tronco de árvores como o pinheiro, o cajueiro, a mangueira, etc., conforme Mano (1991), Mano e Mendes (1999).^(9, 10) Complementam que por assimilação, esse termo é também empregado para designar polímeros sintéticos que, quando aquecidos, amolecem e apresentam o mesmo tipo de comportamento. Os polímeros são macromoléculas que apresentam grupos (meros) que se dispõem repetitivamente ao longo da estrutura, e isto os difere de outras macromoléculas como proteínas, as quais não apresentam esta característica de repetição. São caracterizados por seu elevado peso molecular (massa molar). A reação química que conduz à formação de polímeros é a polimerização.

Reações de polimerização são uma das descobertas mais importantes na química. Esta importância poderia, segundo alguns cientistas, ser descrita e resumida em uma frase, proferida pelo Presidente da Royal Society of London, Alexander Todd, em 1980 *“I am inclined to think that the development of polymerization is perhaps the biggest thing chemistry has done, where it has had the biggest effect on everyday life. The world would be a totally different place without artificial fibers, plastics, elastomers, etc. Even in the field of electronics,*

what would you do without insulation? And there you come back to polymers again” ⁽¹¹⁾.

Muitos sistemas de resina usados na odontologia são baseados nos metacrilatos. Devlin e Watts (1984), Lambrechts, Braem e Vanherle (1987) ^(12,13) citam que os metacrilatos representam um grupo principal de polímeros capazes de ter propriedades essenciais e características necessárias para o uso na cavidade bucal. Essas características de desempenho estão relacionadas com suas características biológicas, físicas, estéticas e de manipulação. A resina odontológica necessita de alguns requisitos como ser insípida, inodora, não-tóxica e não-irritante aos tecidos bucais; possuir adequada resistência à compressão ou às forças mastigatórias, resistência à forças de impacto e desgaste excessivo que pode ocorrer na cavidade bucal. O material deve exibir uma translucidez suficiente para que possa se igualar à aparência dos tecidos orais que irá substituir. A resina composta odontológica também não deve produzir gases ou pó tóxico durante a manipulação, bem como manter-se no interior da cavidade após a sua polimerização.

McLean e Kramer (1952), Craig e Powers (2004), Oréfice, Pereira e Mansur (2006) ^(2, 14, 15) descrevem que de todos os materiais restauradores considerados estéticos diretos, os silicatos foram os primeiros a serem desenvolvidos para dentes anteriores, seguidos das resinas epóxi, resinas acrílicas, e depois pelas resinas compostas. Os silicatos foram introduzidos em 1871 e eram preparados do pó de vidro, silicato de alumina e ácido fosfórico (solução). Embora os silicatos fornecessem uma característica anticariogênica, foram notadas falhas clínicas precoces devido a sua dissolução nos fluidos orais, perda de translucidez, rachadura de superfície e falta de propriedades mecânicas adequadas, conseqüentemente levando ao seu término nos anos 60. As resinas epóxi, além da cor indesejável e alta tendência à descoloração, possuíam baixa velocidade de polimerização, dificultando seu uso como material restaurador direto. Já as resinas acrílicas restauradoras eram desprovidas de carga, o que gerava falhas clínicas relacionadas com sua instabilidade dimensional, resultando em manchas visíveis na interface dente/resina e pigmentações em toda a superfície do corpo da resina. Da mesma forma, estas resinas possuíam

deficientes propriedades mecânicas, não suportando cargas compressivas e forças de cisalhamento, não sendo possível utilizá-las em áreas de esforço mastigatório. Além disso, possuíam alta contração de polimerização e alto coeficiente de expansão térmica, o que levou a uma tentativa de adição de cargas ao material, a fim de reduzir o volume dos componentes resinosos.

Um avanço maior ocorreu quando Bowen (1963) ⁽¹⁶⁾ desenvolveu um novo tipo de material composto e empregou um silano para revestir as partículas de carga, para que estas tivessem adesão química à resina. As pesquisas iniciaram devido às deficiências apresentadas pelas resinas acrílicas e cimentos de silicato existentes na época. O autor utilizou bis(4-hidroxifenil) dimetilmetano (Figura 2.1) e metacrilato de glicidila. A reação de adição entre o bisfenol e o metacrilato de glicidila foi catalisada com 0,5% de p-dimetiltoluidina a 60°C por 13 horas. O produto da reação foi lavado com 5% de hidróxido de sódio, seco em vácuo e reduzida sua viscosidade pela adição de 10% de metacrilato de metila e 10% de dimetacrilato de tetraetilenoglicol. A solução foi estabilizada com 0,01% de hidroquinona. As partículas de carga foram tratadas com 1% de solução aquosa de tris(2-metoxietoxi) vinilsilano e hidróxido de sódio foi acrescido para gerar um pH de 9.3 a 9.8. Junto a isto, o emprego do novo polímero resultou em uma grande extensão de ligações cruzadas e uma revolução nos materiais dentários. O autor realizou testes físicos e mecânicos com o novo polímero, comparando-o com os materiais da época, e obteve contração volumétrica na ordem de 27% para Bis-GMA + silano, enquanto a do silicato foi de 3,3% e das resinas sem silano 6,2%; resistência à compressão de 1600Kg/cm² para Bis-GMA + silano e silicato e de 750Kg/cm² para resina sem silano; resistência à tração de 280Kg/cm² para Bis-GMA + silano e resina sem silano e de 4949Kg/cm² para o silicato, resina sem silano (280Kg/cm²).

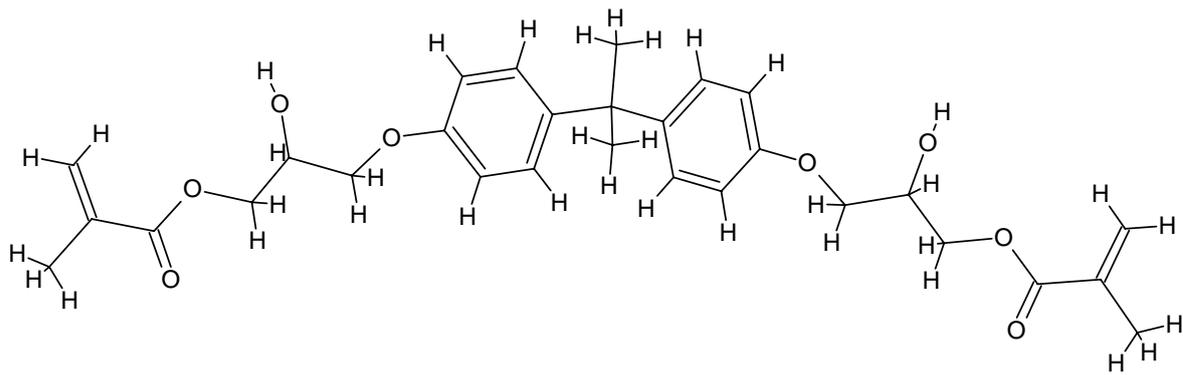


Figura. 2.1: Ilustração de uma molécula de Bis-GMA.

As resinas compostas odontológicas empregam monômeros como o BIS-GMA, o UDMA e o TEGDMA, conforme Craig (1981) ⁽¹⁷⁾. A massa molar do BIS-GMA faz com que a resina seja altamente viscosa, principalmente à temperatura ambiente. A utilização de um diluente é essencial para produzir uma consistência de pasta que possa ser empregada clinicamente. A redução na viscosidade é significativa quando TEGDMA é adicionado ao BIS-GMA. Uma mistura de 75% do peso de BIS-GMA e 25% de peso de TEGDMA tem uma viscosidade de 4.300 cP, enquanto a viscosidade de uma mistura de 50/50 é de 200 cP. O monômero de dimetacrilato permite que uma grande extensão de ligações cruzadas ocorram na reação entre as cadeias. Mas de outra forma, a adição do diluente aumenta a contração de polimerização, limitando a adição de dimetacrilatos de baixo peso molecular.

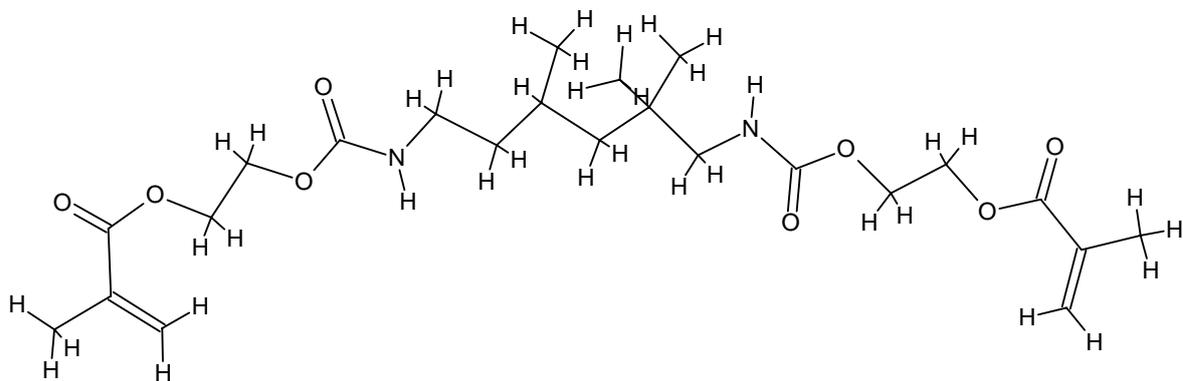


Figura 2.2: Ilustração de uma molécula de UDMA

A incorporação de carga à matriz de resina melhora consideravelmente as propriedades desta matriz, quando estiverem bem unidas à matriz. Caso contrário, as cargas podem enfraquecer o material. Devido à menor quantidade de matriz presente em um compósito, a contração de polimerização é reduzida, quando comparada à resina sem carga. Partículas de carga normalmente constituem 30 a 70% em volume ou 50% a 85% em peso em um compósito. Embora a contração varie de um produto para o outro, ela está na ordem de 3% em volume. A absorção de água e o coeficiente de expansão térmica também são menores quando comparados às resinas sem carga, bem como as propriedades mecânicas são melhoradas tanto quanto a resistência à abrasão. As partículas de carga são produzidas a partir da moagem do quartzo ou sílica ou ainda precipitação da sílica. O tamanho médio das partículas de carga pode variar desde 0,1 μ m até 0,04 μ m, e fornece a classificação das resinas, como sendo macropartículas, micropartículas ou híbridas, conforme Lutz, Phillips, (1983), Asmussen, (1985), Craig e Powers, (2004).^(2, 18, 19).

Asmussen (1985), Anusavice (1998), Craig e Powers (2004)^(2, 5, 20) relatam que os monômeros de metacrilato de metila e de dimetacrilato de dimetila polimerizam por uma reação de adição, iniciada por radicais livres. Um dos requisitos de um composto que se polimeriza por adição é a presença de um grupo insaturado, ou seja, uma ligação dupla. Um radical livre é uma molécula com um elétron livre (não emparelhado). Quando o radical livre aproxima-se da molécula de monômero, um dos elétrons π da ligação dupla do monômero reage com o radical e se forma uma ligação σ entre o radical e a molécula do monômero, deixando o outro elétron π da ligação dupla como um novo radical livre. Desta forma, o radical livre original se liga à molécula do monômero. O elétron remanescente do orbital molecular π atua como novo radical livre. Este processo em cadeia se repete inúmeras vezes, agregando novas moléculas de monômero à cadeia em crescimento, em poucos segundos. Substâncias capazes de gerarem radicais livres são potentes iniciadores para a polimerização de resinas compostas. O iniciador mais comumente empregado é a canforoquinona, a qual gera radicais livres pela excitação com a luz no comprimento de onda de 468nm (espectro da luz azul).

As propriedades de uma resina composta são dependentes diretamente do grau de conversão do monômero, sendo que este é medido pelo percentual de ligações duplas de carbono consumidas. A conversão de monômero em polímero é dependente de uma série de fatores, tais como o tipo e cor da resina, (transmissão de luz através do material), a quantidade de iniciador, intensidade da fonte luminosa, distância da fonte à resina, forma de ativação da resina, tempo de ativação, quantidade de inibidor presente na resina, etc. O grau de conversão pode variar muito entre as resinas, mas gira em torno de 50 a 70% na temperatura ambiente. Isto influencia as propriedades mecânicas, como microdureza, contração de polimerização, viscosidade, adesão, resistência à compressão, tensões internas do material, fatos estes relatados por Rueggemberg e Jordan (1993), Soh et al (2004), Knobloch et al (2004) ^(21, 22, 23).

A fotoquímica de polímeros é uma das áreas que mais tem se desenvolvido em nível industrial, devido não só ao grande número de novas aplicações como também do ponto de vista econômico, técnico e ecológico, conforme Rodrigues e Neumann (2003) ⁽²⁴⁾. O setor de fotopolimerização/fotocura tem recebido atenção especial devido a inúmeras e importantes aplicações na área de materiais como, por exemplo, odontologia (resinas compostas restauradoras) óptica (lentes de contato), artes gráficas (tintas, vernizes e adesivos), eletricidade e eletrônica (circuitos impressos). Do ponto de vista formal e considerando o mecanismo intrínseco da formação do polímero, a luz interage na etapa de iniciação da polimerização ou entrecruzamento, sendo portanto, a etapa de fotoiniciação o ponto central de interesse fotoquímico. Nas reações de fotopolimerização por cadeias, a etapa de iniciação é uma reação fotoquímica que conduz à formação de uma espécie reativa. O sistema fotoiniciador mais simples é aquele no qual algum composto do sistema sofre excitação eletrônica por absorção de luz e em seguida decompõe-se em espécies ativas. Este é o caso dos chamados fotoiniciadores por fragmentação. Em outros sistemas o composto excitado eletronicamente (fotoiniciador) interage com um segundo composto (co-iniciador) (Figuras 2.3 e 2.4) por transferência de energia ou reações redox para formar as espécies ativas. O fotoiniciador também pode ser excitado por transferência de

energia de outra molécula, denominada fotossensibilizador, que é a que absorve luz e ativa o sistema iniciador, permanecendo inalterada até o final do processo.

Em função da natureza da espécie propagante, pode-se estabelecer uma classificação dos tipos de polimerização em cadeia: polimerização radicalar, polimerização catiônica, polimerização aniônica, e polimerização por coordenação. Relatam Rodrigues e Neumann (2003), Craig e Powers (2004) ^(2, 24) que em termos gerais, polimerizações por crescimento em cadeia caracterizam-se por serem processos rápidos. No decorrer da polimerização há sempre uma mistura de polímero e monômero. Na heteropolimerização existem, geralmente, quatro processos cinéticos: iniciação: produção de radicais livres após absorção de luz, seguida de adição a uma primeira molécula de monômero para produzir as espécies iniciadoras da cadeia, (radical iniciador ou radical primário), ou seja, é o primeiro momento do processo; propagação: crescimento da cadeia por adições sucessivas de moléculas do monômero, que é consumido rapidamente; terminação: no qual ocorre interação entre espécies ativas combinando-se ou desproporcionando-se; transferência de cadeias: apesar da terminação de uma cadeia poder resultar de uma transferência de cadeia, o estado ativado é transferido de um radical ativado para uma molécula inativa, e um novo núcleo para um futuro crescimento pode ser criado.

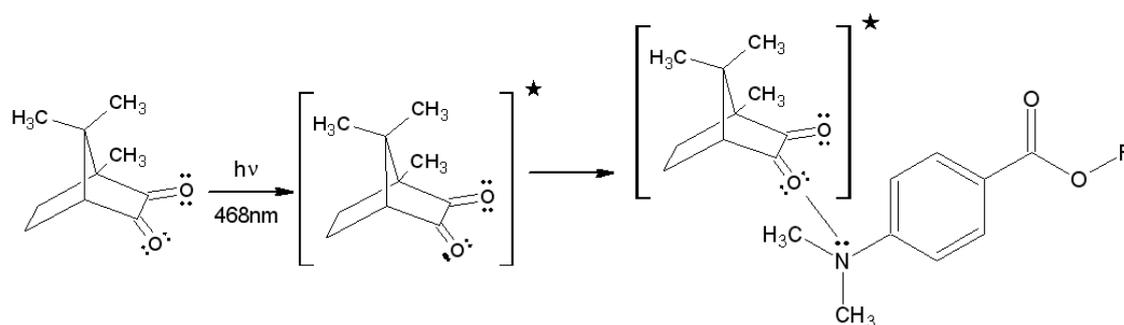


Figura 2.3: ação da luz sobre a molécula da canforoquinona, produzindo o estado excitado e complexação com amina terciária (exciplexo)

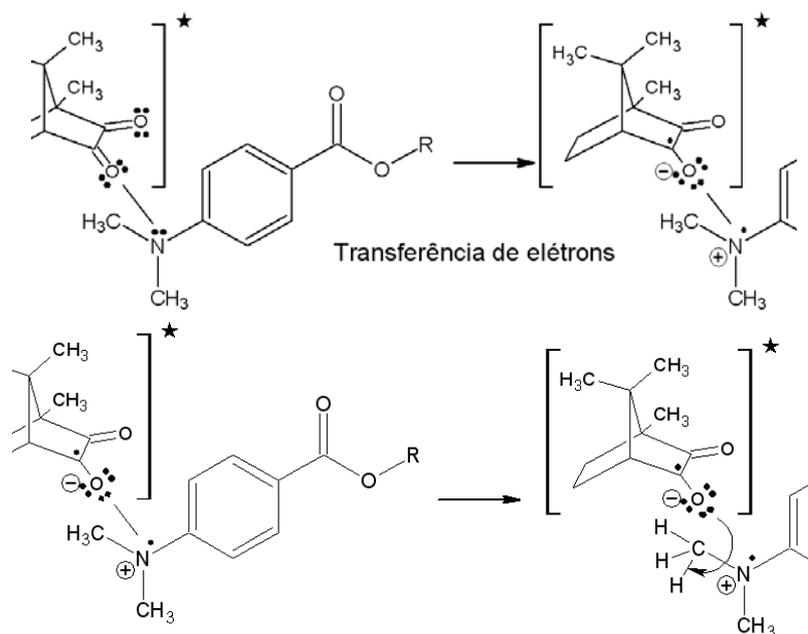


Figura 2.4: Ilustração destacando a parte do exciplexo onde ocorre a geração de radicais livres após a fotoativação

A nanotecnologia, por sua vez, citada primeiramente por Richard Feynman, no século XX, está mudando o modo de pensar e de produzir materiais de engenharia. Em 1959, em uma palestra no Instituto de Tecnologia da Califórnia, Feynman sugeriu que, em um futuro não muito distante, os engenheiros poderiam pegar átomos e colocá-los onde bem entendessem, desde que, é claro, não fossem violadas as leis da natureza. Com isso, materiais com propriedades inteiramente novas poderiam ser criados. Esta palestra, intitulada "Há muito espaço lá embaixo" é, hoje, tomada como o ponto inicial da nanotecnologia. A idéia de Feynman é que não precisamos aceitar os materiais com que a natureza nos provê como os únicos possíveis no universo. O princípio básico da nanotecnologia é a construção de estruturas na escala nanométrica, ou seja, 10^{-9} . Atualmente, a nanotecnologia está associada à diversas áreas, como medicina, odontologia, eletrônica, computação, física, química, biomateriais e engenharia de materiais. Lacava, Moraes e Silva, (2008) ⁽²⁵⁾.

O grande objetivo das pesquisas em nanotecnologia, seguindo a proposta de Feynman, é o de criar novos materiais e desenvolver novos produtos e processos baseado na crescente capacidade da tecnologia moderna de ver e manipular átomos e moléculas, conforme Silva (2002) ⁽²⁶⁾. A nanotecnologia é um conjunto de técnicas, baseadas na física, química, na biologia, na ciência e engenharia de materiais, na computação, na área médica que visam estender a capacidade humana de manipular a matéria até os limites do átomo. As aplicações possíveis incluem: aumentar espetacularmente a capacidade de armazenamento e processamento de dados dos computadores; criar novos mecanismos para absorção de medicamentos; criar materiais mais leves e mais resistentes do que metais e plásticos, para prédios, automóveis, aviões; e muito mais inovações em desenvolvimento ou que ainda não foram sequer imaginadas. Economia de energia, proteção ao meio ambiente, menor uso de matérias primas escassas, são possibilidades muito concretas dos desenvolvimentos em nanotecnologia que estão ocorrendo hoje e podem ser antevistos.

O restaurador universal Supreme é um nanocompósito restaurador fotopolimerizável direto, desenvolvido para dentes anteriores e posteriores, conforme 3M-ESPE (2008) ⁽²⁷⁾. O sistema de resina contém BIS-GMA, BIS-EMA, UDMA e TEGDMA. A carga contém uma combinação de nanopartículas de sílica não-aglomerada/não-agregada de 20nm e nanoaglomerados de zircônia/sílica, consistindo em partículas primárias com cargas de tamanho entre 5-20nm. O tamanho da partícula aglomerada varia entre 0,6 e 1,4 μm , sendo a quantidade total de carga 78,5% em peso. A combinação de partículas nanométricas para as formulações de nanoaglomerados reduz o espaço intersticial das partículas de carga. Isto aumenta a porcentagem de carga e melhora as propriedades físicas e de retenção do polimento, em comparação com compósitos que contém apenas nanoaglomerados ou partículas de tamanho micro.

Craig e Powers (2004), Pompeu e Oliveira (2007) ^(2, 28) relatam que a maioria dos aparelhos de fotopolimerização, utilizados em odontologia, é uma fonte de luz de quartzo-tungstênio-halogênio (QTH). Em meados dos anos 90, foram introduzidas luzes de arco de plasma (PAC), de altíssima intensidade. Em

2000, tornou-se disponível a luz proveniente de diodos emissores de luz (LEDs). Desta forma, as unidades de fotoativação disponíveis no mercado atualmente classificam-se conforme a emissão de luz, em lâmpadas halógenas, arco de plasma, emissores de luz de diodo (LED) e laser de argônio. Os aparelhos de lâmpadas halógenas são denominados de convencionais e são os mais utilizados no meio odontológico. Estes são suscetíveis à perda de rendimento (perda de intensidade) com a variação da voltagem da corrente elétrica, geração de calor, degradação do bulbo, do filtro e tempo de utilização. Nestes aparelhos, as lâmpadas somente são substituídas quando queimam, evidenciando que muitas operam em condições mínimas.

Os aparelhos fotoativadores atuais mais trabalhados (QTH) utilizam as lâmpadas halógenas como meio de emissão de fótons. Estas são lâmpadas incandescentes às quais se adiciona internamente ao bulbo elementos halógenos como o iodo ou bromo. É realizado no interior do bulbo o chamado "ciclo do iodo" ou o "ciclo do bromo". O tungstênio quando é evaporado combina-se (em temperaturas abaixo de 1400° C) com o halogênio que está adicionado ao gás presente no bulbo. O composto formado (iodeto de tungstênio), fica circulando dentro do bulbo, devido às correntes de convecção aí presentes, até se aproximar novamente do filamento. A alta temperatura presente decompõe o iodeto, e parte do tungstênio se deposita novamente no filamento regenerando-o. O halogênio liberado começa o ciclo. Tem-se assim, uma reação cíclica que reconduz o tungstênio evaporado para o filamento. Com isso, o filamento pode trabalhar em temperaturas mais elevadas (aproximadamente 3200 a 3400K), obtendo-se maior eficiência luminosa, fluxo luminoso de maior temperatura de cor, ausência de depreciação do fluxo luminoso por enegrecimento do bulbo e dimensões reduzidas_Wikipedia (2008) ⁽²⁹⁾.

Os autores Fan et al, (1987), Farah e Powers, (1999) ^(30, 31) descrevem que nos aparelhos fotopolimerizadores de quartzo-tungstênio-halogênio (QTH) o pico de comprimento de onda varia entre as unidades em aproximadamente 450 a 490nm. Tipicamente a intensidade (densidade de potência) varia de 400 a 800mW/cm², considerando aparelhos atuais ou calibrados, ideais a polimerização da resina composta. Alguns aparelhos fornecem energia em duas ou três

diferentes intensidades (polimerização passo-a-passo) ou numa intensidade continuamente crescente (polimerização em rampa ou *soft-start*). Uma resina composta típica requer densidade de energia de $16\text{J}/\text{cm}^2$ ($400\text{mW}/\text{cm}^2 \times 40$ segundos = $16.000\text{mW}/\text{cm}^2$) para polimerização. Em geral, o rendimento de várias lâmpadas diminui com o uso contínuo, e sua intensidade não é uniforme para todas as áreas da ponta de luz, sendo maior no centro. Além disto, a intensidade do aparelho diminui com a distância da fonte de luz, quase que linearmente ao logaritmo da intensidade dividida pela distância.

Os aparelhos que utilizam luzes de arco de plasma (PAC) são aparelhos considerados sempre de alta intensidade. A luz é obtida do gás conduzido eletricamente (plasma) que se forma entre 2 eletrodos de tungstênio sob pressão. A emissão é filtrada para minimizar a transmissão de energias infravermelha e ultravioleta. A energia transmitida está na faixa visível entre 380 e 500nm, com pico de rendimento próximo a 480nm. Tipicamente, uma exposição de 10 segundos de uma luz PAC é equivalente a 40 segundos de uma luz QTH. Já os aparelhos de diodos emissores de luz (LEDs) são aparelhos que emitem luz diferentemente dos demais. O estado sólido dos diodos utiliza a junção de semicondutores absorvedores (junção p-n) à base de nitrito de gálio para emitir luz azul. A emissão espectral do LED se enquadra entre 450 e 490nm. Os aparelhos LED não requerem filtro, possuem longa durabilidade e não emitem calor significativo, conforme os autores Stahl et al (2000), Uhl et al (2003) ^(32, 33).

2.2 - Propriedades das resinas compostas

A tensão diametral é uma propriedade descrita pela ANSI/ADA (2005) ⁽³⁵⁾, especificação número 27 para caracterizar resinas compostas restauradoras. Os autores Penn e Craig, (1987) ⁽³⁴⁾ ressaltam que materiais que exibam uma considerável deformação plástica não estão indicados a serem testados por este método, pois durante sua deformação, geram-se valores errados de tensão diametral. Com esta preocupação, foram analisadas quatro resinas compostas das quais foram confeccionados corpos de prova, (3mm de espessura e 6mm de diâmetro), sendo fotoativados todos conforme tempo indicado pelo fabricante. Os CPs foram estocados por tempo de 24 horas em temperatura de 37°C, secos com

papel filtro e posicionados na máquina universal de ensaio com variações de velocidade de deslocamento da plataforma de 0,005; 0,05; 0,5 e 5cm/minuto. Os autores refizeram uma curva de regressão linear da velocidade de deslocamento com os valores de tensão diametral, que variou desde uma média para as quatro resinas de 39,45MPa com 0,005cm/minuto de deslocamento até 41,6MPa com 5cm/minuto de deslocamento, concluindo que os materiais são suficientemente frágeis, a fim de mostrar que a tensão diametral é um teste válido para avaliar a resistência de um compósito dentário.

Foi pesquisada por Chung e Greener (1990) ⁽³⁶⁾ a correlação entre o grau de conversão, quantidade de partículas inorgânicas com propriedades mecânicas (compressão, compressão diametral e microdureza Knoop) de sete resinas compostas fotoativadas. O grau de conversão foi calculado pela taxa de absorvância da ligação alifática C=C. A quantidade de partículas inorgânicas foi determinada pela análise termogravimétrica, comparando as diferenças de peso na queima a 700°C. Para as análises mecânicas de compressão, compressão diametral e microdureza os autores confeccionaram cilindros de resina composta com 6,5mm de espessura e 3mm de diâmetro e fotopolimerizaram os CPs em somente um dos lados, por tempo de 60 segundos. Todos os CPs foram estocados em água destilada a 37°C em ambiente escuro por 24 horas. Os resultados de compressão diametral foram em torno de 39,8 até 60,6MPa, mostrando uma significativa correlação entre o conteúdo de partículas inorgânicas (66,4 até 85,2%), a resistência à compressão diametral e a microdureza, mas não havendo esta correlação da compressão diametral com o grau de conversão (43,5 até 73,8%), concluindo os autores que a concentração de partículas inorgânicas, e não somente o grau de conversão, pode ser um fator indicativo das propriedades mecânicas de resinas compostas.

Os pesquisadores Nomoto, Uchida e Hirasawa, (1994) ⁽³⁷⁾ correlacionaram distância, intensidade de luz, profundidade de cura, grau de conversão. Foram utilizadas três resinas compostas e um aparelho de fotoativação com ponteira de 4mm de diâmetro. A intensidade de luz foi medida verificando que o aparelho apresenta mínima variação de luz. Para analisar profundidade de cura, os autores confeccionaram corpos de prova de 4mm de diâmetro e 8mm de profundidade.

Os tempos de fotoativação foram 10, 20, 40 ou 80 segundos, a intensidade de 18.000lx foi obtida quando a ponteira tocava a resina, sendo esta afastada até redução da intensidade em 1/2, 1/4 e 1/8. Após fotoativada, a resina foi estocada em ambiente escuro em temperatura de 23°C por 180 segundos, em seguida removida a resina que não estava polimerizada, sendo medido com micrômetro o restante da resina polimerizada. Os autores verificaram que diferentes intensidades de luz podem ser obtidas variando a distância entre a ponteira e a superfície da resina, sendo a intensidade inversamente proporcional ao quadrado da distância. Quando se trabalha com o máximo de intensidade e o maior tempo de exposição, é mantida constante a profundidade de cura, independente da resina, bem como o grau de conversão.

Em estudo laboratorial para determinar o efeito da pressão de compactação na resina e do tempo de irradiação durante a cura, sobre as propriedades mecânicas microdureza e compressão diametral, os autores Brosh *et al* (1997) ⁽³⁸⁾ prepararam quinze CPs para cada variável, sendo tempos de 20, 40, 60 e 180 segundos e pressões de 0; 0,35; 0,87 e 1,73MPa. Os CPs foram fabricados com 6mm diâmetro e 2mm de espessura e fotopolimerizados com aparelho de 400mW/cm² apenas em um dos lados. Os autores mantiveram estocados os espécimes em água e em ambiente escuro por 7 dias. O teste foi realizado com uma máquina de testes universal (0,5mm/minuto). Os autores obtiveram como resultados que somente a pressão de compactação afetou os resultados de compressão diametral, sendo que a pressão de 0,87MPa aplicada durante a fotoativação foi a que produziu os melhores resultados, e que o aumento do tempo de fotopolimerização não apresentou diferença significativa positiva na compressão diametral (50,3MPa com 20 segundos; 52,2MPa com 40 segundos; 55,7MPa com 60 segundos; 53,0MPa com 180 segundos), mas houve tendência positiva com tempo de 60 segundos quando comparado aos outros tempos (20, 40 e 180 segundos). A microdureza apresentou ganhos com o aumento do tempo e da pressão de compactação, sendo significativo para tempos de 60 segundos e pressão de 0,87MPa.

Os pesquisadores Hansen e Assmussen (1997) ⁽³⁹⁾ realizaram um estudo no qual analisaram a distância entre o fundo da cavidade de dentes restaurados

com amálgama (por meio de radiografia interproximal) e a superfície oclusal do dente. Foram analisadas 1146 cavidades restauradas, e verificaram que a distância do fundo de uma cavidade até a superfície pode variar de 3 a 8mm. A distância significativamente que mais ocorreu foi de 4 a 5mm em pré-molares inferiores, 5 a 6mm em pré-molares superiores e 5 a 7mm em molares superiores e inferiores. Na segunda parte do estudo os autores prepararam cavidades (4mm diâmetro e 7 a 10mm de profundidade) em dentes extraídos sem cárie, e inseriram uma resina composta híbrida em um único incremento com irradiação de 40 segundos. A distância da ponteira do aparelho fotoativador à superfície da resina foi de 0, 6 ou 12mm. Os dentes foram estocados por 7 dias e a microdureza foi analisada a 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0mm abaixo da superfície. Os resultados mostraram que a microdureza diminuiu moderadamente em uma escala linear comparada com o aumento da distância da ponteira e o aprofundamento da cavidade.

A resistência à compressão é importante para muitos materiais restauradores, pois essa propriedade é especial no processo de mastigação, sendo que várias forças de mastigação são compressivas. Salientam ainda os autores Anusavice (1998), e Craig e Powers (2004) e normas regulamentadoras ISO (2000) ^(2, 5, 40), que a resistência à compressão é uma propriedade útil para comparação do amálgama de prata, da resina composta e dos cimentos dentários. As resinas compostas, em média, possuem uma resistência de até 280MPa, mas existe muita variação nestes valores, dependentes de diversos itens, desde o tipo de resina até a forma na qual a mesma é polimerizada. A resistência máxima à compressão é calculada através da área da seção transversal original do corpo de prova e da força máxima aplicada sobre o mesmo. Esta propriedade pode ser muito útil como complemento associado a outros testes mecânicos, como compressão diametral e microdureza.

Os autores Harris, Jacobsen e O'Doherty (1999) ⁽⁴¹⁾ investigaram propriedades mecânicas (módulo de elasticidade) de uma resina composta utilizando duas variáveis de análise: a intensidade de aparelhos fotoativadores e a temperatura dos testes mecânicos. Os aparelhos utilizados trabalharam com três intensidades: baixa (180mW/cm²), média (350mW/cm²) e alta (700mW/cm²). As

temperaturas utilizadas para os testes foram de 37°C e 60°C. Os pesquisadores verificaram que as propriedades mecânicas foram muito inferiores quando se trabalhou com baixas intensidades, independente da temperatura de análise. As intensidades média e alta apresentaram valores diferentes conforme a variação de temperatura, mas sempre maiores que a baixa intensidade. Um fator interessante que os autores destacam é que os resultados mecânicos foram superiores quando as análises foram realizadas com temperaturas menores (37°C). Os mesmos pesquisadores discutem que a intensidade de 700mW/cm² agiu como um fator de pós-cura, quando comparada à intensidade de 350mW/cm², ressaltando que a intensidade de 350mW/cm² é o suficiente para produzir qualidades mecânicas nas resinas compostas.

Os pesquisadores Correr, Sobrinho et al (2000) ⁽⁴³⁾ em seu trabalho avaliaram o efeito da distância da ponteira fotoativadora sobre a cura de duas resinas compostas, Z100 e Silux Plus, utilizando como método de verificação de cura a análise de microdureza Knoop. Os pesquisadores produziram CPs de 5mm de diâmetro por 2,5mm de espessura, utilizando 40 segundos de fotoativação com intensidade de 750mW/cm², em três diferentes distâncias da ponteira: 0, 6mm e 12mm. Os corpos de prova foram estocados por período de 24 horas em temperatura de 37°C, em ambiente escuro. As medidas de microdureza foram realizadas em quatro CPs para cada variável analisada e foi constatado, após análise estatística, que a microdureza Knoop foi reduzida conforme o aumento da distância da ponteira fotoativadora (66 HK em 0mm, 59 HK em 6mm, 48 HK em 12mm (resina Z100); 31 HK em 0mm, 31 HK para 6mm, 28 HK para 12mm (resina Silux)).

Os autores Santos et al (2000) ⁽⁴⁴⁾ avaliaram a eficácia de três aparelhos fotopolimerizadores (dois de alta intensidade de luz e um aparelho de baixa intensidade de luz), com tempos de exposição de luz diferentes (20 e 40 segundos) em espécimes de resina composta de espessuras diferentes (1, 2, 3 e 4mm), por meio de teste de microdureza Knoop. Os autores utilizaram um microdurômetro (Knoop) (50 gramas de carga, 45 segundos e três medidas por espécime). Os autores obtiveram como resultados de microdureza da interação

tempo x aparelho 54,64Kgf e 64,59Kgf para os dois aparelhos de alta intensidade em tempo de 20 segundos; 51,76 e 67,82Kgf para os dois aparelhos de alta intensidade em tempo de 40 segundos; 5,93Kgf para o aparelho de baixa intensidade em tempo de 20 segundos e 25,33Kgf em tempo de 40 segundos. Concluíram que com o tempo de exposição de 40 segundos de luz, a microdureza foi maior quando comparada ao tempo de 20 segundos, para os três aparelhos; os aparelhos de alta intensidade de luz promoveram maiores valores de microdureza na resina quando comparada ao aparelho de baixa intensidade de luz e sempre foram encontrados valores de microdureza maiores para as menores espessuras de resina, porém em tempos de 40 segundos de luz, as espessuras de 2mm e 1mm não apresentaram diferenças significativas.

O pesquisador B. Luiz (2002) ⁽⁴⁵⁾ avaliou a microdureza Vickers e a degradação da resina composta não polimerizada e polimerizada em diferentes tempos de luz, diferentes intensidade da fonte e aplicando fonte externa de calor como meio de qualificar a polimerização. O mesmo verificou que a degradação da resina ocorre em duas faixas distintas de temperatura, de 180°C a 360°C e de 360°C a 700°C com 10 e 13% de perda de massa do material, respectivamente. O resíduo, que corresponde à fase inorgânica foi de 77%. Em temperaturas abaixo de 180°C, a resina apresentou estabilidade térmica, sem o surgimento de reações de decomposição com perda de massa. As resinas compostas fotopolimerizadas com tempos maiores e que receberam a ação complementar do calor, apresentaram comportamento semelhante, mostrando perda de massa na faixa de 180°C a 700°C. na mesma proporção. A microdureza Vickers dos corpos de prova foi diretamente proporcional ao tempo de cura e à intensidade da fonte de luz.

O estudo de Caldas et al (2003) ⁽⁴⁶⁾ avaliou a cura da resina composta Z250 através da microdureza Knoop, utilizando três diferentes aparelhos fotoativadores: luz halógena convencional; luz halógena *soft-star* e arco de plasma. Os pesquisadores produziram CPs de resina composta e fotoativaram em três diferentes distâncias da ponteira fotoativadora: 0, 6 e 12mm. Os pesquisadores realizaram 18 medidas de microdureza para cada corpo de prova,

utilizando um microdurômetro com ponteira Knoop. Foi feita média entre as 18 medidas e calculado o desvio padrão. Os resultados mostraram que para ambos aparelhos os resultados foram decrescentes estatisticamente conforme o aumento da distância da ponteira e verificado que no centro do CP os valores de microdureza são superiores à periferia, mas sem significado estatístico.

Os autores Soh, Yap e Siow (2004) ⁽²²⁾ realizaram um estudo para determinar o grau de conversão de uma resina composta fotoativada por 9 diferentes métodos de fotoativação, sendo os regimes de (1) 400mW/cm² por 40 segundos; (2) gradual 0-400mW/cm² por 12 segundos + 400mW/cm² por 28 segundos; (3) 750mW/cm² 10 pulos de 2 segundos; (4) 350mW/cm² 40 segundos; (5) 600mW/cm² 20 segundos; (6) gradual 0-600mW/cm² 20 segundos + 600mW/cm² por 20 segundos; (7) 800mW/cm² por 40 segundos; (8) gradual 100-800mW/cm² por 15 segundos + 800mW/cm² por 25 segundos; (9) 1200mW/cm² por 10 segundos.. Foram confeccionados espécimes (resina Z100 – 3M) de 3,0 x 3,0 x 2,0mm e analisados por espectroscopia Raman, tanto a base como o topo do espécime. Os autores confeccionaram 5 espécimes para cada grupo e submeteram os resultados à análise estatística. O grau de conversão variou de 55,98% até 59,00% no topo do espécime e 51,9% até 57,3 na base do espécime, utilizando os 10 métodos de fotoativação. Concluíram que não houve diferença significativa entre os métodos utilizados, em relação ao grau de conversão.

O estudo de Price, Felix e Andreou (2004) ⁽⁴⁷⁾, determinou a performance de cinco resinas compostas, em relação a microdureza Knoop, utilizando duas diferentes distâncias para irradiação de luz e tempos diferentes de fotopolimerização (20 e 40 segundos). Foram produzidos corpos de prova de 1,6mm de espessura e fotoativados nas distâncias de 2 e 9mm. Os CPs foram medidos 15 minutos após sofrerem a polimerização. Foi realizada a regressão linear e verificado que a superfície que não recebeu a luz teve valores reduzidos de microdureza, quando comparada a superfície que recebeu ação direta da luz. A distância teve influência direta sobre a redução dos valores de microdureza. A variação do tempo de fotopolimerização produziu diferentes valores de microdureza para todas as resinas analisadas, sendo menores os valores de microdureza nos tempos menores de ação da luz fotopolimerizadora.

Os autores Soh, Yap e Siow (2005) ⁽⁴⁸⁾ pesquisaram a correlação da intensidade de luz e do tempo de fotoativação sobre a profundidade de cura de uma resina composta. Para tanto, os autores utilizaram 10 perfis de fotoativação, sendo que os perfis 1 e 3 foram utilizados aparelhos LED e os demais aparelhos de luz halógena. Perfil 1: intensidade fixa de 400mW/cm² por 40 segundos; perfil 2: intensidade crescente de 0 a 400mW/cm² por 12 segundos + intensidade fixa de 400mW/cm² por 28 segundos; perfil 3: 10 pulsos de 740mW/cm² por 2 segundos cada pulso; perfil 4: intensidade fixa de 350mW/cm² por 40 segundos; perfil 5: intensidade fixa de 600mW/cm² por 20 segundos; perfil 6: intensidade crescente de 0 a 600mW/cm² por 20 segundos + intensidade fixa de 600mW/cm² por 20 segundos; perfil 7: (padrão) intensidade fixa de 400mW/cm² por 40 segundos; perfil 8: intensidade fixa de 800mW/cm² por 40 segundos; perfil 9: intensidade crescente de 100 a 800mW/cm² por 15 segundos + intensidade fixa de 800mW/cm² por 25 segundos; perfil 10: intensidade fixa de 1200mW/cm² por 10 segundos. Os autores realizaram medidas de microdureza Knoop e profundidade de cura, observando que os perfis 3 a 6 foram inferiores ao perfil padrão (7), tanto em microdureza quanto em profundidade de cura. Os perfis 1 e 2 não diferiram do padrão (perfil 7). O perfil 8 foi o que apresentou maiores valores de profundidade de cura, concluindo os autores que a dureza e a profundidade de cura são dependentes do método de fotoativação.

Foi realizado um estudo por Soares et al (2005) ⁽⁴⁹⁾ para determinar a microdureza e a resistência à tração diametral de duas resinas híbridas submetidas a (1) fotoativação convencional de 40 segundos e pós-curadas pelos seguintes métodos (2) cura adicional por luz multi-focal de laboratório durante 7 minutos; (3) aplicação de microondas por tempo de 5 minutos em potência de 500W; (4) aplicação de calor seco a 100°C por 15 minutos; (5) uso de autoclave a 100°C por 15 minutos. Foram confeccionados CPs de 6,0mm de diâmetro e 3,0mm, sendo confeccionados 5 CPs para cada análise. Os valores de microdureza para CPs fotoativados pelo método (1) foram P60 base (93,94) e topo (96,76), TPH base (60,02) e topo (61,87); método (2) P60 base (109,68) e topo (109,68), TPH base (72,52) e topo (74,94); método (3) P60 base (115,09) e topo (121,48), TPH base (75,82) e topo (78,71); método (4) P60 base (104,70) e

topo (100,77), TPH base (69,33) e topo (68,36); método (5) P60 base (119,70) e topo (118,54), TPH base (68,47) e topo (74,82). Já os valores de resistência à tração diametral foram (1) P60 (95,86) e TPH (79,54); (2) P60 (107,56) e TPH (88,34); (3) P60 (101,48) e TPH (89,36); (4) P60 (104,54) e TPH (101,24); (5) P60 (108,68) e TPH (103,12). Os autores concluíram que todos os métodos de pós-cura aumentaram os valores de microdureza e resistência à tração diametral, observando que a resina P60 obteve os melhores valores.

Os autores Brandão, Adabo e Vaz (2005)⁽⁵⁰⁾ em seu estudo tiveram como objetivo comparar a resistência à compressão e o limite de fadiga compressiva de três resinas compostas indicadas para dentes posteriores (Filtek P-60, Surefil e Prodigy Condensable) e uma universal (Z-100). Os autores fabricaram CPs cilíndricos (8mm de altura x 4mm de diâmetro) para serem usados na pesquisa. O teste dinâmico foi realizado e a relação entre limite de fadiga compressiva, e resistência à compressão também foi calculada (n = 15). Os dados de resistência à compressão e de limite de fadiga compressiva foram: Z-100 apresentou maior resistência à compressão (307,20MPa) que Surefil (266,93MPa) e Prodigy Condensable (222,08MPa). A resistência de Filtek P-60 (270,44MPa) foi similar à de Z-100 e à de Surefil, enquanto Prodigy Condensable apresentou a menor resistência à compressão. No teste de limite de fadiga compressiva, Filtek P-60 mostrou maior valor (184,20MPa) que Prodigy Condensable (155,50MPa). Os compósitos Surefil (165,74MPa) e Z-100 (161,22MPa) mostraram-se similares a Filtek P-60 e Prodigy Condensable. A relação limite de fadiga compressiva/resistência à compressão foi de 70,01% para Prodigy Condensable, 68,11% para Filtek P-60, 62,09% para Surefil e 52,48% para Z-100. Foi concluído que o compósito universal Z-100 foi mais sensível ao teste dinâmico que os materiais de alta viscosidade.

Os autores Firoosmand, Araújo e Balducci (2005)⁽⁵¹⁾, verificaram a profundidade de polimerização, utilizando aparelhos de luz halógena, com 450mW/cm² e aparelho LED, com 100mW/cm² (baixa intensidade) por meio de medição de microdureza superficial em espessuras de 2, 3 e 4mm nos corpos de prova de resina composta. Os autores utilizaram matriz de aço para fabricação dos CPs e confeccionaram 15 corpos-de-prova por grupo, sendo utilizada a resina

Z100 na cor A3. Os corpos de prova foram polimerizados por 40 segundos cada, e na seqüência armazenados em ambiente escuro por 24 horas. Os corpos de prova foram submetidos ao polimento seqüencial de lixas antes das medidas. Os autores verificaram que os melhores valores de microdureza (mais altos numericamente) foram obtidos pelo aparelho de luz halógena, polimerizando a resina em todas as três espessuras, fato este que não ocorreu com o aparelho de baixa intensidade utilizado (LED).

Foi estudada por Rastelli et al (2006) ⁽⁵²⁾ a polimerização de diferentes resinas compostas por meio das curvas termogravimétricas (TG) e termogravimétrica derivada (DTG). Os autores trabalharam com duas resinas compostas, utilizadas em odontologia (Z250 e A110), na cor padronizada A2. Uma pequena quantidade das amostras das resinas compostas foi colocada em suporte de alumina onde sua massa era constantemente monitorada por meio de termobalança. A amostra analisada foi aquecida a partir da temperatura ambiente até 600°C utilizando uma taxa de aquecimento de 20°C/min em um suporte de alumina. O experimento foi realizado sob uma atmosfera dinâmica de nitrogênio com vazão de gás na ordem de 50mL/minuto. Os autores verificaram que não houve perda de massa das resinas até aproximadamente 100°C. Acima desta temperatura, as resinas tiveram comportamentos diferentes. De 100°C a 358°C, houve uma perda de massa na ordem de 14%. De 358°C a 592°C foi verificada uma maior perda de massa, sendo na ordem de 25% para a resina A110 (micropartículas). A resina Z250 (híbrida) apresentou uma única etapa de perda de massa, entre 100°C a 593°C.

Com o propósito de determinar a correlação entre intensidade da luz, emitida tanto por LED como por luz halógena, e profundidade de cura de resinas compostas, variando a distância da ponteira à resina e ao detector (radiômetro), os pesquisadores Aravamudhan, Rakowski e Fan (2006) ⁽⁵³⁾, trabalharam com distâncias de 0, 2, 4, 6, 8, 10mm da ponteira ao detector de intensidade de radiação (radiômetro). Foram pesquisados quatro aparelhos LED e um aparelho de lâmpada halógena com dois diâmetros de ponteira (8mm e 11mm), juntamente com uma resina composta. Os pesquisadores observaram que para todos os

aparelhos, sem exceção, a intensidade de luz sempre diminuiu quando a distância da ponteira ao detector foi aumentada, salientando que há uma relação logarítmica ou linear entre intensidade de luz e distância da ponteira ao detector. Para o aparelho de luz halógena, quando a distância passou de 0 para 2mm, ocorreram perdas de 23% (ponteira de 8mm) e 4% (ponteira de 11mm); quando passou de 0 para 4mm, as perdas foram de 50% (ponteira de 8mm) e 16% (ponteira de 11mm); aumentando a distância para 6mm, as perdas chegam a 69% (ponteira de 8mm) e 31% (ponteira de 11mm); em distâncias de 8mm se tem perdas de 81% (ponteira de 8mm) e 47% (ponteira de 11mm); e em distâncias de 10mm, perdas de 87% (ponteira de 8mm) e perdas de 59% (ponteira de 11mm). A profundidade de cura da resina para o aparelho halógeno em distância 0mm da resina, foi de 3,4mm (ponteira de 8mm) e 3,2mm (ponteira de 11mm) chegando à profundidade de cura de 2,1mm com ponteira afastada 10mm da resina (ponteira de 8mm) e 2,6mm (ponteira de 11mm).

Em estudo para comparar a fração inorgânica e propriedades mecânicas de três resinas nanoparticuladas (Supreme; Grandio; Grandio Flow) com quatro resinas híbridas ou universais (Point-4; Tric Ceram; Venus; Z 100) e duas microparticuladas (A100; Durafill VS), os pesquisadores Beun et al (2007) ⁽⁵⁴⁾ mediram a porcentagem de partículas inorgânicas bem como a morfologia das partículas, o grau de conversão, o módulo de elasticidade, a resistência flexural e a microdureza Vickers. Foram utilizadas duas potências e tempos (650mW/cm² por 40 segundos ou 450mW/cm² por 10 segundos). Os pesquisadores verificaram em relação à quantidade de carga em resinas híbridas variação entre 71 e 79,7%; em resinas microparticuladas variação entre 51,3 e 54,9%; resinas nanoparticuladas variação entre 71,9 e 84,1%. A análise de morfologia apresentou homogeneidade esférica nas partículas das resinas Z 100, Supreme e Point-4 e áreas irregulares nas demais resinas. Para resina Supreme, o grau de conversão (Raman) variou de 47,9% (1mm de espessura) a 28,0% (4mm de espessura) utilizando 650mW/cm² por 40 segundos; 38,7% (1mm de espessura) a 4,9% (4mm de espessura). Os valores do módulo de elasticidade variaram entre 5,3GPa (Durafill), 17GPa (Supreme) e 26 GPa (Grandio). A resistência flexural variou entre 50MPa (Durafill) e 115MPa (Supreme) e a microdureza Vickers variou entre 20 VHN (Durafill), 60 VHN (Supreme) e 100 VHN (Z100). Os autores

relatam que as resinas nanoparticuladas são tão boas em relação às propriedades testadas quanto as resinas híbridas e podem ser utilizadas em dentes anteriores e posteriores.

Os autores Alvim et al (2007) ⁽⁵⁵⁾ pesquisaram a quantidade de canforoquinona de três resinas comumente utilizadas no mercado odontológico, sendo duas cores analisadas para cada resina (Z 250 cor A3 e cor I, Pyramid enamel cor transluscente e cor I, Filtek Supreme cor A3 e cor GT). Para a pesquisa foram utilizadas 500mg de cada resina, as quais foram acrescidas de solventes específicos, sendo utilizada a cromatografia gasosa para a análise. Os resultados mostraram que a quantidade de canforoquinona foi de 0,027% para Filtek Z250 cor A1, 0,054% para Filtek cor A3, 0% para Pyramid transluscente, 0,050% para Pyramid enamel, 0,059% para Filtek Supreme A3 e 0,082% para Filtek Supreme GT. Os autores discutem e relatam a importância da canforoquinona na conversão do monômero, sendo que a pequena quantidade de canforoquinona afeta diretamente o grau de conversão do monômero, alterando as propriedades mecânicas. Os resultados estatísticos mostraram que a resina Supreme na cor GT apresentou os maiores valores de canforoquinona, discutindo ainda que nestas resinas, devido a grande quantidade de canforoquinona, pequenas variações na ativação (quantidade de luz do aparelho e distância da luz à resina) poderiam ter menos influência sobre propriedades quando comparado às resinas com menor quantidade de canforoquinona. Os mesmos autores ainda discutem que é fundamental conhecimentos clínicos sobre a resina que está sendo utilizada, principalmente em relação à quantidade de canforoquinona presente, a fim de ser utilizada quantidade compatível de luz ativadora para conseguir o grau de conversão ideal, obtendo sucesso clínico e restaurações duráveis.

O estudo de Rode, Kawano e Turbino (2007) ⁽⁵⁶⁾, avaliou a influência da distância da ponteira fotoativadora sobre a profundidade de cura e microdureza Vickers de uma resina composta, determinando o grau de conversão utilizando o método de espectroscopia Raman. Para o estudo, foi utilizado um aparelho de luz halógena, com intensidade de $500\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$, um aparelho de LED, de intensidade de $900\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$ e um aparelho de argônio, de $250\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$. O tempo de

exposição de luz foi padronizado em 40 segundos para o aparelho de luz halógena, 20 segundos para o aparelho LED e 30 segundos para o aparelho de argônio. As distâncias padronizadas para as curas foram 0, 3, 6 e 9mm utilizando anéis distanciadores metálicos (espassadores). As espessuras CPs de resina foram de 1 a 4mm. Os autores verificaram que o aumento progressivo da distância gera um decréscimo dos valores de microdureza bem como do grau de conversão. Sugerem os autores que para polimerizar espessuras de 1mm de resina, a distância da ponteira à resina não deveria ser maior do que 3mm.

O trabalho dos pesquisadores Yazici, Kugel e Gül (2007) ⁽⁵⁷⁾, analisou e comparou a microdureza Knoop de superfície de uma resina híbrida fotopolimerizada com diferentes luzes de cura. Os autores fabricaram discos de resina de 2,0mm e de 3,0mm de espessura, e polimerizaram estes discos utilizando os seguintes aparelhos fotopolimerizadores: um aparelho de luz halógena convencional (irradiação convencional); um aparelho de luz halógena de alta intensidade (irradiação convencional); um aparelho de luz halógena de alta intensidade, utilizando o método *soft-start* (irradiação gradativa); um aparelho de LED, um aparelho de arco de plasma. Os discos de resina foram fotoativados por tempo de 40 segundos (aparelhos LED e halógenos) e por tempo de 3 segundos (aparelho de arco de plasma). Após todos os discos estarem polimerizados, foram realizadas as medidas de microdureza Knoop do lado que recebeu a ação da luz (lado irradiado) e do lado escuro (não recebeu ação da luz). Os autores verificaram que para todos os aparelhos foram encontradas diferenças de microdureza (HK) para o lado irradiado comparado ao lado escuro: halógeno convencional: 99 (lado irradiado) e 89 (lado escuro); halógeno de alta intensidade - Irradiação convencional: 108 (lado irradiado) e 97 (lado escuro); halógeno de alta intensidade - irradiação gradativa 104 (lado irradiado) e 97 (lado escuro); LED: 105 (lado irradiado) e 84 (lado escuro); arco de plasma: 75 (lado irradiado) e 48 (lado escuro). Os valores de microdureza sempre foram menores para o aparelho de arco de plasma. Houve diferença entre o aparelho LED quando comparado ao halógeno.

2.3 - Análise fractográfica de materiais

Fraturas surgem em praticamente todos os materiais, conforme Callister (2000) ⁽⁴²⁾ e de certa forma são indesejáveis, causando riscos aos mesmos e as estruturas circunjacentes. A fratura simples consiste na separação de um corpo em dois ou mais pedaços em resposta a uma tensão imposta que possua natureza estática, isto é, constante ou que se modifica lentamente. A tensão aplicada para gerar uma fratura pode ser de tração, compressão, cisalhamento ou torção. Para materiais na engenharia, são possíveis dois tipos de fratura: dúctil e frágil, sendo que a classificação está baseada na habilidade do material de experimentar uma deformação plástica.

Garcia et al (2002) ⁽⁵⁸⁾ em seu estudo relatam que embora os testes laboratoriais não reproduzam fielmente as condições que ocorrem clinicamente, eles representam um importante parâmetro de análise. Estes autores ressaltam que se deve dedicar uma maior atenção à classificação do modo de fratura nas análises de materiais odontológicos (adesivos dentinários e resina composta). Salientam que uma criteriosa avaliação das superfícies fraturadas deve ser realizada, quer seja a olho nu, microscopia óptica ou eletrônica, sendo que a escolha destas magnitudes depende do objetivo a ser avaliado. A fractografia é geralmente determinada por análise qualitativa visual, embora possa ser realizada quantitativamente.

É relatado na literatura de biomateriais, por Oréfice, Pereira e Mansur (2006) ⁽¹⁵⁾ que a análise por meio de fractografia, a qual era um método utilizado para análise exclusivamente de materiais de engenharia, hoje tem se difundido cada vez mais na área de biomateriais, conforme trabalhos descritos por pesquisadores como Quinn et al (2006), Wise, Wang Grynypas, (2007) ^(59,60). Estes pesquisadores têm descrito a possibilidade de analisar qualitativamente o modo de falha de biomateriais associados aos tecidos duros do organismo humano, bem como analisar falhas em materiais que possuem deformação plástica utilizados para restaurações dentárias. Os pesquisadores salientam que a análise fractográfica é uma ferramenta para compreender o processo de falha e

propagação de trincas em biomateriais com fraturas frágeis (ausência de deformação elástica).

Após ocorrerem falhas em estruturas, como polímeros, compósitos, metais, cerâmicas, etc., a fractografia é uma das principais ferramentas que podem ser utilizadas no processo de análise. Este método de análise está baseado em identificar aspectos fractográficos, estabelecendo as relações entre a presença ou ausência desses aspectos com a seqüência de eventos da fratura (formação e propagação de trincas e falhas). A fractografia, conforme Reis e Loguércio (2006), Rezende (2007) ^(61, 62) confirma ou remove as suspeitas que possam recair sobre os modos de falha ocorridos. Esta ferramenta é fundamental para se determinar a seqüência dos eventos ocorridos durante o processo de fratura e identificar o estado de tensões atuantes no momento da falha. Outros fatores como condições ambientais, defeitos do material e outras anomalias que podem contribuir para o início, crescimento e término da fratura também podem ser avaliados pelo uso da fractografia. Esta área da pesquisa trabalha com diferentes técnicas, podendo-se citar a observação visual, óptica macroscópica, seguida da microscópica óptica, microscopia eletrônica de varredura e, em alguns casos, microscopia eletrônica de transmissão. A observação deve atender não somente para a identificação e documentação da morfologia da falha, mas também para informações que ajudem a determinar as causas da falha. Assim, três operações básicas devem ser seguidas (1) classificação do tipo de falha, (2) mapeamento da trinca e (3) análise da superfície da fratura.

A classificação do tipo de falha ou fratura pode levar a duas definições falhas interlaminares ou translaminares, conforme Rezende (2007), Franco et al (2006) ^(62, 63). As falhas interlaminares (delaminações) têm uma melhor observação da propagação da trinca por microscopia óptica ou pequenas ampliações em microscopia eletrônica de varredura. Já as falhas translaminares (rompimento das fibras) são melhores visualizadas por microscopia eletrônica de varredura (grandes ampliações). O mapeamento da direção da trinca (exame da superfície fraturada) permite que seja determinada a evolução dos eventos de danos, sendo possível entender a direção que as trincas se propagam. Já a

análise química da superfície pode ser importante quando se necessita determinar a seqüência de eventos da mesma.

2.4 - Análise da interface de adaptação das resinas compostas.

Foi pesquisada a influência e a relação existente entre a intensidade de luz fotoativadora com a integração de uma restauração de classe V, observando a adaptação por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Da mesma forma, Feilzer et al (1995) ⁽⁶⁴⁾ ainda analisaram a contração de polimerização da resina, considerando tempo e intensidade de fotoativação. Foram feitos preparos de Classe V em 24 dentes pré-molares extraídos, nas superfícies vestibular e lingual, 1mm além da junção amelo-cementária e com profundidade de 1,5mm em dentina, e os restauraram com resina (Clearfil Lustre – Cavex Holland BV) utilizando o adesivo previamente (Clearfil Liner Bond System – Cavex Holland BV). O adesivo e a resina foram fotoativados por aparelhos de 250mW/cm² (Traslux CL – Kulzer) ou 650mW/cm² (Elipar II – ESPE) seguindo o tempo de fotoativação determinado pelo fabricante. Os dentes foram termociclados (400x 15-65°C) e seccionados a fim de obter uma amostra da união resina/dente, metalizados e analisados em MEV (Philips XL20) com ampliação de 1000X. Foram analisadas cinco áreas na interface de união dente/resina e tabuladas como presença de fenda (união dente/resina aberta) ou ausência de fenda (união dente/resina fechada). Para analisar a contração linear de polimerização, foi utilizada uma máquina de ensaio, sendo inserido 1,5mm de espessura de resina entre as garras da máquina, fotoativada pelas intensidades descritas e computados os valores durante um tempo de 60 minutos. Os autores obtiveram como resultados que as restaurações curadas com potência menor (250mW/cm²) tiveram uma significativa redução na quantidade de fendas na interface, quando comparada à intensidade maior (650mW/cm²), independente das zonas analisadas na interface. Em relação à contração de polimerização, foi verificado que existe diferença significativa nos primeiros 15 segundos, quando comparadas às duas intensidades, sendo que os menores valores de contração ocorreram na menor intensidade.

Com o propósito de investigar a correlação entre distância e intensidade da luz sobre a contração linear e volumétrica de polimerização de duas resinas compostas (TPH cor A2 - Dentsply/Caulk; Silux Plus cor L - 3M) bem como relacionar com a microdureza Knoop de ambas as resinas, o pesquisador Dennison (2000) ⁽⁶⁵⁾ confeccionou discos de resina de 5mm de diâmetro e espessura entre 1,5 a 2mm. Os discos de resina foram fotoativados em distância de 1mm (assumindo intensidade 100%), 10mm (assumindo intensidade 50%) e 17mm (assumindo intensidade 25%) e a contração de polimerização foi medida, utilizando-se um picnômetro. Para todos os corpos de prova o tempo total de fotoativação foi de 40 segundos, sendo G1 1mm com 40s; G2 17mm com 40s; G3 17mm com 20s + 10mm com 10s + 1mm com 10s; G4 17mm com 10s + 10mm com 10s + 1mm com 20s). Para medir a microdureza, novos corpos de prova foram confeccionados e mantidos em ambiente escuro por 5 minutos após fotoativação e então avaliados em durômetro com ponteira Knoop. Os autores observaram que em ambas as resinas a maior contração linear (1,5% para TPH e 0,96% para Silux) e volumétrica (4,4% para TPH e 2,84% para Silux) ocorreu na menor distância da ponteira à resina, quando comparada a maior distância (1,19% linear para TPH e 0,65% linear para Silux e 3,52% volumétrica para TPH e 1,94% volumétrica para Silux). Os autores concluíram que compósitos do grupo 4 (fotoativados por 10s em 17mm + 10s em 10mm + 20s em 1mm) têm uma redução significativa em sua contração de polimerização sem comprometer a profundidade de cura, verificada pela microdureza.

O efeito do tempo de ativação da resina e da intensidade de aparelhos fotopolimerizadores sobre o grau de infiltração marginal em cavidades de Classe V, foi pesquisado pelos autores Lopes *et al* (2001) ⁽⁶⁶⁾. Foram utilizados para a pesquisa 50 dentes caninos, extraídos hígidos, nos quais foi confeccionada 1 cavidade em forma de cunha, na superfície vestibular de cada dente, totalizando 50 cavidades. As cavidades foram padronizadas em 2mm de profundidade, 3mm de largura e 2mm de altura, com o término cervical 1mm abaixo do limite amelo-cementário, sendo executadas em alta rotação com uso de broca carbide 330. O sistema adesivo foi aplicado (Excite – Vivadent) e em seguida a resina (Tetric Ceram – Vivadent) foi inserida em um único incremento, sendo fotopolimerizada pela seguinte técnica grupo convencional baixa 40 segundos com 300mW/cm²;

grupo *ramping* 20 segundos com 300mW/cm² + 20 segundos com 550mW/cm²; grupo pulso alto 5 segundos com 550mW/cm² + 5 intervalo + 35 segundos com 300mW/cm²; grupo convencional alta 40 segundos com 550mW/cm²; grupo pulso baixo 5 segundos com 300mW/cm² + 5 minutos intervalo + 35 segundos com 300mW/cm². Os dentes foram submetidos à termociclagem (250x, 30 segundos, 5°C ± 55°C), imersos em corante (azul de metileno) e seccionados a fim de analisar a penetração do corante na interface dente/restauração. Os autores verificaram que as maiores infiltrações de corante ocorreram quando foi utilizada a alta intensidade de luz (grupo pulso alto e grupo convencional alto), concluindo que a técnica de fotopolimerização é um fator de fundamental importância na capacidade de selamento marginal de restaurações adesivas.

Com o objetivo de mensurar e comparar a diferença da contração de polimerização volumétrica entre diferentes materiais resinosos, os pesquisadores Garcia, Araújo e Castro-Filho (2002) ⁽⁵⁸⁾ analisaram duas resinas híbridas (Z100 – 3M e Herculite – Kerr) duas resina compactáveis (Solitaire – Heraeus Kulzer e Aler – Jeneric Pentron) e um comonômero (Dyract AP – Dentsply) sendo todos os materiais da mesma cor (A2). Para execução do trabalho, foi utilizado um picnômetro (aparelho de vidro (25 mL de volume) com capilar em seu interior de 0,8mm, contendo água em seu interior, graduado com divisões milimétricas - Tec-Labor). O corpo de prova para cada resina foi inserido na base, no interior do picnômetro e fotopolimerizado (aparelho Gnatus Optilight Plus – Gnatus) por tempo indicado pelo fabricante de cada material. O declínio do nível de água do capilar representou a mudança do volume do material resinoso, durante o período em que estava sendo fotoativado. Os autores obtiveram como resultados valores de contração de polimerização de 2,93% para Z100; 2,93% para Herculite; 3,01% para Solitaire; 3,09% para Alert e 3,43% para Dyract e concluíram que todos os materiais sofreram contração de polimerização, mas não houve diferença estatística em relação à contração de polimerização, quando comparados os materiais entre si.

Os autores Amore *et al* (2003) ⁽⁶⁷⁾ pesquisaram a contração de polimerização de três resinas compostas (P60 - 3M; Prodigy – Kerr; SureFil – Dentsply/Caulk), variando-se a distância entre a fonte de luz e a superfície das

resinas. Utilizaram um picnômetro a gás para fazerem as medidas de contração, produzindo corpos de prova que continham 47mg de resina, a fim de padronização. As resinas compostas foram fotoativadas conforme indicação dos fabricantes, sendo 20 segundos para resina P60 e Prodigy e 40 segundos para a resina Prodyge. Foram utilizados distanciadores padronizados em 2mm e 10mm, sendo o aparelho fotoativador calibrado em $600\text{mW}/\text{cm}^2$. Os resultados mostraram que não houve diferença significativa nos valores de contração entre as três resinas testadas (distância de 2mm -1,84 para P60; -1,69 para Prodigy; -1,98 para SureFil; distância de 10mm-1,62 para P60; -1,14 para Prodigy; -1,45 para SureFil) e que independente do tipo de resina testada a distância também não influenciou os valores de contração, mas os autores consideram que houve uma redução nos valores. Comentam ainda que quando a distância da ponteira foi aumentada de 2mm para 10mm, a potência do aparelho reduziu de $600\text{mW}/\text{cm}^2$ para $480\text{mW}/\text{cm}^2$ discutindo que a potência pode reduzir-se em torno de 30 a 50% nestas variações de distância.

Os pesquisadores Mondelli et al (2003) ⁽⁶⁸⁾ realizaram uma pesquisa para avaliar as forças geradas durante a contração de polimerização de 17 resinas compostas híbridas fotoativadas na cor A2. Para tanto, utilizaram a máquina universal de ensaios com bastões idênticos, de 6mm de largura por 2mm de profundidade, um conectado na célula de carga e outro conectado na base inferior da máquina. Ambos os bastões ficaram alinhados pela máquina e distando suas extremidades 2mm. Os corpos de prova foram inseridos entre os dois cilindros e iniciada a fotoativação da resina, sem variação de distância (foi colocada a ponteira o mais próximo possível) com tempo de 1 minuto e intensidade fixa de $500\text{mW}/\text{cm}^2$. A força de contração foi medida durante o tempo da fotoativação e por mais 1 minuto. Os autores observaram que as forças de contração iniciam imediatamente após a fotoativação e continuam mesmo após cessar a fotoativação, sendo que as maiores forças surgem durante a ação da luz. O valor mais alto atingiu 10,0N e o mais baixo 5,8N de força, concluindo os autores que existiram diferenças de força de contração entre as resinas e que estas forças continuam a ocorrer mesmo depois de cessada a ação da luz.

Com o objetivo de medir a influência da intensidade de luz sobre a contração linear de polimerização de três resinas compostas (Tetric Ceram, Spectrum TPH, Valux Plus), os pesquisadores Knezevic et al (2005).⁽⁶⁹⁾ utilizaram o método de interferometria digital a laser, com três métodos de fotoativação da resina, sendo modo médio (potência contínua de 450mW/cm² por 40 segundos); modo exponencial (potência inicia em 100mW/cm² e durante os primeiros 15 segundos ascende até 800mW/cm² permanecendo desta forma por mais 25 segundos); modo padrão (potência contínua de 800mW/cm² por 40 segundos). Foi verificado que os maiores valores de contração de polimerização foram obtidos quando foi utilizado o modo padrão de fotoativação, com 0,36% de contração nos primeiros 10 segundos, 0,87% nos 20 segundos, 1,17% nos 40 segundos (média das três resinas). Já os menores valores de contração foram obtidos quando o método médio foi utilizado, sendo 0,24% de contração nos primeiros 10 segundos, 0,42% nos 20 segundos, 0,50% nos 40 segundos (média das três resinas). Os autores concluíram que os menores valores de contração foram obtidos com o modo médio de fotoativação e os maiores com o modo padrão, recomendando que intensidades baixas de luz devam ser utilizadas para minimizar a contração de polimerização da resina.

As forças geradas durante a contração de polimerização das resinas compostas estão relacionadas a diversos fatores, sendo de muita importância a avaliação das forças que podem alcançar a interface adesiva nestas restaurações. Espinosa-Castaneda (2005)⁽⁷⁰⁾ utilizou duas bases de aço de forma retangular (6,0 x 2,0mm) posicionadas paralelamente, sendo uma conectada ao braço móvel da máquina de ensaios (EMIC - DL500) através de uma célula de carga de 10Kgf, e outra ao braço fixo. O autor inseriu as resinas entre as bases de aço, afastadas 1,0mm e registrou as forças geradas durante a polimerização através de uma curva força tempo. Foram avaliadas uma resina quimicamente ativada (Concise – 3M), uma resina de micropartículas (Filtek A110 - 3M), microhíbrida (Filtek Z250 – 3M) e de alta viscosidade (Filtek P60 – 3M) e os aparelhos utilizados foram um de luz halógena (Spectrum de 500mW/cm² – Dentsply) e LED (Ultraled de 140mW/cm² – DabiAtlante e Ultableue de 200mW/cm² instante inicial e 300mW/cm² instante final - DMC). Os resultados mostraram que a resina quimicamente ativada mostrou os menores valores de força de contração

de polimerização (4,22N), as resinas Filtek A110 e Filtek P60 apresentaram os maiores valores entre as resina fotoativadas (8,36N) e (8,11N) respectivamente, sendo a resina Filtek Z250 (7,50N) os menores valores, verificando também que as menores forças de contração surgiram quando foram utilizados os aparelhos menos potentes.

Os autores Visvanathan et al (2007) ⁽⁷¹⁾ determinaram a influência de diferentes regimes de polimerização (variação do tempo de fotoativação e variação do modo de fotoativação) utilizando diferentes unidades fotoativadoras duas de LED (1141mW/cm² e 1435mW/cm²) e uma luz halógena (1857mW/cm²) sobre força de contração de polimerização e microdureza Vickers de um compósito nanoparticulado (Tetric Evo Ceram, cor A2). Os pesquisadores verificaram que existe diferença estatística em valores de contração de polimerização quando se comparam tempos de fotoativação de 10, 20 e 40 segundos (10 segundos gerou 2,7MPa; 20 segundos gerou 3,4MPa e 40 segundos gerou 3,8MPa). Quando o modo de ativação é pesquisado (luz crescente (*ramping*) até 20 segundos) a tensão máxima não ultrapassa 1,3MPa, gerando resultados superiores ao modo normal de ativação. Já a microdureza, em tempos de 20 segundos de ativação (modo normal de ativação) é de 51 Vickers para o topo e 29 Vicker para a base da resina; modo crescente, 42 Vickers para o topo e 30 Vicker para a base da resina. Os autores discutem que o tempo e o regime de cura são fundamentais sobre a tensão de contração das resinas, sendo que altas intensidade de luz não produzem ganhos tão significativos na microdureza, mas sim aumentos de tensão de contração da massa de resina.

Um estudo de Soappman et al (2007) ⁽⁷²⁾ pesquisou in vitro a linha de trinca por fadiga na resina, na dentina e na linha de união entre resina e dentina, na interface adesiva. Para este estudo, os autores testaram separadamente a resina composta, com tamanho de partícula inorgânica de 0,7µm (Provo - Ultradent), dentina (superfícies oclusais de terceiros molares extraídos) e a região de união dentina/resina, utilizando para a adesão o adesivo Optibond Solo Plus (Kerr). Sempre foi utilizado o tempo de 30 segundos de fotoativação e distância de 4mm para polimerização dos corpos de prova. Os corpos de prova (resina, dentina e região de união dentina/resina) foram submetidos à fadiga imersos em solução de

HBSS (solução balanceada de cloreto de sódio de Hanks) em temperatura de 22°C. A fadiga foi aplicada utilizando uma carga na frequência de 5Hz com força de 7 à 13N sobre os corpos de prova. As medidas de fratura foram realizadas utilizando um microscópio de aumento de 100x, com escala de 0,01mm. Os resultados indicaram que a linha de trinca ocorreu mais rapidamente e em maior quantidade na região da interface adesiva (resina/dentina) quando comparada a resina composta ou a dentina, respectivamente. Os autores discutem que esta área de interface é muito mais sensível do que a dentina ou a própria resina composta, por existirem grandes quantidades de defeitos nesta área e pela contração de polimerização do adesivo e da resina. Ainda é relatado que quando a linha de trinca é paralela à orientação dos túbulos dentinários, esta se dissipa menos; já quando a linha de trinca ocorre perpendicular à orientação dos túbulos dentinários, existe uma maior dissipação da trinca.

Com o objetivo de verificar a influência das dimensões de corpos de prova (CP) sobre a tensão de contração de polimerização, utilizando elemento finito, os autores Witzel et al (2007) ⁽⁷³⁾ trabalharam com corpos de prova de 0,5, 1, 2 ou 4mm de comprimento e 2, 4 ou 6mm de diâmetro, utilizando 30 segundos de fotoativação para cada corpo de prova analisado. Para as medições dos valores de contração, os autores utilizaram um extensômetro acoplado a uma máquina universal de ensaios. O volume de resina foi calculado, sendo de 1,6mm³ para 0,5mm x 2mm; 3,1mm³ para 1mm x 2mm; 6,3mm³ para 2mm x 2mm; 12,6mm³ para 4mm x 2mm; 6,3mm³ para 0,5mm x 4mm; 12,6mm³ para 1mm x 4mm; 25,1mm³ para 2mm x 4mm; 50,2mm³ para 4mm x 4mm; 14,1mm³ para 0,5mm x 6mm; 28,3mm³ para 1mm de x 6mm de diâmetro; 56,5mm³ para 2mm x 6mm; 113,0mm³ para 4mm x 6mm. Os autores verificaram que existe diferença nos valores de tensão de contração para todos os corpos de prova, sendo que os maiores valores foram nos espécimes de maior diâmetro e menor comprimento. Relatam ainda que o valor mais alto de contração de polimerização chegou a 45MPa (6mm de diâmetro x 0,5mm de comprimento) e o menor em torno de 8MPa (2mm de diâmetro x 4mm de comprimento) e que não existe uma relação direta entre valores de tensão e volume de material.

Com o objetivo de verificar o efeito do tipo de compósito e do modo de fotoativação sobre o tensão durante a contração de polimerização das resinas, os autores Charton, Colon e Pla (2007) ⁽⁷⁴⁾ trabalharam com diferentes resinas (Aelitefil – Bisco; Clearfil AP-X – Kuraray; Z 100 – 3M-ESPE; Solitaire – Heraeus-Kulzer; Solitaire 2 – Heraeus-Kulzer) e dois modos de fotoativação, 60 segundos em 800mW/cm² (modo convencional) ou 15 segundos em 150mW/cm² em modo logarítmico crescente chegando até 800mW/cm² + 45 segundos (modo crescente) em 800mW/cm². As resinas analisadas foram inseridas em hastes de polimetilmetacrilato, com 5mm de diâmetro e distantes 2mm uma da outra, de forma paralela, alinhadas e acopladas em máquina universal de ensaios. Sempre foi trabalhada com distância de 1mm da ponteira às resinas testadas, sendo medida a tensão de contração em intervalos de 0,1 segundos, até tempo total de 400 segundos. Para calcular a tensão de contração, os autores dividiram a força gerada durante a contração da resina pela área aderida (5mm), considerando ainda o fator de configuração cavitária – fator C. Os autores verificaram que os valores de tensão tiveram variação de 0,9MPa chegando à 1,49MPa, relatando que o modo crescente de ativação reduz significativamente os valores de tensão de contração de todas as marcas de resina testadas, em torno de 11%.

2.5 - Método do planejamento fatorial

O planejamento fatorial tem sido muito aplicado em pesquisas básicas, avançadas e tecnológicas e é classificado como um método tipo simultâneo, onde as variáveis de interesse que apresentam influência significativa na resposta são avaliadas ao mesmo tempo, conforme Eiras, Andrade (2006) ⁽⁷⁷⁾. Para realizar um planejamento fatorial, escolhem-se as variáveis a serem estudadas e efetuam-se experimentos em diferentes valores destes fatores. Em seguida são realizados experimentos para todas as combinações possíveis dos níveis selecionados. De um modo geral, o planejamento fatorial pode ser representado por b^a , onde "a" é o número de fatores "b" é o número de níveis escolhidos. Os métodos de otimização surgiram em função da necessidade de aprimorar o desempenho dos mais diversos sistemas que ocorrem no cotidiano. Literalmente, otimização corresponde a tornar algo "tão perfeito, efetivo ou funcional quanto possível".

Desta forma, pode-se definir otimização como sendo um processo baseado em instruções que permitam obter o melhor resultado de uma dada situação.

Conforme Pereira-Filho (2002) ⁽⁷⁵⁾, a otimização pode ser dividida em estágios que se caracterizam por: 1) definição da função objetivo (resposta); 2) determinação dos fatores (variáveis) que apresentam influências significativas sobre a resposta que se deseja otimizar; 3) otimização propriamente dita, isto é, procurar a combinação dos valores dos fatores selecionados que resultem na melhor resposta (maximização ou minimização). Complementam os autores que o planejamento fatorial é uma ferramenta estatística importante e simples, porém, pouco empregada ou explorada. A observação dos efeitos de variáveis e interações entre elas, é de extrema importância para entender os processos que estão sendo monitorados em um determinado sistema.

O planejamento fatorial tem sido utilizado na área de materiais odontológicos para facilitar o entendimento e análise dos resultados dos efeitos das variáveis, como demonstrado no trabalho de Moreira (2005) ⁽⁷⁶⁾. O autor avaliou a influência causada nas propriedades mecânicas e térmicas, de duas resinas comerciais, Z100(3M) e Charisma (Heraeus Kulzer) bem como, a influência do tipo de fotopolimerizador, utilizando fontes do tipo luz halógena e diodo emissor de luz, LED. As avaliações foram realizadas por análise dinâmico mecânica, DMA e calorimetria diferencial exploratória, DSC. Um planejamento fatorial 2^2 (2 variáveis 2 níveis cada variável) foi utilizado para analisar os resultados. As variáveis foram resina comercial e aparelho fotopolimerizador, sendo os níveis para a primeira as resinas Z100 e Charisma, e para a segunda, os níveis foram os fotopolimerizadores tipo LED e tipo luz halógena. As duas resinas apresentaram diferentes propriedades mecânicas e térmicas. Além disso, o tipo de aparelho fotopolimerizador também influenciou os resultados. As resinas fotopolimerizadas por luz halógena apresentaram melhores propriedades mecânicas e térmicas. Pôde-se observar que a resina Charisma apresentou cura térmica no decorrer das duas análises. Esta mesma resina obteve o melhor desempenho no DMA provavelmente por ser susceptível à pós cura.

3 - PROPOSIÇÃO

A partir dos aspectos abordados na revisão da literatura, este estudo tem o propósito de fazer uma correlação, utilizando o método fatorial completo, entre tempo de exposição de luz, intensidade da luz e distância da ponteira fotoativadora à resina, sobre as seguintes propriedades da resina: microdureza Knoop, compressão, compressão diametral, contração por polimerização, análise termogravimétrica, bem como imagens de microscopia eletrônica de varredura do tipo de fratura da resina e da interface da restauração com o preparo cavitário, utilizando uma resina composta nanoparticulada (Supreme - 3M-ESPE).

4 - PARTE EXPERIMENTAL

Para execução das análises que compõem este trabalho, foram utilizados os materiais que estão descritos a seguir. Devido à especificidade de cada análise, este capítulo está subdividido em materiais comuns a todas às análises e materiais específicos para cada análise.

4.1 - Materiais comuns a todas as análises

Resina composta Supreme cor A2 (78,5% de carga inorgânica (peso)) (3M-ESPE); dois aparelhos fotoativadores (Dabi Atlante) calibrados com intensidades de 180 e 580mW.cm⁻² cada aparelho, respectivamente; espaçadores de aço inoxidável com as seguintes alturas 3, 6 e 8mm, possuindo 8mm de diâmetro cada espaçador.

4.2 - Materiais específicos para cada análise

4.2.1 - Microdureza

Para esta análise, os materiais utilizados foram: matriz de aço inoxidável circular (2mm de espessura) com uma perfuração de 3mm de diâmetro, seccionada ao meio; anel de aço inoxidável que se encaixa externamente à matriz; papel filtro branco (30 x 20mm); placa de vidro (50 x 120mm); filme de poliéster transparente (0,20mm x 20mm x 100mm); espátula Suprafil (Duflex); ponta diamantada número 1011 (KG Sorensen); grampo metálico; potes plásticos escuros identificados; discos Sof-lex de polimento com diferentes granulações (3M-ESPE); lâmina de bisturi; papel absorvente; água destilada; durômetro com ponteira Knoop (Buehler, modelo 2001).

4.2.2 - Compressão

Para esta análise, os materiais utilizados foram: matriz de aço inoxidável (2mm de espessura) (circular) com uma perfuração de 3mm de diâmetro, seccionada ao meio; anel de aço inoxidável que se encaixa externamente à

matriz; papel filtro branco (30 x 20mm); placa de vidro (50 x 120mm); filme de poliéster transparente (0,20mm x 20mm x 100mm); espátula Suprafil (Duflex); grampo metálico; potes plásticos escuros identificados; lâmina de bisturi; papel absorvente; água destilada; plataformas de aço (plataforma de base (200mm diâmetro) e plataforma superior (15mm de diâmetro)); máquina universal de ensaios (EMIC); célula de carga de 10.000N (EMIC).

4.2.3 - Compressão diametral

Para esta análise, os materiais utilizados foram: matriz de aço inoxidável (2mm de espessura, circular) com uma perfuração de 3mm de diâmetro, seccionada ao meio; anel de aço inoxidável que se encaixa externamente à matriz; papel filtro branco (30 x 20mm); placa de vidro (50 x 120mm); filme de poliéster transparente (0,20mm x 20mm x 100mm); espátula Suprafil (Duflex); grampo metálico; caneta para retro-projetor; potes plásticos escuros identificados; lâmina de bisturi; papel absorvente; água destilada; plataformas de aço (plataforma de base (200mm diâmetro) e plataforma superior (150mm de diâmetro)); máquina universal de ensaios (EMIC); célula de carga de 10.000N (EMIC); microscópio Jeol (modelo JSM 6060).

4.2.4 - Forças de contração por polimerização

Para a análise das forças de contração por polimerização, os materiais utilizados foram: dois pinos cilíndricos, de aço inoxidável (3mm de diâmetro x 40mm altura); espátula Suprafil (Duflex); cronômetro; máquina de ensaio (EMIC); célula de carga de 20N (EMIC).

4.2.5 - Análise termogravimétrica

Para esta análise térmica, os materiais utilizados foram: pinça de aço inoxidável; aparelho de análise térmica (TA Instruments, modelo 2050), operado nas seguintes condições (20°C/min; 40 a 600°C; atmosfera de nitrogênio).

4.2.6 - Intensidade de luz e comprimento de onda

Para a medição da intensidade de luz e comprimento de onda das fontes fotoativadoras, utilizou-se os seguintes materiais: cronômetro digital; radiômetro analógico (Demetron, modelo 100); espectrômetro (aparelho de fabricação da UFRGS)

4.2.7 - Microscopia eletrônica de varredura

4.2.7.1 - Fractografia

Para as análises fractográficas, foram utilizados: corpos de prova fraturados por compressão diametral; caneta preta para retro-projetor (Pilot); *stubs* de alumínio (10mm x 11mm) para microscópio Jeol; microscópio Jeol (modelo JSM 6060)

4.2.7.2 - Interface da restauração com o preparo cavitário

Para esta parte experimental foram utilizados 16 dentes incisivos bovinos hígidos (sem fratura); escova de nylon; água; formalina 10%; disco flexível de diamante 7012 (KG Sorensen); micro-motor de baixa rotação (Kavo); tubos circulares de PVC (200mm de diâmetro); resina acrílica (Jet Clássico); turbina de alta-rotação (Kavo); ponta diamantada número 3139 (2,1mm diâmetro x 8,0mm comprimento); limitador (*stop*) circular de borracha; ácido fosfórico (VilleVie); sistema adesivo (Single Bond 3M-ESPE); lixas 1000, 1500 e 2000 (3M); politriz (Bueler); cuba de ultra-som (Cristófoli); sílica coloidal; *stubs* de alumínio (10mm x 11mm); microscópio eletrônico de varredura (Jeol modelo JSM 6060).

4.3 - Métodos de análises

4.3.1 - Microdureza

Para a confecção dos corpos de prova (CPs) foi utilizada uma bancada plana e sobre esta foi colocada a placa de vidro, tendo um filtro de papel branco de tamanho menor, sobre a placa, e sobre este filtro de papel, um filme

transparente de poliéster também foi justaposto. Sobre este conjunto foi colocada a matriz de aço inoxidável articulada (Figuras 4.1). A resina composta foi inserida em um incremento único com o uso de uma espátula para resina composta, com o cuidado para não formarem bolhas de ar no interior da resina. Foi inserida resina até finalizar o preenchimento da matriz, em todo seu volume e sobre esta foi justaposta uma segunda matriz de poliéster. O conjunto foi preso com um pequeno grampo com força de 5N, durante tempo de 10 segundos (Figura 4.2).

Decorrido o tempo de 10 segundos de permanência do grampo, este foi retirado e procedeu-se à fotoativação da resina composta com as diferentes intensidades de luz (180 e 580mW.cm⁻²), diferentes tempos (20, 30, 40 e 60 segundos) e com as diferentes distâncias (ponteira justaposta, afastada 3, 6, e 8mm (Figuras 4.3 e 4.4)) da seguinte forma: a ponteira foi colocada exatamente no centro da matriz, onde se localiza o CP e acionada até transcorrer o tempo selecionado. A fotoativação foi realizada somente em uma das faces do CP. Em seguida o CP foi cuidadosamente removido, realizada uma marcação com ponta diamantada 1011 no lado irradiado, a fim deste lado ser identificado na posterior leitura da microdureza (Figura 4.5). Na seqüência foram retirados alguns excessos de resina das bordas dos CPs, com lâmina de bisturi, polido sequencialmente com discos de óxido de alumínio (Figura 4.6) de granulação média, fina e extrafina (Sof-lex System, 3M ESPE). Os CPs foram armazenados em água destilada em temperatura de 37°C durante 24 horas em recipientes identificados.

Foram produzidos 3 CPs para cada experimento, totalizando 48 CPs para este ensaio mecânico. Transcorridas 24 horas, os CPs foram retirados da água destilada, secos suavemente com papel absorvente e inseridos no durômetro, com ponta de diamante Knoop a fim de ser realizado o teste de microdureza. Este teste foi feito com a aplicação de carga no valor de 50g, por tempo de 10 segundos. Neste ensaio, foi medida a microdureza do lado irradiado (recebeu ação direta da luz) e do lado escuro (não recebeu ação da luz), sendo que para cada lado foram realizadas 3 medições, totalizando 6 medições por CPs. Foi realizada a média aritmética dos três valores da cada lado, a fim de obter um único valor. As três medidas foram realizadas nos locais descritos como L1: centro do CP; L2: distância média entre o centro e a periferia do CP, à esquerda

do centro; L3: distância média entre o centro e a periferia do CP, à direita do centro (Figura 4.7).

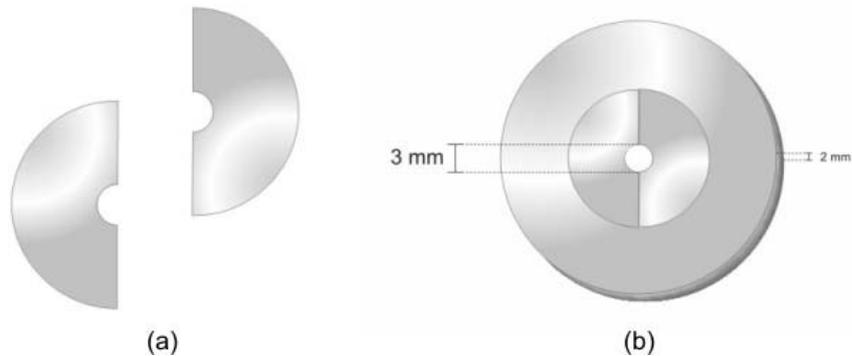


Figura 4.1: Matriz de aço desarticulada (a) e articulada no suporte (b) utilizada para confecção dos CPs.

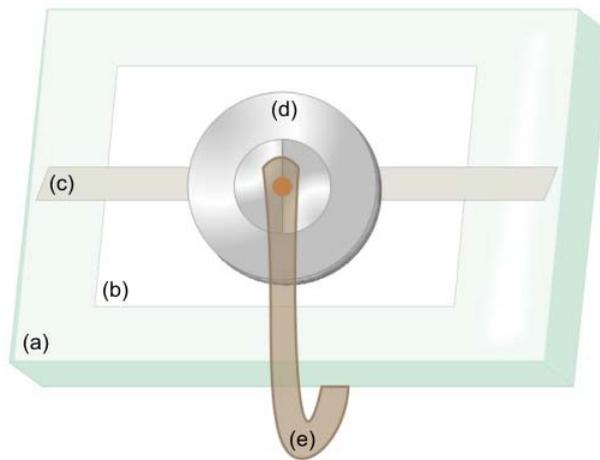


Figura 4.2: Conjunto composto pela placa de vidro (a), papel filtro (b), filme de poliéster (c) e matriz de aço (d), contendo a resina composta (já inserida na matriz) e pelo grampo de fechamento (e) (força de 10N).

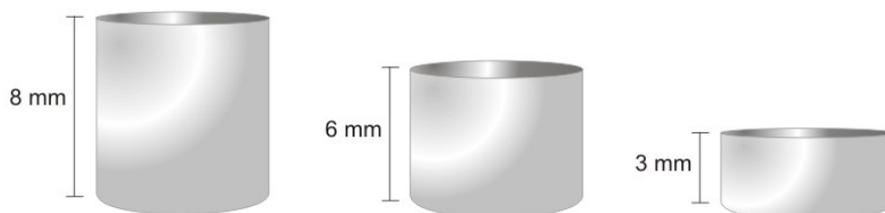


Figura 4.3: Espaçadores de aço inoxidável utilizados durante a fotoativação da resina.

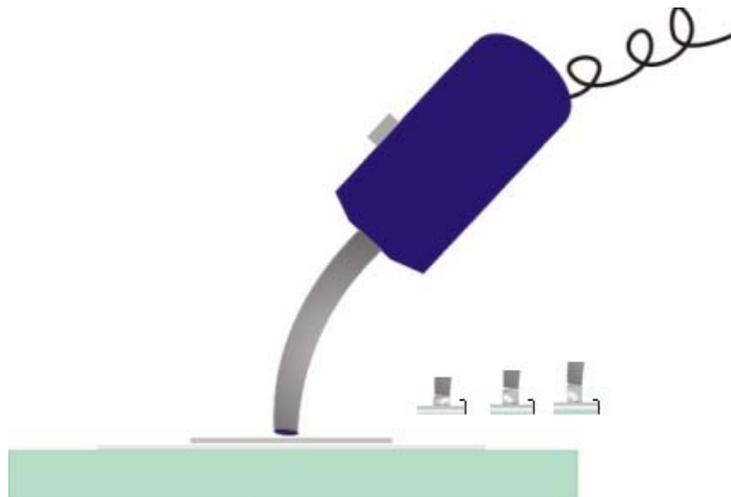


Figura 4.4: Fotoativação com a ponteira justaposta à resina, e (no detalhe) nas distâncias de 3, 6 e 8mm.

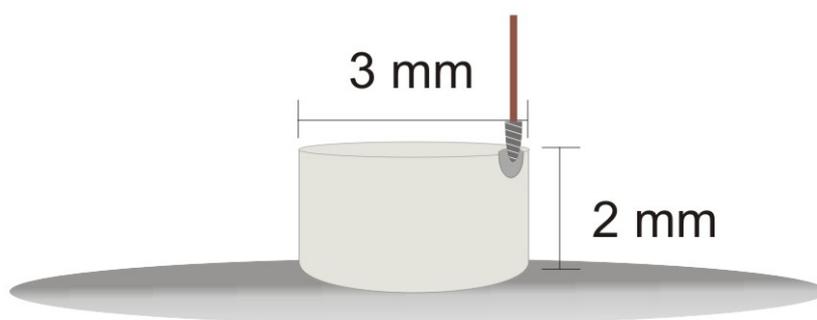


Figura 4.5: Corpo de prova após sua retirada da matriz e a marcação do lado irradiado com ponta diamantada.

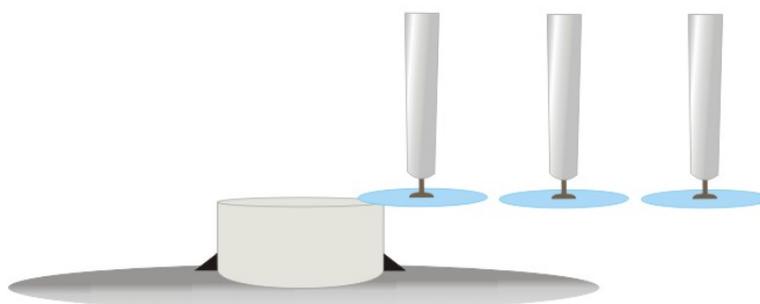


Figura 4.6: Polimento dos CPs com discos Sof-lex.

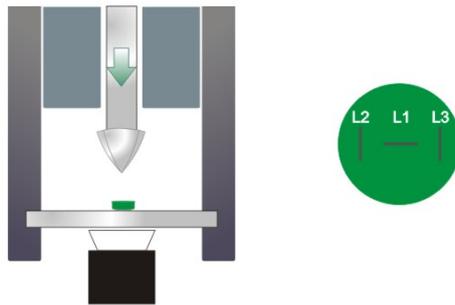


Figura 4.7: Microdurômetro com ponteira Knoop.

4.3.2 - Compressão

Para a confecção dos corpos de prova (CPs) para este teste, foi seguida a mesma metodologia descrita em microdureza, com exceção de dois itens: não foi realizada marcação com ponta diamantada em um dos lados; foram produzidos 5 CPs para cada variável analisada.

Transcorridas 24 horas, os CPs foram retirados da água destilada e secos suavemente com papel absorvente. Os CPs foram adaptados de forma a ficarem em posição horizontal (deitados) no centro da plataforma inferior da máquina universal de ensaios, a fim de ser realizado o teste de compressão. A plataforma superior da máquina de ensaio foi ajustada para velocidade de deslocamento de 0,5mm/minuto. A força máxima aplicada foi registrada no momento da fratura do CP (Figura 4.8).

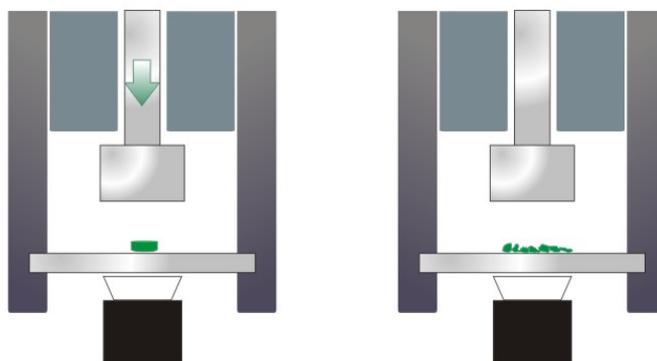


Figura 4.8: Arranjo experimental para os ensaios de compressão.

4.3.3 - Compressão diametral

Para a confecção dos corpos de prova (CPs) para este teste, também foi seguida a mesma metodologia descrita em microdureza, com exceção de três itens: não foi realizada marcação com ponta diamantada em um dos lados; foram produzidos 5 CPs para cada variável analisada; foi realizada uma marcação com caneta para retroprojetor no lado do CP que recebeu ação da luz fotoativadora, para posterior análise de fractografia.

Transcorridas 24 horas, os CPs foram retirados da água destilada e secos suavemente com papel absorvente. Os CPs foram adaptados de forma a ficarem em posição vertical (em pé) no centro da plataforma inferior da máquina universal de ensaios, a fim de ser realizado o teste de compressão diametral. A plataforma superior da máquina de ensaio foi ajustada para velocidade de deslocamento de 0,5mm/minuto. A força máxima aplicada foi registrada no momento da fratura do CP (Figuras 4.9, 4.10, e 4.11). Foi inserido um anel de plástico em volta da plataforma inferior da máquina de ensaio, a fim de coletar todos os fragmentos após fratura do CP.

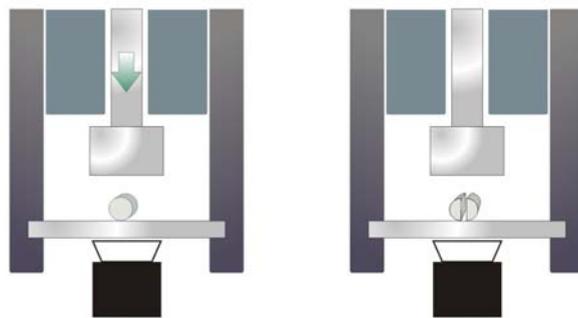


Figura 4.9: Arranjo experimental para os ensaios de compressão diametral.

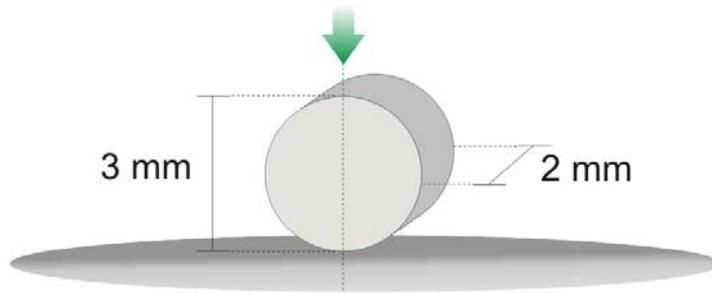


Figura 4.10: Dimensões do CP e local de incidência da força.

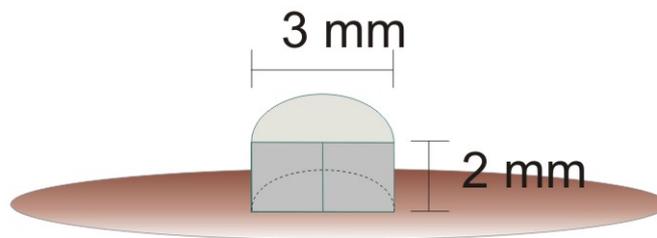


Figura 4.11: Vista frontal do CP fraturado (fragmento).

4.3.4 - Força de contração por polimerização

Para a realização dos testes de força de contração por polimerização, os pinos de aço inoxidável foram acoplados, por uma de suas extremidades, na máquina de ensaios, de forma alinhada, opostas, e com seu longo eixo na vertical. Uma das bases foi fixada, por meio de rosca, ao braço móvel da máquina, ao qual estava acoplada à célula de carga, e a outra base de aço foi fixada na plataforma inferior (fixa) da máquina de ensaios. Após fixadas e alinhadas as bases, o braço móvel superior foi programado para manter uma distância pré-determinada permanente da base inferior de 2mm, sendo os contadores zerados em força e tempo. Como este espaço pré-determinado é formado pelo afastamento das bases cilíndricas (2mm) e pelo diâmetro das mesmas (3mm), o volume de resina inserida no espaço foi sempre o mesmo, sendo de $14,13\text{mm}^3$, o que equivale ao volume de resina utilizado para os testes de microdureza, compressão e compressão diametral.

A resina composta foi inserida dentro do espaço pré-determinado com auxílio de uma espátula para resina (Figura 4.12) e moldada conforme a conformação do espaço pré-determinado, observando para não extravasar resina. Não foi necessário o uso de adesivos nos pinos de aço, uma vez que estas oferecem suficiente retenção para as forças desenvolvidas. Após a inserção da resina, o teste foi iniciado pela fotoativação (Figura 4.13) (a contração da resina permitiu o movimento das bases metálicas) e registro da força por um período pré-determinado para cada grupo, sendo registrados valores nos intervalos corridos de 10, 20, 30, 40, 60, 120, 180, 240, 300, 360 segundos. Este ensaio foi realizado com a fotoativação em somente um dos lados do espaço pré-determinado, observando o uso de espaçadores quando requeridos. Para cada grupo foram realizadas 5 replicações por experimento.

Para o registro dos valores de força, o método utilizou basicamente um teste de compressão, sendo que a força não foi gerada pela máquina de ensaios, e sim pelo material avaliado aderido às superfícies dos pinos de aço. Desta forma, as forças de contração foram transmitidas através da base superior do braço até chegar à célula de carga originando uma mínima deformação que foi traduzida como força. Foram realizados os testes observando as três variáveis: tempo, distância e intensidade da fonte.

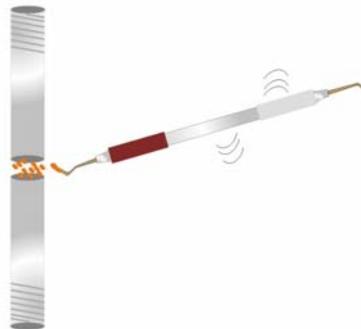


Figura 4.12: Resina composta (a) sendo inserida com espátula (b) entre os pinos de aço inoxidável (c) os quais estão acoplados na máquina de ensaios (EMIC).

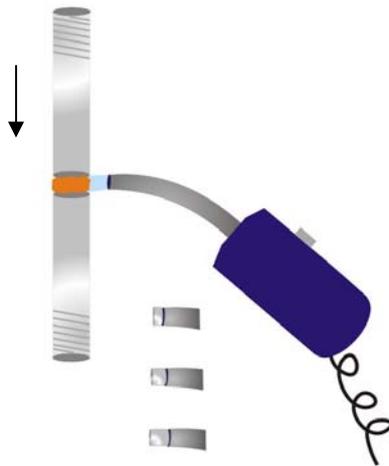


Figura 4.13: Resina composta sendo fotoativada entre os pinos de aço, observando que durante a fotoativação inicia movimento de contração das garras, e (no detalhe) as distâncias de 3, 6 e 8mm.

4.3.5 - Análise termogravimétrica

Para esta análise foi retirada uma porção de resina de aproximadamente 8mm^3 , sendo manipulada a fim de torná-la aproximadamente esférica. Esta esfera foi posicionada sobre uma placa de vidro, a qual continha uma cavidade de aproximadamente 8mm^3 , para adaptar a esfera de resina. Desta forma, a parte mais superior da esfera ficou alinhada com a superfície da placa de vidro (Figura 4.14). O peso médio das esferas de resinas analisadas foram de 5,31mg, sendo o menor de 3,42mg e o peso maior de 8,45mg.

Os espaçadores foram adaptados sobre a placa de vidro, encobrendo a cavidade na placa, a qual continha a esfera de resina não polimerizada. A ponteira do aparelho a ser utilizado foi adaptada ao espaçador, sendo acionado posteriormente (Figura 4.15). Para esta análise, também foram observados os tempos de ativação de 20, 30, 40 e 60 segundos e as distâncias de 3, 6, e 8mm. Após a fotoativação da esfera de resina, o aparelho foi retirado juntamente com o espaçador, sendo removida a esfera de resina com o auxílio de um pinça e inserida na panela do aparelho de análise térmica (Figura 4.16) mantida ao abrigo da luz e poeira, em ambiente (pote plástico escuro) seco durante a pré-pesagem do porta amostras.

Os termogramas foram obtidos seguindo os procedimentos usuais neste tipo de medida, incluindo a pré-pesagem do porta-amostra de platina, uso de atmosfera inerte (nitrogênio) e taxa de aquecimento de 20°C/min, no intervalo entre 40 e 600°C. No decorrer do teste foi registrada a temperatura de aquecimento, o tempo e a perda de massa da resina composta.



Figura 4.14: Placa de vidro com cavidade no centro, para acomodar a resina.

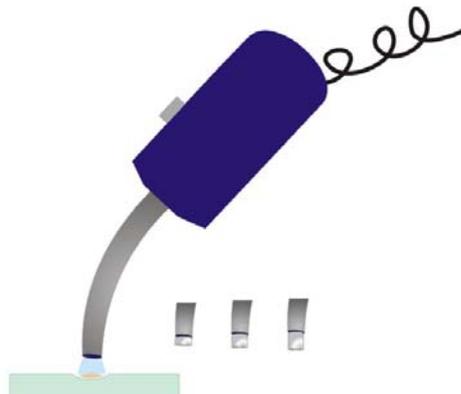


Figura 4.15: Resina sendo fotoativada observando a metodologia de intensidade, tempo, e (no detalhe) as distâncias de 3, 6 e 8mm.

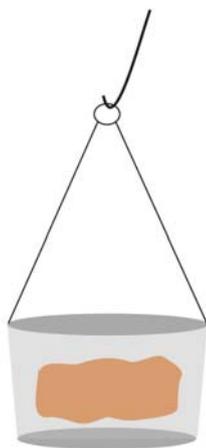


Figura 4.16: Resina composta polimerizada, inserida no interior da panela de TGA, para análise termogravimétrica.

4.3.6 - Intensidade de luz e comprimento de onda

Para a realização das medições de intensidade de luz, o radiômetro foi posicionado sobre uma superfície plana, sendo a abertura circular de leitura voltada para a superfície. Esta abertura circular está localizada em sua face frontal, a qual possui variações de diâmetro, a fim de adaptar-se ao diâmetro da ponteira fotoativadora. O ambiente foi escurecido, a ponteira foi adaptada sobre a abertura e acionado o fotoativador, conjuntamente com o cronômetro digital, com o objetivo de verificar as variações de intensidade de luz conforme o andamento do tempo. Foram registradas medidas de intensidade de luz nos tempos de 20, 30, 40 e 60 segundos. As medidas de intensidade foram repetidas utilizando-se os espaçadores de 3, 6, e 8mm, os quais foram adaptados sobre a abertura circular do radiômetro, com o cuidado para não ocorrer perda de luz nestas interfaces (Figura 4.17). Os valores de intensidade de luz foram registrados e cada análise foi repetida mais uma vez, a fim de prevenir erros de medição.

Para a medição do comprimento de onda das fontes fotoativadoras, foi utilizado o laboratório de laser, do Instituto de física da UFRGS, o qual continha o aparelho de medição. Para esta medição, foi utilizado um aparelho fabricado na UFRGS, o qual contém uma ponteira sensível à luminosidade. Para proceder-se à medição do comprimento de onda, o ambiente foi escurecido e a ponteira do aparelho medidor laser foi posicionada justaposta, afastada 3, 6 e

8mm do aparelho fotoativador que estava sob medição (Figura 4.18). O aparelho de fotoativação foi acionado e a leitura foi realizada pelo laser, observando-se os tempos de 20, 30 40 e 60 segundos e as distâncias já mencionadas. As medidas foram contínuas no decorrer dos tempos de 20, 30 40 e 60 segundos, sem intervalo nas medições. Para cada variável, foram realizadas três medidas, a fim de evitar erros.

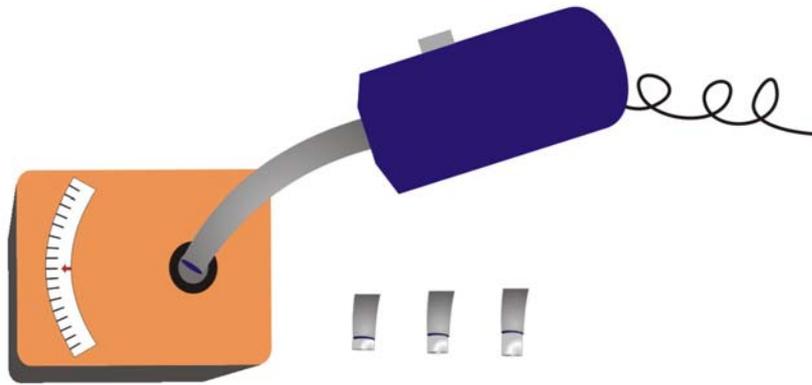


Figura 4.17: Medição da intensidade de luz das fontes utilizando um radiômetro analógico, observando a metodologia de tempo e (no detalhe) as distâncias.

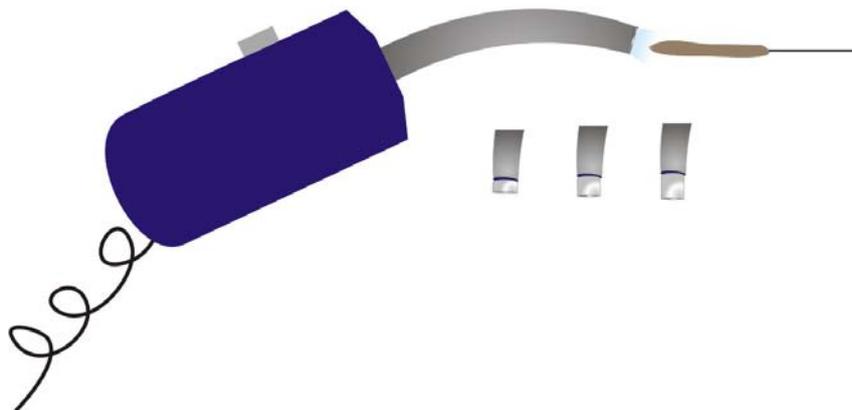


Figura 4.18: Medição do comprimento de onda das fontes, utilizando a ponteira sensibilizadora do aparelho laser, observando a metodologia de intensidade, tempo e, (no detalhe) as distâncias.

4.3.7 - Microscopia eletrônica de varredura

4.3.7.1 - Fractografia

Os corpos de prova confeccionados para o método de compressão diametral tiveram um dos lados (lado que recebeu a luz fotoativadora) pintado com caneta preta como já descrito (metodologia de compressão diametral) a fim de poder posteriormente na microscopia eletrônica de varredura, identificar qual lado recebeu o feixe de luz. Desta forma, decorrido o teste de compressão diametral, os CPs fraturados (5 amostras por experimento) foram coletados no momento do ensaio e guardados em recipientes identificados.

Para cada análise em microscopia eletrônica de varredura do modo de fratura (fractografia), foi selecionado aleatoriamente 1 CP por variável analisada (16 variáveis), sendo que estes foram colados em *stubs* de alumínio, tendo o cuidado de colar o CP com a fratura sempre voltada para cima (Figura 4.19). Todos CPs foram metalizados por vaporização de ouro-carbono, a fim de ser observado o modo de fratura juntamente com a linha de tensão formada durante a fratura (Figura 4.20).

Para obtenção das imagens, foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura da marca Jeol, modelo 6000, do Centro de Microscopia Eletrônica da UFRGS, operado em 20kV e ampliação de 30x.



Figura 4.19: CP fraturado e colado em stub, observando a área de fratura voltada para cima, bem com a marcação em preto (indicação onde recebeu ação da luz fotoativadora)

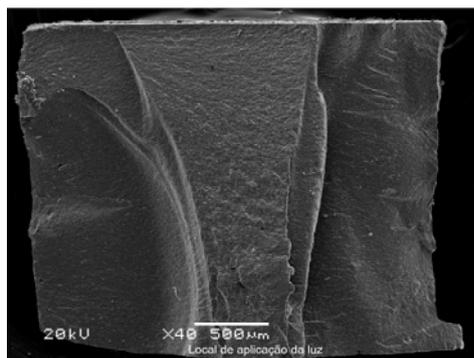


Figura 4.20: Superfície de fratura de um CP submetido à compressão diametral, observando o local de incidência da luz fotoativadora (local de aplicação da luz)

4.3.7.2 - Interface da restauração com o preparo cavitário

Foram extraídos 16 dentes incisivos bovinos hígidos (sem fratura), limpos com escova de nylon e água corrente, armazenados em formalina 10% por período de 7 dias. Cada dente foi inserido no interior de um tubo circular (20,0mm de diâmetro) de PVC, utilizando resina acrílica autopolimerizável, até a altura da junção coroa/raiz. Aguardou-se o período de 12 horas para que a resina obtivesse a cura e em seguida procedeu-se a confecção de preparos cavitários na superfície vestibular dos dentes.

Foi confeccionado um preparo em cada dente, (na superfície vestibular) localizado no centro da área vestibular, equidistante entre o bordo incisal e o colo do dente (Figura 4.21), utilizando a turbina de alta-rotação sob refrigeração com ponta diamantada número 3139 (2,1mm diâmetro x 8,0mm comprimento). Foi adaptado um *stop* circular de borracha na ponta diamantada, o qual serviu de limitador da profundidade do preparo cavitário, a fim deste não ultrapassar 4mm de profundidade (Figura 4.22). Devido à profundidade de 4mm, todos os preparos atingiram dentina (aproximadamente 2mm em dentina e 2mm em esmalte).

Após todos os preparos cavitários estarem finalizados, foram restaurados utilizando-se a seqüência: condicionamento com ácido fosfórico em todo preparo por período de 15 segundos lavagem com água pelo mesmo tempo, aplicação do sistema adesivo e posterior fotoativação conforme metodologia: 180 ou 580mW.cm⁻² de intensidade da fonte; 0, 3, 6 ou 8mm de afastamento da ponteira fotoativadora; tempo de 10 segundos de fotoativação conforme recomendado pelo

fabricante do adesivo, inserção em incremento único de resina, utilizando espátula Suprafil (Figura 4.23), fotoativação conforme metodologia: 180 ou 580mW.cm⁻² de intensidade da fonte; 0, 3, 6 ou 8mm de afastamento da ponteira fotoativadora, 20, 30, 40, ou 60 segundos de fotoativação (Figura 4.24). Todos os dentes foram armazenados em água destilada por período de 7 dias. Após decorrido este período, os dentes foram submetidos a cortes e desgastes descrito com o propósito de analisar a adaptação da resina à cavidade, tanto em esmalte quanto em dentina.

4.3.7.2.1 - Interface da restauração com o esmalte

A primeira análise realizada foi da adaptação da restauração na interface com o esmalte dentário (periferia do preparo cavitário). Na seqüência, foi realizada a análise da adaptação na interface com a dentina. Para isto, os dentes tiveram todos seus bordos (duas faces laterais, uma face superior e uma face inferior unida à raiz) cortados na seguinte ordem: dois cortes iniciais: sentido vertical, removendo as faces proximais (Figuras 4.25); dois cortes finais: sentido horizontal, removendo a face superior e a face inferior, liberando o dente da raiz (Figura 4.26). Estes cortes foram realizados com um disco de diamante sob refrigeração, utilizando um motor em baixa rotação.

Desta forma, permaneceu somente um bloco quadrado (corpo de prova) de dimensões 6mm (horizontal) x 6mm (vertical) x 8mm (profundidade), o qual continha o preparo cavitário íntegro restaurado. Os fragmentos foram mantidos em 16 copos de Becker pequenos identificados. Foi realizado o polimento seqüencial com discos de óxido de alumínio de granulação média, fina e extrafina (Sof-lex System, 3M ESPE) em todas restaurações realizadas. Os copos de Becker foram colocados no interior de cubas de ultra-som a fim de serem eliminados quaisquer resíduos do polimento. Procedeu-se a secagem lenta das amostras, pelo tempo de 7 dias, utilizando sílica coloidal, e posteriormente colagem das mesmas com cola carbono em *stubs* de alumínio e metalização pela vaporização em ouro-carbono em metalizadora a fim de tornar a amostra condutora.

4.3.7.2.2 - Interface da restauração com a dentina

Para esta análise, os corpos de prova foram removidos dos stubs, e submetidos a uma seqüência de desgastes, com o objetivo de visualizar o interior da cavidade e da restauração, a fim de observação da interface. Neste momento, foram realizados desgastes na seqüência descrita: um desgaste inicial realizado na lateral dos CPs, até o momento de exposição da restauração, em ambos os lados (Figuras 4.27), sendo possível também desta forma, visualizar o fundo da cavidade.

Os fragmentos foram mantidos em 16 copos de Becker pequenos identificados. Os copos de Becker foram colocados no interior de cubas de ultrassom a fim de serem eliminados quaisquer resíduos do desgaste. Procedeu-se a secagem lenta das amostras, pelo tempo de 7 dias, utilizando sílica coloidal, e posteriormente colagem das mesmas com cola carbono em *stubs* de alumínio e metalização pela vaporização em ouro-carbono em metalizadora a fim de tornar a amostra condutora.

Desta forma, foi possível de ser visualizada a interface entre dentina e resina composta e o fundo da cavidade.

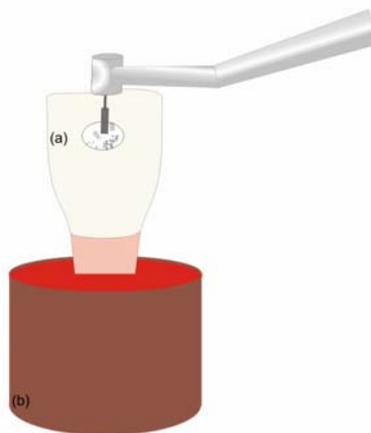


Figura 4.21: Arranjo experimental para a preparação de cavidade (4mm profundidade x 2,1mm diâmetro) em um dente bovino (a) inserido em resina acrílica (suporte) (b).

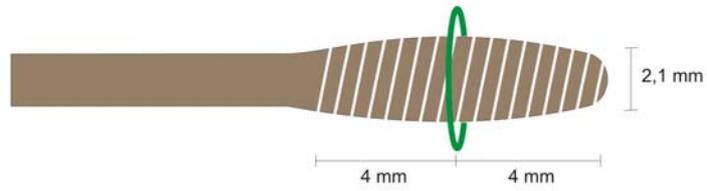


Figura 4.22: Ponta diamantada (8mm de parte ativa x 2,1 diâmetro) com limitador de profundidade, utilizada para preparo cavitário.



Figura 4.23: inserção da resina composta em incremento único, após condicionamento ácido da cavidade, lavagem, secagem, aplicação do sistema adesivo e fotoativação.

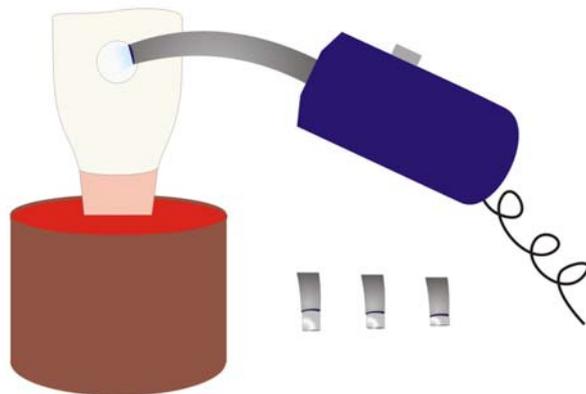


Figura 4.24: Fotoativação da resina composta inserida na cavidade de 4mm de profundidade x 2,1mm de diâmetro, observando a metodologia de intensidade, tempo e, (no detalhe), as distâncias.

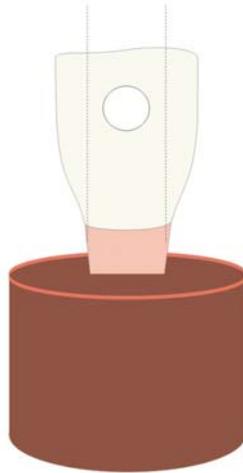


Figura 4.25: Cortes no sentido vertical, removendo superfícies proximais dos dentes e mantendo intacta a área a ser analisada.

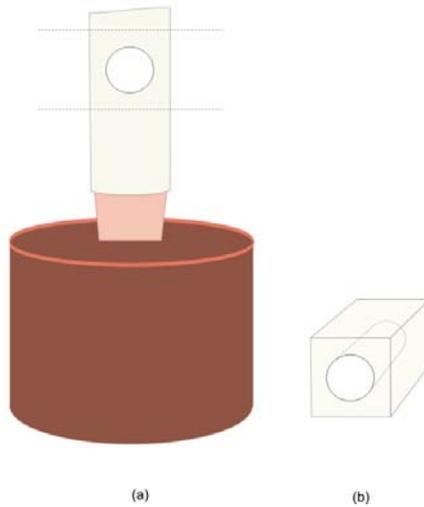


Figura 4.26: Cortes no sentido horizontal, removendo a face superior (a) e a face inferior (unida à raiz), liberando o fragmento (b) para ser realizada a primeira análise (interface da restauração com o esmalte) em MEV.

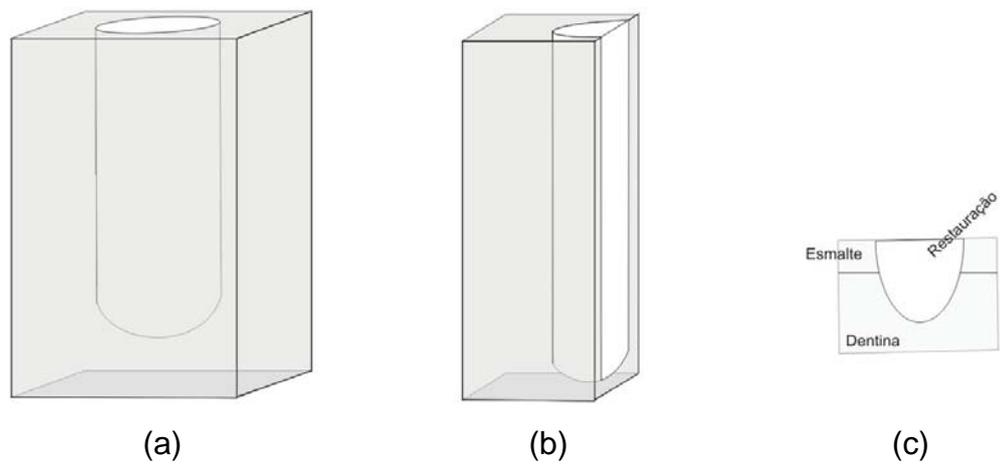


Figura 4.27: Desgaste frontal (a) para expor a área a ser analisada por microscopia e corpo de prova resultante (b) e suas características de composição (c).

5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 - Microdureza

Os resultados para os ensaios de microdureza *Knoop* podem ser observados nas Tabelas 5.1, 5.2, 5.3, 5.4. Para execução dos cálculos de efeito das variáveis e entre variáveis nos fatoriais, foram utilizados os valores escalonados (+1 e -1) de cada variável.

As Tabelas 5.1 e 5.3 referem-se à média de microdureza e o desvio-padrão nas superfícies que receberam irradiação (luz direta) e nas superfícies do lado escuro (lado oposto à irradiação) dos CPs. As Tabelas 5.2 e 5.4 referem-se aos resultados dos efeitos principais das variáveis e de interação entre as mesmas, pelo método fatorial.

Tabela 5.1: Resultados de microdureza em CPs de resina composta fotoativados com diferentes tempos, intensidades e distâncias.

Experimento	Variáveis			Resultados (Knoop)			
	Tempo (s)	Intensidade (mW.cm ⁻²)	Distância ponteira (mm)	Lado irradiado		Lado escuro	
				Média	DP	Média	DP
1	20	180	0	55,3	4,9	24,9	4,4
2	40	180	0	63,8	3,3	41,4	2,6
3	20	580	0	62,8	4,3	53,0	1,5
4	40	580	0	66,1	2,7	64,3	2,9
5	20	180	8	20,9	0,3	-	-
6	40	180	8	40,3	0,7	-	-
7	20	580	8	58,3	1,4	31,6	2,4
8	40	580	8	59,7	2,6	49,4	1,2
Média				58,0	2,5	44,1	2,5
Amostras por experimento:				3			
Total de amostras:				24			

Tabela 5.2: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em microdureza, calculados a partir dos resultados da Tabela 5.1. Os efeitos significativos são destacados pela seta “▶” e sua avaliação estatística encontra-se no Apêndice 1(1).

Efeitos		Estimativas dos efeitos (Knoop) e sua magnitude (%) em relação à média de todos os experimentos			
		Lado irradiado		Lado escuro	
Principais	Tempo	+8,2	+14%	+11,4	+26%
	Intensidade	▶ +16,6	+29%	▶ +33,0	+75%
	Distância	▶ -17,2	-30%	▶ -25,6	-58%
Interações	Tempo x intensidade	-5,8	-10%	+3,2	+7%
	Tempo x distância	+2,2	+4%	-2,5	-6%
	Intensidade x distância	▶ +11,7	+20%	+7,5	+17%
	Tempo x intensidade x distância	-3,2	-5%	+5,7	+13%

Tabela 5.3: Resultados de microdureza em CPs de resina composta fotoativados com diferentes tempos, intensidades e distâncias.

Experimento	Variáveis			Resultados (Knoop)			
	Tempo (s)	Intensidade (mW.cm ⁻²)	Distância ponteira (mm)	Lado irradiado		Lado escuro	
				Média	DP	Média	DP
1	30	180	3	28,3	1,1	14,6	2,3
2	60	180	3	57,3	1,3	24,4	1,7
3	30	580	3	53,0	1,6	25,3	1,0
4	60	580	3	61,0	0,7	33,2	1,0
5	30	180	6	26,4	0,6	-	-
6	60	180	6	46,5	1,2	20,2	1,0
7	30	580	6	52,3	1,0	27,4	5,5
8	60	580	6	57,1	0,6	33,5	1,0
Média				47,7	1,0	22,3	1,7
Amostras por experimento:				3			
Total de amostras:				24			

Tabela 5.4: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em microdureza, calculados a partir dos resultados da Tabela 5.3. Os efeitos significativos são destacados pela seta “▶” e sua avaliação estatística encontra-se no Apêndice 1(2).

Efeitos		Estimativas dos efeitos (Knoop) e sua magnitude (%) em relação à média de todos os experimentos.			
		Lado irradiado		Lado escuro	
Principais	Tempo	▶ +15,5	+33%	▶ +14,0	+63%
	Intensidade	▶ +16,3	+34%	▶ +15,0	+67%
	Distância	-4,3	-9%	-4,1	-18%
Interações	Tempo x intensidade	▶ -9,5	-20%	-4,0	-18%
	Tempo x distância	-4,0	-8%	+2,1	+9%
	Intensidade x distância	+2,0	+4%	+5,3	+24%
	Tempo x intensidade x distância	+1,4	+3%	-3,0	-13%

A seguir estão inseridos os gráficos de ambos fatoriais com os valores médios de microdureza.

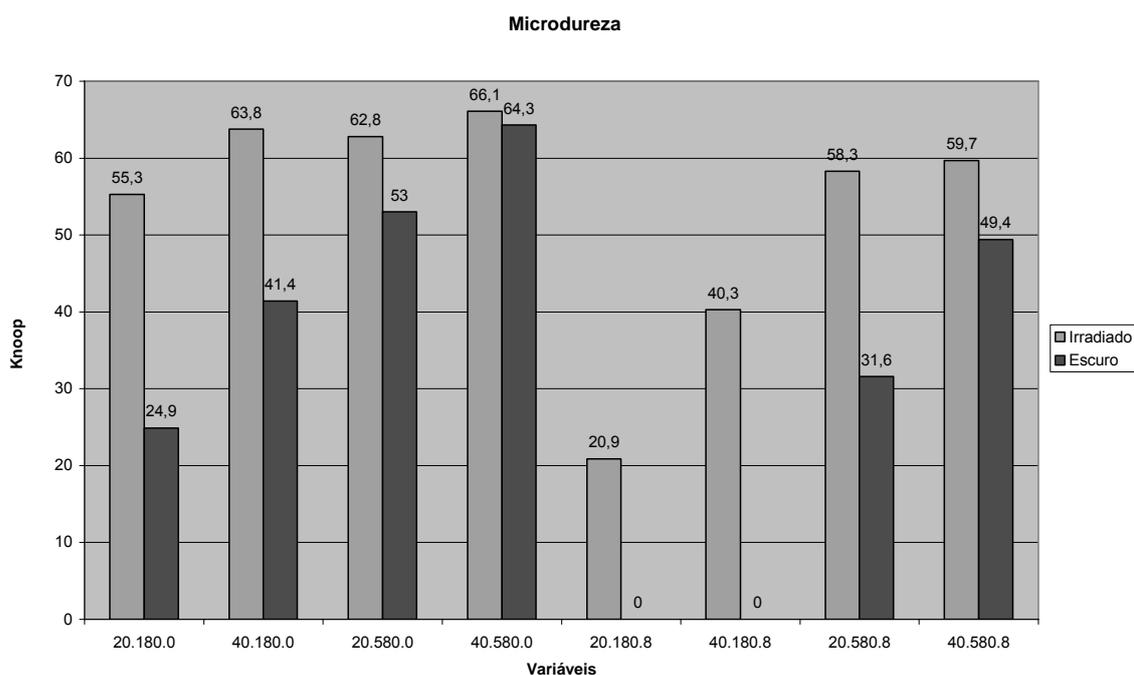


Figura 5.1: Resultados de microdureza em função das condições de obtenção dos CPs expressos em termos de tempo (20/40), intensidade (180/580), distância (0/8).

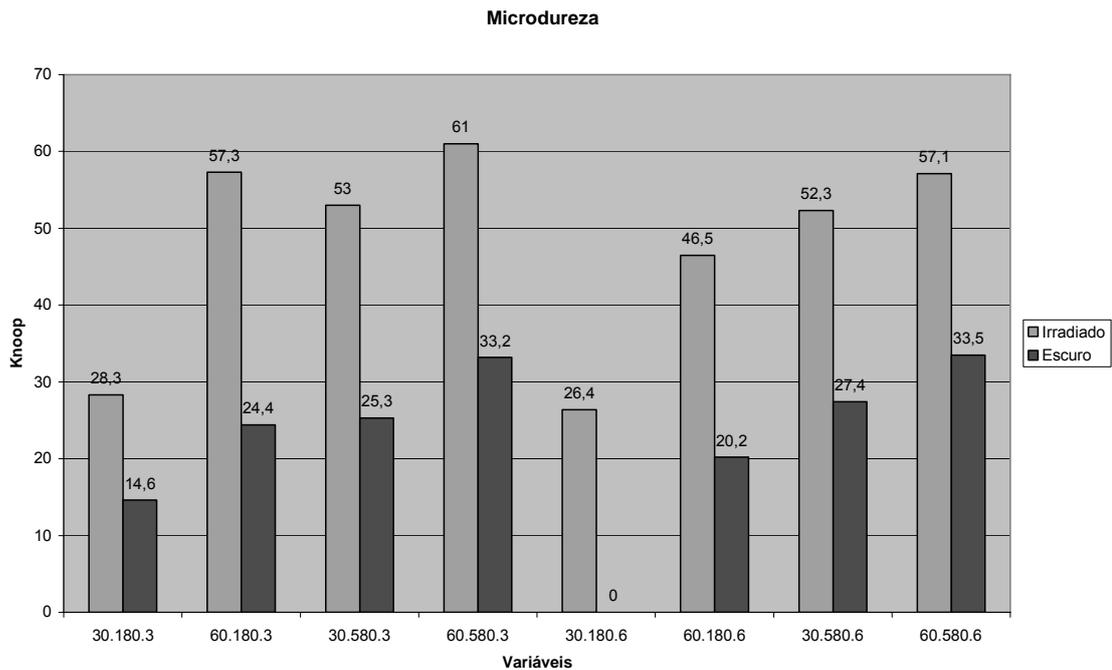


Figura 5.2: Resultados de microdureza em função das condições de obtenção dos CPs expressos em termos de tempo (30/60), intensidade (180/580), distância (3/6).

Analisando os resultados obtidos, é possível de verificar que a intensidade da fonte exerce uma influência muito grande sobre a microdureza. Quando se observa os valores obtidos do lado escuro dos CPs, realmente deve-se considerar a importância de aumentar a intensidade da fonte para quantificar a microdureza deste lado. Os ganhos giram em torno de 75% para o lado escuro, contribuindo para uma melhor qualidade do material em termos de dureza superficial. Estes dados de microdureza sugerem que ocorra um gradiente no grau de conversão a partir da superfície irradiada, em direção ao lado escuro, que parece ser muito superior quando a intensidade da fonte for de $580\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$. Porém, é relatado em estudos ⁽²²⁾ que o grau de conversão variou de 55,9% até 59,00% no topo de espécime de resina composta e 51,9% até 57,3% na base do espécime, utilizando 10 métodos de fotoativação diferentes, concluindo que não há diferença significativa entre os métodos utilizados, em relação ao grau de conversão. Desta forma, ainda se discute ⁽³⁶⁾ se a microdureza pode ser utilizada como um parâmetro sobre o grau de polimerização de resinas compostas.

Outro ponto que chama a atenção é que o ganho de microdureza é maior para o lado escuro quando comparado ao lado irradiado, quando é analisada a

intensidade da fonte, e este fator é decisivo para contribuir ao uso de uma alta intensidade. Mas cabe lembrar que no lado irradiado os valores médios ainda são maiores, girando em torno de 58 Knoop contra 44 Knoop para o lado escuro. Desta forma, uma intensidade alta, analisada isoladamente, contribui com 75% de ganhos da qualidade superficial de uma resina composta. Sendo assim, este trabalho verificou que ambos os lados (lado irradiado e lado escuro) de CPs podem aproximar-se em valores de microdureza, sendo extremamente significativo para resinas que serão utilizadas no interior de cavidades de até 2mm de profundidade, pois ambos os lados estarão bem polimerizados. Estudos relatam ⁽⁵⁶⁾ em relação à intensidade, que a microdureza, em tempos de 20 segundos de ativação (modo normal de ativação) é de 51 Vickers para o topo e 29 Vicker para a base da resina; modo crescente de ativação, 42 Vickers para o topo e 30 Vicker para a base da resina, discutindo que altas intensidades de luz não produzem ganhos tão significativos na microdureza, mas sim aumentos da tensão de contração da massa de resina ^(64, 65).

Houve apenas um momento em que ambos os lados dos CPs tiveram valores de microdureza muito próximos, e foi quando se utilizou 40 segundos de fotoativação, com intensidade alta e ponteira justaposta. Isto significa dizer que, provavelmente uma alta intensidade, aplicada por um período relativamente alto, consegue gerar uma quantidade de fótons capazes de ativar a canforoquinona de uma forma tão intensa, capaz de agir em toda a massa de polímero. Neste caso, chegando à espessura de 2mm e gerando uma microdureza superficial semelhante em ambos os lados (63,1 Knoop para lado irradiado e 64, 3 Knoop para o lado escuro).

Um outro dado que pode ser observado é que quando a intensidade de luz utilizada foi baixa, e a ponteira esteve afastada 6 ou 8mm, com um tempo baixo de 20 ou 30 segundos, a resina não apresentou polimerização na superfície do lado escuro, demonstrado pela impossibilidade da medida de microdureza para esta superfície. Tal fato não ocorreu quando se utilizou as mesmas distâncias e os mesmo tempos, com a intensidade alta. Isso leva a discutir a importância e a influência da intensidade de luz sobre a propriedade microdureza ^(38, 43). Os tempos e as distâncias não exercem um efeito tão significativo quando a intensidade utilizada é a alta, levando a discutir que um aparelho de baixa

intensidade deve ser afastado no máximo 3mm da resina e acionado por tempo mínimo de 40 segundos, para produzir resultados aceitáveis de microdureza.

Analisando a influência da distância da ponteira à resina, percebe-se que sempre, sem exceção, o aumento da distância, quando analisado isoladamente, produziu perdas médias de microdureza (média dos dois fatoriais) de 29%. Este fato se deve, provavelmente, a chegada de menos fótons sobre a massa do polímero, dificultando a ativação da canforoquinona ^(55, 56, 89). É possível ainda verificar que este fato é muito saliente para o lado escuro dos CPs, onde no primeiro fatorial a queda de microdureza foi de 58% no lado escuro. Desta forma pode-se discutir o quanto de monômeros permanecem sem polimerizar nesta superfície e qual a influência destes quando esta resina for inserida em cavidades dentárias profundas e polimerizadas desta forma descrita. Trabalhos ⁽³⁹⁾ demonstram que a microdureza diminuiu moderadamente em uma escala linear comparada com o aumento da distância da ponteira fotoativadora e o aprofundamento da cavidade dentária, verificando que quanto mais profunda a cavidade, menor a microdureza superficial da resina composta inserida nesta.

O que chama muita atenção é que quando analisados isoladamente, tanto o tempo quanto à intensidade exercem influência significativa sobre a microdureza, como já discutido e também verificado ⁽⁴⁴⁾. Mas quando os dois efeitos são analisados em conjunto no primeiro fatorial, ou seja, interagindo um com o outro, surge uma queda significativa na microdureza em torno de 10% para o lado irradiado. E o mais surpreendente é que do lado escuro, ocorre ganhos em torno de 7%. O trabalho já citado ⁽⁴⁴⁾ analisou a interação entre tempo e intensidade, e verificou que em alto tempo e alta intensidade, em CPs de 1 e 2mm, não surgem ganhos de microdureza. Talvez esta interação seja tão forte que gera uma depolimerização superficial da resina ^(9,10), fazendo com que alguns radicais livres sejam destrutivos à cadeia polimérica. Mas como isto age apenas superficialmente, o mesmo não ocorre no lado escuro, seguindo a idéia de qualificação da resistência. Já no segundo fatorial, esta interação gera somente perdas de microdureza. É importante lembrar que neste fatorial a distância é no máximo 6, ao invés de 8mm do primeiro fatorial e o tempo é de 60 segundos, ao invés de 40 segundos. Isto torna esta interação muito mais forte em termos de tempo e distância, pois são 60 segundos de luz a uma distância de 6mm. Desta

forma, talvez estes fótons consigam gerar também uma depolimerização do lado escuro.

O tempo de ativação sobre a resina é outro fator que gera discussão, pois como verificado, um alto tempo gera ganhos de até 63% do lado escuro dos CPs. Outros autores ^(38, 44, 46, 56) já verificaram que o tempo age como um fator de incremento da microdureza em corpos de prova de resina composta. Em uma primeira análise, isto pode ser muito importante quando um profissional estiver trabalhando em uma cavidade dentária na qual tenha que inserir incrementos de resina de 2mm, onde possa utilizar um tempo alto de fotoativação, para ter certeza de que o lado oposto da resina, ou seja, o lado escuro consiga polimerizar de forma semelhante ao lado irradiado. Desta forma, quando uma resina for fotoativada por um aparelho de baixa intensidade, o qual geraria perdas de microdureza no material, poderiam estas perdas ser compensadas com um aumento do tempo de fotoativação. Mas cabe lembrar que este aumento do tempo não deve ser realizado com o uso de aparelho de alta intensidade, pois esta interação entre tempo e intensidade produz perdas de microdureza para o lado irradiado.

Importante ainda de ser discutido é que na interação de terceira ordem, entre tempo, intensidade e distância, o primeiro fatorial apresentou resultado de ganhos de microdureza de 13%, e para o segundo fatorial, perdas de 13%, ambos para o lado escuro dos CPs. Isto quer dizer que aumentando o tempo, a intensidade e a distância, surgem ganhos de 13% para um fatorial e perdas de 13% para o outro. O que pode ser discutido é que no segundo fatorial trabalha-se com tempo de 60 segundos e distância de 6mm, ou seja, um acréscimo muito alto no tempo associado a uma pequena queda na distância, (em relação a 8mm do primeiro fatorial), e isto provavelmente gere uma depolimerização superficial da resina. Já quando o tempo é de 40 segundos associado à distância de 8mm, a qual é a maior distância analisada, provavelmente esta distância que é 2mm a mais que o segundo fatorial, consiga amenizar o tempo de irradiação, que também é 33% menor do que do segundo fatorial.

5.2 - Compressão

Os resultados para os ensaios de compressão podem ser observados nas Tabelas 5.5 – 5.8. Estão discriminadas a força (N) máxima aplicada sobre os corpos-de-prova (CPs) e a tensão (MPa) máxima sofrida pelos CPs.

No método de análise da compressão, a força (N) foi aplicada por uma placa reta de encontro à área transversa dos CPs cilíndricos (disco). A força compressiva vertical produziu uma tensão de compressão, originando uma fratura tipo esmagamento. Nesta situação, a tensão de compressão é diretamente proporcional à carga compressiva aplicada e é computada pela fórmula a seguir:

Tensão de compressão: $P/\pi r^2$, onde:

P: força (N).

π : pi.

r: raio (mm).

Tensão de compressão: $P/3,14 \cdot (1,5)^2$

Tensão de compressão: $P/7,1$

As Tabelas 5.5 e 5.7 referem-se à média e o desvio-padrão da força (N) máxima aplicada sobre os corpos-de-prova (CPs) e da tensão (MPa) máxima sofrida pelos CPs no momento da fratura. As Tabelas 5.6 e 5.8 se referem aos resultados dos efeitos principais e de interação entre as mesmas, pelo método fatorial.

Tabela 5.5: Resultados de resistência à compressão em CPs de resina composta fotoativados com diferentes tempos, intensidades e distâncias.

Experimento	Variáveis			Resultados			
	Tempo (s)	Intensidade nominal (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	Força (N)		Tensão (MPa)	
				Média	DP	Média	DP
1	20	180	0	2263,0	60,2	318,7	8,5
2	40	180	0	2369,3	110,3	331,7	14,4
3	20	580	0	2378,1	54,4	334,7	7,3
4	40	580	0	2520,2	49,3	354,9	6,9
5	20	180	8	1291,0	241,8	181,8	34,0
6	40	180	8	1715,0	156,2	241,5	22,0
7	20	580	8	2264,4	160,7	318,9	22,6
8	40	580	8	2468,7	56,6	347,7	8,0
Média				2158,7	111,2	303,7	15,5
Amostras por experimento:				5			
Total de amostras:				40			

Tabela 5.6: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em compressão, calculados a partir dos resultados da Tabela 5.5. Os efeitos significativos são destacados pela seta “▶” e sua avaliação estatística encontra-se no Apêndice 1(3a).

Efeitos		Estimativas dos efeitos (Mpa)	Magnitude relativa (%) à média geral
Principais	Tempo	+30,4	+10%
	▶ Intensidade	+70,6	+23%
	▶ Distância	-62,5	-21%
Interações	Tempo x intensidade	5,9	-1,9%
	Tempo x distância	+13,8	+4,5%
	▶ Intensidade x distância	+51,0	+16%
	Intensidade x distância x tempo	-9,5	-3%

Tabela 5.7: Resultados de resistência à compressão em CPs de resina composta fotoativados com diferentes tempos, intensidades e distâncias.

Experimento	Variáveis			Resultados			
	Tempo (s)	Intensidade nominal (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	Força (N)		Tensão (MPa)	
				Média	DP	Média	DP
1	30	180	3	1494,8	21,3	210,5	3,0
2	60	180	3	2317,5	99,6	326,4	14,0
3	30	580	3	1585,2	73,5	223,3	10,3
4	60	580	3	2367,4	84,9	333,4	12,0
5	30	180	6	1322,6	56,0	186,3	7,9
6	60	180	6	1991,7	125,6	280,5	17,7
7	30	580	6	1628,4	35,5	229,3	5,0
8	60	580	6	2096,0	112,1	295,2	15,8
Média				1850,5	76,1	260,6	10,7
Amostras por experimento:				5			
Total de amostras:				40			

Tabela 5.8: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em compressão, calculados a partir dos resultados da Tabela 5.7. Os efeitos significativos são destacados pela seta “►” e sua avaliação estatística encontra-se no Apêndice 1(3b).

Efeitos		Estimativas dos efeitos (MPa)	Magnitude relativa (%) à média geral
Principais	Tempo	► +96,5	+37%
	Intensidade	+19,4	+7%
	Distância	- 25,6	-10%
Interações	Tempo x intensidade	- 8,5	-3%
	Tempo x distância	- 16,5	-6%
	Intensidade x distância	+ 9,5	+4%
	Intensidade x distância x tempo	- 5,6	-2%

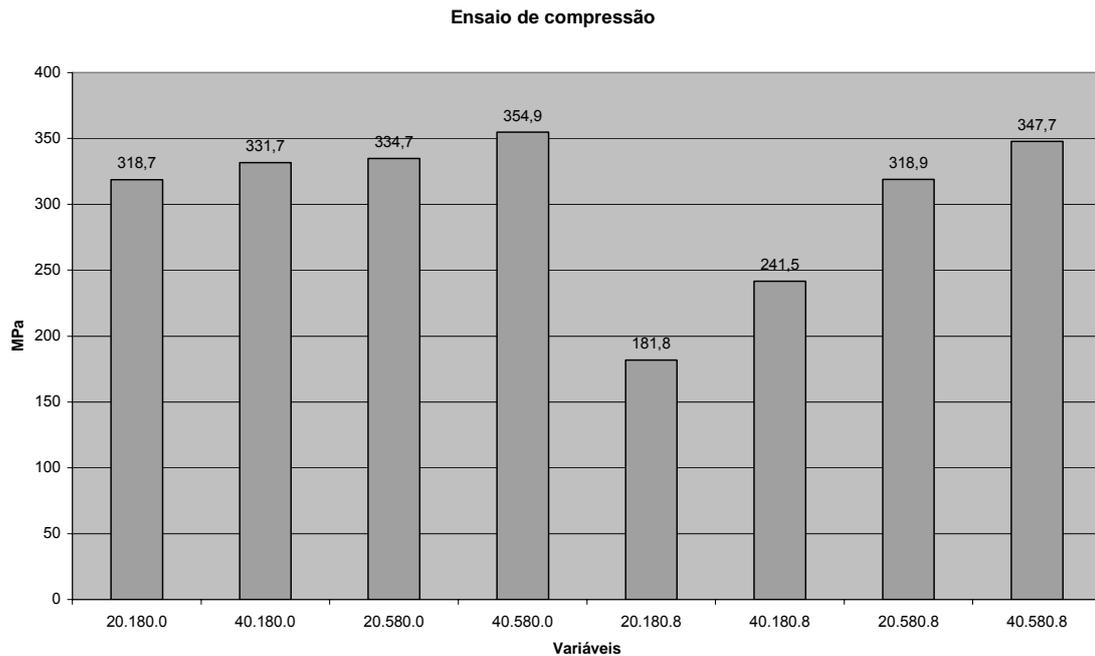


Figura 5.3: Resultados de resistência à compressão em função das condições de obtenção dos CPs expressos em termos de tempo (20/40), intensidade (180/580), distância (0/8).

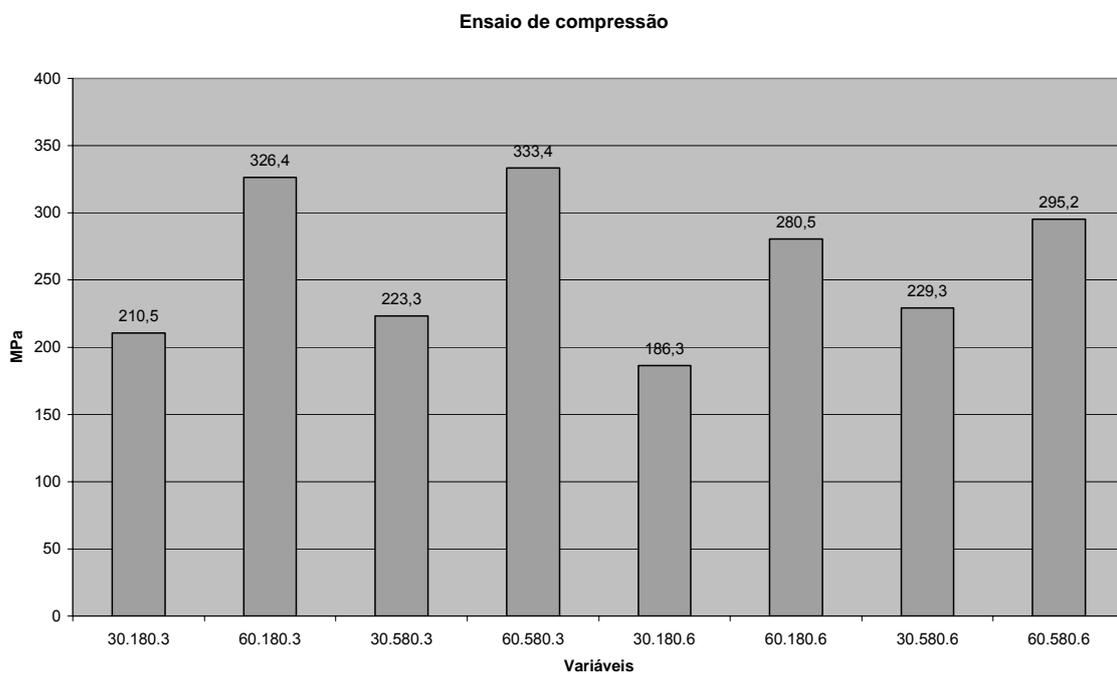


Figura 5.4: Resultados de resistência à compressão em função das condições de obtenção dos CPs expressos em termos de tempo (30/60), intensidade (180/580), distância (3/6).

Quando é observada a primeira análise fatorial, é possível de perceber que tanto o tempo, quanto a intensidade e a distância têm influência significativa sobre a resistência compressiva da resina analisada. O efeito principal da intensidade é o que mais se destaca, chegando a gerar um ganho próximo a 71,0MPa de resistência compressiva. Isto equivale a dizer que houve um ganho próximo a 23% em relação à média total de resistência, que foi de 303,7MPa. Desta forma, pode ser considerado que o aumento da intensidade de luz realmente gera ganhos muito significativos em termos de resistência mecânica do material analisado ⁽³⁸⁾.

O valor médio do primeiro fatorial, de 303MPa, pode ser considerado um valor dentro da média de muitas resinas analisadas, conforme relatam pesquisas ⁽⁵⁰⁾, que conseguiram valores de 222,08MPa chegando 307MPa. Assim, um aumento da intensidade de luz consegue elevar esta média em torno de 23%, chegando a 370MPa. Este valor pode ser considerado bastante alto, e é possível de ser obtido utilizando um aparelho de alta intensidade, com a ponteira o mais próximo possível da resina e com um tempo de aplicação de luz em torno de 40 segundos.

A influência da distância, no primeiro fatorial, sobre a resistência da resina gera um decréscimo muito significativo, chegando a valores de 21% negativos, ou seja, os corpos de prova analisados perderam 21% de sua resistência, em relação à média total. Isto equivale a dizer que os valores baixaram de 303,7MPa para 241,2MPa quando a ponteira foi afastada 8mm da resina. Esta perda de resistência em termos de análise estatística é considerada significativa, mas é importante de ser considerada a análise e discussão clínica. Lembrando que o valor médio obtido de 303,7MPa equivale a 2158,7N, este valor, subtraído com a perda de 21%, pode chegar a valores de 1705N. No mesmo raciocínio, convertendo 1705N para Kg, obtém-se 174Kg. Sendo assim, verificando na literatura ⁽⁴⁹⁾, constata-se que é necessário em torno de 179Kg para um dente fraturar-se, e desta maneira, a resina analisada, com a perda de 21% de sua resistência, teoricamente iria fraturar antes de um dente hígido. Desta forma, se pode questionar qual a importância de se conseguir aumentar a resistência compressiva de um material polimérico utilizado para restaurar um dente, pois o próprio dente poderá fraturar-se antes mesmo do material. Por outro lado, o ponto

exato de mordida do dente antagonista ao dente que estiver restaurado, poderá acontecer exatamente sobre a restauração, e sendo assim, este estará sujeita a carga compressiva, e deverá realmente ser igual ou maior à resistência do dente.

O aumento do tempo de luz de 20 para 40 segundos durante a fotoativação da resina também gera ganhos de resistência compressiva, mas em termos percentuais são menores quando comparados aos ganhos com o aumento da intensidade. Estes valores chegam a 10% de ganho. O que cabe salientar é que frequentemente o profissional tende a aumentar o tempo de exposição de luz fotoativadora com a intenção de qualificar a resistência ^(38, 49, 78). Percebe-se que isoladamente, isto gera ganhos para o material, mas este aumento do tempo de ativação não é realizado quando o profissional trabalha com aparelhos de alta intensidade, e sim, quando trabalha com aparelhos de baixa intensidade.

Continuando a discussão anterior, devem ser analisados os efeitos de segunda ordem, ou seja, a interação entre tempo e intensidade. Nesta interação, existe uma perda de 1,9% quando estas duas variáveis interagem. Esta perda não é significativa, mas também não gera ganhos de resistência. Sendo assim, um aumento do tempo de luz, acompanhado do aumento da intensidade não irá gerar ganhos de resistência, bem como a diminuição do tempo associada à diminuição da intensidade.

Quando existe a interação entre tempo e distância, no primeiro fatorial, ocorre um pequeno aumento, estatisticamente não significativo, da resistência compressiva da resina. Isto equivale dizer que quando existe um aumento do tempo de fotoativação de 20 para 40 segundos juntamente com um aumento da distância de 0 para 8mm, a resina suporta 4,5% mais carga compressiva, em relação a media total. Provavelmente neste caso, o aumento do tempo compense o aumento da distância, que certamente faz incidir menos fótons sobre o material analisado. Pesquisas ⁽³⁷⁾ relatam que diferentes intensidades de luz podem ser obtidas variando a distância da ponteira à resina, sendo que isto afeta diretamente o resultado final do material, como já foi discutido anteriormente. Mas neste caso de interação entre tempo e distância, o tempo estaria quase significativamente compensando esta perda de intensidade, ocasionada pelo aumento da distância de 0 para 8mm.

Já na interação entre intensidade e distância do primeiro fatorial, ocorre um aumento muito significativo, em torno de 16% de ganho, quando se aumenta à intensidade e aumenta a distância. O que ocorre, provavelmente, é que pela fonte ser potente, o aumento da distância de 0 para 8 possa ter causado um maior espalhamento de fótons, melhorando a polimerização. No mesmo raciocínio, a diminuição da intensidade e diminuição da distância geram o mesmo ganho, de 16%, e isto se deve ao aparelho ser de baixa intensidade, e necessitar uma aproximação maior da ponteira, ou seja, ficar justaposta à resina.

No segundo fatorial, ocorrerem resultados muito diferentes do primeiro fatorial. Analisando o tempo isoladamente, quando este é aumentado de 30 para 60 segundos, ocorre um dos maiores aumentos significativos encontrados, que chega a casa dos 37% de ganho de resistência. Isto equivale a dizer que a resina analisada terá um ganho excelente em sua resistência compressiva. Na mesma idéia, o aumento da intensidade, visto isoladamente, também gera ganhos de resistência muito bons, chegando a cerca de 7%. Porém, o mesmo fatorial demonstra que, quando o tempo interage com a intensidade, ou seja, aumentando o tempo de 30 para 60 segundos e aumentando a intensidade de 180mW.cm^{-2} para 580mW.cm^{-2} , ocorre uma perda de resistência mecânica, porém não significativa.

Ao primeiro pensamento, isto parece inviável, pois o aumento do tempo isoladamente gerou ganhos, bem como o aumento da intensidade isoladamente. Mas quando há a interação, ocorrem perdas. Cabe discutir o que provavelmente gera estas perdas. Talvez uma alta intensidade de luz, aplicada por tempo de 60 segundos, possa causar uma camada superficial extremamente polimerizada e dura, fazendo com que algumas cadeias poliméricas iniciem locais de trincas quando submetidas à compressão⁽⁷⁶⁾. Outro raciocínio a ser discutido é que este tempo excessivo associado à alta intensidade possa gerar uma depolimerização superficial do material, gerando pequenos movimentos na cadeia polimérica e reduzindo desta forma a resistência compressiva.

5.3 - Compressão diametral

Os resultados para os ensaios de compressão diametral podem ser observados nas Tabelas 5.9, 5.10, 5.11 e 5.12. Estão discriminadas a força (N) máxima aplicada sobre os corpos-de-prova (CPs) e a tensão (MPa) máxima sofrida pelos CPs.

Para execução dos cálculos de efeitos das variáveis e entre variáveis foram utilizados os valores escalonados das mesmas (+1) e (-1).

No método de análise da compressão diametral (resistência à tração diametral), a força (N) foi aplicada por uma placa reta de encontro à porção lateral (circunferência) dos CPs cilíndricos (disco). A força compressiva vertical produziu uma tensão de tração que foi perpendicular ao plano vertical que passa pelo centro do disco, originando uma fratura quase que paralela à força aplicada. Nesta situação, a tensão de tração é diretamente proporcional à carga compressiva aplicada e é computada pela fórmula a seguir:

Tensão de tração: $(2F)/\pi DE$, onde:

F: força (N).

π : pi.

D: diâmetro (mm).

E: espessura (mm).

Tensão de tração diametral: $2F/3,14 \times 3,0 \times 2,1$

As Tabelas 5.9 e 5.11 referem-se à média e ao desvio-padrão da força (N) máxima aplicada sobre os CPs e da tensão (MPa) máxima sofrida pelos CPs no momento da fratura. As Tabelas 5.10 e 5.11 referem-se aos resultados dos efeitos principais das variáveis e de interação entre as mesmas pelo método fatorial.

Tabela 5.9: Resultados de resistência à compressão diametral em CPs de resina composta fotoativados com diferentes tempos, intensidades e distâncias.

Experimento	Variáveis			Resultados			
	Tempo (s)	Intensidade nominal (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	Força (N)		Tensão (MPa)	
				Média	DP	Média	DP
1	20	180	0	477,0	11,9	48,2	1,2
2	40	180	0	530,6	15,7	53,6	1,6
3	20	580	0	548,2	18,0	55,4	1,8
4	40	580	0	588,4	24,4	59,5	2,4
5	20	180	8	258,7	48,3	26,2	4,9
6	40	180	8	386,3	19,9	39,1	2,0
7	20	580	8	433,1	34,0	43,8	3,4
8	40	580	8	493,5	9,6	49,9	1,0
Média				464,5	22,8	47,0	2,3
Amostras por experimento:				5			
Total de amostras:				40			

Tabela 5.10: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis sobre a resistência à compressão diametral, calculados a partir dos resultados da Tabela 5.9. Os efeitos significativos são destacados pela seta “►” e sua avaliação estatística encontra-se no Apêndice 1(4a).

Efeitos		Estimativas dos efeitos (MPa)	Magnitude relativa (%) à média geral
Principais	Tempo	► + 7,1	+15%
	Intensidade	► +10,4	+22%
	Distância	► - 14,4	-31%
Interações	Tempo x intensidade	- 2,0	-4%
	Tempo x distância	+ 2,4	+5%
	Intensidade x distância	+ 3,8	+8%
	Intensidade x distância x tempo	- 1,4	-3%

Tabela 5.11: Resultados de resistência à compressão diametral em CPs de resina composta fotoativados com diferentes tempos, intensidades e distâncias.

Variáveis				Resultados			
Experimento	Tempo (s)	Intensidade nominal (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	Força (N)		Tensão (MPa)	
				Média	DP	Média	DP
1	30	180	3	347,6	12,9	35,1	1,3
2	60	180	3	439,4	24,6	44,4	2,5
3	30	580	3	403,5	9,7	40,8	1,0
4	60	580	3	499,6	11,3	50,5	1,1
5	30	180	6	366,3	25,9	37,0	2,6
6	60	180	6	416,3	22,1	42,1	2,2
7	30	580	6	413,2	25,3	41,8	2,5
8	60	580	6	457,0	27,5	46,2	2,8
Média				417,0	20,0	43,2	2,0
Amostras por experimento: 5							
Total de amostras: 40							

Tabela 5.12: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em compressão diametral, calculados a partir dos resultados da Tabela 5.11. Os efeitos significativos são destacados pela seta “▶” e sua avaliação estatística encontra-se no Apêndice 1(4b).

Efeitos		Estimativas dos efeitos (MPa)	Magnitude relativa (%) à média geral
Principais	Tempo	▶ +7,1	+16%
	Intensidade	▶ +5,2	+12%
	Distância	- 0,9	-2%
Interações	Tempo x intensidade	- 0,08	-0,2%
	Tempo x distância	▶ -2,3	-5%
	Intensidade x distância	- 0,6	-1%
	Intensidade x distância x tempo	- 0,3	-0,7%

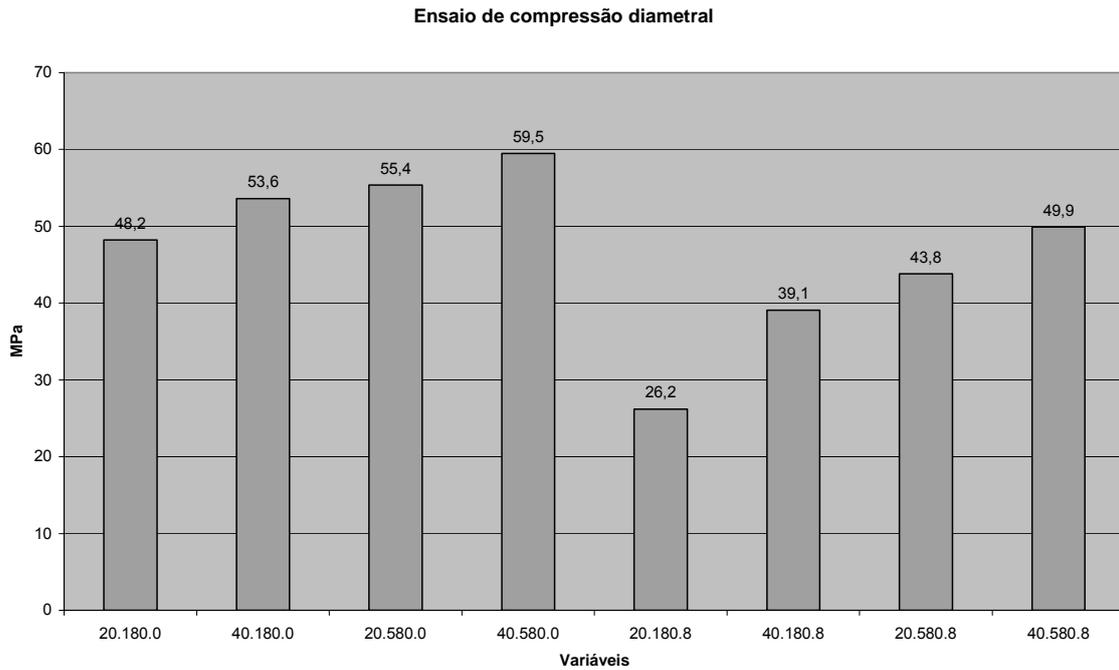


Figura 5.5: Resultados de resistência à compressão diametral em função das condições de obtenção dos CPs expressos em termos de tempo (20/40), intensidade (180/580), distância (0/8).

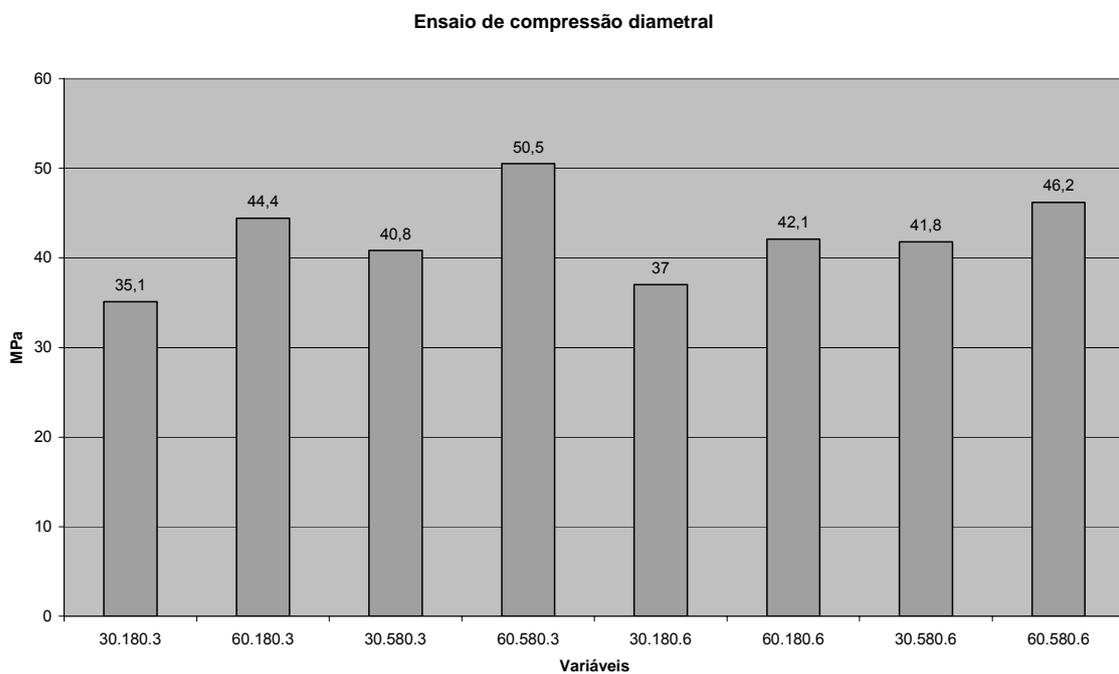


Figura 5.6: Resultados de resistência à compressão diametral em função das condições de obtenção dos CPs expressos em termos de tempo (30/60), intensidade (180/580), distância (3/6).

Pode ser observado que tanto a intensidade quanto o tempo de fotoativação conseguem gerar ganhos de resistência diametral para a resina analisada. Saliencia-se que quando se trabalha com tempos de 30 e 60 segundos, o tempo é o principal responsável pelo aumento da resistência diametral. Porém, quando estes tempos decaem para 20 ou 40 segundos, a intensidade passa a ser o principal fator gerador de ganhos, conforme demonstrado pelos dois fatoriais. Discute-se que quando o tempo de incidência de luz é alto, ou seja, 60 segundos, este consegue superar o efeito principal da intensidade. Desta forma, pode-se dizer que a resina tem suas propriedades mecânicas qualificadas quando incide sobre a mesma, um tempo alto de luz ^(78, 85).

Ainda na análise isoladamente do tempo sobre a resistência diametral, pesquisas ^(36, 78) verificaram que o tempo não tem influência significativa sobre a resistência diametral nas resinas compostas. Porém, salientam que quando o tempo de ativação utilizado for muito alto, ou seja, em torno de 60 segundos, este passa a ter influência significativa. Concordando com os autores citados, foi demonstrado no segundo fatorial, que o tempo de 60 segundos teve maior influência do que a intensidade de luz, sobre a resistência diametral da resina analisada.

Quando se aumenta simultaneamente o tempo e a intensidade não ocorre efeito sobre a resistência à compressão diametral. Já no primeiro fatorial, a interação entre tempo e intensidade, aumentando-se o tempo de 20 para 40 segundos e aumentando-se a intensidade de 180mW.cm^{-2} para 580mW.cm^{-2} , as perdas são quase significativas, em torno de 4%. Isto se deve, talvez, a característica de que a interação entre estes dois efeitos, possa gerar uma alteração estrutural do polímero. É como se pensasse em um excesso de ativação, ou seja, muita intensidade associada a um alto tempo, e isto poderia gerar um grau de reticulação muito elevado no centro do corpo de prova ⁽⁴⁶⁾, ocasionando uma fratura mais cedo do que deveria, juntamente com uma propagação de trincas.

A discussão anterior baseia-se em normas ⁽³⁵⁾ as quais relatam que corpos submetidos à compressão diametral têm como objetivo analisar a força coesiva

das moléculas, como se fosse um método de tração. Desta forma, a fratura ocorre exatamente ao centro dos CPs, dissipando-se por meio de trincas ao seu longo eixo. E esta interação entre intensidade e tempo pode exatamente causar isto, um excesso de reticulação do polímero ocasionando conseqüentemente o surgimento de microtrincas a partir de volumes vazios (micro-bolhas) originadas do processo de contração, reduzindo sua resistência.

Observando os valores, (Tabela 5.10) do primeiro fatorial, fica muito claro que quando está se trabalhando com a distância baixa (ponteira justaposta), e apenas variando-se o tempo de 20 para 40 segundos e a intensidade de $180\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$ para $580\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$, ocorre visualmente uma ascensão dos valores de resistência, iniciando em 48,2MPa e chegando a dados de 59,5MPa. A partir deste momento, quando é trabalhada com a distância de 8mm, e com as mesmas variações anteriores, surge uma queda abrupta de resistência, em torno de 26,2MPa, iniciando novamente a ascensão, chegando até valores de 49,9MPa. Já o segundo fatorial obedece à mesma linha de raciocínio, com exceção do efeito das variáveis 30s/ $580\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$ /3mm, que fica com valores levemente abaixo das variáveis 60/ $180\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$ /3mm.

Quando se observa a interação de terceira ordem, entre tempo, distância e intensidade, ou seja, onde todas as variáveis testadas estão sendo analisadas conjuntamente, é possível de verificar que não existe influência significativa para ambos fatoriais, sobre a resistência diametral da resina. Alguns trabalhos ^(19, 36) mostraram uma significativa correlação entre o conteúdo de partículas inorgânicas e a resistência à compressão diametral, mas não havendo correlação da compressão diametral com o grau de conversão. Isto leva a discutir que esta propriedade possa estar relacionada com a morfologia do material ou com o conteúdo de partículas inorgânicas mais fortemente do que com a reticulação. Porém, o excesso de reticulação pode, como já foi discutido, gerar pequenas áreas de formação de micro-trincas ^(2, 42) a partir de micro-bolhas geradas pela contração por polimerização.

Cabe discutir que as moléculas dos polímeros são, com freqüência, apenas parcialmente cristalinas, possuindo regiões cristalinas que se encontram dispersas no interior do material amorfo ^(9, 10, 42). Visto que os CPs que apresentaram os ganhos de resistência diametral, estiveram associados a alto

tempo de incidência de luz ou alta intensidade de luz, estes talvez tivessem uma reticulação superior e possivelmente uma área maior coesão. É relatado ^(17, 42) que são possíveis vários graus de cristalinidade para polímeros que apresentam ligações cruzadas, sendo que em certo grau, as propriedades físicas dos materiais são influenciadas pelo grau de cristalinidade. Desta forma, verifica-se e discute-se a possibilidade destes materiais terem demonstrado de forma indireta a resistência de polímeros que assumiram diferentes graus de cristalinidade.

Valores médios de compressão diametral são em torno de 39,4MPa e 41,6MPa podendo chegar a 60MPa, dependendo do conteúdo de partículas inorgânicas da resina ⁽³⁶⁾. Considerando estes valores, foi verificado que em apenas 4 momentos obteve-se resultados abaixo de 40MPa, justamente para as variáveis onde a intensidade da fonte foi baixa, ou seja, de 180mW.cm⁻². De outra forma, todos os outros dados superaram a casa de 40MPa de resistência diametral, demonstrando a significância de uma fonte fotoativadora ser calibrada para ser utilizada em um consultório odontológico.

Em um dos momentos da análise conseguiu-se valores extremamente altos de resistência diametral, chegando a cerca de 60MPa, o que vale a dizer que são dados de 67% de acréscimo de resistência, quando comparados à literatura já descrita. A mesma literatura ⁽³⁶⁾ relata que uma resina de alta quantidade de carga chega próximo de 60MPa de resistência. Este momento da análise, que foi trabalhado com as variáveis de 40s/580mW.cm⁻²/0mm, ou seja, a ponteira foi praticamente encostada na resina, talvez tenha tornado a reticulação tão perfeita, que chegou a gerar sítios de maior conversão no interior do CP, produzindo efeitos como se fossem partículas inorgânicas fornecendo resistência diametral.

O menor valor de resistência diametral foi obtido com as variáveis 20s/180mW.cm⁻²/8mm, o qual chegou a 26,2MPa. Isto provavelmente ocorreu porque esta foi a variável teoricamente mais fraca, pois se trabalhou com o menor dos tempos testados (20 segundos), a maior distância (8mm) e a intensidade baixa (180mW.cm⁻²). Estes dados são 34% menores do que os dados relatados nos trabalhos descritos ⁽³⁴⁾ e 56% menores do que o maior valor obtido de resistência neste trabalho, que foi de 59,5MPa.

5.4 - Forças de contração por polimerização

Os resultados para os ensaios de contração por polimerização podem ser observados nas Tabelas 5.13, 5.14, 5.15 e 5.16. Para execução dos cálculos de efeito das variáveis e entre variáveis foi utilizada a notação (+) e (-), realizando um planejamento fatorial. As Tabelas 5.13 e 5.15 referem-se à média e o desvio-padrão (DP) da força (N) máxima executada pelo corpo-de-prova (CP). As Tabelas 5.14 e 5.15 referem-se aos resultados dos efeitos principais das variáveis e de interação entre as mesmas.

As figuras 5.7 e 5.8 ilustram o comportamento do sistema em função do tempo.

Tabela 5.13: Resultados de força de contração por polimerização em CP de resina composta fotoativados com diferentes tempos, intensidades e distâncias.

Variáveis				Contração										
Experimento	Tempo (s)	Intensidade nominal (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	Tempo de medição(s)										
				10	20	30	40	50	60	120	180	240	300	360
1	20	180	0	2,2	3,5	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7
2	40	180	0	2,2	3,7	3,9	3,9	3,9	3,9	3,9	3,9	3,9	3,9	3,9
3	20	580	0	4,2	4,2	4,5	4,7	5,0	5,2	6,1	6,1	6,1	6,1	6,1
4	40	580	0	4,2	4,2	4,8	4,9	5,0	5,2	6,1	6,1	6,1	6,1	6,1
5	20	180	8	0,5	1,4	1,9	2,3	2,4	2,6	3,3	3,6	3,7	3,7	3,7
6	40	180	8	0,5	1,5	2,4	2,8	2,9	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7
7	20	580	8	3,1	4,2	4,4	4,7	4,9	5,2	6,1	6,1	6,1	6,1	6,1
8	40	580	8	3,1	4,2	4,7	4,8	4,9	5,2	6,1	6,1	6,1	6,1	6,1
Média				2,5	3,4	3,8	4,0	4,1	4,3	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9
Amostras por experimento:				5										
Total de amostras:				40										

Tabela 5.14: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em contração por polimerização, calculados a partir dos resultados de 360 segundos (finais) da Tabela 5.13. Os efeitos significativos são destacados pela seta “►” e sua avaliação estatística encontra-se no Apêndice 1(5a).

Efeitos		Estimativas dos efeitos (N)	Porcentagem da média geral
Principais	Tempo	+ 0,15	+4%
	Intensidade	► + 2,0	+47%
	Distância	- 0,5	-12%
Interações	Tempo x intensidade	- 0,15	-4%
	Tempo x distância	- 0,05	-1%
	Intensidade x distância	+ 0,35	+8%
	Intensidade x distância x tempo	- 0,05	-1%

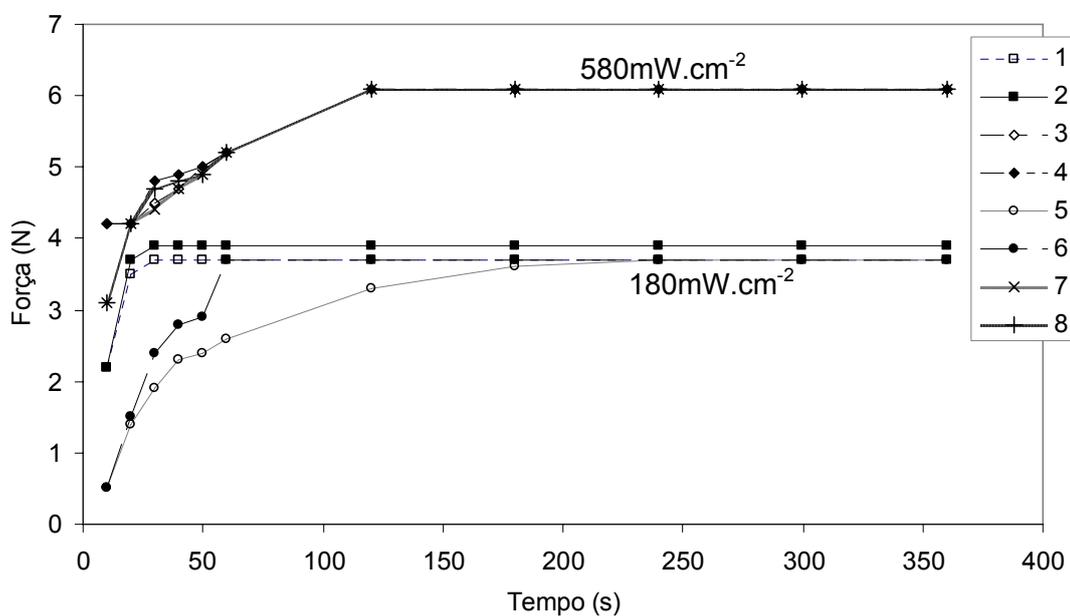


Figura 5.7: Resultados de contração por polimerização em função do tempo decorrido após a irradiação de acordo com as condições experimentais apresentadas na Tabela 5.13, para os 8 experimentos.

Tabela 5.15: Resultados de força de contração por polimerização em CPs de resina composta fotoativados com diferentes tempos, intensidades e distâncias, em ensaio de contração por polimerização.

Variáveis				Contração										
Experimento	Tempo (s)	Intensidade nominal (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	Tempo de medição(s)										
				10	20	30	40	50	60	120	180	240	300	360
1	30	180	3	1,6	3,1	3,7	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8
2	60	180	3	1,6	3,1	3,4	3,8	3,8	3,9	3,9	3,9	6,9	3,9	3,9
3	30	580	3	3,8	3,9	4,1	4,4	5,0	5,2	6,1	6,1	6,1	6,1	6,1
4	60	580	3	3,8	3,9	4,1	4,5	5,1	5,3	6,1	6,2	6,2	6,2	6,3
5	30	180	6	0,8	2,0	2,4	2,8	3,2	3,5	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6
6	60	180	6	0,8	2,1	2,4	3,6	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7
7	30	580	6	3,8	3,9	4,0	4,3	5,0	5,2	6,1	6,1	6,2	6,2	6,2
8	60	580	6	3,8	4,0	4,1	4,4	5,1	5,3	6,1	6,2	6,2	6,2	6,3
Média				2,5	3,3	3,5	3,9	4,3	4,5	4,9	4,9	5,3	4,9	4,9
Amostras por experimento:				5										
Total de amostras				40										

Tabela 5.16: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em contração por polimerização, calculados a partir dos resultados de 360 segundos (finais) da Tabela 5.15. Os efeitos significativos são destacados pela seta “►” e sua avaliação estatística encontra-se no Apêndice 1(5b).

Efeitos		Estimativas dos efeitos (N)	Porcentagem da média geral
Principais	Tempo	+ 0,025	+0,6%
	Intensidade	►+1,9	+45%
	Distância	- 0,22	-5%
Interações	Tempo x intensidade	- 0,025	-0,6%
	Tempo x distância	+ 0,025	+0,6%
	Intensidade x distância	+ 0,22	+0,5%
	Intensidade x distância x tempo	- 0,025	-0,6%

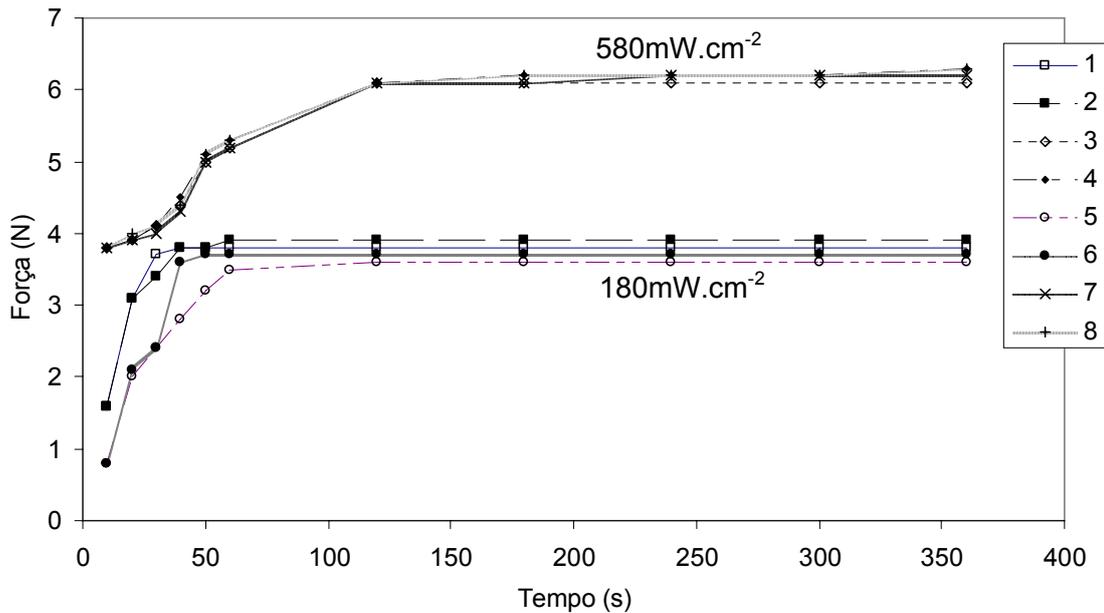


Figura 5.8: Resultados de contração por polimerização em função do tempo decorrido após a irradiação de acordo com as condições experimentais apresentadas na Tabela 5.15, para os 8 experimentos.

Os dados de medição da força de contração por polimerização demonstram que a intensidade alta de luz é o principal fator gerador de aumento de força. Toda a resina composta, quando fotoativada, sofre uma contração por polimerização a qual é acompanhada por uma força. Esta força é, conforme estes resultados, fundamentalmente dependente da intensidade de luz aplicada sobre a resina.

Percebe-se que quando se trabalha com intensidade alta de luz, tempo alto e distância baixa, esta contração chega a valores médios de 5,3N no primeiro fatorial. Permanecendo a mesma intensidade e aumentando o tempo de 20 para 40 segundos, os valores de força não se alteram, e da mesma forma, aumentando a distância da ponteira para 8mm, os valores médios de força apenas decaem de 5,3 para 5,2N. Certamente esta queda de valor não é significativa, demonstrando o quanto exerce influência a variável intensidade de luz da fonte ativadora, principalmente quando for alta a intensidade. Analisando o primeiro fatorial, é perceptível e conclusivo que o aumento da intensidade de 180 para 580mW.cm⁻², considerando distância e tempo, gera aumentos médios de 2N de força, ou seja, equivalente a 47% em relação à média.

No mesmo raciocínio anterior, trabalhando-se com uma baixa intensidade de luz, as variáveis tempo e distância já começam a exercer mais influência sobre os valores de força de contração. Em 180mW.cm^{-2} verifica-se que aumentando o tempo de 20 para 40 segundos, permanecendo a ponteira justaposta à resina, tem-se um aumento sensível de 0,2N. Quando a ponteira é afastada 8mm da resina, o aumento é de 0,4N quando se comparam os tempos de 20 para 40 segundos. Já quando o tempo de luz é o mesmo (20 segundos) e a distância passa de 0 para 8mm, há uma considerável queda nos valores de contração, chegando a dados médios de 0,9N. Trabalhando-se com tempo fixo de 40 segundos e a distância também passando de 0 para 8mm, a queda de contração fica em torno de 0,7N.

Desta forma discute-se que a intensidade é responsável indiretamente por influenciar as outras variáveis ^(64, 65), como está sendo verificado. Quando esta é considerada alta, tanto o tempo quanto a distância pouco exercem efeito sobre a força de contração, mas quando a intensidade é baixa, tanto o tempo quanto a distância exercem um efeito significativo. Na análise do fatorial do tempo e da distância isoladamente, mas dentro do conjunto das duas intensidades (180mW.cm^{-2} e 580mW.cm^{-2}), existe um aumento médio de 0,15N quando o tempo é aumentando de 20 para 40 segundos e na mesma análise, há uma queda de 0,5N nos valores de força quando a distância é aumentada de 0 para 8mm.

Pela interação de segunda ordem do primeiro fatorial, verifica-se que a interação entre tempo x distância são cruzamentos de dados que exercem pequena influência nos valores de força, sendo na ordem de 0,05N. Já quando são analisados dados de terceira ordem (intensidade x distância x tempo), estes entrecruzamentos de dados também exercem pouca influência sobre os valores de força. Desta forma cabe salientar que a fotoativação de uma resina composta em uma cavidade dentária não deve ser um momento estanque, sem ajustar ou trabalhar com distância e tempo. Foi relatado ⁽⁷⁰⁾ que os menores valores de força de contração surgem quando são utilizados os aparelhos fotoativadores menos potentes e que os valores são muito variáveis, chegando a 8,36N.

Outro fato a ser considerado são os intervalos de tempo em que foram medidos os valores de força. As medidas iniciaram-se no instante 0 (acionamento

da luz) e foram registradas no instante 10, 20, 30, 40, 50 e 60 segundos e seguidos de 120, 180, 240, 300 e 360 segundos. O que pode ser observado no primeiro fatorial é que quando foi utilizada a intensidade alta de luz, e distância baixa (ponteira justaposta), independente do tempo de ativação, as medidas iniciaram com valores de 4,2 N e chegaram a 6,1 N, tendo um aumento de 45%. Quando a ponteira foi afastada 8mm, estas medidas iniciaram em 3,1N e chegaram aos mesmos 6,1N, tendo um aumento de 97%. Desta forma, nota-se que a distância não tem influência sobre o valor final da força de contração, mas sim sobre o crescimento gradual desta força, pois os dados iniciam-se baixos quando a ponteira está afastada e vão crescendo gradativamente, até atingir praticamente o dobro do valor inicial. Um trabalho ⁽⁷⁴⁾ relata que os valores de estresse de contração da resina tiveram variação de 0,9MPa chegando a 1,49MPa, descrevendo que o modo crescente de ativação reduz significativamente os valores de estresse de contração de todas as marcas de resina.

Os valores de força, tanto para o primeiro fatorial quanto para o segundo fatorial, praticamente estabilizam-se nos tempos de 120 segundos e a partir daí, pouco aumentam estes valores. Já foi relatado ^(68, 71) que as forças de contração iniciam-se imediatamente após o início da fotoativação e continuam mesmo após cessar a ação da luz, sendo que as maiores forças surgem durante a ação da luz. Este trabalho verificou dados muito semelhantes, observando-se que os acréscimos de valores de força surgem nos primeiros 10 segundos.

Em distâncias altas (6 e 8mm) e tempos baixos (20 e 30 segundos). fotoativando-se a resina com intensidade baixa, os valores nos primeiros 10 segundos não chegaram à casa de 1N. Isto ocorreu tanto nos grupos 5 e 6 do primeiro e do segundo fatorial. Desta forma, mais uma vez, pode ser demonstrado que quando se trabalha com baixa intensidade, tanto o tempo quanto a distância têm muita influência sobre os valores de contração, o que não ocorre significativamente quando é utilizada a intensidade alta. Ainda complementando este estudo, uma pesquisa ⁽⁶⁹⁾ demonstrou que valores de força de contração ocorrem até os 40 segundos, chegando a 50% de aumento, e recomendam que intensidades baixas de luz devem ser utilizadas para minimizar a contração da resina.

5.5 - Análise termogravimétrica

Os resultados das análises termogravimétricas da resina podem ser observados na Figura 5.9 para a resina que não foi fotoativada, e Figuras 5.10 a 5.17 para as resinas que foram ativadas conforme as condições experimentais definidas na Tabela 5.17. Na Tabela 5.17 também são apresentados os valores de temperatura que correspondem à maior taxa de decomposição das resinas quando submetidas ao aquecimento. Estes valores correspondem à derivada da massa em relação à temperatura. Já a Tabela 5.18 demonstra os efeitos principais e interações entre as variáveis analisadas, para este primeiro fatorial.

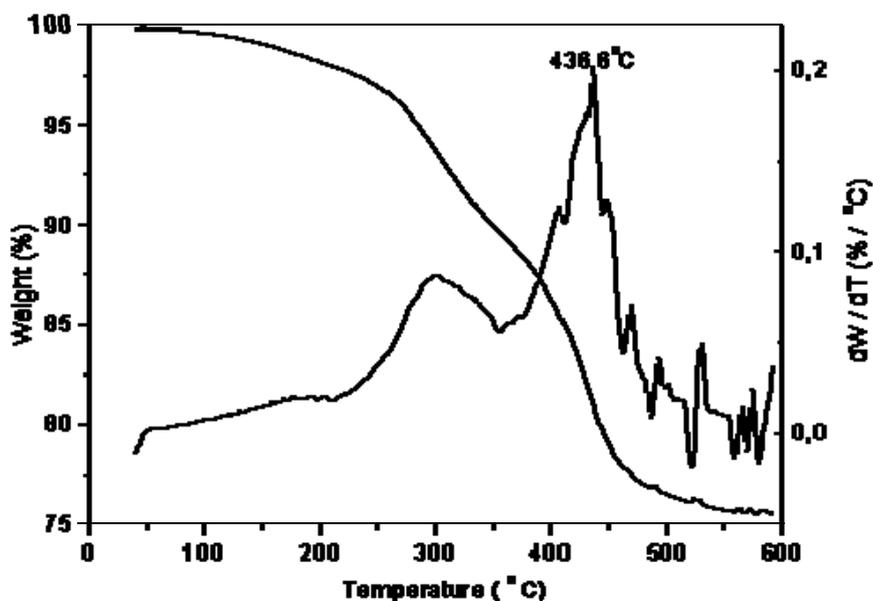


Figura 5.9: Termograma da resina não polimerizada, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 436,6°C.

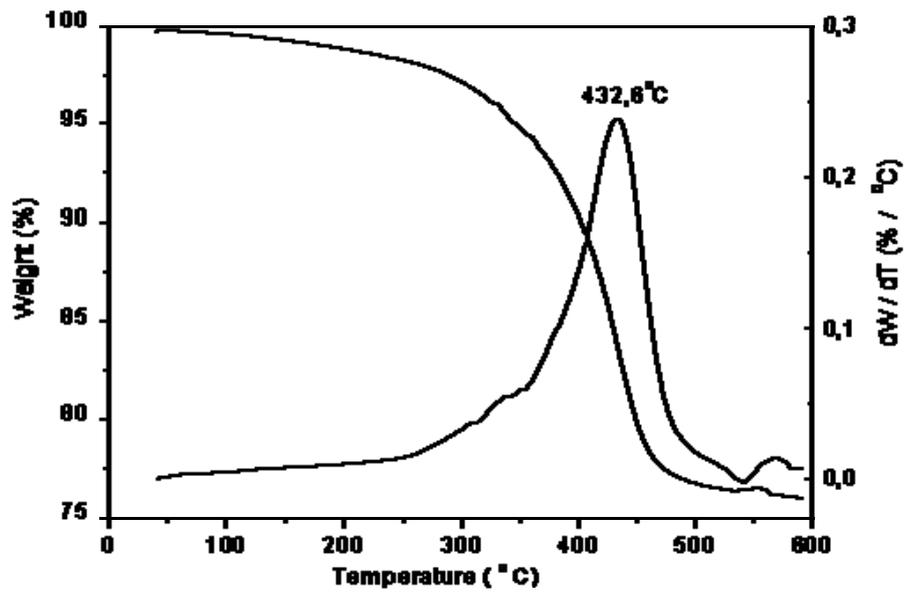


Figura 5.10: Termograma da resina polimerizada a 20s / 180mW.cm⁻² / 0mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 432,6°C.

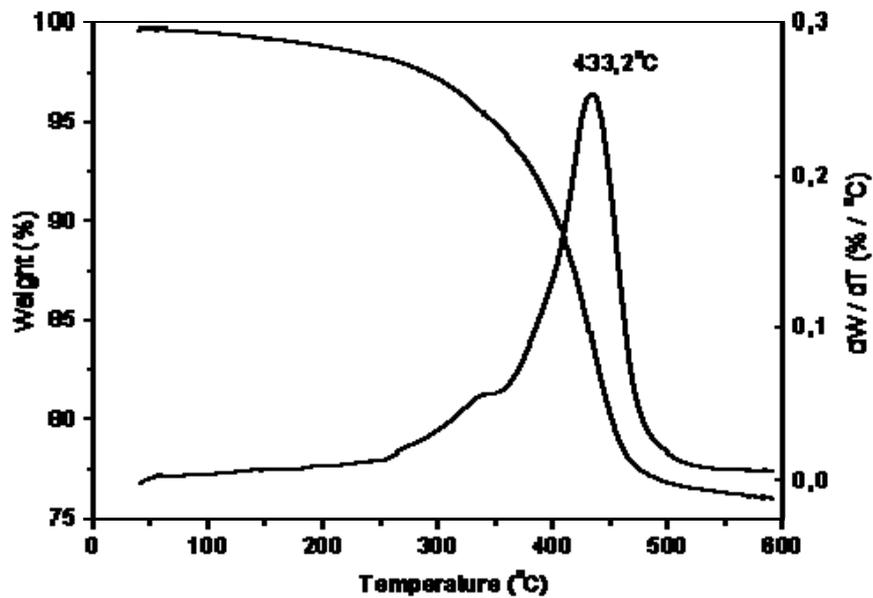


Figura 5.11: Termograma da resina polimerizada a 40s / 180mWcm⁻² / 0mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 433,2°C.

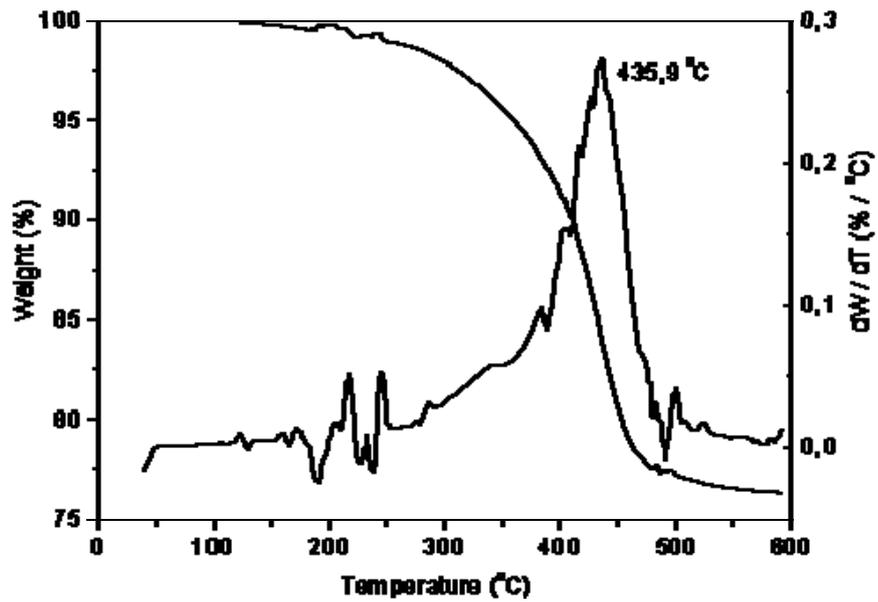


Figura 5.12: Termograma da resina polimerizada a 20s / 580mWcm² / 0mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 435,9°C.

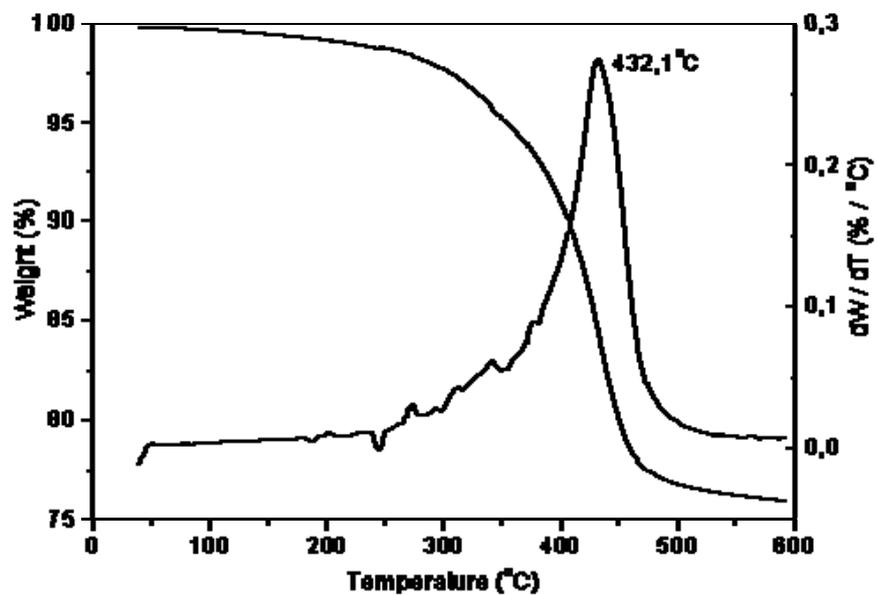


Figura 5.13: Termograma da resina polimerizada a 40s / 580mWcm² / 0mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 432,1°C.

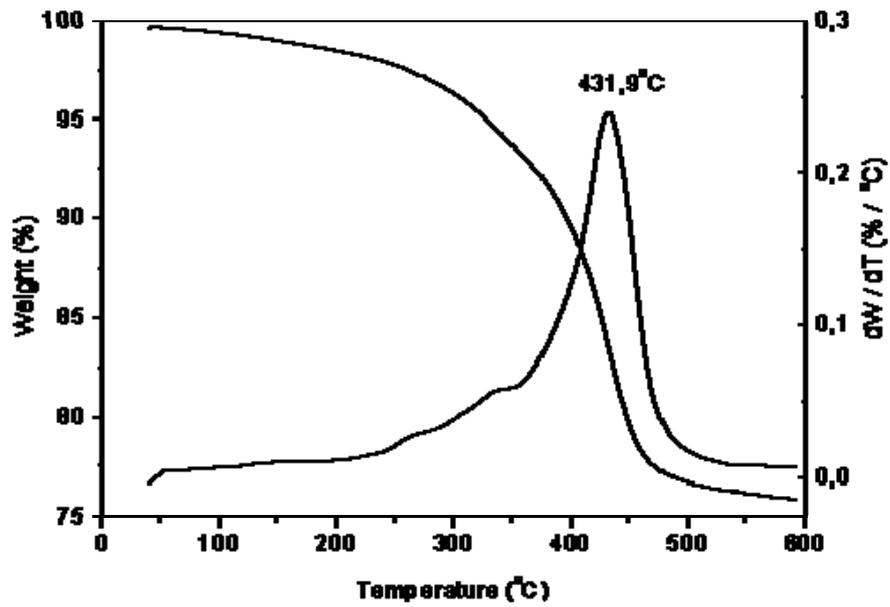


Figura 5.14: Termograma da resina polimerizada a 20s / 180mWcm² / 8mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 431,9°C.

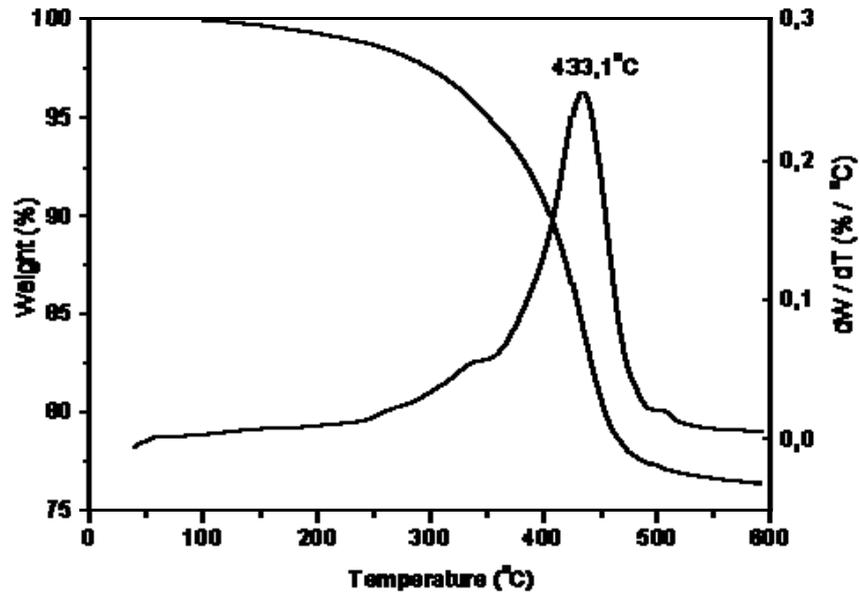


Figura 5.15: Termograma da resina polimerizada a 40s / 180mWcm² / 8mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 433,1°C.

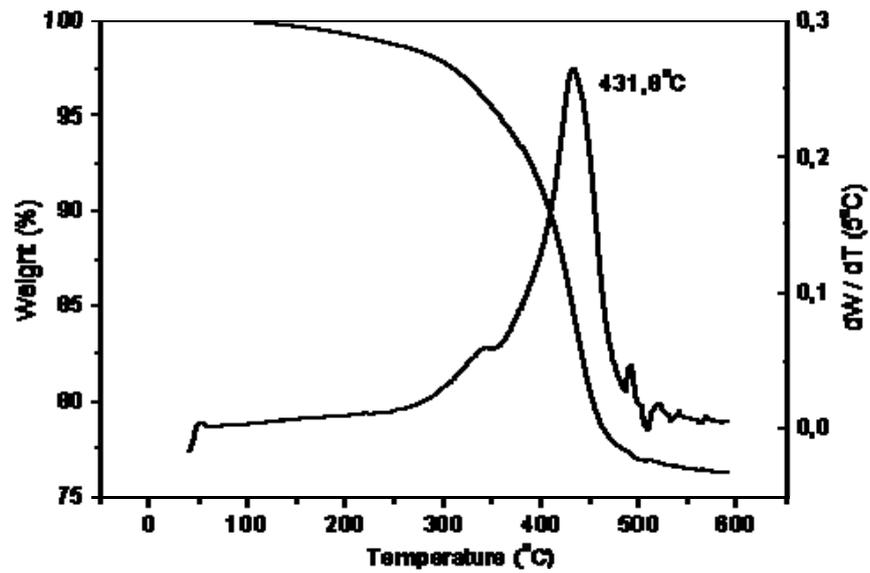


Figura 5.16: Termograma da resina polimerizada a 20s / 580mWcm⁻² / 8mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 431,8°C.

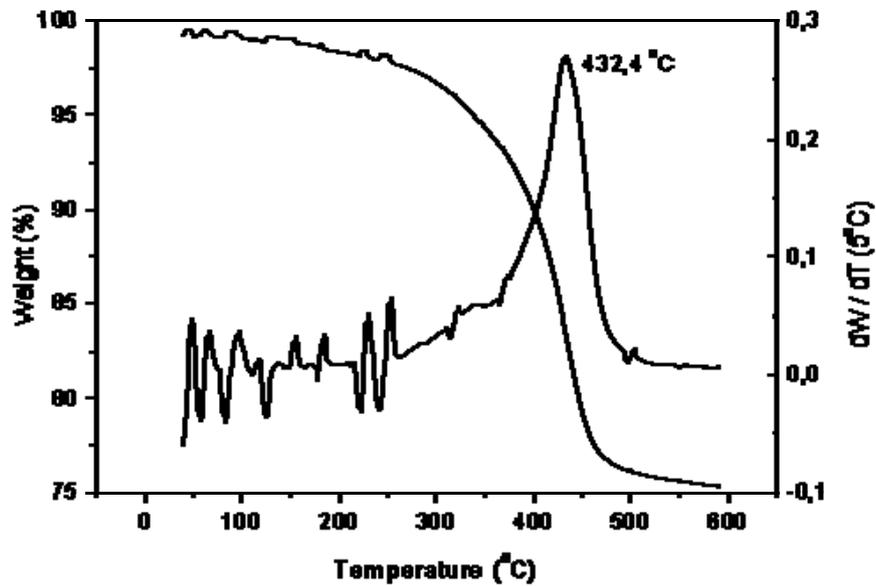


Figura 5.17: Termograma da resina polimerizada a 40s / 580mWcm⁻² / 8mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 432,4°C.

Tabela 5.17: Resultados da temperatura de máxima taxa de decomposição, obtida a partir da derivada primeira dos termogramas, de amostras de resina preparadas de acordo com as condições experimentais (tempo, intensidade e distância) constantes nas colunas 2, 3 e 4.

Experimento	Variáveis			Temperatura de máxima taxa de decomposição da resina (°C)
	Tempo (s)	Intensidade (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	
1	20	180	0	432,6
2	40	180	0	433,2
3	20	580	0	435,9
4	40	580	0	432,1
5	20	180	8	431,9
6	40	180	8	433,1
7	20	580	8	431,8
8	40	580	8	432,4
Média				432,9
Resina não irradiada				436,6

Tabela 5.18: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em análise termogravimétrica, sobre a temperatura de máxima taxa de decomposição da resina, calculados a partir dos resultados da Tabela 5.17. Nenhum efeito é estatisticamente significativo.

Efeitos		Estimativas dos efeitos (°C)	Porcentagem da média total
Principais	Tempo	-0,35	-0,08%
	Intensidade	+0,35	+0,08%
	Distância	-1,15	-0,26%
Interações	Tempo x intensidade	-1,25	-0,29%
	Tempo x distância	+1,25	+0,29%
	Intensidade x distância	-0,63	-0,14%
	Intensidade x distância x tempo	+0,95	+0,30%

Os efeitos apresentados na Tabela 5.18 são de pequena magnitude e pode-se assumir que todos estão no mesmo nível do erro experimental propagado no efeito. Esta opção encontra apoio no efeito de interação de terceira ordem, tipicamente raro (ordem 3 ou maior), e de pequena magnitude (+0,95). Assumindo que o mesmo seja igual a zero, o valor encontrado (+0,95),

correspondente a 0,30% da média total, é devido ao erro experimental associado ao sistema, propagado para os efeitos calculados. Considerando ainda que, tipicamente, é esperado que valores significativos sejam no mínimo 5% maiores que a média geral do fatorial (é possível estimar a variância, se tomarmos outros valores como base de cálculo, e não apenas a interação de 3ª ordem), ter-se-ia que todos os efeitos calculados teriam sua magnitude associada a um desvio padrão de 1,3 (efeito = valor \pm 1,3). Ou seja, todos os parâmetros, neste caso, estariam dentro do erro experimental.

Comparativamente à resina não irradiada, verifica-se que todas as amostras irradiadas apresentaram temperatura de máxima taxa de decomposição mais baixa do que a resina não irradiada, ou seja, sua decomposição mais rápida inicia-se um pouco antes (menor temperatura) do que a resina não irradiada ($T=436,6^{\circ}\text{C}$). As diferenças são pequenas, de no máximo $4,8^{\circ}\text{C}$ (entre a amostra 20s / $580\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$ / 8mm e a resina não irradiada), enquanto a maior diferença dentre as amostras irradiadas nestas condições (fatorial 1) é de $4,1^{\circ}\text{C}$.

A questão que se impõe é a seguinte: como interpretar este comportamento? Isto significa que as amostras curadas são termicamente menos estáveis? De fato não. A derivada do termograma representa apenas um segmento da curva, que inclusive pode ser muito pequeno em relação à faixa total de temperatura. A sobreposição das curvas, conforme Figura 5.18, mostra que as amostras irradiadas são mais estáveis, termicamente, do que a resina original.

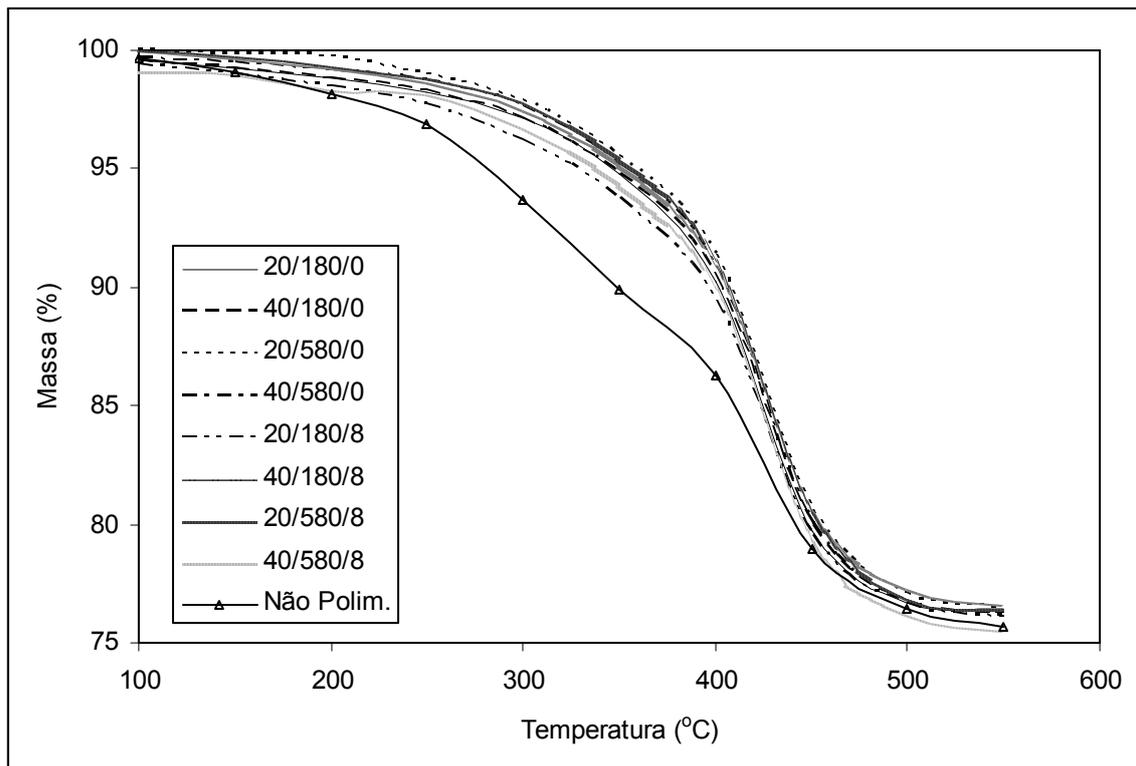


Figura 5.18: Sobreposição das curvas das análises mostradas nas Figuras 5.10 a 5.17.

Comparando-se a resina não irradiada com o grupo de amostras irradiadas observa-se que as últimas apresentam um perfil mais constante (harmônico) de decomposição, sem mudanças fortes de inflexão das curvas, enquanto a amostra não irradiada apresenta três segmentos distintos de curva termogravimétrica. O primeiro deles, abaixo de cerca de 250°C, o segundo entre esta temperatura e 390°C, e o terceiro acima desta temperatura, com inclinação cada vez maior nesta seqüência. Estas diferenças de comportamento poderiam ser atribuídas à polimerização/reticulação térmica da resina no primeiro segmento de temperatura, seguida pela decomposição da mesma em diferentes taxas gerando os dois segmentos restantes, mas não se pode deixar de destacar que, a rigor, tratam-se de dois grupos de materiais diferentes (resina não irradiada e resinas irradiadas) do ponto de vista molecular, e para os quais resultam diferentes propriedades térmicas ^(9, 42).

As figuras 5.19 a 5.26 representam os termogramas das amostras obtidas com as variáveis tempo, intensidade e distância em 30 e 60 segundos, 180 e 580mW.cm⁻², e, 3 e 6mm respectivamente.

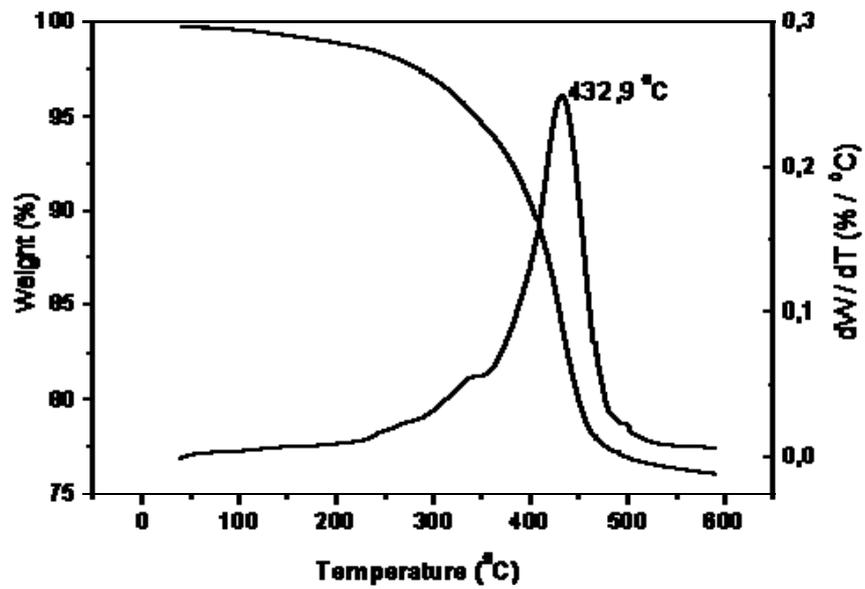


Figura 5.19: Termograma da resina polimerizada a 30s / 180mWcm^{-2} / 3mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em $432,9^{\circ}\text{C}$.

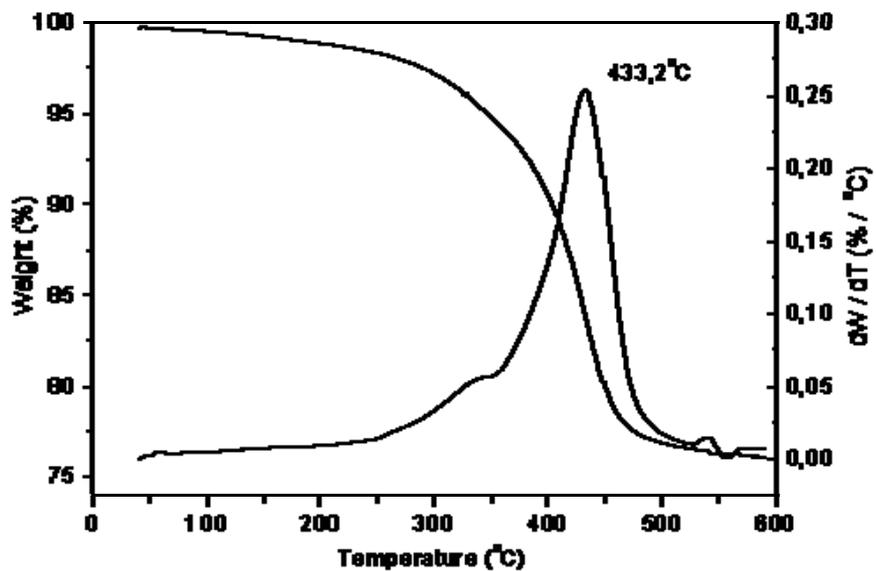


Figura 5.20: Termograma da resina polimerizada a 60s / 180mWcm^{-2} / 3mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em $433,2^{\circ}\text{C}$.

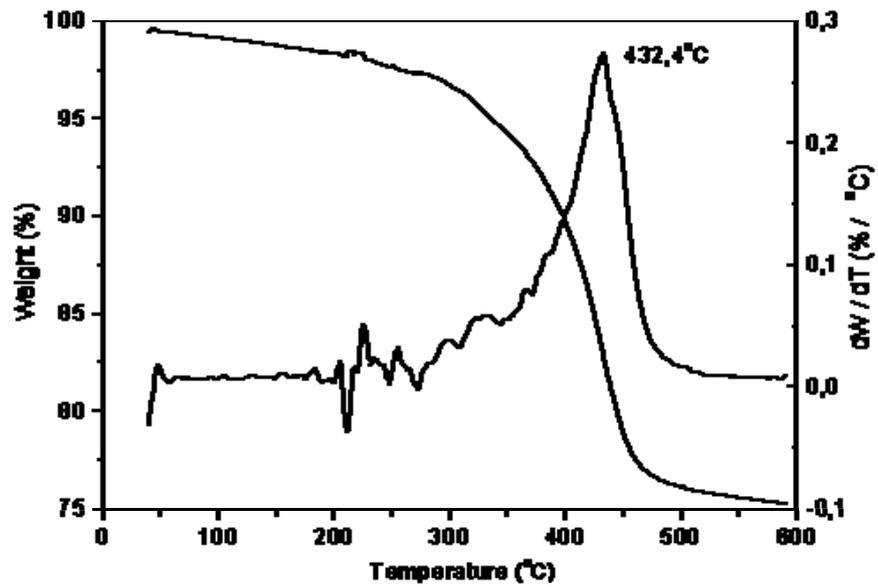


Figura 5.21: Termograma da resina polimerizada a 30s / 580mWcm⁻² / 3mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 432,4°C.

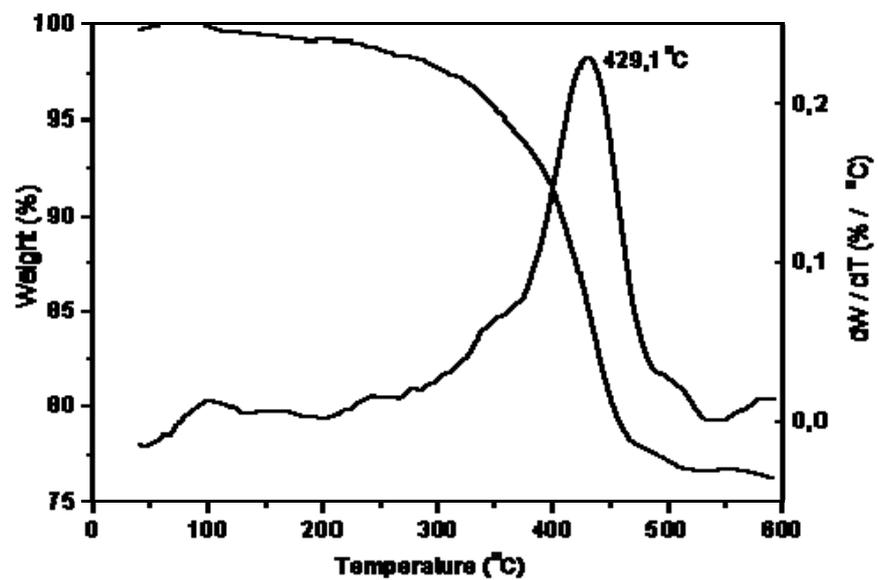


Figura 5.22: Termograma da resina polimerizada a 60s / 580mWcm⁻² / 3mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 429,1°C.

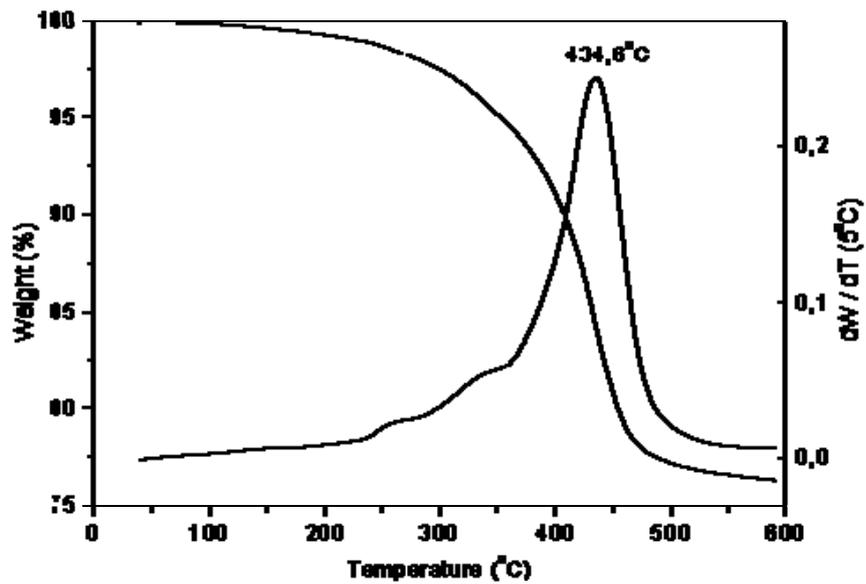


Figura 5.23: Termograma da resina polimerizada a 30s / 180mWcm² / 6mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 434,6°C.

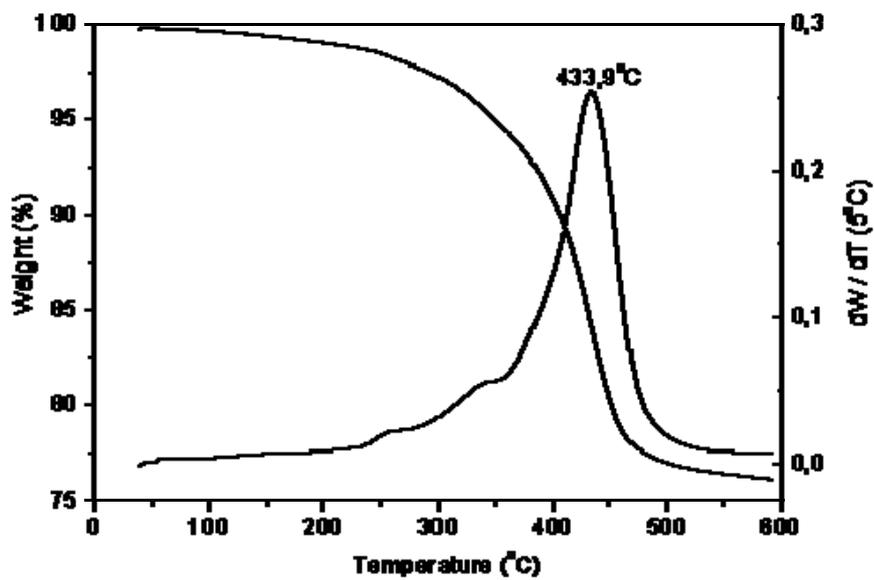


Figura 5.24: Termograma da resina polimerizada a 60s / 180mWcm² / 6mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 433,9°C.

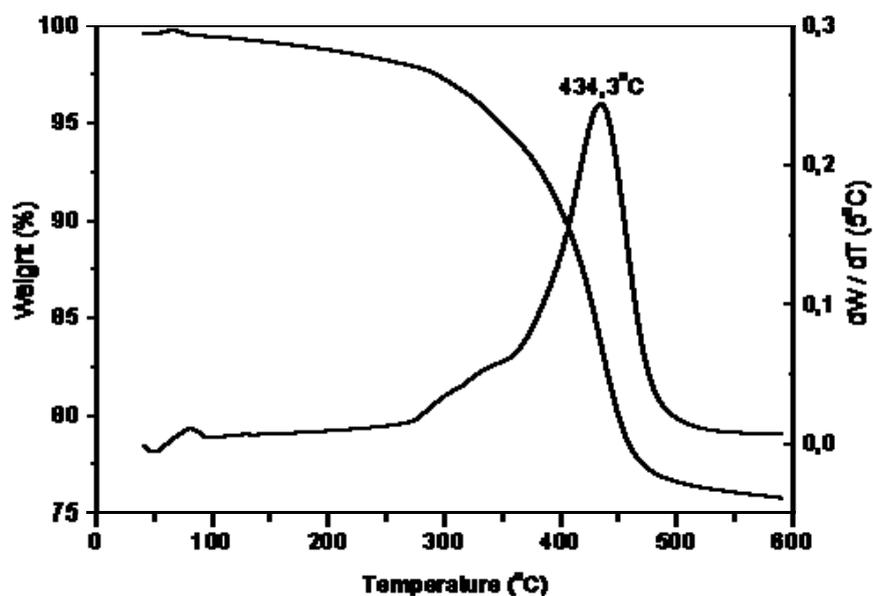


Figura 5.25: Termograma da resina polymerizada a 30s / 580mWcm⁻² / 6mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 434,3°C.

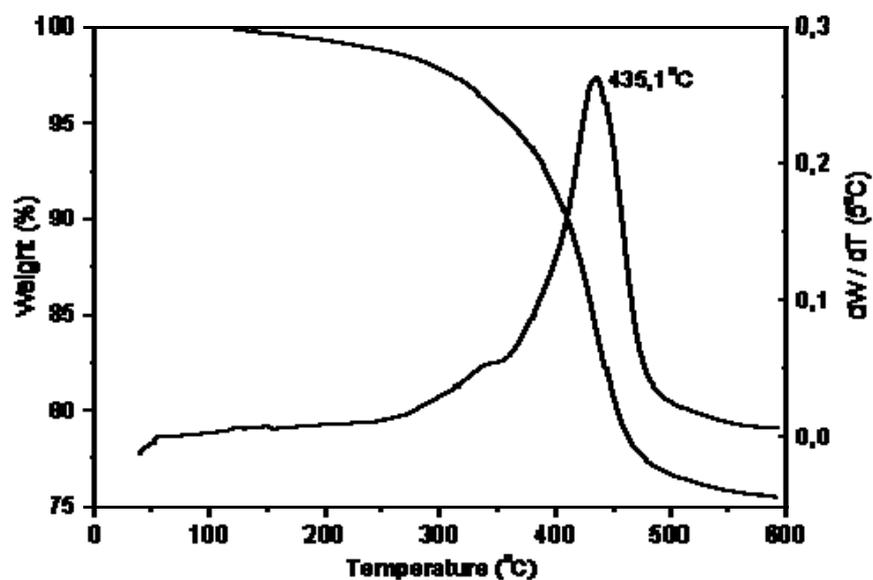


Figura 5.26: Termograma da resina polymerizada a 60s / 580mWcm⁻² / 6mm, apresentando pico da primeira derivada (dm/dT) em 435,1°C.

Na Tabela 5.19 são apresentados os resultados da máxima taxa de decomposição das resinas, para o segundo fatorial, determinada a partir dos termogramas, e na Tabela 5.20 os efeitos calculados a partir daqueles valores.

Tabela 5.19: Resultados da temperatura de máxima taxa de decomposição, obtida a partir da derivada primeira dos termogramas, de amostras de resina preparadas de acordo com as condições experimentais constantes nas colunas 2, 3 e 4.

Experimento	Variáveis			Temperatura de máxima taxa de decomposição da resina (°C)
	Tempo (s)	Intensidade (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	
1	30	180	3	432,9
2	60	180	3	433,2
3	30	580	3	432,4
4	60	580	3	429,1
5	30	180	6	434,6
6	60	180	6	433,9
7	30	580	6	434,3
8	60	580	6	435,1
Média				432,9
Resina não irradiada				436,6

Tabela 5.20: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis em análise termogravimétrica, sobre a temperatura de máxima taxa de decomposição da resina, calculados a partir dos resultados da Tabela 5.19. Os efeitos significativos são destacados pela seta “►” e sua avaliação estatística encontra-se no Apêndice 1(6).

Efeitos		Estimativas dos efeitos (°C)	Porcentagem da média total
Principais	Tempo	- 0,72	-0,16%
	Intensidade	- 0,92	-0,21%
	Distância	► +2,57	+0,59%
Interações	Tempo x intensidade	- 0,52	-0,12%
	Tempo x distância	+ 0,77	+0,18%
	Intensidade x distância	+ 1,38	+0,32%
	Intensidade x distância x tempo	+ 1,27	+0,29%

Conforme os dados da Tabela 5.20 a variável distância apresenta um efeito estatisticamente significativo (V. Apêndice 1(6)) sobre a temperatura de máxima taxa de decomposição térmica da resina. Embora significativo estamos muito próximos do limite inferior de significância de dados. Na hipótese de ser real, este efeito significa que ao passar da distância de 3 para 6mm, a amostra desenvolve uma estrutura tal que sua temperatura de decomposição máxima (derivada) aumenta cerca de 2,6°C, ou seja, torna-se mais estável. Na Tabela 5.19 isto se

manifesta ao compararmos a média dos valores de T dos experimentos 1-4 com o conjunto 5-8. Entretanto, nas distâncias adotadas no primeiro fatorial (0 e 8mm) este efeito não surgiu (a rigor não se detectou nenhum efeito significativo), o que nos leva a supor que o efeito detectado neste momento (Tabela 2.57) não tenha correspondência em fenômeno físico ou químico.

Na sobreposição dos termogramas para este conjunto de resultados (2° fatorial), podemos observar o mesmo tipo de comportamento já detectado e analisado para os resultados do primeiro fatorial (Figura 5.18).

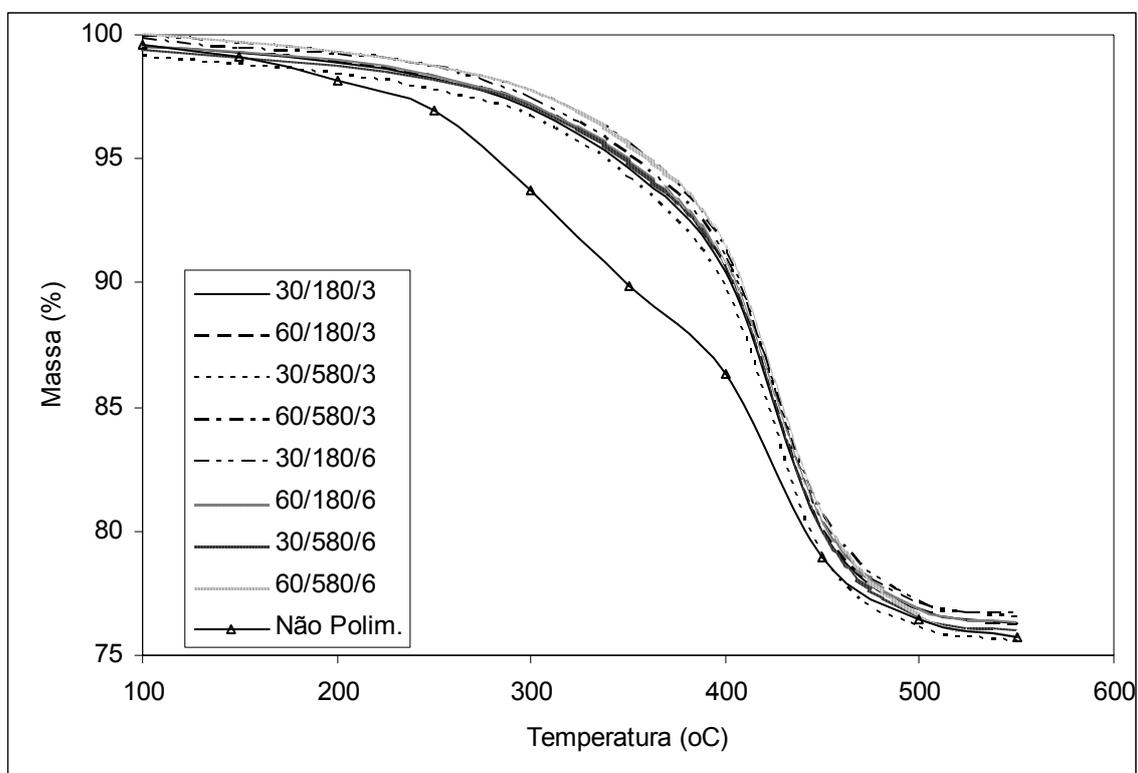


Figura 5.27: Sobreposição das curvas das análises de 5.19a 5.26

Da mesma forma como no primeiro fatorial, todas as amostras irradiadas apresentaram temperaturas de máxima decomposição mais altas do que a amostra não irradiada, aplicando-se a mesma explicação adotada para o primeiro conjunto de resultados.

A avaliação de outros parâmetros, como a perda de massa em uma faixa intermediária de temperatura e sua correlação com as condições de preparação da amostra também apresentam resultados limitados.

Para ambos fatoriais foi determinada a perda de massa de cada amostra a $T=300^{\circ}\text{C}$ e calculados os efeitos resultantes. Na Tabela 5.21 são apresentados os valores de perda de massa em função das condições de obtenção das amostras, e na Tabela 5.22 os efeitos resultantes.

Tabela 5.21: Efeitos das condições experimentais definidas nos fatoriais 1 e 2 sobre a massa final (residual) na temperatura de 300°C .

Exp.	Tempo	Intensidade	Distância	Δm	Tempo	Intensidade	Distância	Δm
	(s)	($\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$)	(mm)	(%)	(s)	($\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$)	(mm)	(%)
1	20	180	0	2,9	30	180	3	3,0
2	40	180	0	2,8	60	180	3	2,8
3	20	580	0	2,1	30	580	3	3,3
4	40	580	0	2,3	60	580	3	2,3
5	20	180	8	3,8	30	180	6	2,6
6	40	180	8	2,5	60	180	6	2,8
7	20	580	8	2,2	30	580	6	2,8
8	40	580	8	3,3	60	580	6	2,2

Tabela 5.22: Efeitos das condições experimentais definidas nos fatoriais 1 e 2 sobre a massa na temperatura de 300°C . Os efeitos estatisticamente significativos estão assinalados (►).

Efeitos		Δm (%)	
		Fatorial 1	Fatorial 2
Principais	Tempo	0,02	► -0,40
	Intensidade	► -0,52	-0,15
	Distância	► 0,42	-0,27
Interações	Tempo x intensidade	► 0,65	► -0,40
	Tempo x distância	-0,08	0,21
	Intensidade x distância	0,13	-0,02
	Intensidade x distância x tempo	► 0,50	0,01

Na Tabela 5.22, um efeito positivo significa que a amostra perde mais massa (menos estável) em função das condições de obtenção, e um efeito negativo significa que a amostra perde menos massa ao ser aquecida até 300°C, sendo, portanto, mais estável até esta temperatura (evidentemente esta medida está relacionada à formação de voláteis).

No fatorial 1 o único efeito negativo e significativo é o da intensidade da fonte, ou seja, aumentando a potência de irradiação aumenta a estabilidade térmica do produto, o que é razoável supondo a formação de uma estrutura reticulada. Os outros efeitos são positivos sugerindo que aumentando a distância, ou simultaneamente o tempo e a intensidade, ou ainda os três fatores simultaneamente, o produto forma mais voláteis até 300°C. O mais provável é que isto esteja associado à formação de heterogeneidades na amostra, bem como à formação de superfícies impermeáveis à volatilização de produtos de degradação do interior da fase, e ainda, depolimerização.

No fatorial 2, por outro lado, existem apenas dois efeitos significativos, e ambos negativos, que contribuem para uma maior estabilidade da amostra: da variável tempo (isoladamente) e da combinação tempo x intensidade da fonte. Ou seja, nestas distâncias (intermediárias àquelas do fatorial 1) tempo de irradiação maior produz estruturas mais estáveis, e o mesmo ocorre quando temos tempos e potências maiores. Devemos ressaltar, entretanto, que a significância destes dados é precária ($p \approx 0,06$).

A Figura 5.28 procura ilustrar a complexidade destes sistemas, reunindo em uma só figura os resultados dos dois fatoriais e desenhando uma superfície aproximada (spline, segmentos de curva descritos por polinômios de ordem 3, tipicamente) sem utilizar as estimativas de efeitos.

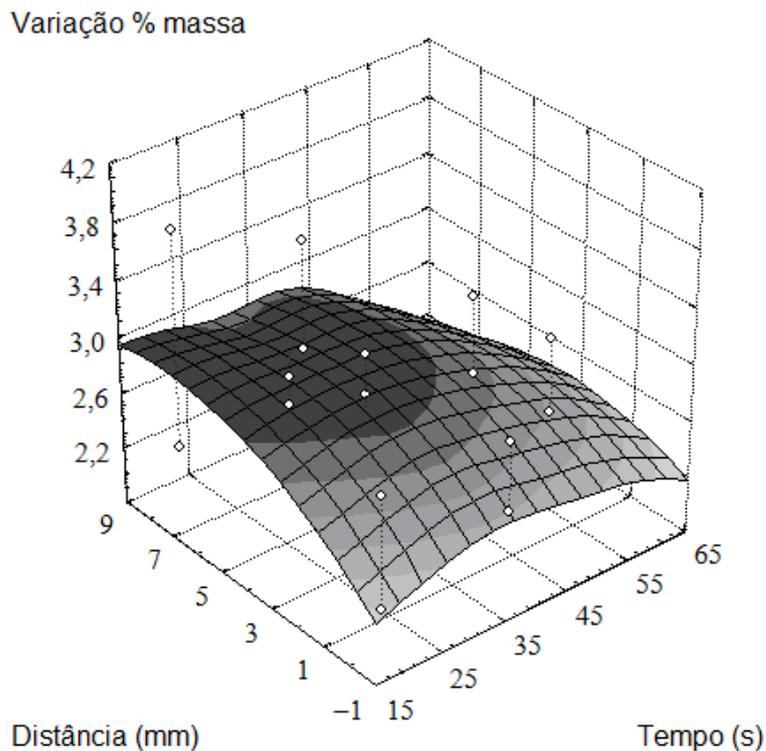


Figura 5.28: Gráfico dos resultados dos fatoriais em uma superfície polinomial sem estimativas de efeitos.

Nos termogramas apresentados nas Figuras 5.10 a 5.17 e 5.19 a 5.26, podemos observar, nas curvas da derivada (dm/dT , $\%/^{\circ}\text{C}$), alguns comportamentos similares a ruídos ou variações em regiões específicas do termograma.

5.6 - Intensidade de luz e comprimento de onda

Os resultados para as medições da intensidade de luz das fontes podem ser observados na Tabela 5.23, sendo que esta Tabela se refere à média e o desvio-padrão (DP) das medidas realizadas em cada variação de tempo (20, 30, 40 e 60 segundos), observando intensidade e distância.

Tabela 5.23: Resultados de intensidade de luz medidos nos dois aparelhos utilizados (alta e baixa intensidade), em função dos quatro tempos (20,30,40 e 60 segundos).

Exp.	Variáveis		Resultados			
	Intensidade nominal (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	Tempo (s)			
			20	30	40	60
			Intensidade das fontes (mW.cm ⁻²)			
1	180	0	180	178	178	178
2	580	0	580	580	580	580
3	180	8	30	26	26	26
4	580	8	190	190	190	190
5	180	3	170	168	168	168
6	580	3	420	420	420	420
7	180	6	50	46	46	46
8	580	6	320	320	320	320
Leituras por experimento			5			
Total de leituras			40			

Tabela 5.24: Reorganização da Tabela 5.23 apresentando as variações percentuais da intensidade da fonte em função da distância.

Intensidade nominal (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	Intensidade resultante (mW/cm ²)	Variação (%) em relação à distância = 0
180	0	180	0
180	3	170	- 6
180	6	50	- 72
180	8	30	- 83
580	0	580	0
580	3	420	- 28
580	6	320	- 45
580	8	190	- 67

Nas comparações de variação de intensidade da fonte é possível observar que para a fonte de 580mW.cm^{-2} não ocorrem perdas de intensidade de luz quando os tempos de leitura variam de 20 a 60 segundos. Porém, para a fonte de 180mW.cm^{-2} ocorreu uma pequena diminuição (cerca de 10%) entre a leitura de 20s e o conjunto das restantes, mantendo-se constante neste último grupo.

Os resultados de emissão da fonte em função da distância (0, 3, 6 e 8mm) mostram que a intensidade do feixe diminui com a distância, o que seria esperado em função do espalhamento de luz pela atmosfera e eventuais partículas nela suspensas. Esta diminuição pode chegar a 70-80% em relação à distância zero (V. Tabela 5.23).

Desta forma consegue-se perceber o quanto à distância é fator fundamental para a polimerização de uma resina composta. Alguns estudos^(37, 38) verificaram que diferentes intensidades de luz podem ser obtidas variando a distância entre a ponteira e a superfície da resina, sendo a intensidade inversamente proporcional ao quadrado da distância. Desta forma, os dados obtidos neste trabalho, vêm a corroborar com os resultados dos autores citados.

Outros pesquisadores⁽⁵³⁾ observaram que para todos os aparelhos, sem exceção, a intensidade de luz sempre diminuiu quando a distância da ponteira ao detector foi aumentada, salientando que há uma relação logarítmica ou linear entre intensidade de luz e distância da ponteira ao detector. Sendo assim, quando for fotoativada a resina no interior de cavidades mais profundas do que 3mm, utilizando uma fonte de baixa intensidade, deve-se tomar o cuidado para aproximar o máximo a ponteira da resina composta, a fim de evitar possíveis perdas nas propriedades finais do material.

Além destas observações^(64, 65, 66, 67, 69) concordam e relatam a importância de iniciar uma polimerização com pequenas intensidades de luz, ou seja, com a ponteira bastante afastada da resina, e no decorrer do tempo de fotoativação, aproximar lentamente esta ponteira, a fim de quantificar os valores de intensidade de luz e qualificar a polimerização.

Estes parâmetros são também importantes face à realidade em tratamentos dentários. Foi verificado⁽³⁹⁾ que a profundidade média de cavidades dentárias que mais ocorre é de 4 a 5mm em pré-molares inferiores, 5 a 6mm em pré-molares superiores e 5 a 7mm em molares superiores e inferiores. Desta

forma é extremamente importante e condição ímpar de ser lembrado que a intensidade da fonte irá reduzir-se em torno de 73,8% para fontes de $180\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$ e 44,8% para fontes de $580\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$, quando dentes pré-molares estiverem sendo restaurados. Quando dentes molares forem restaurados, a redução será em torno de 85% para fontes de $180\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$ e de 67% para fontes de $580\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$.

Outro fator importante a ser discutido é que a conversão da resina fotoativada é dependente também da quantidade de canforoquinona, a qual pode ter pequenas variações conforme a marca, o tipo e a cor da resina. Desta forma, as perdas de intensidade de luz do aparelho, com o aumento da distância da ponteira, poderiam ser levemente compensadas por um acréscimo da quantidade de canforoquinona presente na resina. Autores ⁽⁵⁵⁾ discutem que em algumas resinas, devido a grande quantidade de canforoquinona, pequenas variações na ativação (quantidade de luz do aparelho fotoativador e distância da luz à resina) poderiam ter menos influência sobre propriedades mecânicas, quando comparado à resinas com menor quantidade de canforoquinona

O espectro de emissão das duas fontes é similar, conforme pode ser visto na Figura 5.29. Estas características se mantiveram constantes dentro dos limites das outras condições experimentais estudadas (tempo e distância).

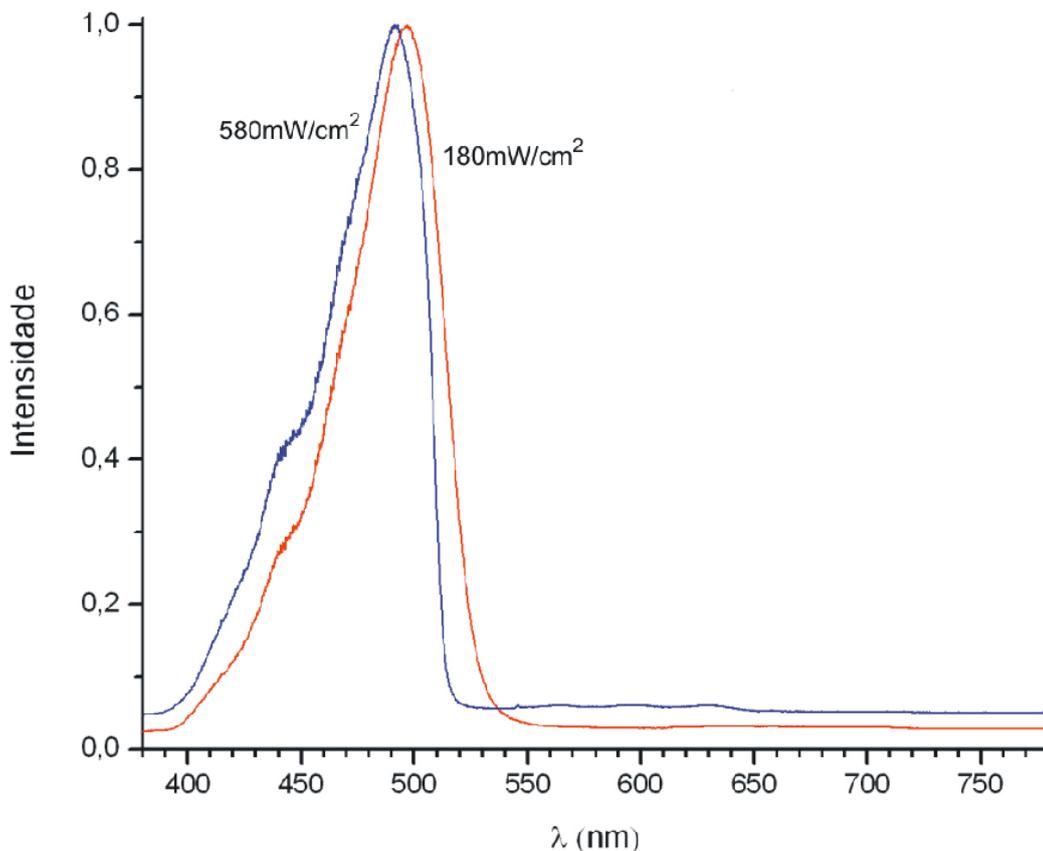


Figura 5.29: Características de emissão das fontes ativadoras de alta e baixa intensidade (a intensidade, ordenada, está normalizada).

Cabe lembrar que todos os aparelhos fotoativadores comumente usados, que trabalham com luz halógena possuem uma luz incandescente comum (amarela) como fonte de fótons. Este aparelho possui em seu interior, um filtro o qual permite que passem pelo mesmo apenas ondas de luz no comprimento equivalente a luz azul, permanecendo em torno de 400 a 540nm. A literatura ^(2,5) relata que o comprimento ideal para conversão da canforoquinona é de 468nm, e os dados medidos neste trabalho estão de acordo com a literatura. Mas quando estes aparelhos tiverem muito tempo de uso, o filtro, por ser material plástico, poderia perder alguma capacidade filtrante e permitir que ondas de demais comprimentos passem pelo mesmo, podendo gerar assim, mais calor sobre a resina.

5.7 - Microscopia eletrônica de varredura

5.7.1 - Fractografia

Os resultados de fractografia dos corpos de prova fraturados por compressão diametral podem ser observados nos quadros abaixo. Optou-se pelo termo eletromicrografia (micrografia eletrônica) para descrever a imagem obtida pela fotografia da imagem da tela (monitor) do microscópio eletrônico⁽⁸⁰⁾.

No teste de compressão diametral a aplicação mecânica da força, pela máquina de ensaios, ocorre na borda CP. Como o CP está sobre uma base plana, esta força torna-se equivalente em dois pontos, na parte superior e na parte inferior, de forma pontual. Esta força é distribuída ao longo do CP, podendo originar trincas que se propagam ao longo do material. As Figuras 5.30 a 5.45 apresentam as eletromicrografias das superfícies de fratura de amostras submetidas a ensaios de compressão diametral.

Estas eletromicrografias são originadas por amostras obtidas conforme as condições experimentais dos fatoriais 1 (Figuras 5.30 a 5.37) e 2 (Figuras 5.38 a 5.45), já detalhados na parte experimental. A legenda de cada Figura apresenta tais condições experimentais. A posição de aplicação da força é apresentada em cada figura.

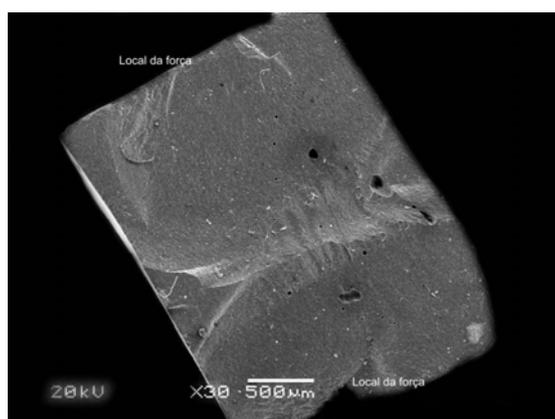


Figura 5.30: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.

Condições: 20s/180mW.cm²/0mm.

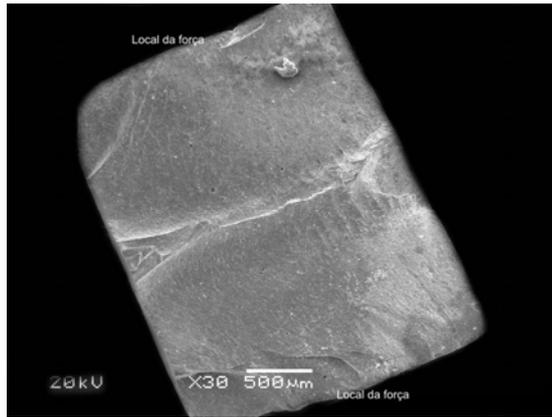


Figura 5.31: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 40s/180mW/cm²/0mm.

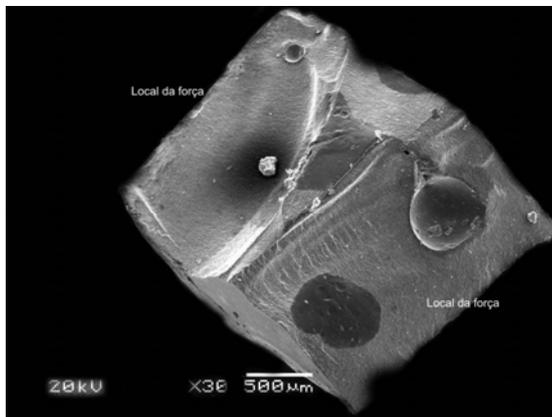


Figura 5.32: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 20s/580mW/cm²/0mm.

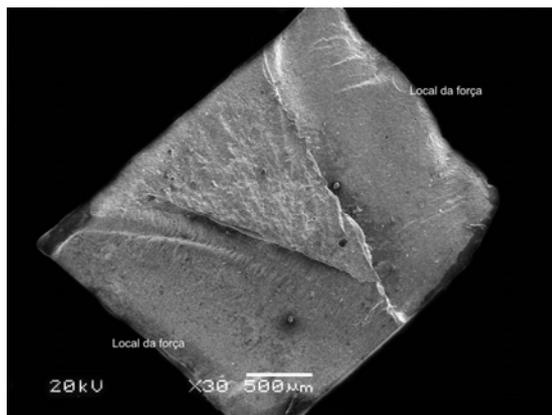


Figura 5.33: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 40s/580mW/cm²/0mm.

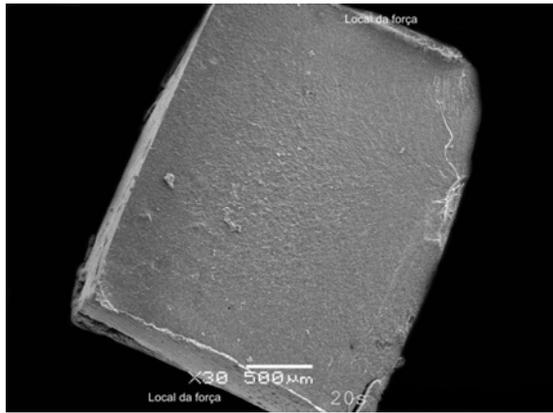


Figura 5.34: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 20s/180mW/cm²/8mm.

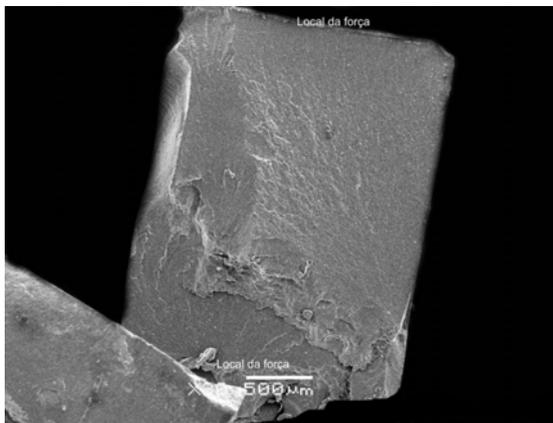


Figura 5.35: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 40s/180mW/cm²/8mm.

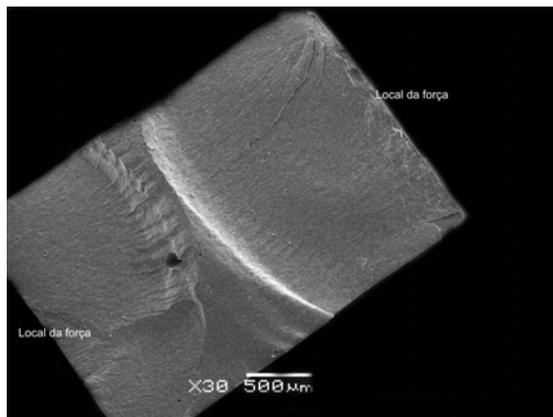


Figura 5.36: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 20s/580mW/cm²/8mm.

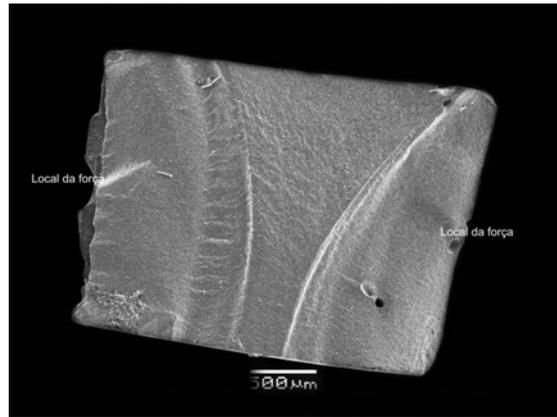


Figura 5.37: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 40s/580mW/cm²/8mm.

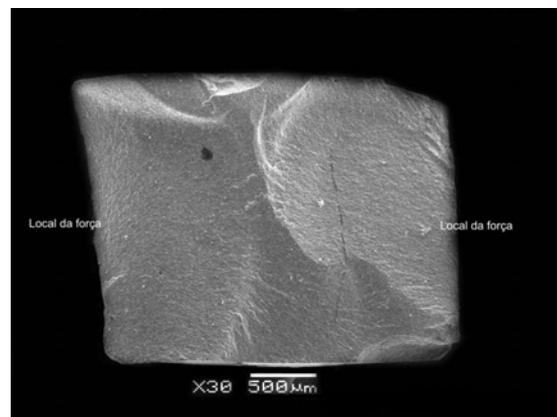


Figura 5.38: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 30s/180mW/cm²/3mm.

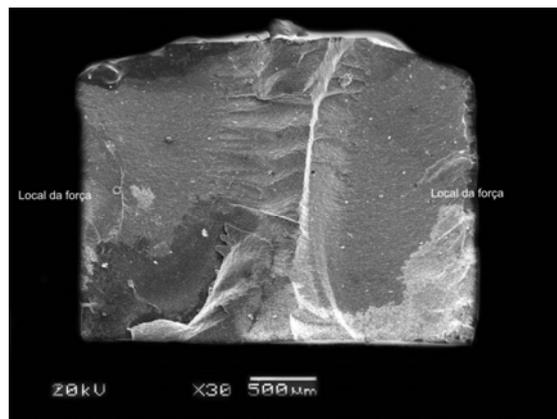


Figura 5.39: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 60s/180mW/cm²/3mm.

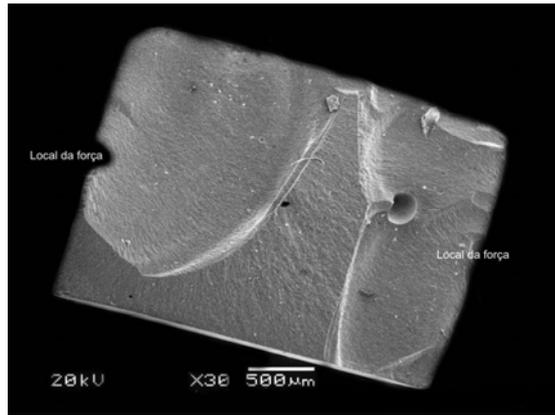


Figura 5.40: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 30s/580mW/cm²/3mm.

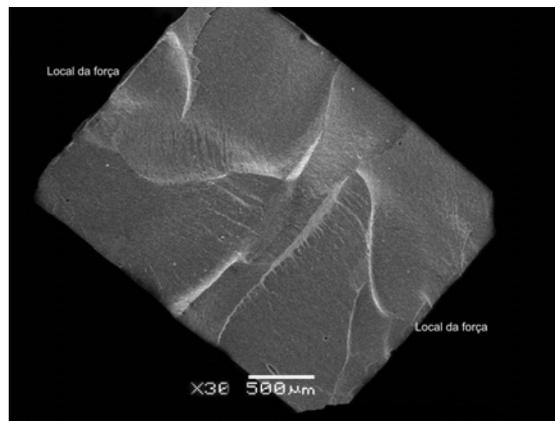


Figura 5.41: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 60s/580mW/cm²/3mm.

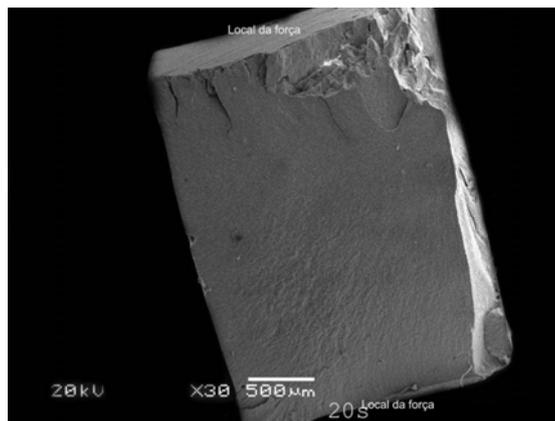


Figura 5.42: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 30s/180mW/cm²/6mm.

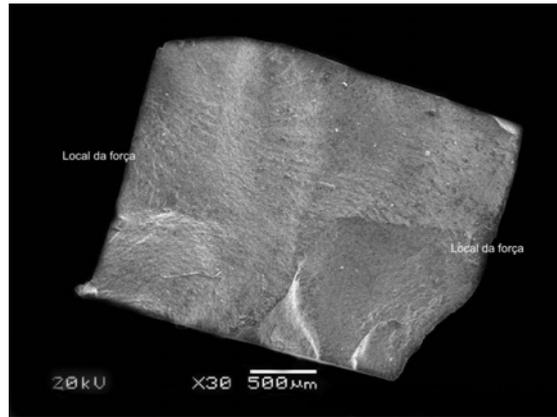


Figura 5.43: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 60s/180mW/cm²/6mm.

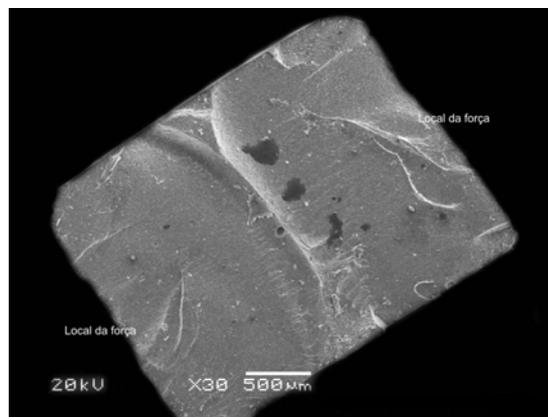


Figura 5.44: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 30s/580mW/cm²/6mm.

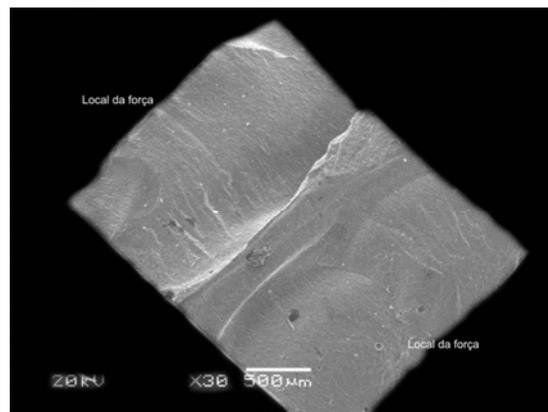


Figura 5.45: Eletromicrografia do corpo de prova fraturado.
Condições: 60s/580mW/cm²/6mm.

Muitas das eletromicrografias (Figuras 5.30 a 5.46) apresentam um perfil de formato cônico na superfície de fratura. Não apresentam este perfil bem delineado as eletromicrografias 5.34, 5.35, 5.38, 5.41 e 5.42. Particularmente naquelas situações de baixa intensidade e tempos menores de irradiação, não ocorre a formação destes cones, sendo a superfície de fratura praticamente plana, como se fora cortada mecanicamente.

As fraturas em formato de cone ocorreram perpendicularmente à força aplicada, e, portanto, com o eixo maior do cone alinhado de forma paralela ao eixo da luz incidente sobre a amostra. Surge então a questão: qual das faces foi irradiada? Aquela em que o cone tem maior dimensão (base), ou aquela em que o cone tem menor dimensão (ápice)? Com o objetivo de analisar melhor estes dados foram realizadas medidas aproximadas das dimensões dos cones, caracterizando-os com três dimensões (L_1 , L_2 e L_3), conforme a Figura 5.46(b).

As Tabelas 5.25 e 5.27 apresentam os valores de L_1 , L_2 e L_3 para as amostras obtidas conforme os fatoriais 1 e 2, respectivamente, enquanto as Tabelas 5.26 e 5.28 apresentam os efeitos calculados, destacando aqueles que são significativos, e os valores de resistência à compressão diametral de cada amostra.

Tabela 5.25: Valores de L_1 , L_2 e L_3 estimados a partir das eletromicrografias do primeiro fatorial.

Exp.	Tempo (s)	Intensidade (mW.cm^{-2})	Distância (mm)	L_1 (μm)	L_2 (μm)	L_3 (μm)	Tensão (MPa)
1	20	180	0	760	1770	0	48,2
2	40	180	0	300	1770	0	53,6
3	20	580	0	1180	2240	60	55,4
4	40	580	0	1770	2120	60	59,5
5	20	180	8	0	0	0	26,2
6	40	180	8	0	0	0	39,1
7	20	580	8	1180	2240	470	43,8
8	40	580	8	1880	2140	410	49,9

Tabela 5.26: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis, para o primeiro fatorial. Os efeitos significativos são destacados pela seta “▶” e sua avaliação estatística encontra-se nos Apêndices 1(7) e 1(8). A última coluna mostra os efeitos sobre a resistência à compressão diametral expresso em MPa.

	Efeitos	L ₁ (μm)	L ₂ (μm)	L ₃ (μm)	MPa
Principais	Tempo	208	- 55	- 15	▶ 7,1
	Intensidade	▶ 1230	▶ 1300	▶ 250	▶ 10,4
	Distância	- 238	▶ - 880	▶ 190	▶ -14,4
Interações	Tempo x intensidade	438	- 55	- 15	-2,0
	Tempo x distância	142	- 5	- 15	2,4
	Intensidade x distância	293	▶ 890	▶ 190	3,8
	Intensidade x distância x tempo	- 88	5	- 15	-1,4

Tabela 5.27: Valores de L₁, L₂, e L₃ estimados a partir das eletromicrografias do segundo fatorial.

Exp.	Tempo (s)	Intensidade (mW.cm ⁻²)	Distância (mm)	L ₁ (μm)	L ₂ (μm)	L ₃ (μm)	Tensão (MPa)
1	30	180	3	0	2260	0	35,1
2	60	180	3	1325	2300	700	44,4
3	30	580	3	1930	2100	440	40,8
4	60	580	3	620	2190	480	50,5
5	30	180	6	0	0	0	37,0
6	60	180	6	0	0	0	42,1
7	30	580	6	710	1980	430	41,8
8	60	580	6	620	2180	510	46,2

Tabela 5.28: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis, para o segundo fatorial. Os efeitos significativos são destacados pela seta “▶” e sua avaliação estatística encontra-se no Apêndice 1(9). A última coluna mostra os efeitos sobre a resistência à compressão diametral expresso em MPa.

	Efeitos	L ₁ (μm)	L ₂ (μm)	L ₃ (μm)	MPa
Principais	Tempo	-19	83	205	▶ 7,1
	Intensidade	▶ 150	▶ 973	290	▶ 5,2
	Distância	▶ -636	▶ -1173	-170	-0,9
Interações	Tempo x intensidade	▶ -681	63	-145	-0,08
	Tempo x distância	-26	18	-165	▶ -2,3
	Intensidade x distância	26	▶ 1108	180	-0,6
	Intensidade x distância x tempo	▶ 305	38	185	-0,3

Antes de analisar estes dados é necessário ressaltar que os parâmetros L_1 e L_3 têm um valor limite superior que é de $3000\mu\text{m}$, enquanto L_2 tem um valor limite superior de $2000\mu\text{m}$, valores estes que correspondem às dimensões do CP. No caso de L_2 alguns dos valores medidos são maiores do que $2000\mu\text{m}$ em função de erro experimental ocorrido na preparação e na medida de espessura de CPs de dimensões tão reduzidas. Outro ponto a destacar diz respeito ao fato de que a ponteira do equipamento tem uma área maior do que as dimensões da amostra: enquanto esta última tem um diâmetro de 3mm, a ponteira tem um diâmetro de cerca de 8mm.

Em antecipação à discussão que segue, foi realizado um teste (em triplicata), assinalando a face irradiada do CP. Em todos eles ocorreu a formação de cones, e a face irradiada corresponde àquela em que se localiza o ápice do cone (ou seja, o parâmetro L_3). Uma destas superfícies é apresentada na Figura 5.46(a).

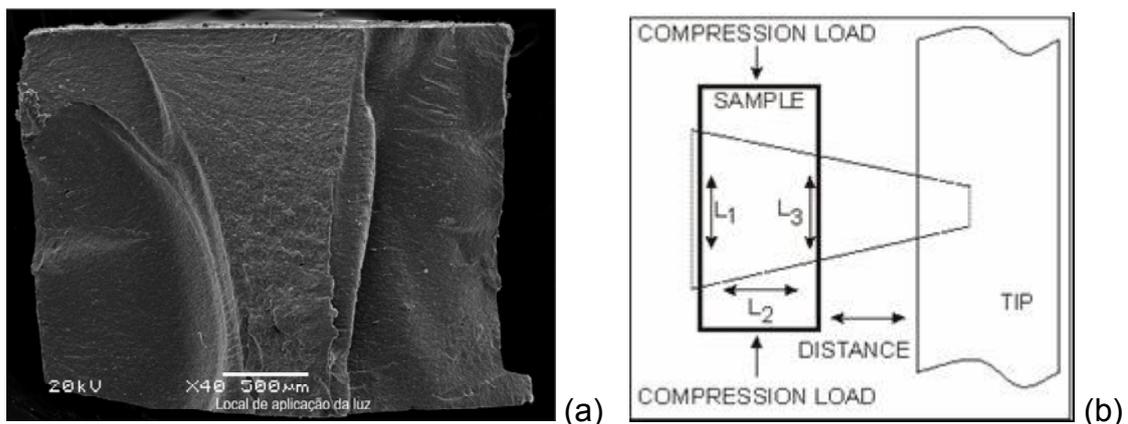


Figura. 5.46: Eletromicrografia de corpo de prova fraturado, associando local de aplicação da luz com direção do cone de fratura (a), e, ilustração do conjunto CP+ponteira (tip) (b).

A partir das Tabelas 5.25 e 5.27, as seguintes observações gerais são possíveis, sobre os resultados em função das variáveis:

- a) Irradiações com baixa intensidade em distâncias maiores não produzem os cones (experimentos 5 e 6 em ambos os fatoriais), ou seja, espera-se um efeito de intensidade e distância sobre a formação dos cones;
- b) L_1 tem valores que podem ser reunidos em 4 grupos, a saber: zero (não se formam cones em condições brandas de irradiação: experimentos 5 e 6 de F1, e

experimentos 1, 5 e 6 de F2); 300 - 800 μ m para condições intermediárias de irradiação (experimentos 1 e 2 do F1, 3, 7 e 8 do F2) combinando baixa potência com distância menor ou alta potência com distâncias maiores, e, >1100 (experimentos 3 e 4 de F1 e F2, e 2 e 3 de F2) para potência alta, distância menor ou ainda potência alta, distância menor e tempo maior (experimento 3, F2);

c) L_2 apresenta-se em dois grupos: igual a zero nos experimentos 4 e 5 de F1 e F2, ou seja, condições brandas de irradiação; e >1700 em todos os outros reunidos em um grupo que associa potência alta, distâncias menores e tempos maiores;

d) L_3 é diferente de zero apenas nos experimentos 3, 4, 7 e 8, dos fatoriais F1 e F2, com uma única exceção: experimento 2 de F2, ou seja, está associado fortemente à potência da fonte.

Observando agora os efeitos calculados (Tabelas 5.26 e 5.28), se pode ter os valores estimados para as observações que foram realizadas acima. Assim, com significância estatística, verifica-se que:

- e) o tempo de irradiação não influi nestes parâmetros (L_1 , L_2 e L_3).
- f) a intensidade da fonte sempre aumenta L_1 , L_2 e L_3 , embora no fatorial 2 o efeito em L_3 não tenha sido estatisticamente significativo (mesmo sendo maior do que o efeito sobre L_1 neste mesmo fatorial).
- g) a distância tem efeito predominantemente negativo.

Na Figura 5.46(b) é ilustrado o que seriam a amostra e a fonte de irradiação, com um feixe central de luz emergindo da ponteira e incidindo sobre a amostra. Deve ser observado, entretanto, que o diâmetro da ponteira é de cerca de 8mm, enquanto o diâmetro da amostra é de 3mm. Se a luz emerge em igual intensidade (número de fótons/área da ponteira) em todos os pontos da ponteira, a ilustração não representa o sistema. Mas não dispomos de uma informação conclusiva a este respeito e trabalhamos apenas com a hipótese de o feixe ser mais intenso na região central da ponteira ^(81, 87).

Esta hipótese encontra suporte na seguinte argumentação. Aparentemente os cones são formados por regiões em que a energia coesiva é maior, gerados por irradiação mais intensa e localizada, produzindo maior número de

heterogeneidades na amostra. Assim sendo, os efeitos observados podem ser correlacionados ao posicionamento da ponteira.

No esquema da Figura 5.47 os efeitos são resumidos e associados aos efeitos observados para a compressão diametral.

	F1				F2			
	L ₁	L ₂	L ₃	Tensão	L ₁	L ₂	L ₃	Tensão
↑ Tempo (T).....	-	-	-	↑	-	-	-	↑
↑ Intensidade (I)....	↑	↑	↑	↑	↑	↑	-	↑
↑ Distância (D).....	-	↓	↑	↓	↓	↓	-	-
↑ Tx I.....	-	-	-	-	↓	-	-	-
↑ Tx D.....	-	-	-	-	-	-	-	↓
↑ I x D.....	-	↑	↑	-	-	↑	-	-
↑ Tx I x D.....	-	-	-	-	↑	-	-	-

Figura 5.47: Efeitos esquematizados sobre a formação de perfis cônicos nas superfícies de fraturas.

Na associação apresentada na Figura 5.47, as dimensões do cone ($L_1 \times L_2 \times L_3$) aumentam com a intensidade da fonte, da mesma forma que a tensão diametral (e isto pode ser confirmado nas Tabelas 5.25 e 5.27). Isto corrobora a afirmação de que a formação dos cones está associada à maior energia coesiva. Em alguns pontos estas tendências também corroboram a idéia de maior intensidade no eixo central do feixe de fótons, conforme ilustrado na Figura 5.48.

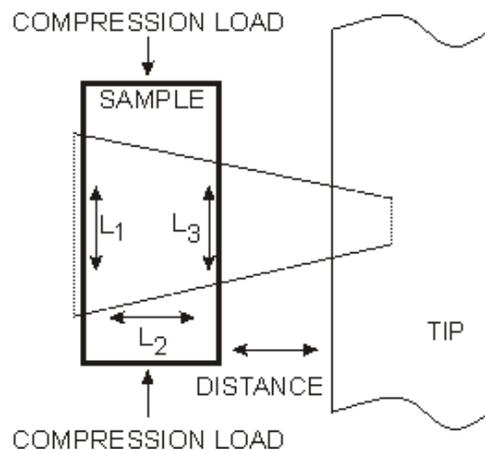


Figura 5.48: Ilustração esquemática do local de aplicação da luz fotoativadora

juntamente com L₁, L₂ e L₃.

Adicionalmente, autores ^(42, 61, 72) relatam que quando há muito pouca deformação plástica do material, as fraturas podem se espalhar de maneira muito rápida e concentra-se sob a área central do material, sendo que estas trincas têm um formato de “V” por se formar próximo ao centro da secção. Isto parece ser mostrado em todas eletromicrografias em que se trabalhou com alta intensidade associada a distâncias pequenas. Provavelmente esta associação produza um polímero com áreas muito reticuladas e pequenos sítios de alta coesão e que apresentam uma total ausência de deformação plástica, o que geraria a propagação de trincas no formato relatado pela literatura.

Aparentemente, existe maior heterogeneidade de material, com regiões mais coesas e outras em que isto não ocorre, gerando flutuações de maior magnitude ao longo da fase sólida, o que induziria a formação de trincas ⁽⁴²⁾ e sua propagação até a fratura completa, conforme também interpretado pelo trabalho de fractografia ^(59, 60).

De forma similar para materiais cristalinos, é relatado ainda ⁽⁴²⁾ que para muitos materiais que apresentam esta organização molecular, a propagação da trinca corresponde à quebra sucessiva e repetida de ligações ao longo de planos cristalográficos específicos, sendo que este tipo de fratura é chamado de transgranular. Algo similar a isto é o que ocorre com as amostras em que foram utilizadas intensidades baixas e distâncias maiores. Não temos evidência de cristalinidade nestas resinas, mas o mecanismo de propagação de fratura sugere uma homogeneidade muito alta em termos de energia coesiva.

5.7.2 - Análise da interface das restaurações com os preparos cavitários

Os resultados das análises da interface das restaurações com os preparos cavitários (adaptação da resina à cavidade), podem ser observados nas Tabelas 5.29 e 5.30. Foram observadas quatro variáveis, sendo elas:

1. Interface da restauração com o esmalte (vista superior do preparo restaurado, observando o perímetro do mesmo);
2. Interface da restauração com a dentina, (porção interna do preparo), lado esquerdo da cavidade restaurada;

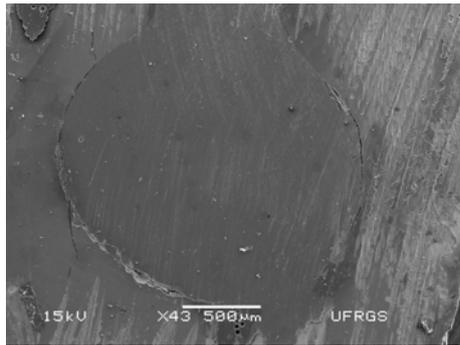
3. Interface da restauração com a dentina, (porção interna do preparo), lado direito da cavidade restaurada;
4. Adaptação da restauração no fundo da cavidade.

Para a variável 1 (interface restauração com o esmalte), foram atribuídos escores de (0) para o perímetro do preparo que não apresenta desconformidades (perfeito), escores de (1) para o perímetro que apresenta desconformidades menores que 50% e (2) para o perímetro do preparo com mais de 50% de desconformidade. Estes dados estão exemplificados na Figura 5.49.

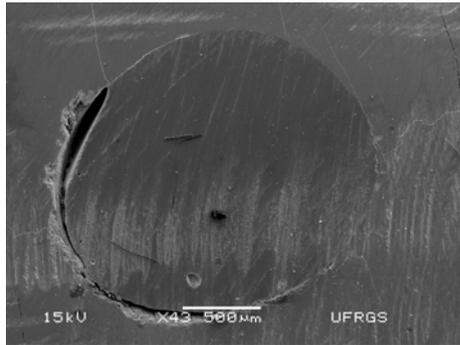
Para as variáveis 2 (interface esquerda) e 3 (interface direita) foram atribuídos escores de (0) para ausência de desconformidade e (1) para presença de desconformidade. Para a variável 4 (fundo de cavidade), foram atribuídos escores de (0) para ausência de desconformidade no fundo da cavidade e escores de (1) para presença de desconformidade no fundo da cavidade. Estes dados estão exemplificados na Figura 5.50. As eletromicrografias para cada variável estão demonstradas a seguir, seguindo a numeração de 5.51 à 5.66.

5.7.2.1 - Interface da restauração com o esmalte

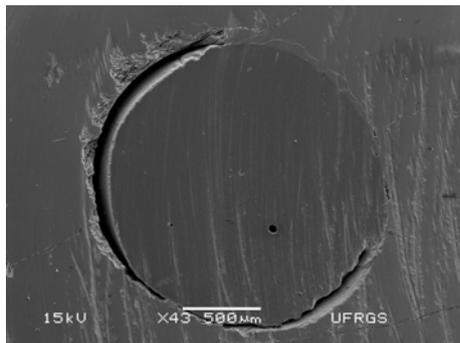
As imagens a seguir são uma vista superior global da restauração inserida na cavidade, e ilustram a utilização dos escores já descritos para quantificar as desconformidades na interface do perímetro cavitário. Os resultados podem ser observados nas Tabelas 5.29 e 5.30. O conjunto completo de eletromicrografias é apresentado ao final deste capítulo.



Score 0: Perímetro cavitário que não apresenta desadaptação.



Score 1: Perímetro cavitário com menos de 50% de desadaptação.



Score 2: Perímetro cavitário com mais de 50% de desadaptação.

Figura 5.49: Demonstração dos escores utilizados para análise da interface da restauração com o esmalte, em uma vista superior da restauração.

Tabela 5.29: escores (0, 1 ou 2) da interface da restauração com o esmalte, utilizando as combinações 20/40s; 180/580mW.cm⁻²; 0/8mm.

Grupo	Variáveis	Escore
1	20s/180mW.cm ⁻² /0mm	0
2	40s/180mW.cm ⁻² /0mm	0
3	20s/580mW.cm ⁻² /0mm	1
4	40s/580mW.cm ⁻² /0mm	2
5	20s/180mW.cm ⁻² /8mm	0
6	40s/180mW.cm ⁻² /8mm	0
7	20s/580mW.cm ⁻² /8mm	1
8	40s/580mW.cm ⁻² /8mm	1

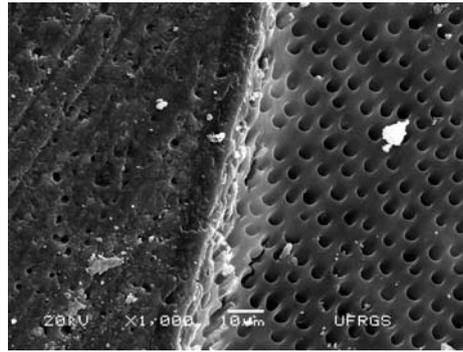
Tabela 5.30: Escores (0, 1 ou 2) da interface da restauração com o esmalte, utilizando as combinações 30/60s; 180/580mW.cm⁻²; 3/6mm.

Grupo	Variáveis	Escore
1	30s/180mW.cm ⁻² /3mm	0
2	60s/180mW.cm ⁻² /3mm	0
3	30s/580mW.cm ⁻² /3mm	1
4	60s/580mW.cm ⁻² /3mm	2
5	30s/180mW.cm ⁻² /6mm	0
6	60s/180mW.cm ⁻² /6mm	0
7	30s/580mW.cm ⁻² /6mm	0
8	60s/580mW.cm ⁻² /6mm	1

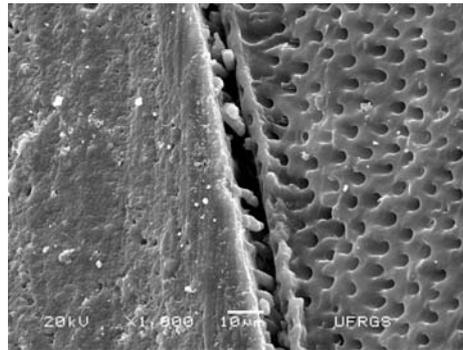
Estes resultados serão analisados juntamente com os dados da interface da restauração com a dentina, mas destaca-se a ocorrência de desadaptações apenas quando a fonte de mais alta potência foi utilizada.

5.7.2.2 - Interface da restauração com a dentina

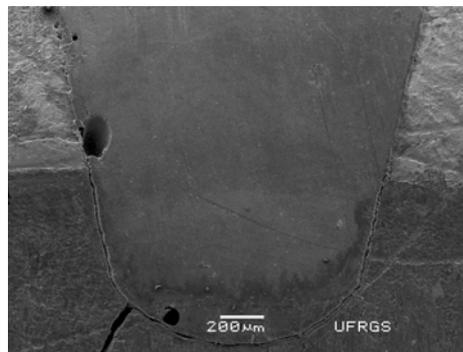
As imagens a seguir mostram uma visão ampliada (1000x) na interface da restauração com a dentina. Foram investigadas as três variáveis como descrito anteriormente (fatoriais 1 e 2), tendo como respostas as características das desadaptações da interface da restauração com a dentina, lados esquerdo e direito do preparo, e, da restauração no fundo da cavidade. O conjunto completo de eletromicrografias é apresentado ao final deste capítulo.



Escore 0: ausência de desadaptação na parede lateral.



Escore 1: presença de desadaptação na parede lateral.



Escore 0: ausência de desadaptação na parede de fundo.

Figura 5.50: Demonstração dos escores utilizados para análise na interface da restauração com a dentina (paredes laterais e parede de fundo), utilizando as combinações 20/40s; 180/580mW.cm⁻²; 0/8mm.

Nas Tabelas 5.31 e 5.32 são apresentados os escores da interface restauração/dentina, para as condições experimentais dos fatoriais 1 e 2, respectivamente.

Tabela 5.31: Escores (0 ou 1) da interface da restauração com a dentina, utilizando as combinações 20/40s; 180/580mW.cm⁻²; 0/8mm

Grupo	Variáveis	Interface esquerda	Interface direita	Fundo da cavidade	Soma 1
1	20s/180mW.cm ⁻² /0mm	1	1	0	2
2	40s/180mW.cm ⁻² /0mm	0	0	1	1
3	20s/580mW.cm ⁻² /0mm	1	1	1	3
4	40s/580mW.cm ⁻² /0mm	1	1	1	3
5	20s/180mW.cm ⁻² /8mm	0	0	0	0
6	40s/180mW.cm ⁻² /8mm	0	1	0	1
7	20s/580mW.cm ⁻² /8mm	0	1	1	2
8	40s/580mW.cm ⁻² /8mm	0	1	1	2
Soma 2		3	6	5	14

Tabela 5.32: Escores (0 ou 1) da interface da restauração com a dentina, utilizando as combinações 30/60s; 180/580mW.cm⁻²; 3/6mm.

Grupo	Variáveis	Interface esquerda	Interface direita	Fundo da cavidade	Soma 3
1	30s/180mW.cm ⁻² /3mm	1	0	0	1
2	60s/180mW.cm ⁻² /3mm	0	0	1	1
3	30s/580mW.cm ⁻² /3mm	1	1	1	3
4	60s/580mW.cm ⁻² /3mm	1	1	1	3
5	30s/180mW.cm ⁻² /6mm	0	0	0	0
6	60s/180mW.cm ⁻² /6mm	0	1	0	1
7	30s/580mW.cm ⁻² /6mm	1	1	1	3
8	60s/580mW.cm ⁻² /6mm	0	1	1	2
Soma 4		4	5	5	14

A partir destes resultados é possível observar que ocorreu um número similar (somadas 1, 2, 3 e 4) de desadaptações em ambos os fatoriais, e que sua ocorrência está fortemente correlacionada, da mesma forma que a interface com o esmalte, com a potência da fonte. A utilização de fonte de potência mais alta produz um maior número de desadaptações, ou seja, intensidade maior provoca maior contração da resina, gerando as falhas observadas nas eletromicrografias. Não se tem uma justificativa para o número de desadaptações na interface direita ter sido um pouco maior do que na interface esquerda.

As Tabelas 5.33 e 5.35 apresentam as totalizações dos escores atribuídos às interfaces analisadas, incluindo a interface com o esmalte, enquanto as

Tabelas 5.34 e 5.36 correlacionam estes resultados às condições experimentais de preparação das amostras (efeitos calculados).

Tabela 5.33: Totalidade dos escores atribuídos às interfaces analisadas, para o primeiro fatorial.

Grupo	Variáveis	Esmalte	Dentina Soma 1	Total Soma 5
1	20s/180mW.cm ⁻² /0mm	0	2	2
2	40s/180mW.cm ⁻² /0mm	0	1	1
3	20s/580mW.cm ⁻² /0mm	1	3	4
4	40s/580mW.cm ⁻² /0mm	2	3	5
5	20s/180mW.cm ⁻² /8mm	0	0	0
6	40s/180mW.cm ⁻² /8mm	0	1	1
7	20s/580mW.cm ⁻² /8mm	1	2	3
8	40s/580mW.cm ⁻² /8mm	1	2	3
Soma 6		5	14	19

Tabela 5.34: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis, para o primeiro fatorial. Os efeitos significativos estão destacados (►).

Efeitos		Estimativas dos efeitos (escores)
Principais	Tempo	0,25
	Intensidade	► 2,75
	Distância	► -1,25
Interações	Tempo x intensidade	0,25
	Tempo x distância	0,25
	Intensidade x distância	-0,25
	Intensidade x distância x tempo	-0,75

Tabela 5.35: Totalidade dos escores atribuídos às interfaces analisadas, para o segundo fatorial.

Grupo	Variáveis	Esmalte	Dentina	Total
			Soma 3	Soma 7
1	30s/180mW.cm ⁻² /3mm	0	1	1
2	60s/180mW.cm ⁻² /3mm	0	1	1
3	30s/580mW.cm ⁻² /3mm	1	3	4
4	60s/580mW.cm ⁻² /3mm	2	3	5
5	30s/180mW.cm ⁻² /6mm	0	0	0
6	60s/180mW.cm ⁻² /6mm	0	1	1
7	30s/580mW.cm ⁻² /6mm	0	3	3
8	60s/580mW.cm ⁻² /6mm	1	2	3
	Soma 8	4	14	18

Tabela 5.36: Resultados dos efeitos principais e de interação entre variáveis, para o segundo fatorial. Os efeitos significativos estão destacados (►)

Efeitos		Estimativas dos efeitos (escores)
Principais	Tempo	0,5
	Intensidade	► 3,0
	Distância	-0,75
Interações	Tempo x intensidade	0
	Tempo x distância	0
	Intensidade x distância	-0,5
	Intensidade x distância x tempo	-0,5

Observando as imagens no final deste capítulo e as Tabelas acima, é possível de verificar que nos momentos em que foi utilizada fonte de intensidade alta os escores totalizados estiveram em valor igual ou superior a 3, tanto para o primeiro quanto para o segundo fatorial. Estes escores chegaram a valores máximos de 5, principalmente quando a ponteira do aparelho fotoativador ficou justaposta à resina ou afastada no máximo 3mm, durante a fotoativação. Tal fato também foi relatado ^(64, 66, 69, 71, 74, 83), em que os autores concluíram que a intensidade foi o principal fator gerador de desadaptações de restaurações, independentes da zona cavitária.

Observa-se também que a distância tem um efeito negativo na formação de desadaptações, na medida em que aumentando a distância diminui a intensidade do feixe que atinge a resina.

Considerando ser 5 o escore mais elevado, a observação das Tabelas 5.33 e 5.35 sugere que para reduzi-lo para o nível 4 seria necessário apenas diminuir o tempo de irradiação. No entanto isto se aplica apenas para distâncias de até 3mm, não ocorrendo em distâncias maiores. Um escore 4 ainda deve ser considerado deficiente, pois ainda engloba desadaptações de esmalte, permitindo a infiltração de umidade e microorganismos. Alguns autores^(65, 69) apresentam resultados demonstrando que valores baixos de contração da resina são conseguidos com 450mW.cm^{-2} , quando comparado a valores de 800mW.cm^{-2} , recomendando que intensidades baixas de luz devam ser utilizadas para minimizar a contração e desadaptação da restauração, sendo que estes dados somam-se a este trabalho realizado.

Cabe destacar que a desadaptação da restauração ao esmalte ocorreu apenas em momentos em que se trabalhou com intensidades altas. Quando a intensidade foi baixa, não surgiram desadaptações, independente do tempo ou da distância.

Também em dois momentos pode ser observada uma total adaptação da restauração à cavidade, traduzido como escore zero. Nestes momentos trabalhou-se com intensidade baixa (180mW.cm^{-2}), tempo baixo (20 e 30 segundos) e distâncias altas (6 e 8mm). Já foi verificado^(21, 39, 65, 70, 71) que a distância da ponteira à resina ameniza valores de contração de polimerização sem comprometer a profundidade de cura, quando se trabalha com aparelhos de intensidade elevada. Em acordo com estes dados, estão os resultados obtidos neste trabalho em termos de contração por polimerização, apresentando uma dependência da contração com a intensidade da fonte. Discute-se que a intensidade é responsável indiretamente por influenciar as outras variáveis. Quando esta é considerada alta, tanto o tempo quanto a distância pouco exercem efeito sobre a força de contração, mas quando a intensidade é baixa, tanto o tempo quanto a distância exercem um efeito significativo. Desta forma, contração e desadaptação da resina composta estão intimamente interligadas^(64, 74, 83).

Nas imagens é muito claro: a intensidade alta é o principal fator que gera desadaptação da restauração, e tal variável é pouco amenizada pelo tempo e pela distância. Porém, esta amenização pode ser traduzida como uma, duas ou até três paredes cavitárias com sua interface melhor adaptada. É ainda importante salientar que uma cavidade dentária não tem uma parede de fundo plana, e sim, muito irregular, havendo áreas que ficam mais próximas à superfície e áreas mais distantes. Desta forma, a luz chega com intensidades menores nestas áreas mais profundas da cavidade.

Talvez caiba discutir sobre o método de fotoativação gradual “soft-start”, em que a luz é acionada longe da restauração e é aproximada gradualmente da mesma, como já relatado ^(21, 66, 67). Neste raciocínio, a potência alta é amenizada pelo aumento da distância, gerando menos concentração de fótons irradiados sobre a área ⁽³⁹⁾. Neste trabalho os resultados seguiram exatamente dados da literatura, ou seja, o aumento da distância da ponteira simulou o método “soft-start”, gerando melhores resultados de adaptação. Nos grupos 4 (40s/580mW.cm⁻²/0mm) e 8 (40s/580mW.cm⁻²/8mm) do primeiro fatorial e grupos 4 (60s/580mW.cm⁻²/3mm) e 8 (60s/580mW.cm⁻²/6mm) do segundo fatorial observa-se claramente que os escores reduziram de 5 para 3. Nestes grupos, apenas trabalhou-se com a variação da distância, comprovando que o método “soft-start” é funcional e eficaz, em relação a adaptação da restauração ⁽⁷¹⁾.

Ainda neste trabalho de tese, verificou-se que a força de contração de polimerização da resina reduz-se em torno de 12% (primeiro fatorial) e 5% (segundo fatorial) com o aumento da distância de 0 para 8mm e de 3 para 6mm, respectivamente bem como a intensidade de luz tem uma diminuição acentuada quando a distância é aumentada. Isso leva a discutir o quanto a distância da ponteira pode ser um benefício, mesmo que pequeno, em relação à adaptação da resina quando se trabalha com intensidades altas de luz para fotoativar a resina na cavidade ⁽⁵³⁾.

Um outro fator importante a ser observado nas imagens é sobre a desadaptação da restauração no fundo da cavidade. Nas eletromicrografias percebe-se que tal fato sempre ocorreu, sem exceção, quando se trabalhou com intensidade alta, independente do tempo e da distância. Percebe-se que para esta região da cavidade, trabalhando com intensidade alta, nem o tempo menor nem a

distância maior, conseguiram amenizar as conseqüências da intensidade de luz. Isto significa que ela é, a rigor, gerada na superfície da resina. Na medida em que a intensidade alta provoca uma polimerização muito mais intensa na superfície, a resina é contraída “para cima” gerando um vazio na base da cavidade.

Uma desadaptação da restauração no fundo de uma cavidade pode gerar inúmeros problemas, desde diminuição de resistência mecânica da restauração até muita sensibilidade e dor ao paciente, devido à falta de preenchimento pela resina do espaço vazio. Considerando que a distância da superfície externa da cavidade (periferia) ao fundo é de 4mm e considerando que a distância máxima utilizada como variável foi de 8mm, estas, somadas, chegam a 12mm. Este valor, tido como alto, não foi suficiente para amenizar uma alta intensidade de luz, em relação à adaptação da restauração.

Já a desadaptação que surge no fundo das cavidades, trabalhando-se com uma intensidade baixa, pode ser amenizada pelo aumento da distância, como se percebe nas eletromicrografias das variáveis 2 (40s/180mW.cm⁻²/0mm) e 6 (40s/180mW.cm⁻²/8mm) do primeiro fatorial e 2 (60s/180mW.cm⁻²/3mm) e 6 (60s/180mW.cm⁻²/6mm) do segundo fatorial. Isto leva a pensar em poder se trabalhar com intensidades baixas de luz e tempos altos sempre que for inserida e polimerizada resina composta no fundo de uma cavidade.

As eletromicrografias dos experimentos 4 (40s/580mW.cm⁻²/0mm) e 8 (40s/580mW.cm⁻²/8mm) do primeiro fatorial, demonstram uma desadaptação na parede de fundo da cavidade muito significativa, podendo ser observado que toda a resina desadaptou-se, não permanecendo sequer nenhuma porção aderida ao fundo da cavidade. Isto leva a pensar e discutir o malefício que a alta intensidade de luz pode fazer a uma restauração de resina composta, principalmente quando inserida e polimerizada no fundo de uma cavidade. Talvez um aumento muito maior que 8mm seja necessário para amenizar esta contração da resina, conforme já demonstrado ^(64, 67), que verificaram que quando a distância da ponteira é aumentada de 2 para 10mm, a intensidade reduz em torno de 30 a 50% (obviamente com respeito apenas às desadaptações).

Abaixo estão todas as eletromicrografias das restaurações realizadas nos preparos cavitários, utilizando as variáveis da pesquisa. As figuras de 5.51 a 5.58 representam as eletromicrografias das variáveis 20/40s; 180/580mW.cm⁻²; 0/8mm e as figuras de 5.59 a 5.66 representam as variáveis 30/60s; 180/580mW.cm⁻²; 3/6mm.

Estão inseridas abaixo trinta e duas eletromicrografias das restaurações do primeiro fatorial (20/40s; 180/580mW.cm⁻²; 0/8mm).

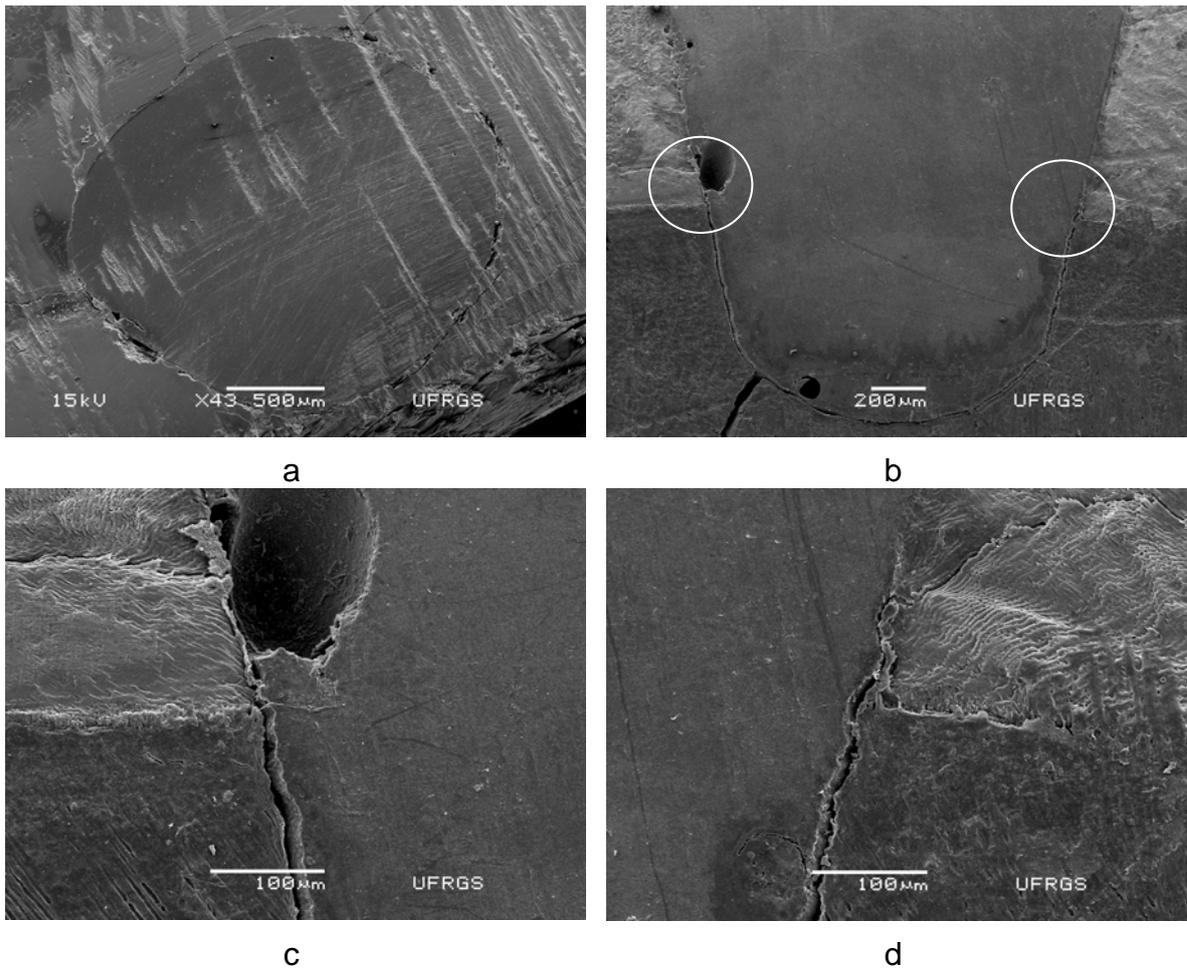


Figura 5.51: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 20s/180mW.cm⁻²/0mm.

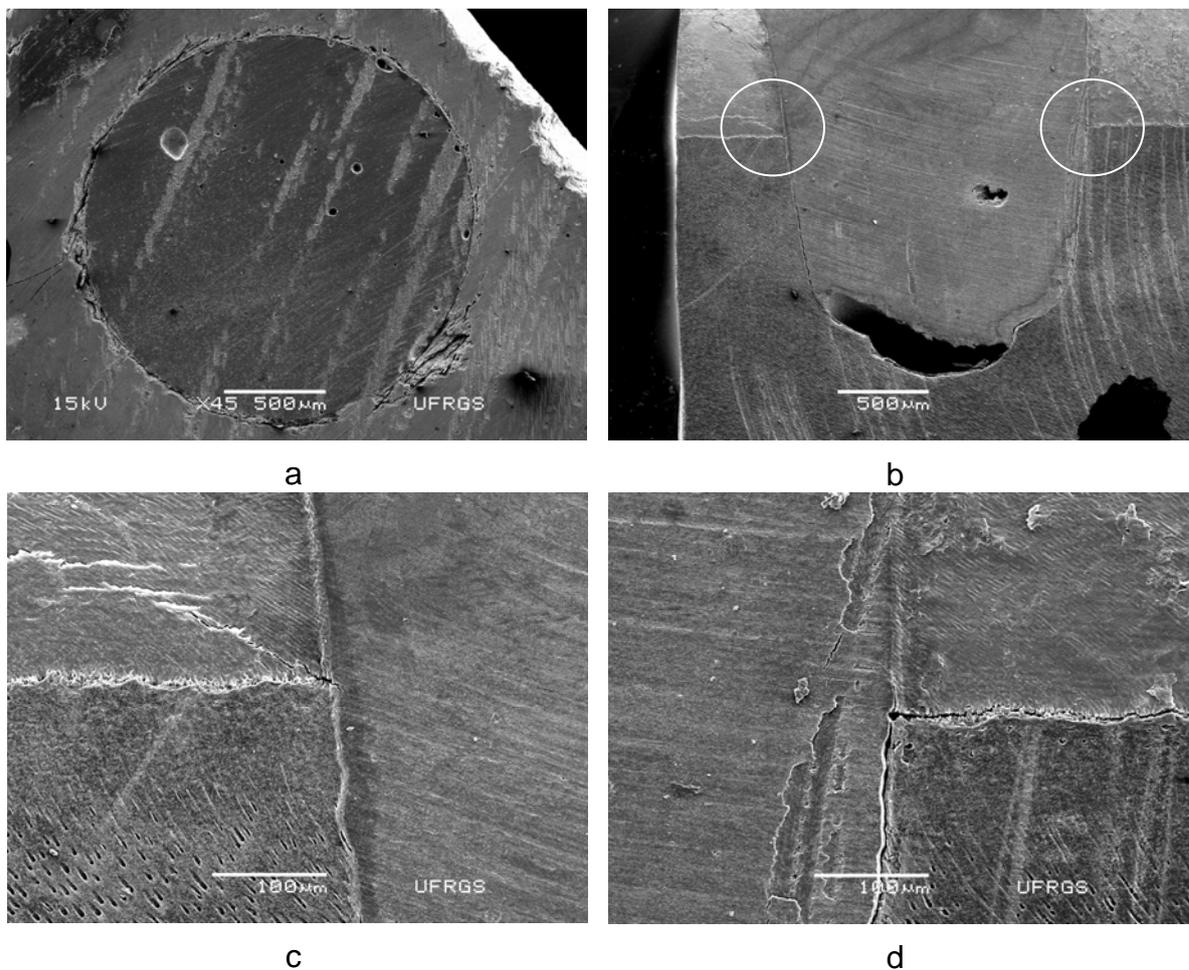


Figura 5.52: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 40s/180mW.cm⁻²/0mm.

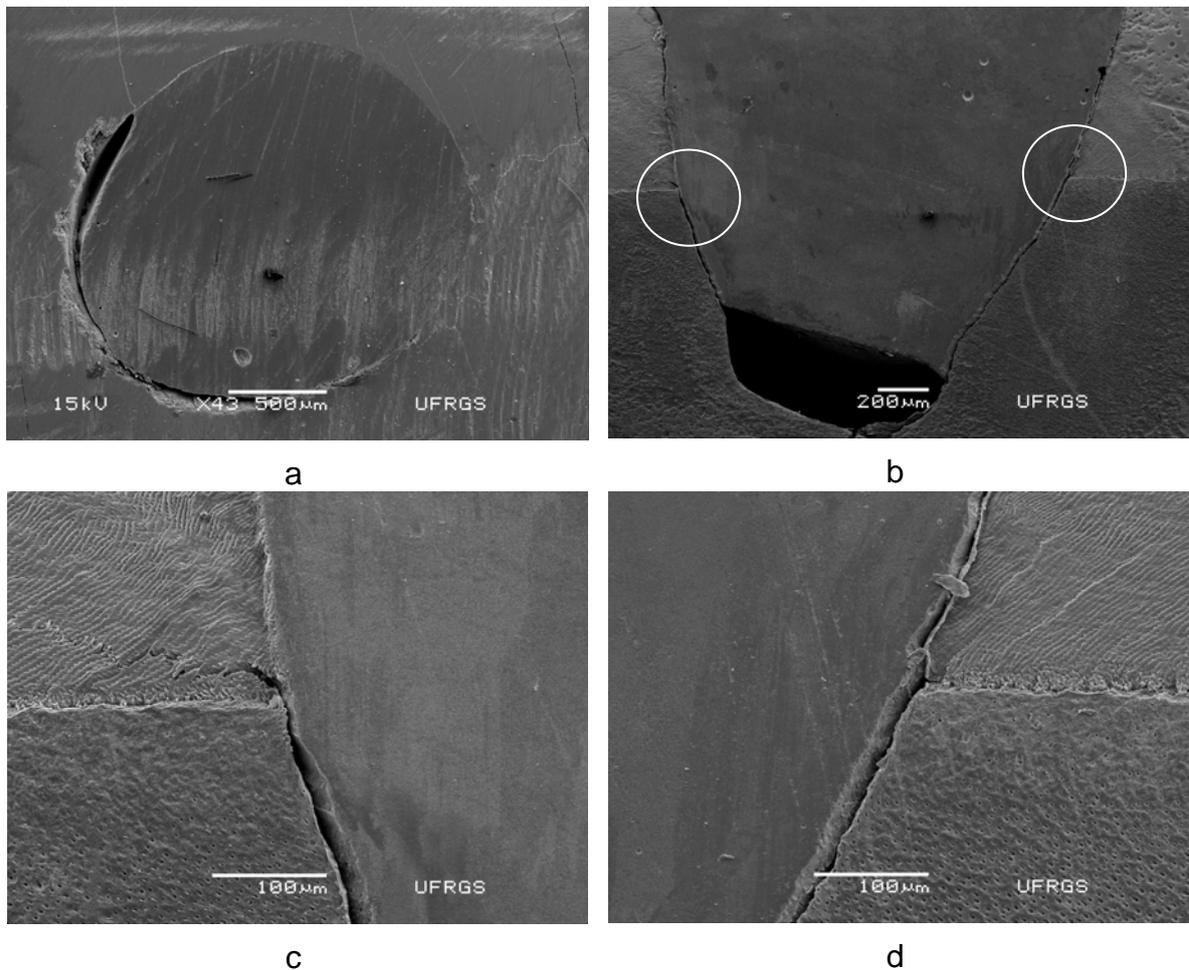


Figura 5.53: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 20s/580mW.cm⁻²/0mm.

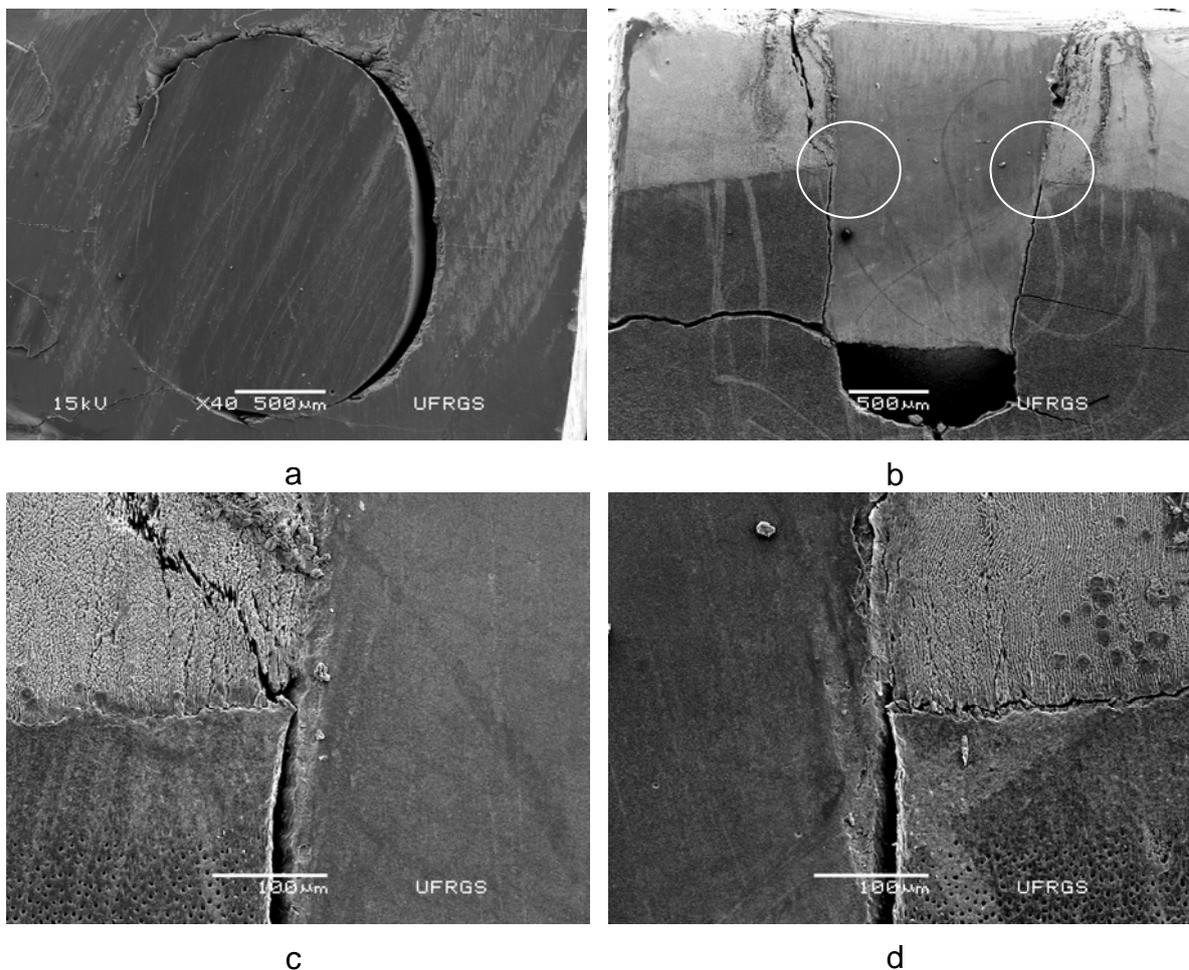


Figura 5.54: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 40s/580mW.cm⁻²/0mm.

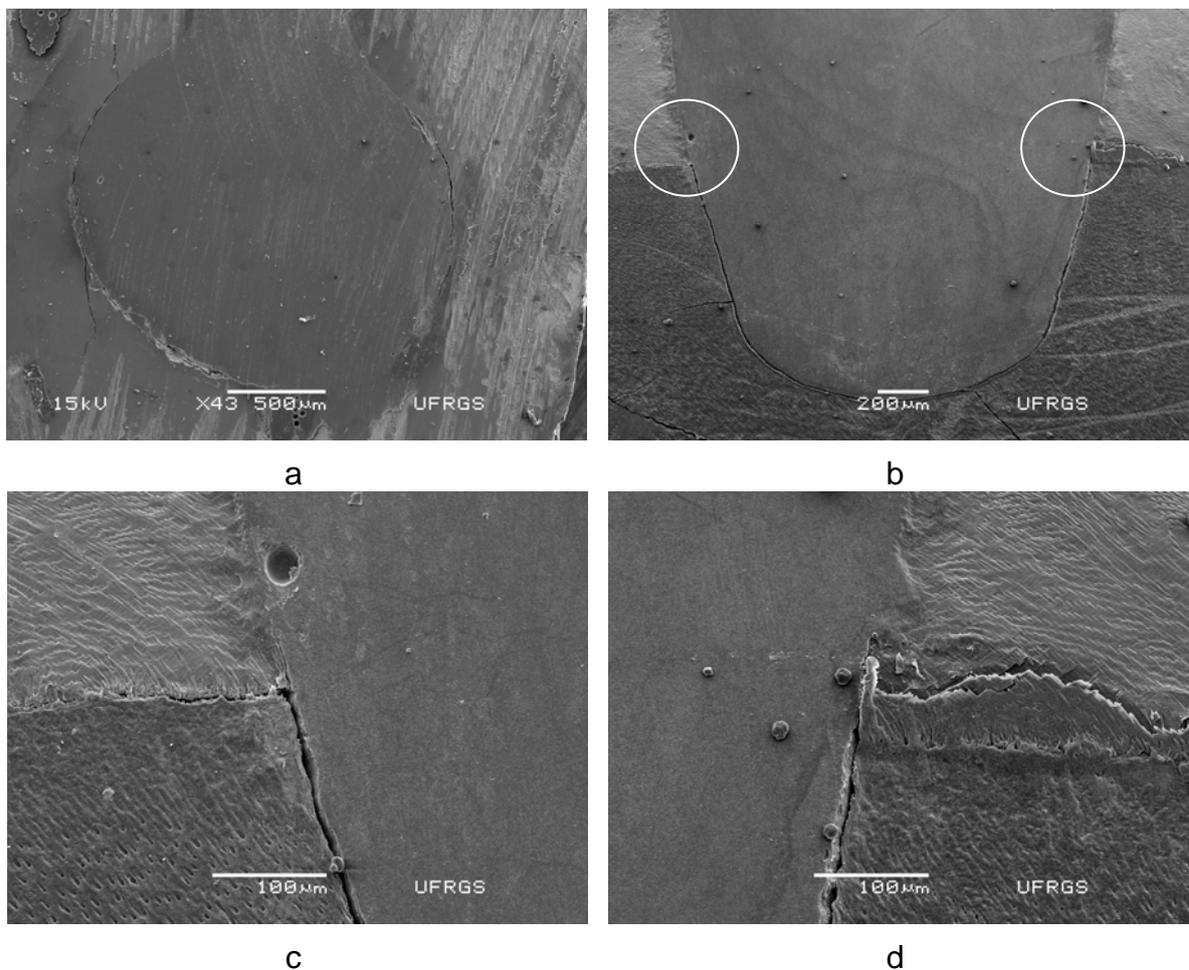


Figura 5.55: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 20s/180mW.cm⁻²/8mm.

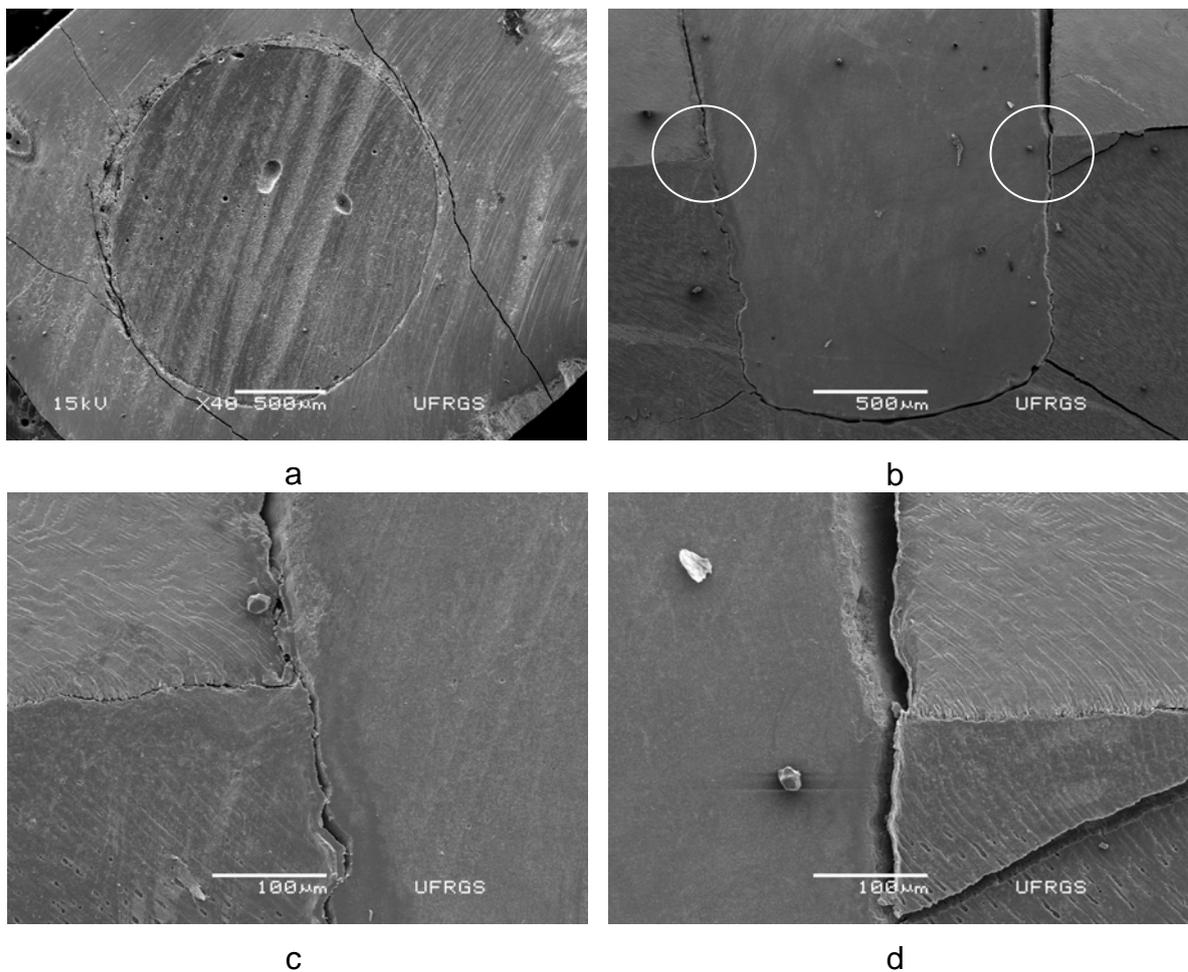


Figura 5.56: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 40s/180mW.cm⁻²/8mm.

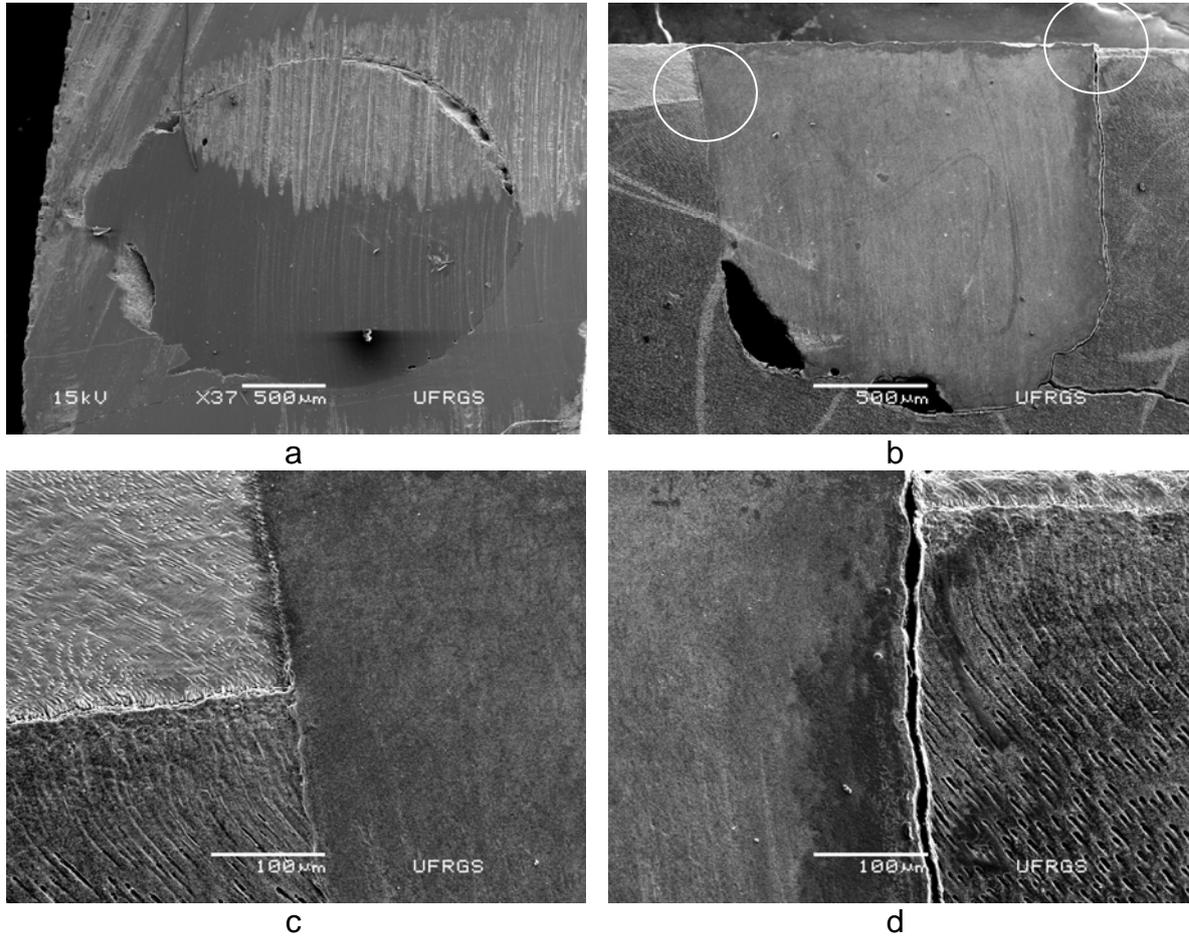


Figura 5.57: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 20s/580mW.cm⁻²/8mm.

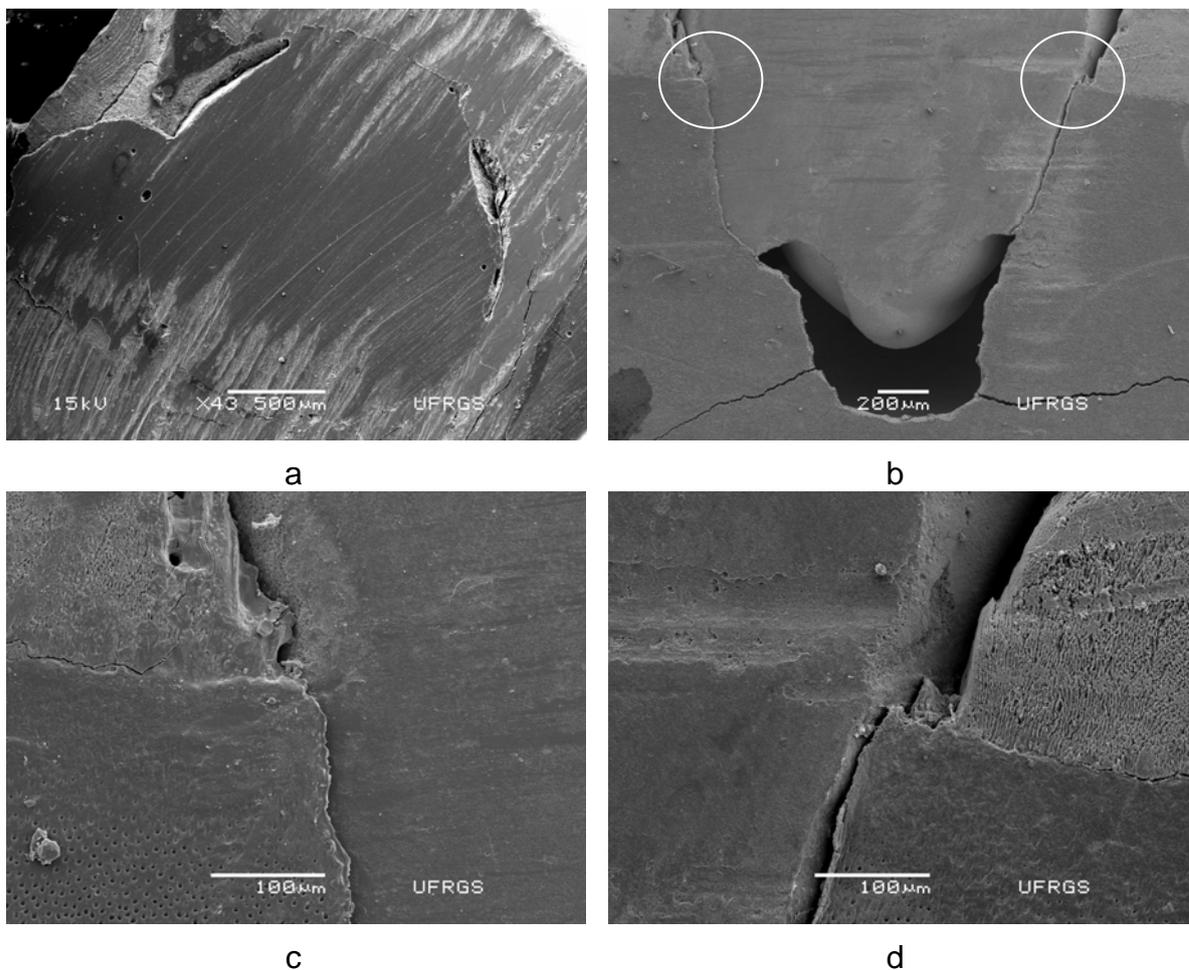


Figura 5.58: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 40s/580mW.cm⁻²/8mm.

Estão inseridas abaixo trinta e duas eletromicrografias das restaurações do segundo fatorial (30/60s; 180/580mW.cm⁻²; 3/6mm)

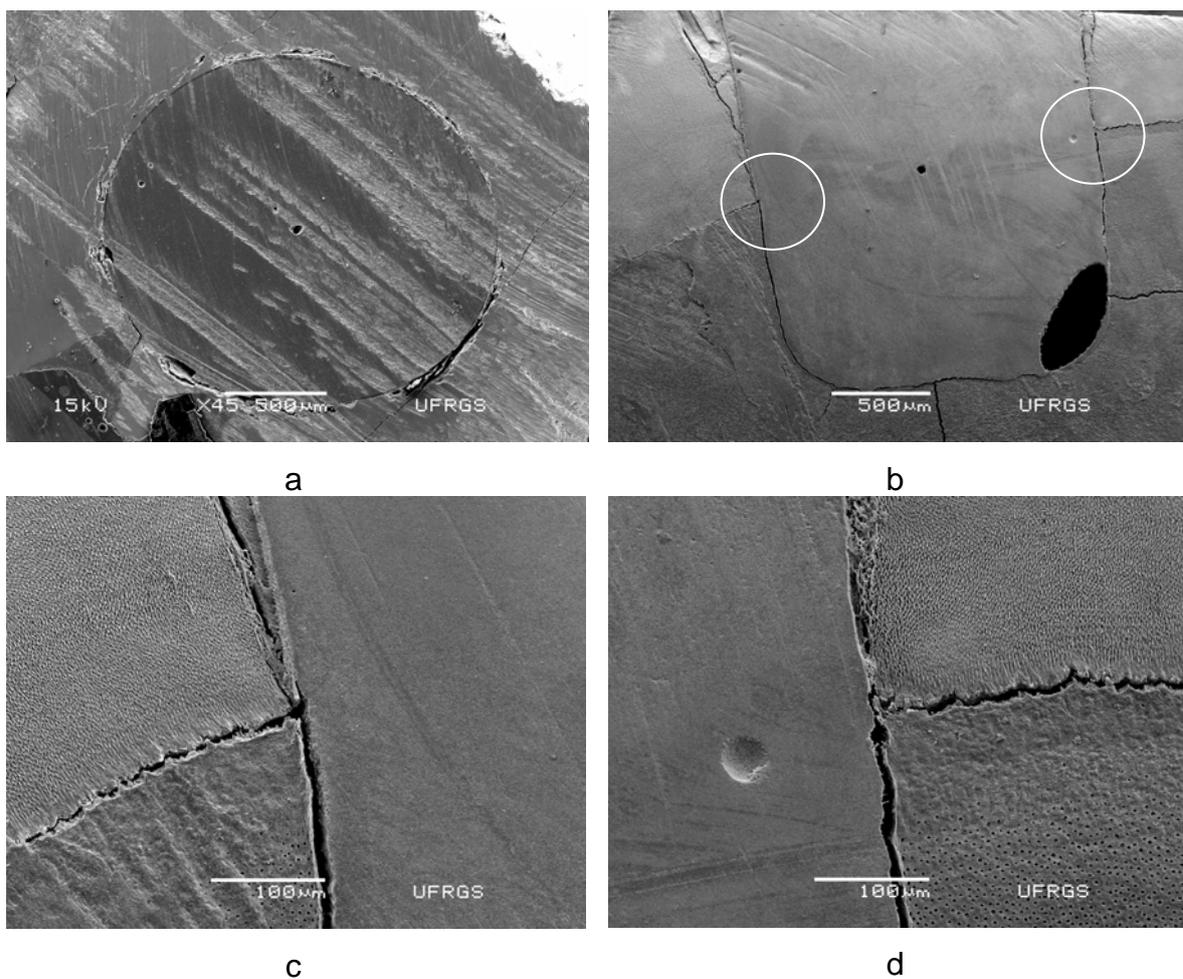


Figura 5.59: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 30s/180mW.cm⁻²/3mm.

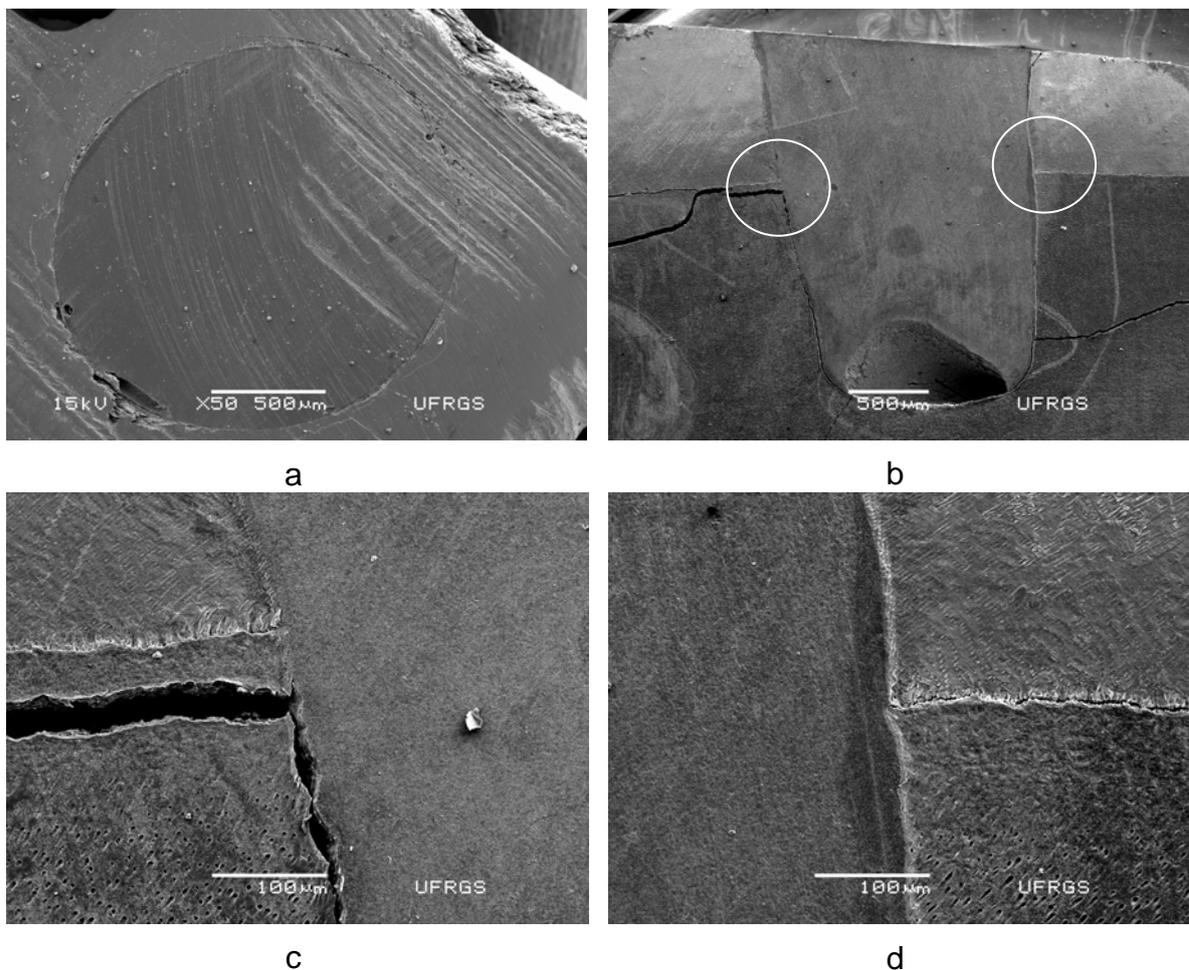


Figura 5.60: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 60s/180mW.cm⁻²/3mm.

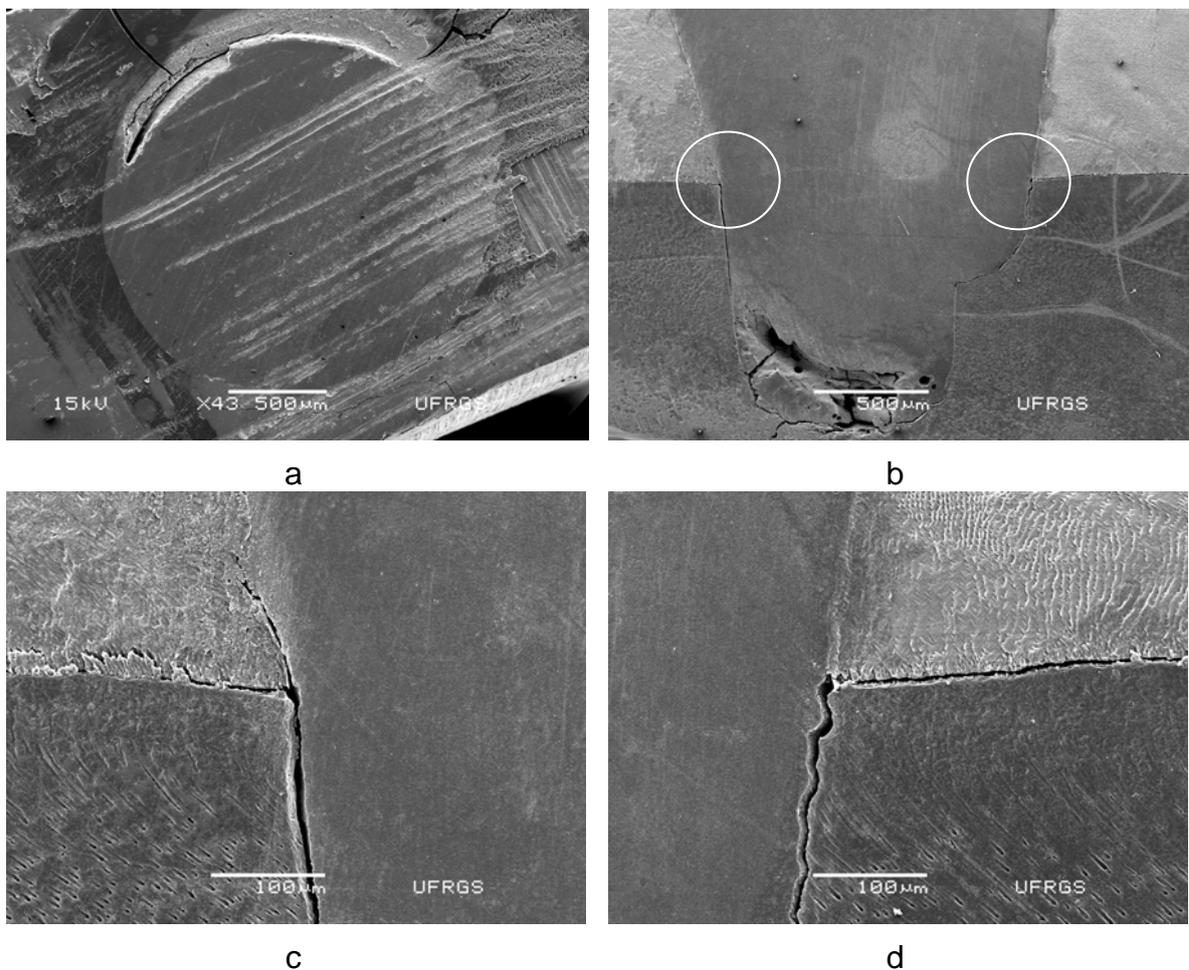


Figura 5.61: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 30s/580mW.cm⁻²/3mm.

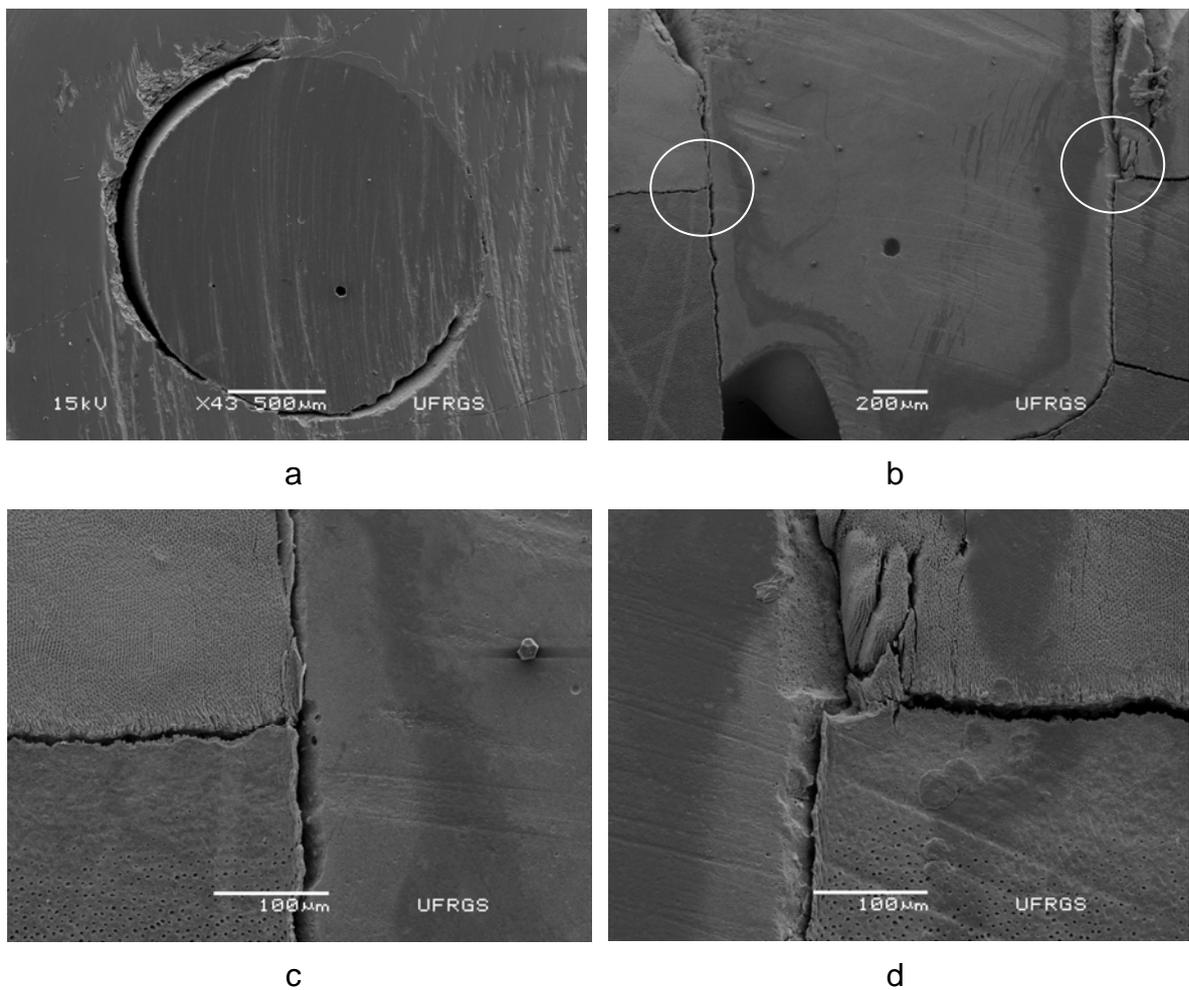


Figura 5.62: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 60s/580mW.cm⁻²/3mm.

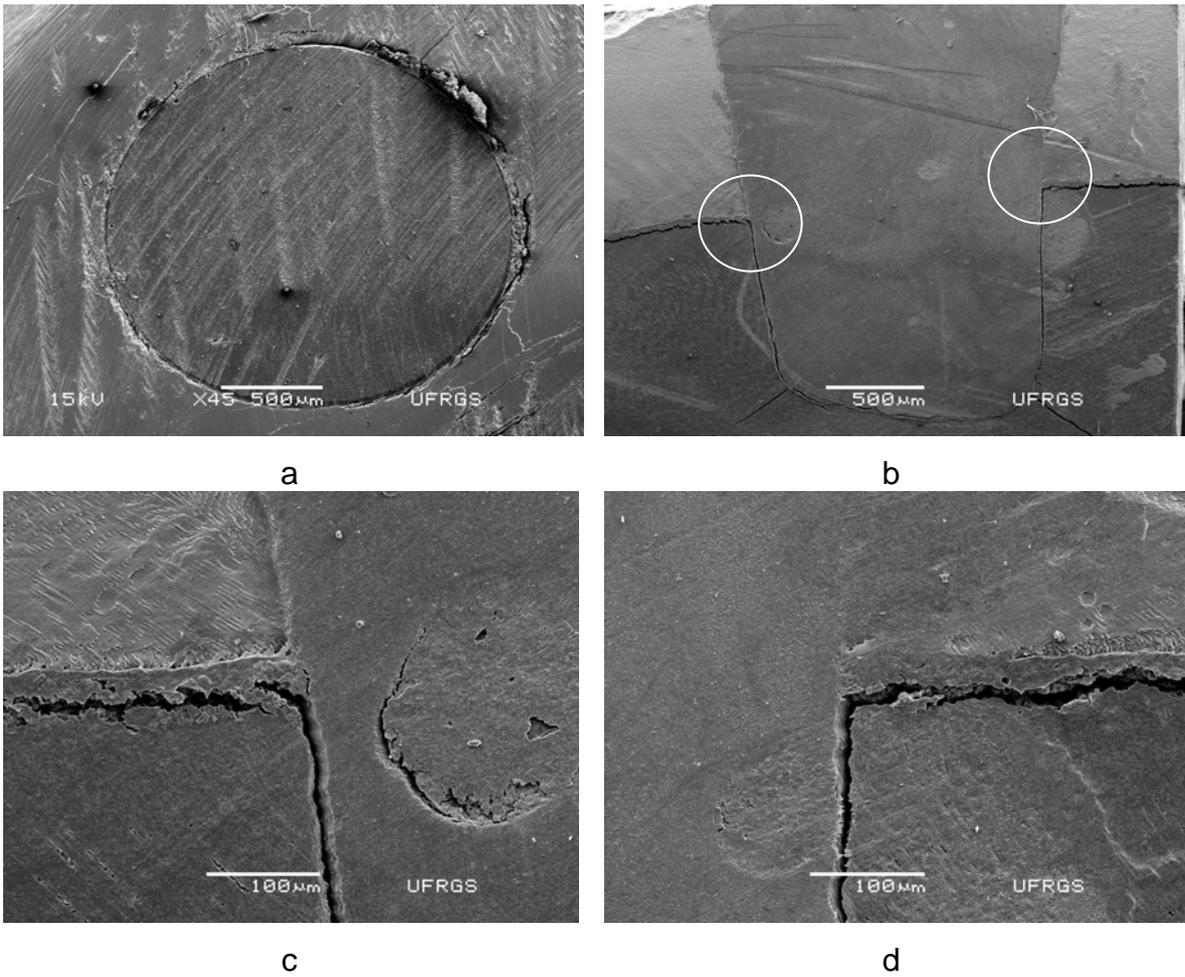


Figura 5.63: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 30s/180mW.cm⁻²/6mm.

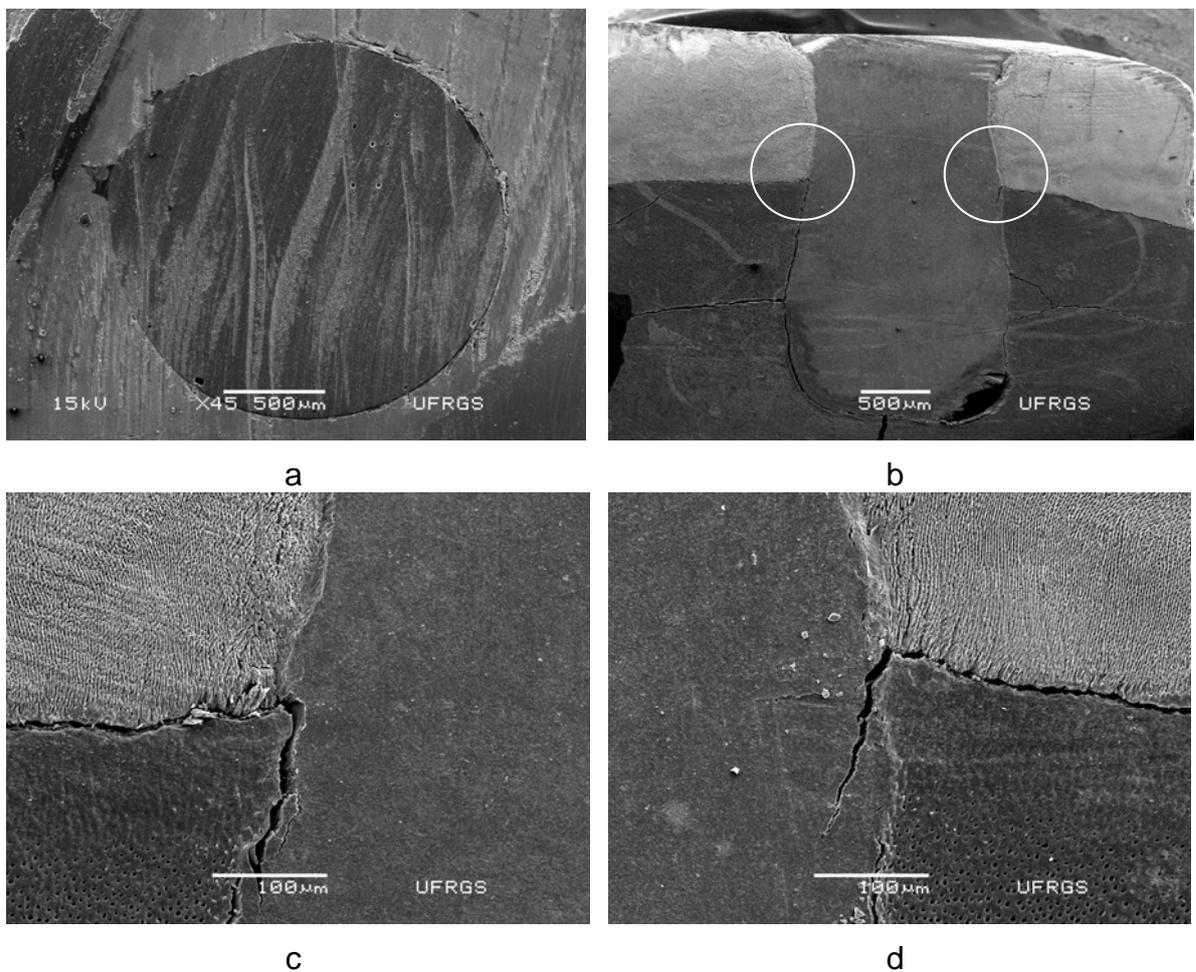


Figura 5.64: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 60s/180mW.cm⁻²/6mm.

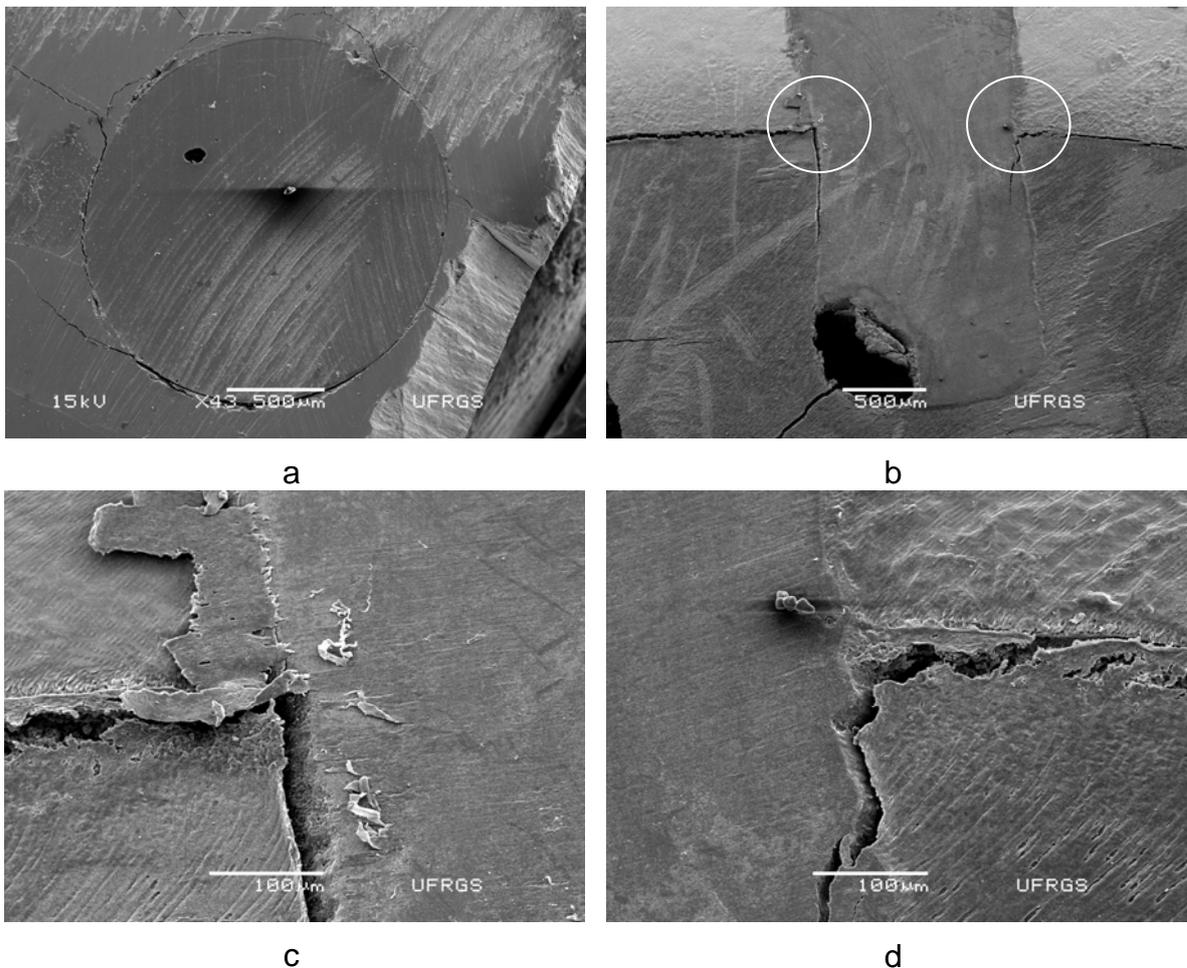


Figura 5.65: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 30s/580mW.cm⁻²/6mm.

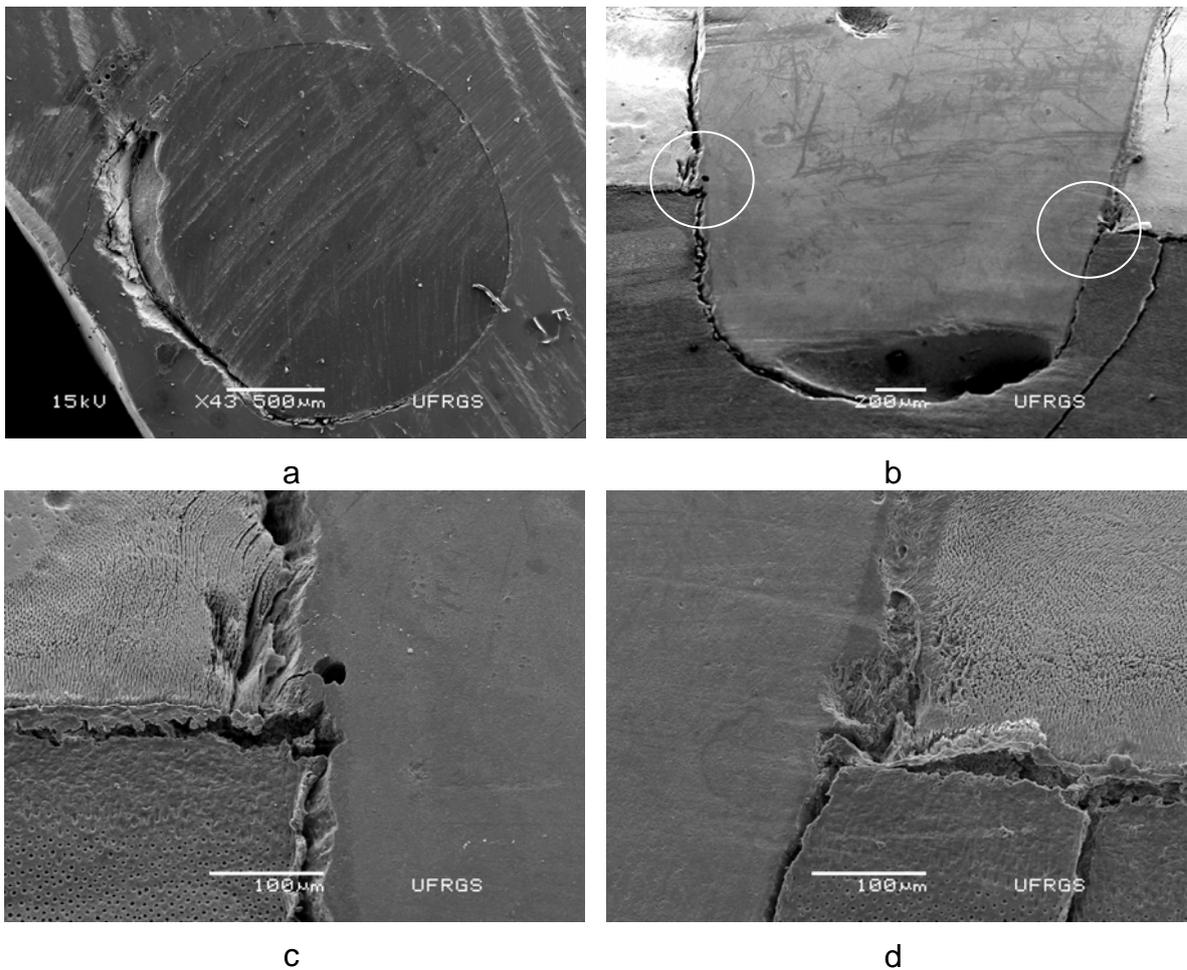


Figura 5.66: Eletromicrografias dos preparos cavitários restaurados. Vista superior (a), vista lateral após desgaste (b), vista ampliada da junção esmalte/dentina/restauração lados esquerdo (c) e direito (d).

Condições: 60s/580mW.cm⁻²/6mm.

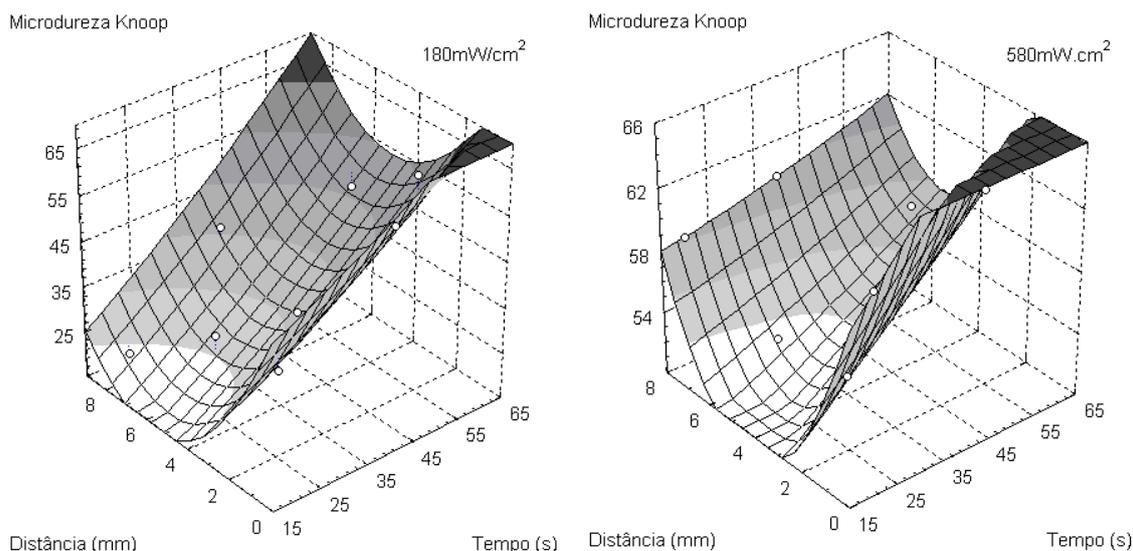
6 - CONCLUSÕES

Considerando a ampla abrangência deste trabalho, as conclusões estão organizadas de acordo com a propriedade avaliada.

6.1 - Microdureza

Os resultados indicam que a intensidade da fonte e o tempo de fotoativação são os principais fatores a atuar sobre a microdureza da resina, e esta dependência é direta. Já o fator distância apresenta um efeito inversamente proporcional à microdureza da resina.

As principais novidades produzidas neste conjunto de resultados dizem respeito à existência de uma associação entre fatores: a) intensidade e distância, que, quando aumentados simultaneamente, produzem um aumento significativo na microdureza; b) tempo e intensidade quando aumentados simultaneamente produzem uma queda na microdureza, para irradiações em distâncias intermediárias (Fatorial 2). Ambas as observações sugerem que embora a intensidade seja um fator positivo para elevar microdureza, ela pode também atuar negativamente. Ou seja, existiria uma “potência ótima” para uma determinada distância e tempo. Esta condição sugere que irradiação excessiva pode causar uma polimerização morfológicamente inadequada na superfície da resina, ou mesmo, depolimerização da mesma.

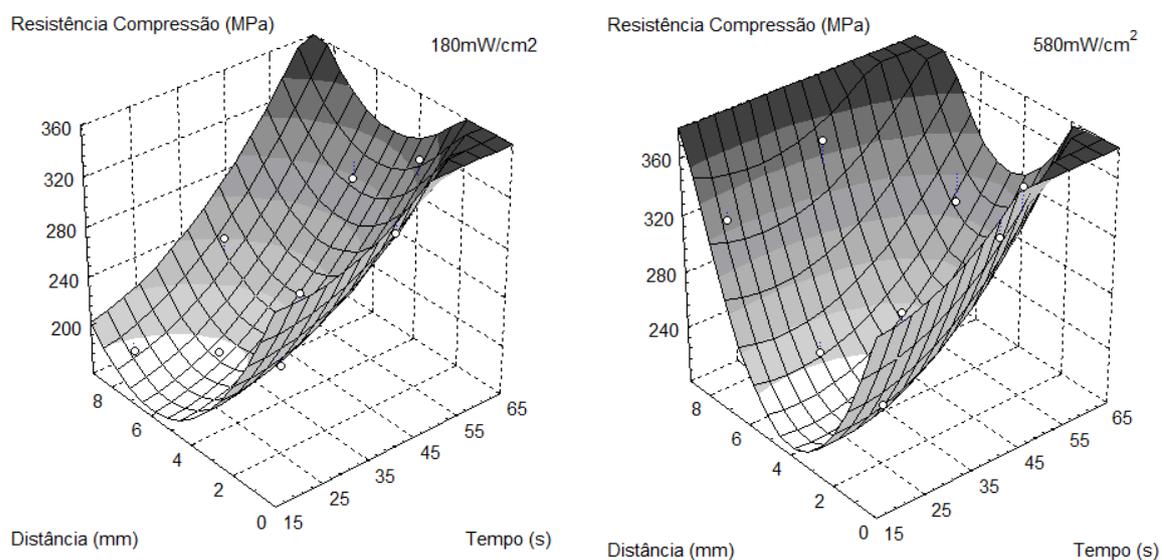


Se for considerado como objetivo ideal uma resina altamente resistente, em termos de dureza o melhor resultado obtido foi com:

$$40s/580mW.cm^{-2}/0mm$$

6.2 - Compressão

Em termos de efeitos principais (variáveis isoladas) o comportamento do sistema em termos de resistência à compressão é igual à dureza Knoop A compressão é diretamente dependente do tempo e da intensidade de irradiação e inversamente proporcional à distância de irradiação. Também a interação entre intensidade e distância é positiva sobre a compressão, novamente sugerindo que uma maior distância pode promover uma compensação pelo aumento da intensidade da fonte em termos de homogeneidade da polimerização (ou em termos de depolimerização).

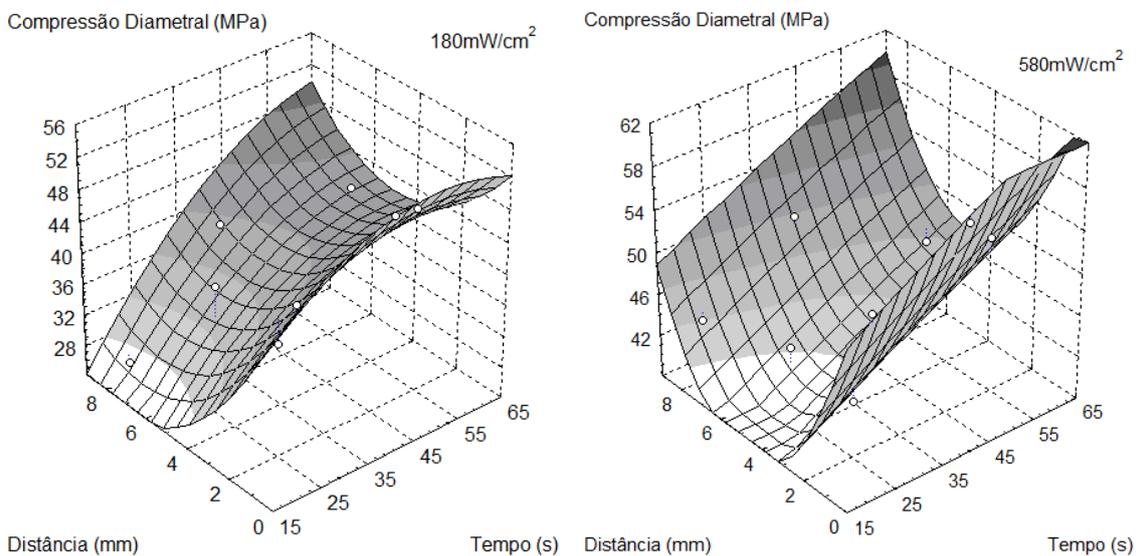


Se considerarmos como objetivo ideal uma resina altamente resistente, em termos de resistência à compressão o melhor resultado obtido foi com:

$$40s/580mW.cm^{-2}/0mm$$

6.3 - Compressão diametral

Os efeitos principais (isolados) das variáveis sobre a compressão diametral são os mesmos observados para microdureza e resistência à compressão. Já para as interações entre as variáveis, da mesma forma que para a microdureza, a compressão diametral cai com o aumento simultâneo de Intensidade da fonte e tempo de irradiação, quando a irradiação é realizada a distâncias intermediárias (Fatorial 2). Neste sentido, a compressão diametral guarda maior semelhança com a propriedade de microdureza.



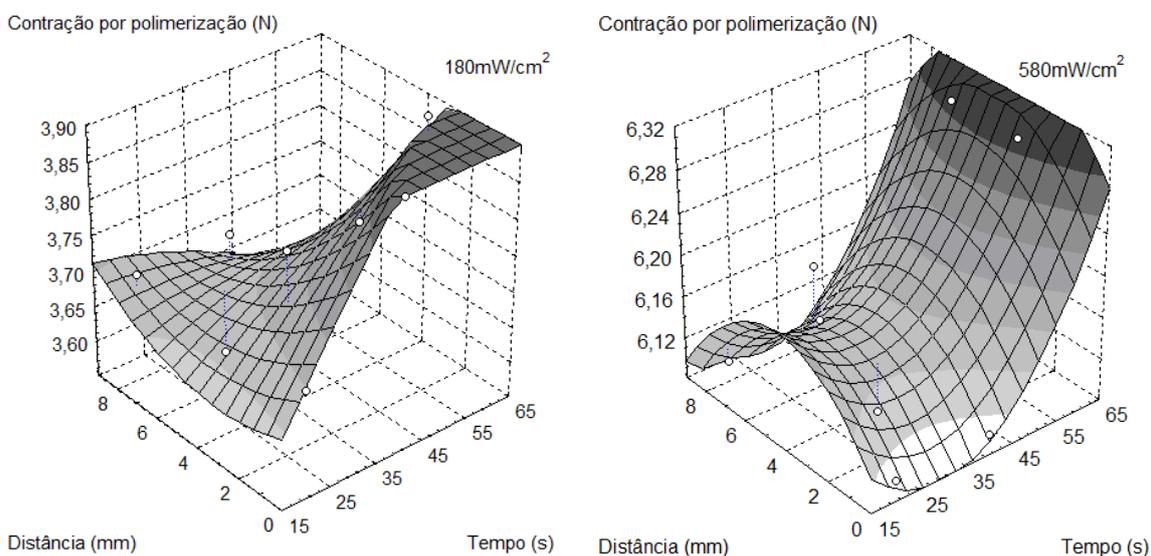
Novamente, se considerarmos como objetivo ideal uma resina altamente resistente, em termos de resistência à compressão diametral o melhor resultado obtido foi com:

40s/580mW.cm⁻²/0mm

6.4 - Forças de contração por polimerização

Conclui-se que a intensidade de luz é o principal fator responsável pelo aumento dos valores de contração por polimerização da resina analisada. O aumento da distância da ponteira à resina é fator que contribui para a diminuição dos valores de contração, chegando a decréscimos de 12% para o primeiro fatorial e de 5% para o segundo fatorial. A única interação importante entre variáveis ocorre entre a intensidade da fonte e a distância: o aumento de ambas acarreta um aumento da contração por polimerização. Este efeito é interessante e já foi citado e correlacionado à uma maior homogeneidade na polimerização.

Os valores de contração iniciam-se junto à fotoativação e continuam a ocorrer mesmo após seu término, estabilizando-se em média após 120 segundos do início da fotoativação no caso de irradiações com $580\text{mW}\cdot\text{cm}^{-2}$. Com fonte de baixa potência esta estabilização pode ocorrer em tempos da ordem de 30-50 segundos.



Novamente, se considerarmos como objetivo ideal uma resina altamente resistente, que apresente a menor contração por polimerização (valores de 3,6-3,7N), os melhores resultados obtido foram com:

20s/180mW.cm⁻²/0mm

20s/180mW.cm⁻²/8mm

40s/180mW.cm⁻²/8mm
30s/180mW.cm⁻²/6mm
60s/180mW.cm⁻²/6mm

e os piores (valores de 6,1-6,3)

20s/580mW.cm⁻²/0mm
40s/580mW.cm⁻²/0mm
20s/580mW.cm⁻²/8mm
40s/580mW.cm⁻²/8mm
30s/580mW.cm⁻²/3mm
60s/580mW.cm⁻²/3mm
30s/580mW.cm⁻²/6mm
60s/580mW.cm⁻²/6mm

Ou seja, as melhores condições experimentais em termos de geração das melhores propriedades mecânicas são aquelas em que ocorre maior contração por polimerização, que é uma característica indesejada.

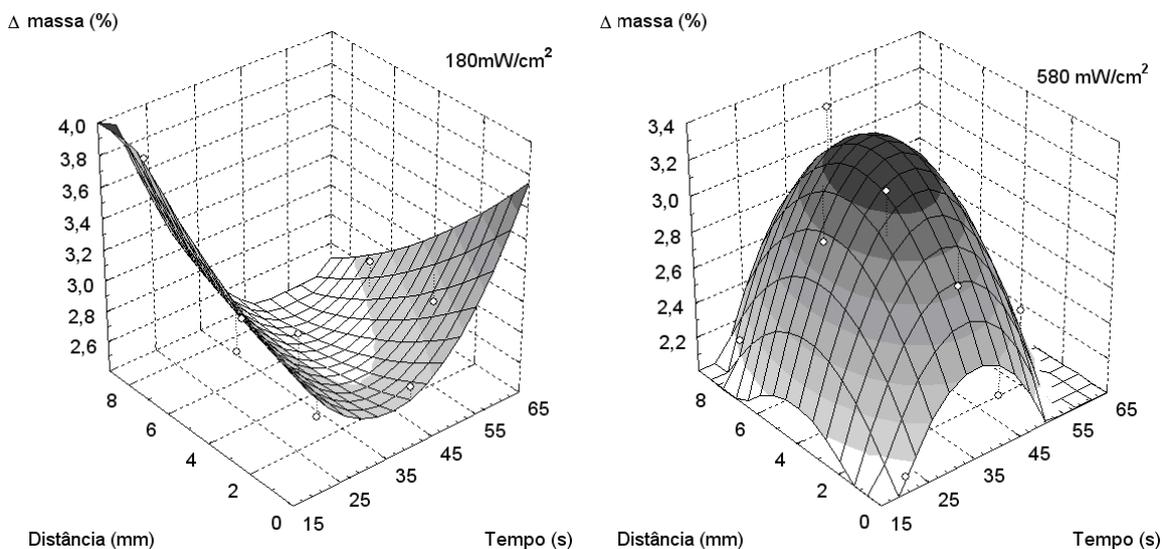
6.5 - Análise termogravimétrica

Quando analisado o primeiro fatorial, as variáveis tempo, intensidade e distância não produziram efeitos isolados ou de interação que sejam estatisticamente significativos.

No segundo fatorial surgiu um efeito positivo da distância, significando que ao se aumentar a distância de 3 para 6mm produzir-se-ia um material termicamente mais estável. Entretanto, como ressaltado na discussão, o parâmetro da derivada de massa em relação à temperatura não necessariamente é representativo do termograma total.

Em termos de variação de massa na faixa entre temperatura 300°C, ocorreram dois efeitos principais no primeiro fatorial: o aumento da intensidade da fonte e da distância acarreta maior e menor estabilidade térmica nesta faixa de temperaturas. No segundo fatorial, quando distâncias intermediárias são utilizadas ocorre um efeito de tempo de irradiação e de interação entre tempo e intensidade, ambos aumentando a estabilidade térmica (menor perda de massa).

Isto sugere que a reação de reticulação é mais completa sob intensidades e tempos maiores de irradiação.



Novamente, se considerarmos como objetivo ideal uma resina altamente resistente, que apresente a menor decomposição térmica (mais alta T de maior taxa de decomposição e menor variação de massa até 300°C), os melhores resultados obtido foram com:

Maior temperatura para a maior taxa de degradação:

20s/580mW.cm⁻²/0mm (435,9°C)

60s/580mW.cm⁻²/6mm (431,5°C)

Menor Δm% entre T ambiente e 300°C:

20s/580mW.cm⁻²/0mm

6.6 - Microscopia eletrônica de varredura

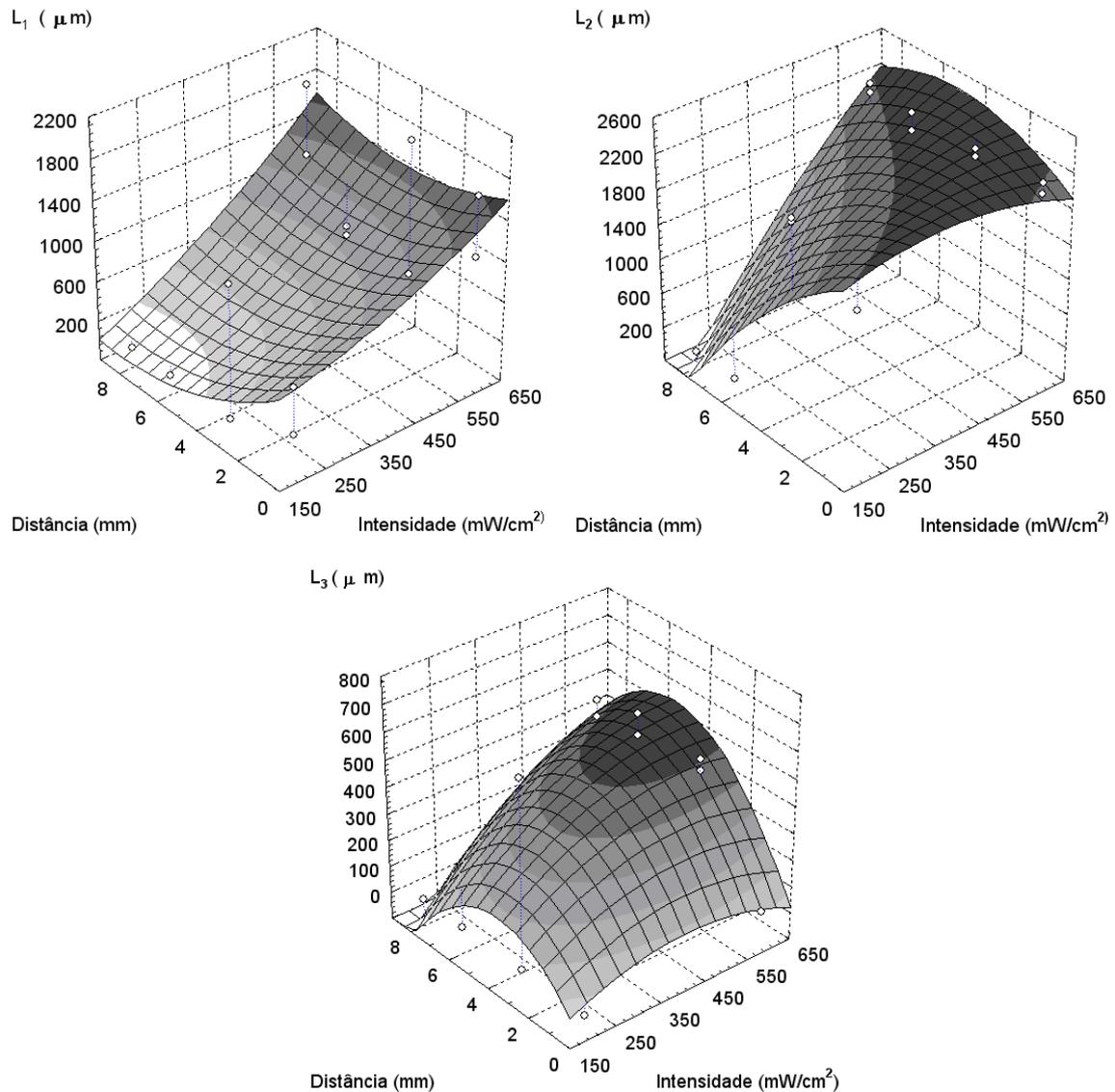
6.6.1 - Fractografia

Todas as fraturas ocorridas nos CPs, associadas a altas intensidades, tiveram formato de cone, de forma perpendicular à força aplicada e paralela ao feixe de luz incidente na polimerização.

A interação entre distâncias altas (6 e 8mm) associadas a baixas intensidades (180mW.cm⁻²), não gerou a formação de cones de fratura nos CPs, conseqüentemente não produzindo dados passíveis de serem medidos em L₁, L₂ e L₃.

Na interação de segunda ordem entre intensidade e distância, existe uma correlação inversamente proporcional entre ambos, sendo que quando a intensidade é aumentada e a distância diminuída, o cone de fratura apresenta grandes valores de L_1 e L_3 igual à zero, o que não ocorre em outras interações.

A distância somente tem influência significativa sobre a formação do cone de fratura quando a baixa intensidade é utilizada.



6.6.2 - Interface das restaurações com os preparos cavitários

A alta intensidade de luz é o principal fator causador de desconfortos das restaurações: quando a intensidade é aumentada, ocorre aumento das desconfortos. A distância pode ser considerada como um fator a amenizar a formação das desconfortos, uma vez que a intensidade efetiva do feixe diminui

com a distância, e isto é mensurado (com significância estatística) nos efeitos calculados a partir dos escores.

Nenhum outro efeito foi observado.

Para a obtenção de uma resina com o mínimo de desadaptações e com a maior resistência mecânica possível, dentro do espaço limite investigado para estas variáveis, as melhores condições seriam:

40s/180mW.cm⁻²/0mm
40s/180mW.cm⁻²/8mm

As piores condições observadas para a formação das desadaptações foram:

40s/580mW.cm⁻²/0mm

Reunindo todas estas observações em uma única tabela (a seguir) podemos visualizar melhor o conjunto de propriedades e sua dependência com as variáveis investigadas.

Propriedade	Melhor(es) condição(ões)	Pior(es) condição(ões)
1) Microdureza	40s/580mW.cm ⁻² /0mm	20s/180mW.cm ⁻² /8mm
2) Compressão	40s/580mW.cm ⁻² /0mm	20s/180mW.cm ⁻² /8mm
3) Compressão Diametral	40s/580mW.cm ⁻² /0mm	20s/180mW.cm ⁻² /8mm
4) Termoestabilidade	20s/580mW.cm ⁻² /0mm 60s/580mW.cm ⁻² /6mm 20s/580mW.cm ⁻² /0mm	20s/180-580mW.cm ⁻² /8mm
5) Contração	20s/180mW.cm ⁻² /0mm 20s/180mW.cm ⁻² /8mm 40s/180mW.cm ⁻² /8mm 30s/180mW.cm ⁻² /6mm 60s/180mW.cm ⁻² /6mm	20s/580mW.cm ⁻² /0mm 40s/580mW.cm ⁻² /0mm 20s/580mW.cm ⁻² /8mm 40s/580mW.cm ⁻² /8mm 30s/580mW.cm ⁻² /3mm 60s/580mW.cm ⁻² /3mm 30s/580mW.cm ⁻² /6mm 60s/580mW.cm ⁻² /6mm

6) Interfaces	40s/180mW.cm ⁻² /0mm 40s/180mW.cm ⁻² /8mm	40s/580mW.cm ⁻² /0mm
---------------	--	---------------------------------

As propriedades 1, 2, 3 e 4 atingem melhores valores sob 580mW.cm⁻², enquanto para as propriedades 5 e 6 o melhor desempenho ocorre sob 180mW.cm⁻².

A indicação da polimerização ideal para a obtenção da melhor restauração requereria a aplicação de outros métodos, como análise de superfície de resposta, e a aplicação em sistemas reais completos. Entretanto, mesmo sem adotar nenhuma nova metodologia de otimização, e considerando que a intensidade 580 resultou nas melhores propriedades físicas, podemos selecionar nesta intensidade as condições que produziram o menor número de desadaptações (Tabelas 5.38 e 5.36):

20s/580mW.cm⁻²/8mm

40s/580mW.cm⁻²/8mm

30s/580mW.cm⁻²/6mm

60s/580mW.cm⁻²/6mm

ou seja, compensar a potência maior com distâncias e/ou tempos maiores de irradiação.

Ou seja, conforme já afirmamos, as melhores condições experimentais em termos de geração das melhores propriedades mecânicas são aquelas em que ocorre maior contração por polimerização, que é uma característica indesejada. A solução para estes comportamentos antagônicos, considerando como objetivo as propriedades ideais do conjunto resultante (dente e restauração) envolve a evolução deste estudo em termos de otimização, até o ponto em que se tenha um equilíbrio ótimo entre propriedades físicas (mecânicas) e de interface dente/restauração.

7. BIBLIOGRAFIA

1. RING, ME. **Dentistry. An Illustrated History**. Abrams, New York, 1985, 320p
2. CRAIG, RG, POWERS, JM. **Materiais Dentários**. 11 ed. São Paulo:Santos, 2004, 704p.
3. http://pt.wikipedia.org/wiki/Am%C3%A1lgama_de_prata#Hist.C3.B3ria, acessado dia 07.01.08.
4. BLACK, GV. **A Work on Operative Dentistry** v.2, special ed. Alabama:Gryphon, 1979, 403p.
5. ANUSAVICE, KJ. **Materiais Dentários**. 10 ed. Rio de Janeiro:Guanabara Koogan, 1998, 412p.
6. MCLEAN, JW. Restorative materials for the 21st century. **Saudi Dent J**. v.9, n.3, p.116, 1997.
7. CRAIG, RG. Advances in biomaterials from 1957-1997. **J Oral Rehabil** v.26, n.11, p.841-6,1999.
8. LANGER, R, PEPPAS, NA. Advances in biomaterials, drug delivery, and bionanotechnology. **Aiche J**. v.49, n.12, p.2990-3006, 2004.
9. MANO, EB. **Polímeros como materiais de engenharia**. Edgard Blücher:São Paulo, 1991, 197p.
10. MANO, EB, MENDES, LC. **Introdução a polímeros**. Edgard Blücher: São Paulo, 1999, 191p.
11. <http://www.pse.umass.edu/about/tribute.html>, acessado dia 07.03.08
12. DEVLIN, H, WATTS, DC. Acrylic allergy? **Brit Dent J**, v.157, n.8, p.272-5.,1984.
13. LAMBRECHTS, P, BRAEM, M, VANHERLE, G. Evaluation of clinical performance for posterior composite resins and dentin adhesives. **Oper Dent** v.12, n.2, p.53-78, 1987.
14. McLEAN, J, KRAMER, IRH. A clinical and pathological evaluation of a sulphinic acid activated resin for use in restorative dentistry. **Brit Dent J**, v.93, n.10, p.257-69, 1952.
15. ORÉFICE, RL, PEREIRA, MM, MANSUR, HS. **Biomateriais. Fundamentos e Aplicações**. Rio de Janeiro:Cultura Médica, 2006, 538p.
16. BOWEN, RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. **J Am Dent Assoc**, v.66, p.71-8, 1963.

17. CRAIG, RG. Chemistry, composition, and properties of composite resin. **Dent Clin North Am.** v.25, n.2, p.219-39, 1981.
18. LUTZ, F, PHILLIPS, RW. A classification and evaluation of composite resins systems. **J Prosthet Dent**, v.50, n.4, p.480-8, 1983.
19. ASMUSSEN, E. Clinical relevance of physical, chemical, and bonding properties of composite resins. **Oper Dent**, v.10, n.2, p.61-73, 1985.
20. ASMUSSEN, E. Nuclear Magnetic Resonance: analysis of monomers in restorative resins. **Acta Odontol Scan**, v.33, n.3, p.129-34, 1985.
21. RUEGGEMBERG, FA, JORDAN, DM Effect of light-tip distance on polymerization of resin composite. **Int J Prothodont**, v.6, n.4, p.364-70, 1993.
22. SOH, MS, YAP, AU, YU, T, SHEN, ZX. Analysis of the degree of conversion of LED and halogen lights using micro-raman spectroscopy. **Oper Dent.** v.29, n.5. p.571-77, 2004.
23. KNOBLOCH, LA, KERBY, RE, CLELLAND, N, LEE, J. Hardness and degree of conversion of posterior packable composites. **Oper Dent**, v.29, n.6, p.642-49, 2004.
24. RODRIGUES, MR, NEUMANN, MG. **Fotopolimerização. Princípios e métodos.** Polímeros: Ciência e tecnologia, v.13, n.4, p.276-86, 2003.
25. LACAIVA, Z, MORAES, P, SILVA, CG. <http://www.comciencia.br/reportagens/nanotecnologia/nano15.htm>. Nanociência e nanotecnologia., acessado dia 02/01/08.
26. SILVA, CG. Nanociência e nanotecnologia. Admirável Mundo novo. **Rev Elet Com Ciência**, n.37, 2002.
27. 3M-ESPE. **Technical product profile**.<http://multimedia.mmm.com>, acessado dia 07/03/08.
28. POMPEU, DD, OLIVEIRA, MT. **Manutenção do aparelho fotopolimerizador: a realidade de clínicas públicas, privadas e meio acadêmico.** <http://junic.unisul.br/2007/JUNIC/pdf/0132.pdf>, acessado dia 10.04.08.
29. http://pt.wikipedia.org/wiki/L%C3%A2mpadas_hal%C3%B3genas, acessado dia 10.04.08
30. FAN, PL, WOZNIAK, WT, REYES, WD, STANFORD, JW. Irradiance of visible light-curing units and voltage variation effects. **J Am Dent Assoc**, v.115, n.3, p.442-5, 1987.

31. FARAH, JW, POWERS, JM. Light-curing units. **Dent Advis**, v.16, n.1, p.253-9, 1999.
32. STAHL, F ASHWORTH, SH, JANDT, KD. Light emitting diodes (LED) polymerization of dental composites: flexural properties and polymerizations potential. **Biomater**, v.21, n.13, p.1379-85, 2000
33. UHL, A, MILLS, R,W, JANDT, KD. Polymerization and light-induced heat of dental composites cured with LED and halogen technology. **Biomater**, v.24, n 10, p.1809, 20, 2003.
34. PENN, RW; CRAIG, RG Diametral tensile strength and dental composites. **Dent Mater**, v.3, n.1, p.46-8, 1987.
35. ANSI/ADA. Specification no 27. **Resin-based Filling Materials**. 2005.
36. CHUNG, KH, GREENER, EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resin. **J Oral Rehabil**, v.17, n.5, 487-94p, 1990.
37. NOMOTO, R, UCHIDA, K, HIRASAWA, T. Effect of Light Intensity on Polimerization of Light-cured Composite Resins. **Dent Mat J**, v.13, n.2, p.198-205, 1994.
38. BROSH, T, BAHARAV, H, GROSS, O, LAUFER, B. The influence of surface loading and irradiation time during curing on mechanical properties of a composite. **J Prosthet Dent**, v.77, n.6, p.573-7, 1997.
39. HANSEN, EK, ASMUSSEN, E. Visible-light curing units: correlation between depth of cure and distance between exit window and resin surface. **Acta Odontol Scand**, v.55, n.3, p.162-6, 1997.
40. ISO 4049, Dentistry – **Polymer-based filling, restorative and luting materials**, 3 ed, 2000(E).
41. HARRIS, JS, JACOBSEN, PH, O'DOHERTY, DM. The effect of curing light intensity and test temperature on the dynamic mechanical properties of two polymer composites. **J Oral Rehabil**. v.26, n.8, p.635-39, 1999.
42. CALLISTER-JR, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 5ed. Rio de Janeiro:LTC, 2002, 589p.
43. CORRER SOBRINHO, L, LIMA, AA, CONSANI, S, SINHORETI, MAC, KNOWLES, J. Influence of Curing Tip Distance on Composite Knoop Hardness Values. **Braz Dent J**. v.11, n.1, p.11-7, 2000.

44. SANTOS, LA, TURBINO, ML, YOUSSEF, MN, MATSON, E. Microdureza de resina composta: efeito de aparelhos e tempos de polimerização em diferentes profundidades. **Pesq Odont Bras**, v.14, n.1, p.65-70, 2000.
45. LUIZ, BKM. **Análise das propriedades micro e macroscópicas de material restaurador odontológico fotopolimerizável submetido à diferentes condições no processo de reticulação**. Florianópolis, 2002. Dissertação (Mestrado) Pós-graduação em Ciência e engenharia de Materiais, Universidade de Santa Catarina.
46. CALDAS, DB, ALMEIDA, JB, CORRER-SOBRINHO, L, SINHORETI, MAC, CONSANI, S. Influence of curing tip distance on resin composite Knoop hardness number, using three different light curing units.. **Oper Dent**, v.28, n.2, p.315-20, 2003.
47. PRICE, RBT, FELIX, CA, ANDREOU, P. Effects of resin composite composition and irradiation distance on the performance of curing lights **J Biomater**. v.25, n.18, p.465-77., 2004.
48. SOH, MS, YAP, AUJ, SIOW, KS. Comparative depths of cure among various curing light types and methods. **Oper Dent** v.29, n.1, p.9-15, 2005.
49. SOARES, CJ, PIZI, EC, FONSECA, RB, MARTINS, LR. Mechanical properties of light-cured composites polymerized with several additional post-curing methods. **Oper Dent**, v.30, n.3, p.389-94, 2005.
50. BRANDÃO, L, ADABO, GL, VAZ, L,G. Resistência a compressão e limite de fadiga compressiva de resinas compostas convencional e de alta viscosidade para dentes posteriores. **Braz. Oral Res.**, v.19, n.4, p.272-7, 2005.
51. FIROOSMAND, LM, ARAUJO, LM, BALDUCCI, I. Influência de fotopolimerizadores de luz halógena x led azul na dureza da resina composta. **Cienc Odontol Bras**, v.8, n.1, p.67-74, 2005.
52. RASTELLI, ANS, AGNELLI,JAN, BAGNATO, VS, JACOMASSI, DP, DENIS, AB, GUZZI, AM. Estudo da polimerização de diferentes resinas compostas dentais por meio das curvas termogravimétrica (TG) e termogravimétrica derivada (DTG). Anais publicado no **V Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria**, 2006.
53. ARAVAMUDHAN, K, RAKOWSKI, D, FAN, PL. Variation of depth of cure and intensity with distance using LED curing lights. **Dent Mat**, v.22, n.11, p.988-94, 2006.

54. BEUN, S, GLORIEUX, T, DEVAUX, J, VREVEN, J, LELOUP, G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. **Dent Mat.** v.23, n.1, p.51-9, 2007.
55. ALVIM, HH, ALÉCIO, AC, VASCONCELLOS, WA, FURLAN, M, OLIVEIRA, J E, SAAD, JRC. Analysis of camphoroquinone in composite resins as a function of shade. **Dent Mat**, v.10, n.23, p.1245-9, 2007.
56. RODE, KM, KAWANO, Y, TURBINO, ML. Evaluation of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization. **Oper Dent**, v.32, n.6, p.571-8, 2007.
57. YAZICI, AR, KUGEL, G, GÜL, G. The Knoop hardness of composite resin polymerizing of different curing light of different modes. **J Contemp Dent Pract.**, v.8, n.2, p.52-9, 2007
58. GARCIA, MI., ARAÚJO, MA. J., CASTRO-FILHO, AA. Avaliação da contração volumétrica de materiais resinosos. **RPG**, v.9, n.3, p.212-18, 2002.
59. QUINN, J, QUINN, G, KELLY, S, SHERRER, J. Fractographic analysis of three ceramic whole crown restoration failures. **Dent Mat**, v.21, n.10, p.920-9, 2006.
60. WISE, LM, WANG, Z, GRYPAS, MD. The use of fractography to supplement analysis of bone mechanical properties in different strains of mice. **Bone**, v.41,n.4, p.620-30, 2007.
61. REIS, LOGUÉRCIO. **Materiais Dentários Restauradores Diretos**. Santos: São Paulo, 2006, 423p
62. REZENDE, MC. Fractografia de compósitos estruturais. **Polímeros**, v.17, n.3, 2007.
63. FRANCO, LAL, BOTELHO, EC, CÂNDIDO, GM, REZENDE, MC. Análise fractográfica de compósitos de fibra de carbono/epóxi após ensaios de compressão. Resumo 17 **CBCiMat**, 2006.
64. FEILZER, AJ, DOOREN, LH, DE GEE, AJ. Influence of light intensity on polymerization shrinkage and integrity of restoration-cavity interface. **Eur J Oral Sci**, v.103, n.5, p.327-30, 1995
65. DENNISON, JB. Effect of variable light intensity on composite shrinkage. **J Prosthet Dent**, v.84, n.5, p 499-505p, 2000.

66. LOPES, GG, BRAND, C, VIEIRA, LCC, BARATIERI, LN. Efeito do tempo e da intensidade de luz na microinfiltração de restaurações de resina composta. **J Bras Clin Est Odont**, v.5, n.25, p.11-4, 2001.
67. AMORE, R, PAGANI, C, YOUSSEF, MN. Avaliação da contração de polimerização de três resinas compactáveis medida por picnômetro a gás. **Pesq Odontol Bras**, v.17, n.3, p.273-7, 2003.
68. MONDELLI, RFL, CAVINA, DA, CÃSTENEDA-ESPINOSA, JC, FRANCO, EB, MONDELI, J. Avaliação das forças geradas durante a contração de polimerização de resinas compostas híbridas. **J Bras Dent Est**, v.2, n.7, p. 239-45, 2003.
69. KNEZEVIC, A, DEMOLI, N, TARLE, Z, MENIGA, A, SUTALO, J, PICHLER, G. Measurement of linear polymerization contraction using digital laser interferometry. **Oper Dent** v.30, n.3, p.346-52, 2005.
70. ESPINOSA-CASTAÑEDA, J. C. **Avaliação das forças geradas durante a contração de polimerização de resinas compostas, em função do tipo de resina composta, modo de ativação, fonte de luz, e utilização de material intermediário**. Bauru, 2005. 139p. Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo.
71. VISVANATHAN, A, ILIE, N, HICKEL, R, KUNZELMANN, KH. The influence of curing times and light curing methods on the polymerization shrinkage stress of a shrinkage-optimized composite with hybrid-type prepolymer fillers. **Dent Mat** v.23, n.7, p.777-84, 2007.
72. SOAPPMAN, MJ, NAZARI, A, PORTER, JA, AROLA, DA comparison of fatigue crack growth in resin composite, dentin and the interface. **Dent Mat**, v.23, n.5, p. 608-14, 2007.
73. WITZEL, MF, BALLESTER, RY, MEIRA, JBC, LIMA, RG, BRAGA, RR. Composite shrinkage stress as a function of specimen dimensions and compliance of the testing system. **Dent Mat**, v.23, n.2, p.204-10, 2007.
74. CHARTON, C, COLON, P, PLA, F. Shrinkage stress in light-cured composite resins: influence of material and photoactivation mode. **Dent Mat**, v.23, n.8, 911-20, 2007.
75. PEREIRA-FILHO, ER. Emprego de planejamento fatorial para otimização das temperaturas de pirólise e atomização de Al, Cd, Mo e Pb, por ETAAS. **Quim Nova**, v.25, n.2, 2002.

76. MOREIRA, FA. **O estudo do efeito de dois modos de fotopolimerização nas propriedades mecânicas e térmicas de duas marcas de resinas dentais comerciais**. Campinas, 2005. Dissertação (mestrado) – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas.
77. EIRAS, SP, ANDRADE, JC. **Planejamento experimental e otimização. Métodos de otimização em química**. Disponível em <http://www.chemkeys.com>. Acessado dia 28/10/06.
78. KALLIYANA-KRISHNAN, V, YAMUDA, V. Effect of initiator concentration, exposure time and particle size of the filler upon the mechanical properties of a light-curing radiopaque dental composite. **J Oral Rehabil**, v.25, n.10, p.747-51, 1998.
79. RUYTER, IE, OYSAED, H. Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. **Acta Odontol Scan**, v.40, n.3, p. 179-192, 1982.
80. <http://pt.wikipedia.org/wiki/Eletromicrografia>, acessado dia 10/02/08
81. RAHIOTIS, C, KAKABOURA, A, LOUKIDIS, M, VOUGIOUKLAKIS, G. Curing Efficiency of various types of light-curing units. **Eur J Oral Sci**, v.112, n.1, p.89-94, 2004.
82. LOPES, LG, FRANCO, EB, PEREIRA, JC, MONDELLI, RFL. Effect of light-curing units and activation mode on polymerization shrinkage and shrinkage stress of composite resins. **J Appl Oral Sci**, v.16, n.1, p.35-42, 2008.
83. KUBO, S, YOKOTA, H, YOKOTA, H, HAYASHI, Y. The effect of light-curing modes on the microleakage of cervical resin composite restoration. **J Dent**, v.32, n 3, p.247-254, 2004.
84. AGUIAR, FHB, OLIVEIRA, TRV, LEITE-LIMA, DAN, PAULILLO, LAMS, LOVADINO, JR. Effect of light-curing modes and ethanol immersion media on the susceptibility of a microhybrid composite resin to staining. **J Appl Oral Sci**, v.15, n.2, p.105-109, 2007.
85. LUIZ, BKM, PRATES, LHM, BERTOLINO, JR, PIRES, ATN. Influence of light intensity of mechanical properties of the resin composite. **Braz J Oral Sci**, v.5, n.17, p.1048-53, 2006.
86. YAZICI, ARR, ÇELIC, Ç, DAYANGAÇ, B, ÖZGÜNALTAY, G. The effect of curing units and stain solution on the color stability of resin composites. **Oper Dent**, v.31, n.6, p.616-2, 2007.

87. <http://www.wipo.int/pctdb/en/wo.jsp?IA=WO1987005689&wo=1987005689&DISPLAY=DESC>, acessado dia 01/06/08.
88. KLEIN-JÚNIOR, CA, BAUMHARDT-NETO, R, COELHO-de-SOUZA, FH. Effect of irradiation time on the fracture behavior of dentistry composite resins submitted to diametral compression. In: Academy of dental materials 2006 annual meeting, 2006, Rio de Janeiro. **Academy of dental materials** 2006 annual meeting, 2006
89. KLEIN-JÚNIOR, CA, BAUMHARDT-NETO, R. Mechanical Properties of a Dental Nanocomposite Resin. In: **World Polymer Congress**, 2006, Rio de Janeiro. Program of Macro 2006, 2006. p. 151-151

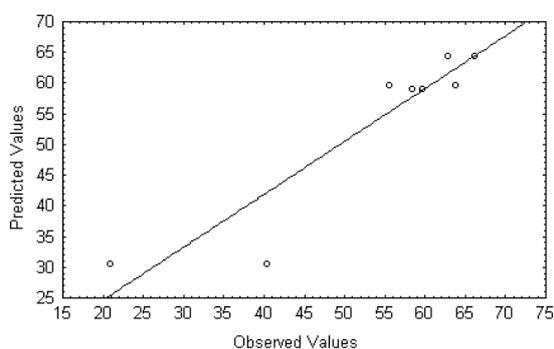
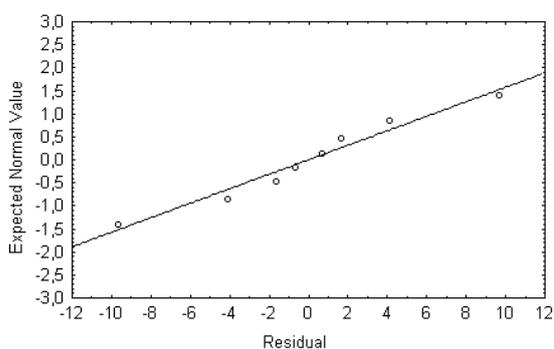
8. APÊNDICES

APÊNDICE 1(1)

MICRODUREZA – FATORIAL 1

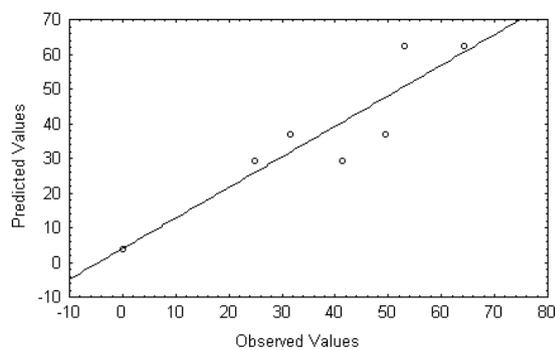
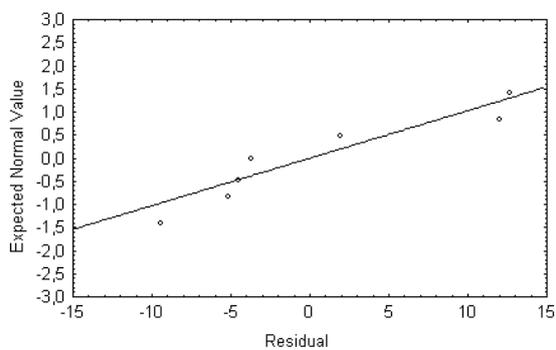
LADO IRRADIADO

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	53,4	2,7	0,0001
(2) Potência	16,6	5,3	0,036
(3) Distância	-17,3	5,3	0,032
2 x 3	11,8	5,3	0,091



LADO ESCURO

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	33,1	2,6	0,0002
(1) Tempo	11,4	5,1	0,091
(2) Potência	33,0	5,1	0,003
(3) Distância	-25,7	5,1	0,007

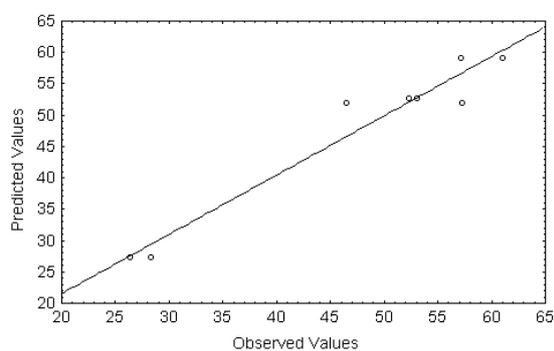
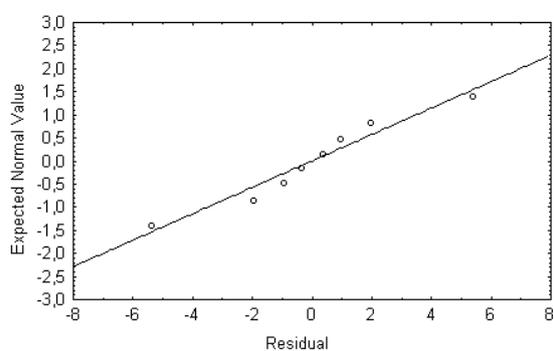


APÊNDICE 1(2)

MICRODUREZA – FATORIAL 2

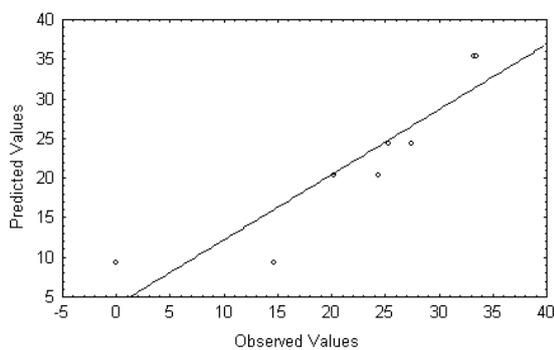
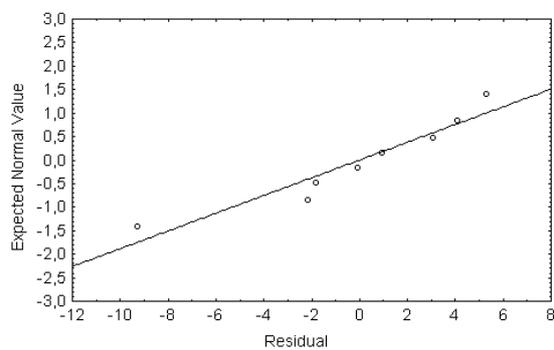
LADO IRRADIADO

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	47,7	1,5	0,0001
(1) Tempo	15,5	2,9	0,006
(2) Potência	16,2	2,9	0,005
1 x 2	-9,1	2,9	0,036



LADO ESCURO

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	22,3	1,9	0,0001
(1) Tempo	11,0	3,9	0,0361
(2) Potência	15,1	3,9	0,0115

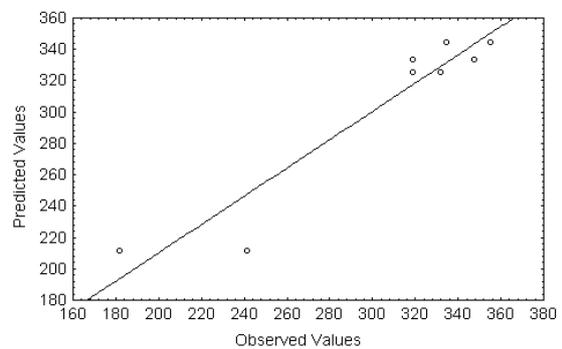
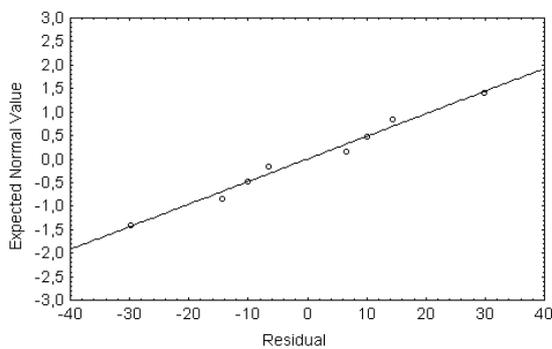


APÊNDICE 1(3)

COMPRESSÃO

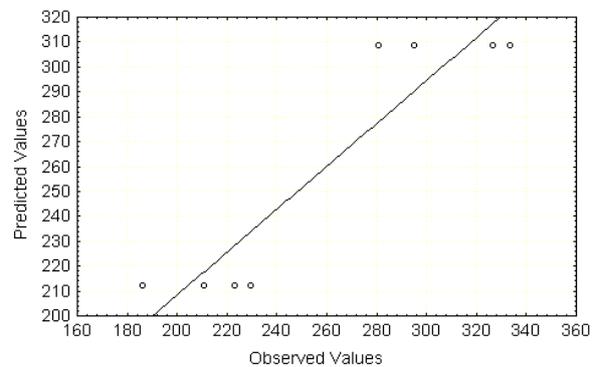
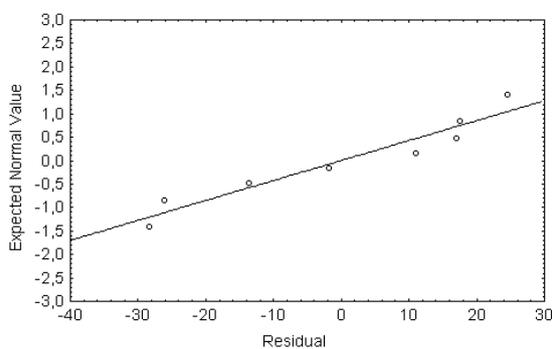
(a) FATORIAL 1

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	303,8	8,8	0,0001
(2) Potência	70,6	17,6	0,016
(3) Distância	-62,5	17,6	0,024
2 x 3	51,0	17,6	0,044



(b) FATORIAL 2

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	260,6	7,9	0,000
(1) Tempo	96,5	15,8	0,001

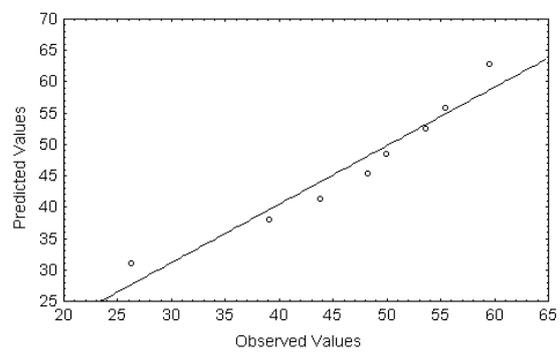
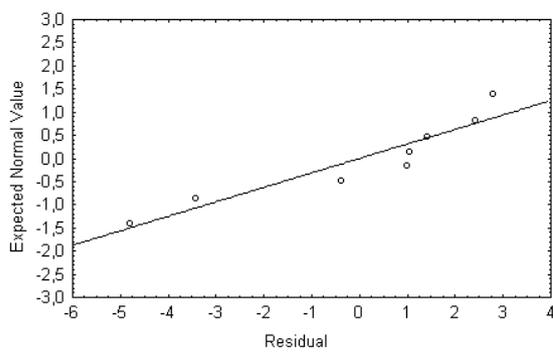


APÊNDICE 1(4)

COMPRESSÃO DIAMETRAL

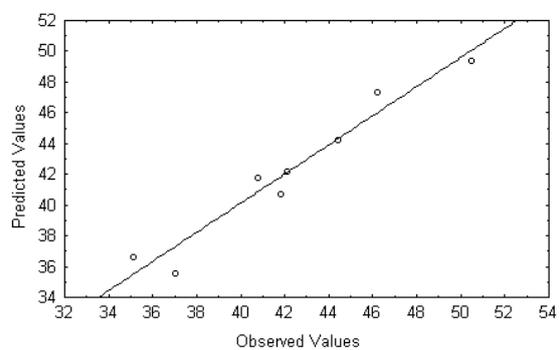
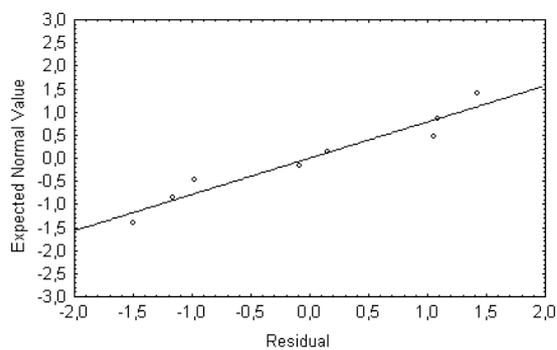
(a) FATORIAL 1

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	46,96	1,28	0,0001
(1) Tempo	7,12	2,56	0,050
(2) Potência	10,37	2,56	0,015
(3) Distância	-14,43	2,56	0,005



(b) FATORIAL 2

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	42,24	0,30	0,000
(1) Tempo	7,12	0,60	0,000
(2) Potência	5,18	0,60	0,001
1 x 3 (Distância)	-2,37	0,60	0,017

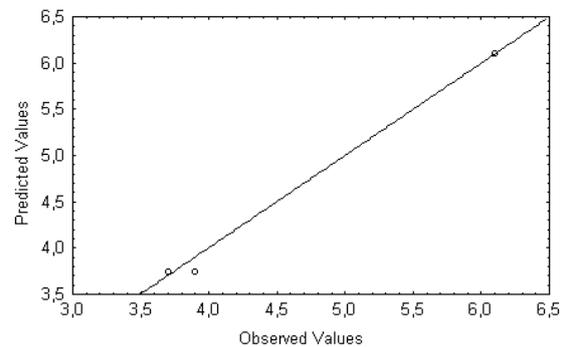
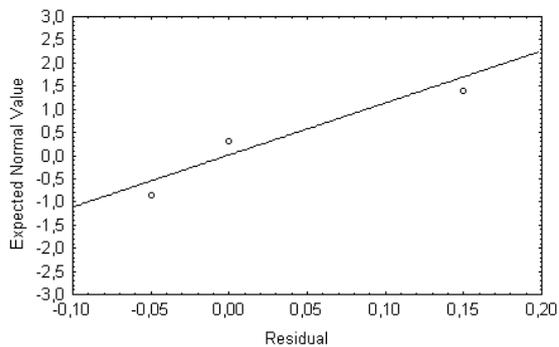


APÊNDICE 1(5)

CONTRAÇÃO POR POLIMERIZAÇÃO

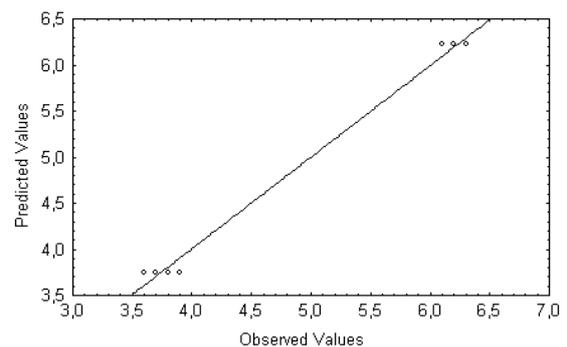
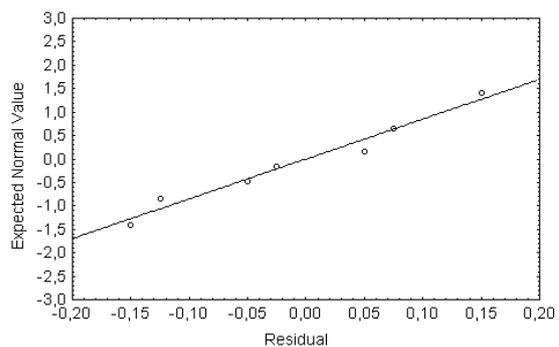
(a) FATORIAL 1

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	4,9	0,02	0,000000
(2) Potência	2,4	0,05	0,000000



(b) FATORIAL 2

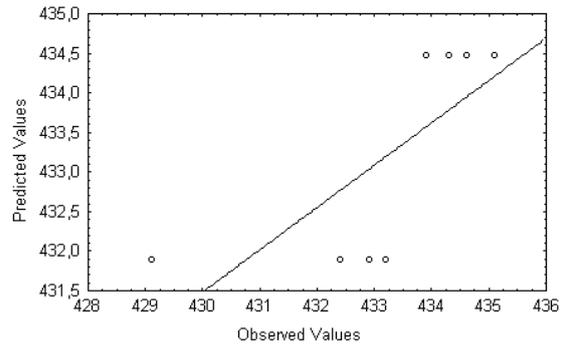
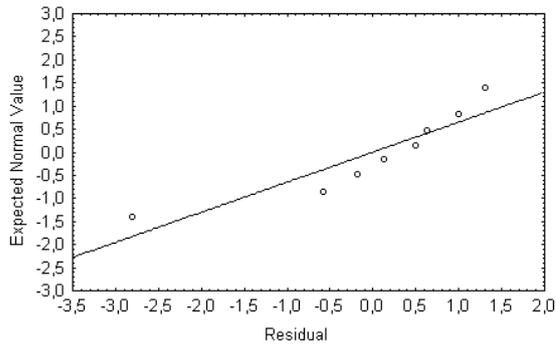
	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	5,0	0,04	0,000
(2) Potência	2,5	0,08	0,000



APÊNDICE 1(6)

TGA – FATORIAL 2

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	433,2	0,49	0,000
(3) Distância	2,6	0,98	0,039

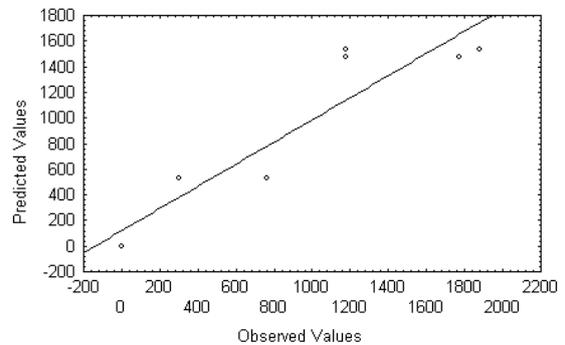
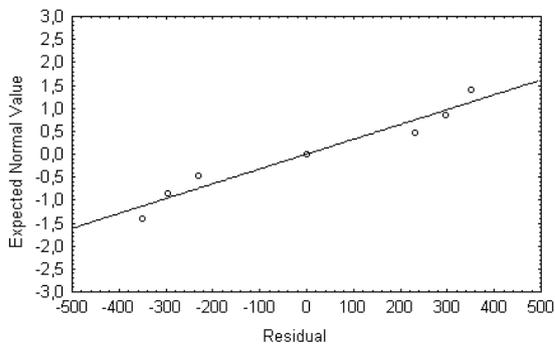


APÊNDICE 1(7)

FORMAÇÃO DE CONES

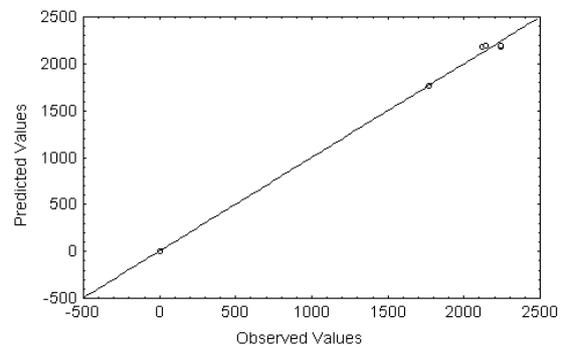
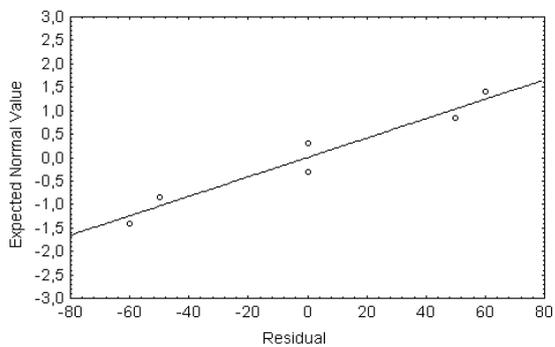
L₁

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	1535,0	19,5	0,00000
(2) Potência	1300,0	39,1	0,00000
(3) Distância	-880,0	39,1	0,00002
2 x 3	890,0	39,1	0,00002



L₂

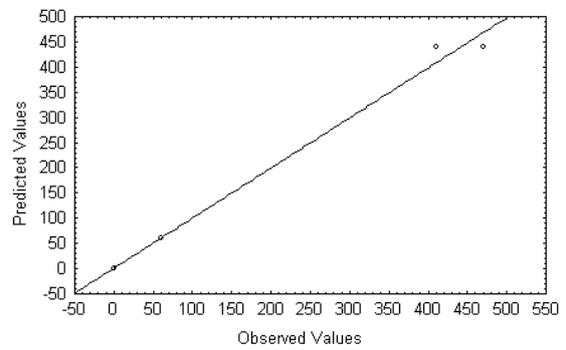
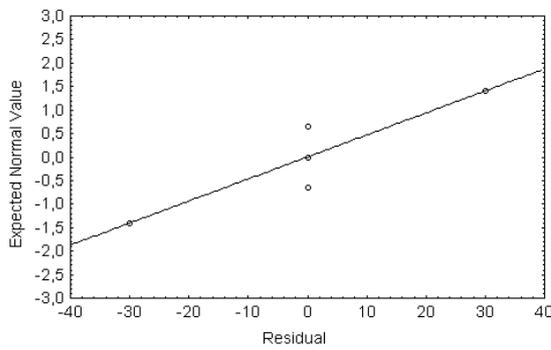
	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	1535,0	19,5	0,00000
(2) Potência	1300,0	39,1	0,00000
(3) Distância	-880,0	39,1	0,00002
2 x 3	890,0	39,1	0,00002



APÊNDICE 1(8) (continuação do apêndice 1(7))

L₃

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	125,0	7,5	0,0001
(2) Potência	250,0	15,0	0,0001
(3) Distância	190,0	15,0	0,0002
2 x 3	190,0	15,0	0,0002

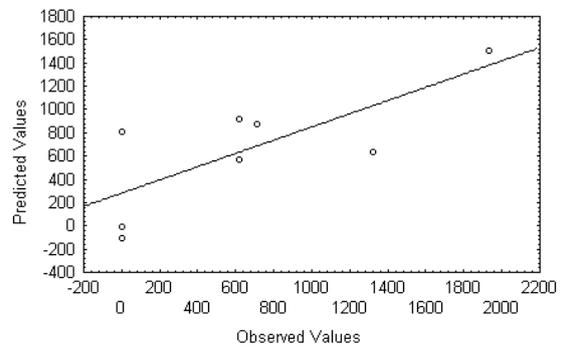
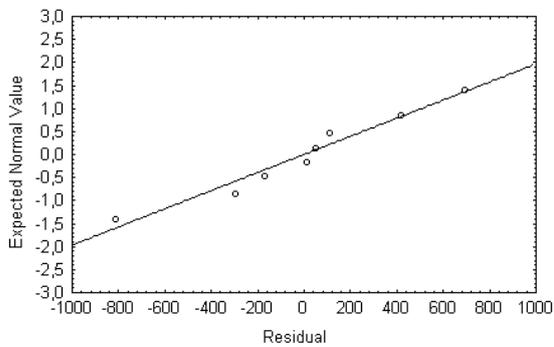


APÊNDICE 1(9)

FORMAÇÃO DE CONES

L₁

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	651	12	0,0000
(2) Potência	639	24	0,0001
(3) Distância	-636	24	0,0001
1 (Tempo) x 2	-681	24	0,0001
1 x2 x3	636	24	0,0001



L₂

	Efeito	Desvio Padrão	p
Média	1626	28	0,0000
(2) Potência	973	56	0,0001
(3) Distância	-1173	56	0,0000
2 x 3	1108	56	0,0000

