RENATA SOUZA MEDEIROS

**Resistência à flexão, sorção, solubilidade e estabilidade de cor de compósitos
odontológicos reforçados por fibras**

São Paulo
2012

RENATA SOUZA MEDEIROS

**Resistência à flexão, sorção, solubilidade e estabilidade de cor de compósitos
odontológicos reforçados por fibras**

Versão Corrigida

Dissertação apresentada à Faculdade de
Odontologia da Universidade de São
Paulo, para obter o título de Mestre, pelo
Programa de Pós-Graduação em
Odontologia – Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Igor Studart Medeiros

São Paulo

2012

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catálogo-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Medeiros, Renata Souza

Resistência à flexão, sorção, solubilidade e estabilidade de cor de compósitos odontológicos reforçados por fibras / Renata Souza Medeiros ; orientador Igor Studart Medeiros. -- São Paulo, 2012.

84 p. : fig., tab. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia - Materiais Dentários. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida de acordo com sugestões da Banca Examinadora em 10/08/2012

1. Materiais compósitos – Odontologia. 2. Resinas compostas. 3. Resistência dos materiais - Odontologia. 4. Materiais dentários. I. Medeiros, Igor Studart. II. Título.

Medeiros RS. Resistência à flexão, sorção, solubilidade e estabilidade de cor de compósitos odontológicos reforçados por fibras. Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Aprovado em: / /2012

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho às pessoas mais importantes da minha vida: a minha família.

Ao meu pai, **Ivan**, me lembro sempre de toda a sua preocupação com a minha escolha profissional. Você sempre foi o espelho de sucesso para mim. Sem os seus conselhos e experiências, compartilhados sempre com tanta paciência, provavelmente não teria chegado até aqui. Tenho orgulho de ser tão semelhante à você. Você é o meu exemplo de caráter, superação, moral, respeito e amor. Te amo.

À minha mãe, **Alécia**, meu porto seguro, aquela que me conhece melhor que qualquer pessoa no mundo, que me gerou, me amamentou e me mostrou o que é o amor incondicional. Sem a sua dedicação, conselhos, carinho, preocupação e orações, nada disso teria se tornado realidade. Amo você.

À minha irmãzinha, **Flávia** (Vinha), tão parecida e ao mesmo tempo tão diferente de mim. Impossível imaginar a minha vida sem você, minha companheira, por vezes tão menina e outras tão madura. Saiba que sem o seu apoio, amizade e amor tão verdadeiros como só uma irmã poderia me dar, eu não seria a pessoa que me tornei. Te amo.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Prof. Dr. **Igor Studart Medeiros**, por confiar a mim a continuidade de uma de suas linhas de pesquisa, pela transmissão de seus conhecimentos e por toda a sua contribuição para a minha formação profissional.

Aos Professores do Departamento de Materiais Dentários da FOU SP, **Walter Gomes Miranda Junior, Rosa Miranda Grande, Alyne Simões Gonçalves, Antônio Muench, Carlos Eduardo Francci, Fernando Neves Nogueira, Igor Studart Medeiros, Josete Barbosa Cruz Meira, Leonardo Elloy Rodrigues Filho, Paulo Eduardo Capel Cardoso, Rafael Yagüe Ballester, Roberto Ruggiero Braga e Victor Elias Arana-Chavez, Paulo Francisco Cesar**, por quem tenho sincera admiração.

Aos funcionários do Departamento de Materiais Dentários da FOU SP, **Antônio Carlos Lascala, Rosa Cristina Nogueira e Elidamar Bastos**, obrigada por tornarem o dia a dia mais agradável, o companheirismo, as conversas de corredor, o carinho, por estarem sempre disponíveis, tanto para assuntos acadêmicos como para um abraço amigo, teria sido muito mais difícil sem o apoio de vocês.

À empresa **Heraeus Kulzer**, principalmente ao **Udo Max Schulze**, pela agilidade e disponibilidade em ajudar, por ceder os materiais para que pudessem ser utilizados nesse trabalho, muito obrigada.

À empresa **Angelus**, em especial à **Lygia Madi e Patrícia Quintão**, pela disponibilização das fibras utilizadas nesta pesquisa.

Aos meus irmãos da pós, **Ricardo Sgura e Fernando Taddeo**, pelos momentos agradáveis que passamos juntos, pela ajuda nas análises estatísticas infinitas, interpretação dos resultados com gráficos impossíveis e em todas as

dificuldades enfrentadas na finalização dessa dissertação, além do carinho e por ser tratada por vocês como irmã mais nova, muito obrigada.

À querida amiga, **Karen Akemi Fukushima** (Fukushiminha), o que seria de mim sem seu carinho, atenção, ombro amigo e apoio. Amiga, você foi uma das coisas mais especiais que me aconteceram na pós-graduação. Sei que posso contar com a sua amizade em todos os momentos, tanto profissionais como pessoais, agradáveis ou difíceis. Com toda certeza não teria conseguido terminar este trabalho sem a sua ajuda. Um dia poderei retribuir a tudo isso, mesmo de longe. Amo você, amiga.

À minha irmãzinha gaúcha, **Tamara Kerber Tedesco**, minha companheira de todos os momentos. Quanta coisa vivemos juntas, amiga, e como é especial a sua amizade para mim. Ter te conhecido e perceber o quanto somos parecidas e cúmplices foi uma das melhores coisas que me aconteceram em São Paulo. Sei que podemos passar muito tempo longe uma da outra, mas que quando nos encontrarmos, tudo será a mesma coisa. Seu lugar no meu coração nunca será ocupado, mesmo morando longe de você.

À amiga **Carina Tanaka**, pela oportunidade agradabilíssima de te conhecer melhor e por termos tornado nossa amizade tão especial. Você é a pessoa que tem o maior coração que eu conheço, sempre preocupada e disposta a ajudar no que quer que seja, e com suas opiniões fortes e bem formadas, por trás deste coração tão doce, me ajudaram a ser uma pessoa melhor. Obrigada pelo apoio incondicional, amiga.

À querida **Marcela Charantola Rodrigues**, por ser essa amiga tão meiga e presente. Sua calma e sensatez me ajudaram a tomar decisões mais ponderadas, tanto neste trabalho como na minha vida pessoal. Obrigada pela ajuda com as tabelinhas (“das melhor que tá tendo”), pela amizade, carinho, atenção e preocupação. Este trabalho também tem muito de você.

Ao amigo, **Bruno Rodrigues Reis**, por ter participado ativamente deste trabalho quando em sua fase de desenvolvimento. Além disso, pela sua amizade e

conselhos profissionais e pessoais. Sua ajuda foi essencial para que este estudo desse certo. Obrigada!

Aos amigos **Fernando Maeda, Lucas Hian, Lucas Pabis e Erick de Lima**, pelo apoio, amizade e companhia. Foi muito bom ter vocês como amigos da pós-graduação. Meus dias foram mais fáceis tendo vocês por perto, me aconselhando, fazendo companhia nos dias de laboratório e ajudando a relaxar um pouco nas saidinhas após os dias cansativos. Obrigada!

Aos amigos da pós, **André De Vito, Emerson Martins, Eduardo Inada, Andreas Koren, Helena Burlamaqui Pinheiro, Lilyan Yamasaki, Marina Roscoe, Susana Marocho, Alexander Nishida, Flavio Umeda** obrigada pelo apoio, amizade, companheirismo e por terem feito com que meus dias fossem mais agradáveis nesta etapa tão especial da minha vida.

À querida amiga, irmã, companheira **Carolina Cardoso da Silveira**, por estar sempre por perto nessa rotina conturbada de São Paulo, sempre dando um jeitinho de se manter presente na minha vida. Amiga, sem seu apoio, amizade e conselhos não sei o que seria de mim. Nossa amizade permanece a mesma após tantos anos, mudanças e amadurecimento. Isso só mostra o quanto ela é verdadeira. Obrigada por tudo!

Ao pessoal da **Casa Azul**, melhor galera do Brasil! Queridos amigos da minha terrinha tão amada, como foi bom contar com o apoio de vocês mesmo de tão longe, sempre presentes em todas as minhas idas ao Espírito Santo, as contagens regressivas para chegar logo o dia do encontro e a tristeza ao ir embora. Quantos momentos maravilhosos passamos juntos em todos esses anos de distância, que agora estão com os dias contados para acabar. Amo todos vocês!

Aos meu pais, **Ivan e Alécia**, por apoiarem as minhas escolhas, por estarem sempre tão presentes, pelo amor incondicional e pela educação que me deram. Sei que não é nada fácil educar e criar um filho, mas vocês realizam esta tarefa a cada dia com muito sucesso. Agradeço a Deus por ter escolhido vocês para serem os meus pais. Amo vocês!

À minha irmã, **Flávia**, pelo amor, carinho e amizade. Por estar sempre presente, mesmo de longe, fazendo com que a saudade não apertasse mais ainda o meu coração. Você também é responsável por este trabalho ter se concretizado. Te amo!

À minha querida avó, **Aline**, que não pôde estar presente na conclusão de mais esta etapa da minha vida. Vovó, Deus quis que a senhora fosse para junto Dele antes que eu pudesse morar mais perto de você, mas sei que a senhora sempre esteve acompanhando, orando e vigiando para que tudo desse certo na minha vida. Vou sentir falta daquele abraço apertado e dos beijos quando for embora. Sem o seu amor e carinho por todos esses anos eu não teria chegado até aqui. Te amo!

À agência de fomento **CNPq**, pelo apoio financeiro que viabilizou a realização desta pesquisa.

“Só um sentido de invenção e uma necessidade intensa de criar levam o homem a revoltar-se, a descobrir e a descobrir-se com lucidez”

Pablo Picasso

RESUMO

Medeiros.RS. Resistência à flexão, sorção, solubilidade e estabilidade de cor de compósitos odontológicos reforçados por fibras [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2012.

Os objetivos deste estudo foram: 1) avaliar a resistência à flexão em três pontos de um compósito para uso direto (Filtek Z350 XT, 3M ESPE) e um para uso indireto (Signum, Heraeus, Kulzer) reforçados por uma ou duas camadas de fibras de polietileno (Ribbond -THM, Ribbond®) ou de vidro (Interlig, Ângelus) tratados termicamente (170°C por 10 minutos), comparados com os grupos controle (não reforçados por fibras e/ou não tratados termicamente; 2) avaliar a sorção, a solubilidade e a estabilidade de cor dos compósitos reforçados, após armazenamento em água destilada à 37°C por 14 dias. A estabilidade de cor foi avaliada com auxílio de um espectrofotômetro de contato dental (Vita EasyShade, Vident, CA, USA). Para o ensaio de resistência à flexão, foram confeccionados espécimes retangulares com dimensões de 12 x 2 x 2mm (n=10), com os seguintes fatores de variação: a) compósito (para uso direto ou indireto); b) tipo e número de camadas de fibras (vidro ou polietileno/uma ou duas camadas); c) submetidos ou não a tratamento térmico. O tratamento térmico foi realizado 24 horas após fotoativação em estufa à temperatura de 170°C por 10 minutos. O ensaio foi realizado 24 horas após fotoativação ou tratamento térmico. Para avaliação de sorção/solubilidade e estabilidade de cor, foram confeccionados espécimes em forma de disco com dimensões de 15 x 2mm (n=5), em que foram analisados os seguintes fatores: a) compósito (para uso direto ou indireto); b) tipo de fibra (vidro ou polietileno); c) número de camadas de fibras (uma ou duas). Foi realizada análise dos parâmetros de cor antes e após imersão em água deionizada por 14 dias. Os resultados foram analisados por ANOVA e teste de contraste de Tukey, com nível de significância de 5% e revelaram que a fibra de vidro, quando utilizada em duas camadas, propiciou os maiores valores de resistência à flexão para os dois compósitos testados (165,4 MPa – Z350XT <3M ESPE> e 208,7MPa – Signum <Heraeus Kulzer>). O tratamento térmico não apresentou significância estatística quanto à resistência à flexão do compósito direto. Para o compósito para uso indireto

(Signum <Heraeus Kulzer>) foi encontrada diferença estatisticamente significativa para o fator tratamento térmico, que indicou valores de resistência à flexão inferiores para os grupos tratados termicamente. O compósito para uso direto apresentou valor de sorção superior ($33,6\mu/\text{cm}^3$) ao do compósito para uso indireto ($19,1\mu/\text{cm}^3$). Para solubilidade, foi encontrada interação para os fatores compósito e tipo de fibra, indicando maiores valores para o compósito para uso direto associado à fibra de vidro. A análise de alteração de cor demonstrou maior valor de ΔE para a fibra de polietileno ($\Delta E = 1,5$) quando comparado à fibra de vidro ($\Delta E = 1,0$). Concluiu-se que: 1) a adição de fibras propicia aumento dos valores de resistência à flexão de compósitos para uso direto e indireto, o aumento da resistência foi observado quando do uso de duas camadas de fibras; 2) o tratamento térmico à 170°C por 10 minutos não indicou melhora nas propriedades mecânicas dos compósitos reforçados; 3) adicionar fibras aos compósitos não aumentou os valores de sorção/solubilidade quando imersos em água; 4) Imersão em água não produziu alterações de cor relevantes para os compósitos reforçados com fibras se comparados aos sem fibras.

Palavras chave: Compósitos reforçados por fibras. Resistência à flexão. Sorção. Solubilidade. Estabilidade de cor. Tratamento térmico.

ABSTRACT

Medeiros RS. Flexural strength, water sorption, solubility and color stability of some fiber reinforced composite [dissertation]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2012.

The aims of this study were: 1) to evaluate the flexural strength of one composite for direct use (Filtek Z350 XT, 3M ESPE) and one for indirect use (Signum, Heraeus, Kulzer) as a function of the reinforcement by one or two layers of polyethylene (THM-Ribbond, Ribbond ®) or glass fibers (Interlig, Angelus) submitted to heat treatment (170°C for 10 minutes) compared with control groups (not reinforced by fibers and/or not heat-treated; 2) evaluate water sorption, solubility and color stability of the reinforced composites, after storage in distilled water at 37°C for 14 days. Color stability was evaluated using a spectrophotometer (Vita Easyshade, Vident, CA, USA). For three point flexural bending test, rectangular specimens were prepared with dimensions of 12 x 2 x 2 mm (n=10), according to the following variation factors: a) composite (for direct or indirect use); b) type of fibers and number of layers (glass or polyethylene/one or two layers; c) subjected or not to heat treatment. The heat treatment was performed 24 hours after curing, in a furnace, at 170 ° C for 10 minutes. Tests were performed 24 hours after curing or heat treatment. To evaluate the water sorption/solubility and color stability, disc-shaped specimens were prepared with dimensions of 15 x 2 mm (n=5) according to the following variation factors: a) composite (for direct or indirect uses); b) fiber type (glass or polyethylene); c) number of fiber layers (one or two). Color parameters were analyze before and after immersion in deionized water for 14 days. The results were analyzed by ANOVA and Tukey's test with significance level of 5%, and indicated that the glass fiber when used in two layers, showed the highest flexural strength for the two tested composites (165.4 MPa - Z350XT <3M ESPE> and 208.7 MPa - Signum <Heraeus Kulzer>). The heat treatment did not significantly affect the flexural strength of the direct composite. For the composite for indirect use (Signum <Heraeus Kulzer>), a statistical significance for the factor heat treatment was found, indicating lower values of flexural strength for heat-treated groups. The composite for direct use showed higher water sorption value (33.6 μcm^3) when compared to the composite for indirect

use ($19.1 \mu/\text{cm}^3$). For solubility, a significant interaction was found for composite and fiber type, indicating higher values for direct composite and glass fiber. Color stability analysis showed higher color difference value for polyethylene fiber ($\Delta E = 1.5$) when compared to glass fiber ($\Delta E = 1.0$). It was concluded that: a) adding fibers increased the flexural strength values of the composites for direct or indirect use, the increase in strength was more pronounced when using two fiber layers; 2) heat treatment at 170°C for 10 minutes showed no improvement of the mechanical properties of fiber reinforced composites; 3) adding fibers to the composite did not increase the sorption/solubility after water immersion, 4) Immersion in water did not change the color of the fiber reinforced composites when compared with those without fibers.

Keywords: Fiber reinforced composites. Flexural strength. Sorption. Solubility. Color stability. Heat treatment.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 4.1 - Esquema representativo deste estudo	37
Figura 4.2 – Matriz metálica bipartida com dimensões de 12 mm (comprimento) x 2 mm (largura) x 2 mm (espessura) e dispositivo para padronização do primeiro incremento de resina composta.	39
Figura 4.3 - Encaixe entre matriz metálica e dispositivo.	39
Figura 4.4 - A) Vista geral do dispositivo para aquecimento de resina composta; B) Termostato indicando temperatura.	40
Figura 4.5 – Matriz metálica sob lâmina de vidro.....	41
Figura 4.6 – Primeira camada de 0,5mm de resina composta.....	41
Figura 4.7 – Resina fluida Z350 XT sendo dispensada sob lâmina de vidro.....	41
Figura 4.8 – Impregnação da fibra.....	41
Figura 4.9 – Uma fibra posicionada sobre a camada de compósito previamente acomodada na matriz.	42
Figura 4.10 – Segunda fibra sendo posicionada sobre a primeira, para os grupos experimentais de duas fibras de reforço.	42
Figura 4.11 – (a) Optilux 501, Kerr; (b) HiLite Power Light-Curing Unit – 1, Heraeus Kulzer.....	43
Figura 4.12 – (a)Matriz metálica bipartida para ensaios de sorção e solubilidade; (b) Dispositivo para padronização do primeiro incremento de resina composta.	45

Figura 4.13. (a) Primeiro incremento de resina composta com espessura de 0,5mm; (b) Acomodação das fibras; (c) Último incremento de resina composta	45
Figura 4.14 – Estufa convencional (Orion 520, Fanem, SP, BRA)	47
Figura 4.15 – Dispositivo para resistência à flexão em 3 pontos.	47
Figura 4.16 – Balança analítica de alta precisão	48
Figura 4.17 – Dessecador com espécimes para ensaio de sorção e solubilidade.....	49
Gráfico 5.1– Gráfico representando os resultados de resistência à flexão e desvios padrão dos grupos experimentais para compósito para uso direto (Z350 XT). Letras diferentes indicam significância estatística.	53
Gráfico 5.2 – Médias de resistência à flexão e desvios padrão dos grupos experimentais confeccionados com o compósito para uso indireto (Signum <Heraeus Kulzer>) Letras diferentes indicam significância estatística.	56
Gráfico 5.3 - Valores de solubilidade e desvio padrão dos grupos experimentais avaliados.	61
Gráfico 5.4 - Médias e desvios padrão de ΔE dos grupos experimentais que apresentaram significância estatística para análise de estabilidade de cor.	63

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Materiais utilizados neste estudo, fabricantes e composição (conforme descrição dos fabricantes.	38
Tabela 4.2 - Denominação dos grupos experimentais para ensaio de resistência à flexão em três pontos.	44
Tabela 4.3– Distribuição dos grupos para ensaios de sorção/solubilidade e estabilidade de cor.	46
Tabela 5.1 – Análise de variância de dois fatores (fibra x tratamento térmico) para resistência à flexão do compósito para uso direto (Z350 XT <3M ESPE>).	52
Tabela 5.2 – Médias e desvios padrão de resistência à flexão (MPa) do compósito para uso direto (Z350 <3M ESPE>). Letras iguais representam resultados estatisticamente semelhantes.....	53
Tabela 5.3 - Análise de variância de dois fatores (fibra x tratamento térmico) para resistência à flexão da compósito de uso indireto (Signum <Heraeus Kulzer>).....	54
Tabela 5.4 - Tabela descritiva dos valores de resistência à flexão para o compósito indireto (Signum <Heraeus Kulzer>), segundo ANOVA e teste de tukey. Letras iguais representam resultados estatisticamente semelhantes...55	55
Tabela 5.5 - Análise de variância de três fatores (compósito x tipo de fibra x nº de camadas) para ensaio de sorção de água.	57
Tabela 5.6 - Médias e desvios padrão ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$), dos diferentes compósitos, fibras e número de camadas para avaliação de sorção de água, segundo ANOVA e teste de Tukey. Letras iguais representam resultados estatisticamente semelhantes.....	57
Tabela 5.7 - Análise de variância de dois fatores (tipo de fibra x nº de camadas) para ensaio de sorção de água para o compósito para uso direto (Z350 XT <3M ESPE>).....	58

Tabela 5.8 - Análise de variância de dois fatores (tipo de fibra x n° de camadas) para ensaio de sorção de água para o compósito para uso indireto (Signum <Heareus Kulzer>).	59
Tabela 5.9 - Médias e desvios padrão ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$), dos diferentes compósitos para avaliação de sorção, segundo ANOVA e teste de Tukey.	59
Tabela 5.10 - Análise de variância de três fatores (compósito x tipo de fibra x n° de camadas) para ensaio de solubilidade.	60
Tabela 5.11 - Médias e desvio padrão ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$), dos diferentes compósitos e fibras para avaliação de solubilidade, segundo ANOVA e teste de Tukey. Letras iguais representam resultados estatisticamente semelhantes. ...	61
Tabela 5.12 - Análise de variância de três fatores (compósito x fibra x n° de fibras) para avaliação de estabilidade de cor.	62
Tabela 5.13 – Médias e desvios padrão de ΔE para o tipo de fibra na avaliação de estabilidade de cor, segundo ANOVA e teste de Tukey. Letras iguais representam resultados estatisticamente semelhantes.	63

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
2	REVISÃO DA LITERATURA	21
2.1	Resinas compostas	21
2.2	Compósitos reforçados por fibras	23
2.3	Tratamento térmico	27
2.4	Resistência à flexão	31
2.5	Sorção de água e estabilidade de cor	32
3	PROPOSIÇÃO	36
4	MATERIAL E MÉTODOS	37
4.1	Preparação dos espécimes	38
4.1.1	Confecção dos corpos de prova para ensaio de resistência à flexão (RF)	39
4.1.2	Confecção dos corpos de prova para ensaio de sorção e estabilidade de cor	44
4.1.3	Tratamento térmico	46
4.2	Caracterização e Ensaios	47
4.2.1	Resistência à flexão	47
4.2.2	Sorção e solubilidade	48
4.2.3	Estabilidade de cor	50
4.3	Forma de análise dos resultados	51
5	RESULTADOS	52
5.1	Resistência à flexão	52
5.2	Sorção e solubilidade	56
5.3	Estabilidade de cor	62
6	DISCUSSÃO	64
6.1	Resistência à flexão	64
6.2	Sorção e solubilidade	67
6.3	Estabilidade de cor	70
7	CONCLUSÕES	72
	REFERÊNCIAS ¹	73
	APÊNDICES	82

1 INTRODUÇÃO

Os compósitos para uso indireto apresentam processamento realizado fora da boca e admitem que a polimerização seja ativada por meio de luz e/ou calor. O sinergismo destes tratamentos propicia um aumento no grau de conversão, com conseqüente elevação das propriedades mecânicas, maior estabilidade de cor e redução do desgaste [1, 2].

Os compósitos de uso indireto apresentam composição química semelhante aos de uso direto, por isso, alguns pesquisadores propuseram o uso de resinas compostas de uso direto associadas a tratamentos térmicos em estufas, autoclaves, fornos de porcelana ou micro-ondas, para a confecção de restaurações indiretas e concluíram que houve otimização das propriedades mecânicas, por vezes superando as propriedades dos compósitos convencionais de laboratório [3-5]. Miyazaki, em 2010 [6], no estudo sobre tratamentos térmicos em resinas compostas diretas, concluiu que, quando o tratamento térmico foi conduzido à temperatura de 170°C por um período de 10 minutos, houve um aumento estatisticamente significativo dos valores de resistência à flexão e de dureza para os compósitos estudados.

Dentre as possíveis explicações para ocorrência da melhora das propriedades mecânicas de compósitos resinosos após o tratamento térmico residem: a conversão adicional de monômeros residuais presentes da matriz resinosa após a fotoativação [7] e a liberação de tensões de contração produzidas entre a matriz polimérica e as partículas de carga [8].

Outro mecanismo que permite a elevação as propriedades mecânicas dos compósitos está no uso de fibras para reforço. Apesar de inicialmente sugeridas como reforço de próteses totais e próteses provisórias [9], hoje os compósitos reforçados com fibras representam uma alternativa ao uso de metais em próteses fixas adesivas e pinos intra-radiculares [10].

Existem inúmeras marcas comerciais de fibras disponíveis no mercado e suas propriedades mecânicas variam de acordo com o fabricante, forma de utilização, tipo de fibra (vidro, carbono, aramida, polietileno, entre outras), quantidade, arquitetura das fibras (unidirecional, trançada ou entrelaçada) e tratamento superficial das fibras [11].

Um dos métodos mais utilizados para avaliação da resistência mecânica de um compósito reforçado com fibras é a resistência à flexão em três pontos [12-14]. Durante o ensaio, a superfície de aplicação da carga do espécime está submetida a tensões de compressão, enquanto no lado oposto, a tensões de tração [15]. Este ensaio permite carregar o corpo-de-prova de modo a gerar tensões complexas, que se aproximam mais àquelas que acontecem em uso clínico [16]. Isto o torna bastante interessante para ensaio de materiais propostos para próteses parciais fixas (PPF), mesmo sendo um método destrutivo.

Uma característica importante a ser observada em compósitos reforçados com fibras é a sorção e solubilidade quando imerso em água. Vallitu e colaboradores observaram em um estudo que ocorreu uma diminuição das propriedades mecânicas após imersão dos espécimes em água por 30 dias e concluíram que este fenômeno pode ser causado pela degradação da interface entre a fibra e a matriz polimérica [17]. É importante destacar o efeito da presença da água, com relação às propriedades físicas e mecânicas, pois os compósitos, ao absorverem a água, podem liberar alguns dos seus componentes. O efeito da água na estrutura dos materiais é usualmente estudado em função do potencial de degradação que pode ser produzido [18].

Em decorrência de vários fatores, dentre os quais a sorção e solubilidade, a estabilidade de cor dos compósitos reforçados pode ficar comprometida quando sujeitos a imersão. Muitos estudos têm reportado mudanças significativas de cor dos compósitos com os efeitos do envelhecimento, variando de acordo com a composição e a marca do material escolhido [19, 20].

A forma mais comum para se determinar as características ópticas de um material (estabilidade de cor, capacidade de mascaramento, reflectância, transmitância, opalescência, etc.) dá-se com a utilização de um espectrofotômetro que é capaz de medir o parâmetro chamado diferença de cor (ΔE), o qual é obtido por meio da comparação dos parâmetros L^* , a^* , b^* de um material. Esses parâmetros fazem parte de um sistema de cores ("color space"), criado pela Comissão Internacional de Iluminação ("Comission Internationale de l'Éclair, CIE) designado CIE-Lab. Nesse sistema, o parâmetro L^* representa o brilho, a^* representa a coordenada cromática vermelho-verde e b^* representa a coordenada cromática amarelo-azul [21].

Apesar de existirem vários estudos na literatura sobre o tratamento térmico das resinas composta [3, 6, 7, 22-26] ou de seu reforço com fibras [9-14, 17, 26-29] separadamente, ainda não existem trabalhos científicos em que estes dois mecanismos apareçam associados. Deste modo, o presente estudo tem o objetivo de avaliar a resistência à flexão, sorção, solubilidade e a estabilidade de cor de compósitos comerciais reforçados com duas marcas comerciais de fibras, após tratamento térmico.

Duas hipóteses foram sugeridas: 1-) a associação de fibras de reforço (uma ou duas camadas) ao tratamento térmico propicia aumento da resistência à flexão dos compósitos de uso direto ou indireto; 2-) A adição de uma ou duas camadas de fibras aumenta a sorção/solubilidade e produz alterações de cor (ΔE) dos compósitos reforçados quando imersos em água.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Resinas compostas

A resina composta é um material amplamente utilizado na odontologia e tem como principal finalidade a restauração da estética e função dos dentes. Sua aplicação é bem ampla, podendo ser utilizada para mudar a forma dos dentes, restaurar dentes fraturados, cavidades decorrentes de cárie e modificações na forma e textura de elementos dentários. É tido como um material restaurador com grande apelo estético por se aproximar bastante das características naturais dos dentes, como: cor, textura, brilho, fluorescência e translucidez [30].

As resinas odontológicas têm como principais constituintes uma matriz orgânica e cargas inorgânicas. Na porção orgânica, além da matriz, a base de metacrilatos, alguns componentes essenciais são utilizados para aumentar a eficiência e a durabilidade deste compósito, como o sistema de iniciação, estabilizadores e pigmentos [31]. Por outro lado, as partículas de carga que servem de reforço, melhoram as propriedades mecânicas, inclusive a dureza e, reduzem as alterações dimensionais decorrentes da polimerização [32].

Apesar do avanço tecnológico ter levado a vastas melhorias que expandiram as indicações de uso, as resinas compostas atuais apresentam algumas deficiências, como por exemplo, resistência ao desgaste insuficiente sob atrito mastigatório (perda de forma anatômica), alterações de cor e infiltração marginal [33].

Na década de 60, foram introduzidos monômeros de elevado peso molecular, como o bis-GMA (bisfenol A glicidilmetacrilato) para minimizar o problema da alta contração de polimerização da resina composta, que se caracteriza pelo elevado módulo de elasticidade, baixa contração e baixa toxicidade, mas também pela alta viscosidade [34]. A viscosidade elevada dificultava a incorporação de grandes quantidades de partículas de carga, sendo necessária a utilização de um monômero diluente (de menor peso molecular), o TEGDMA (trietilenoglicol dimetacrilato) [34, 35]. Porém, o TEGDMA apresenta maior hidrofília, quando

comparado ao bis-GMA, e alta contração de polimerização, efeitos indesejáveis ao material, e que impedem o seu uso em elevadas proporções na composição [34].

Posteriormente, foram introduzidos no mercado outros dimetacrilatos “diluentes” como o UDMA (uretano dimetacrilato), MMA (metil metacrilato), bis-EMA (bisfenol A dimetacrilato etoxilado), que reduzem a viscosidade, e, com isso, permitem uma maior incorporação de partículas de carga, importante na melhora das propriedades mecânicas [18, 34, 35].

Os compósitos diretos, apesar de suas ótimas qualidades ópticas, apresentam dificuldades para obtenção de contornos e pontos de contato, principalmente em relação aos dentes posteriores, além de sensibilidade dentinária pós-operatória como resultado da contração de polimerização [36]. Surgiram no mercado então os compósitos indiretos ou laboratoriais, que apresentam vantagens como o fato de que se relacionam com melhor propriedade de união às estruturas dentais, associadas com a cimentação adesiva e à possibilidade de executar eventuais reparos após a cimentação. Também permitem ajustes e polimentos intrabucais e promovem menor abrasão à dentição antagonista, quando comparado com as cerâmicas [37].

Estão disponíveis no mercado alguns materiais para confecção de restaurações estéticas indiretas. Para a utilização desses materiais, foram desenvolvidos equipamentos com lâmpadas especiais, para aplicação de luz e/ou atmosfera saturada por nitrogênio e fornecimento de calor. Deve-se levar em conta que a necessidade de utilização de equipamentos especiais aumenta o custo. Por outro lado, a composição das resinas compostas indiretas apresentam poucas modificações em relação às de uso direto [38]. A técnica de confecção extraoral permite a confecção de grandes restaurações, com restabelecimento de pontos de contato e caracterização, além de restringir o problema de contração de polimerização à linha de cimentação – cimento resinoso em fina espessura [1, 39].

Os primeiros sistemas para técnica indireta surgiram no início dos anos 80. Essas resinas apresentavam um conteúdo inorgânico relativamente baixo por possuírem carga microparticulada. Suas propriedades mecânicas não eram satisfatórias e a maioria das falhas ocorriam devido à baixa resistência à flexão, baixo módulo de elasticidade e elevado desgaste [40].

Posteriormente, os compósitos para uso indireto tiveram suas propriedades físicas melhoradas. Algumas marcas presentes atualmente no mercado são Tescera

(Bisco), BelleGlass HP (Belle de St Claire), Sinfony (3M ESPE), SR Adoro (Ivoclar Vivadent), Signum+ (Heraeus Kulzer), Cristobal+ (Dentsply). Todos esses sistemas exigem utilização de equipamentos específicos, o que faz com que o produto final apresente custo elevado, apesar das boas propriedades mecânicas [41].

2.2 Compósitos reforçados por fibras

O uso de fibras para melhorar as propriedades mecânicas de materiais poliméricos e compósitos é conhecido há muitos anos. A combinação de materiais tem sido fundamental para o desenvolvimento das indústrias aeroespacial, automobilística e náutica, assim como para a fabricação de artigos de recreação [42, 43].

As fibras de reforço começaram a ser utilizadas em odontologia, principalmente nas especialidades de dentística e prótese, com o objetivo de reforçar um grande volume de resina composta. Essas fibras podem ser compostas por materiais como vidro, polietileno, kevlar, carbono, cerâmica ou, ainda, pela associação desses materiais. A associação compósito/fibras de reforço proporciona um material com uma superior resistência à tração e à compressão, quando comparada à resina composta sem reforço. Esses materiais são utilizados para várias finalidades, e uma de suas indicações é a confecção de próteses adesivas diretas e indiretas [10, 11, 28, 44-46].

Os estudos laboratoriais apontam para aplicações específicas dos compósitos reforçados por fibras. Em áreas de desenvolvimento de tensões elevadas, um material com alta resistência à flexão, elevado módulo de elasticidade, baixa deformação, assim como alta resistência à fadiga, é necessário [47, 48].

O comportamento mecânico dos compósitos reforçados por fibras têm sido pesquisado extensivamente, e os estudos nesta área, conduzidos com uma variedade de materiais e executados com objetivos diversos [10-14, 29, 45, 47, 49-51].

Qiufei Xie, em 2007 [27], avaliou a resistência à fratura de próteses parciais fixas (PPF's) confeccionadas diretamente, utilizando compósitos reforçados com fibras (FRC) em quatro condições diferentes. Foram utilizados 48 primeiros pré-

molares e 48 primeiros molares humanos. Para confecção dos pônticos, foi utilizada fibra de vidro unidirecional (EverStick C&B, Stick Tech, Turku, Finland) e resina composta (Tetric Ceram cor A2, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein). Os grupos foram separados da seguinte forma: A) Grupo controle com 2 camadas de fibras unidirecionais; B) Na região do pôntico foi colocado uma camada de fibras curtas multidirecionais (material experimental); C) Quatro pequenos pedaços de fibra unidirecional foram colocados paralelamente à armação principal (1 por vestibular, 1 por lingual e 2 na oclusal); D) um pequeno pedaço de fibra foi colocado na superfície oclusal à 90° da direção das fibras da armação principal. Os grupos foram divididos em 2, e os testes foram realizados até a fratura, sendo que metade dos espécimes de cada grupo recebeu uma carga oclusal em direção à fôssula, e a outra metade em direção à cúspide vestibular. Os resultados mostraram que o grupo que mostrou maior resistência foi o D, tanto quando recebeu carga em direção à fôssula oclusal como em direção à cúspide vestibular.

Alguns autores relatam que os reforços não devem, necessariamente, ter a forma de fibra e ressaltam a importância de se manter uma alta relação comprimento/diâmetro, o que fará com que a carga seja mais eficientemente transferida da matriz à fibra. Ademais, para que a matriz seja capaz de transmitir parte dos esforços para a fibra, é essencial que haja uma boa união matriz/reforço [52, 53].

Quanto à direção, as fibras podem ser colocadas de maneira contínua dentro de um compósito (paralelas), arranjadas de forma tecida, com fibras perpendiculares umas às outras, ou dispersar as fibras cortadas em pequenos comprimentos aleatoriamente na matriz resinosa.

Waki e colaboradores, em um estudo em 2006 [28], avaliaram a carga necessária à fratura de uma prótese parcial fixa (PPF) confeccionada com compósito reforçado com fibras dispostas de maneiras diferentes. Para este experimento foram fabricadas PPF's de três elementos, simulando a perda de um primeiro molar inferior. Foi utilizada a fibra de vidro unidirecional pré-impregnada Estenia/EG (Kuraray Medical, Tóquio, Japão). As PPF's foram divididas conforme a disposição das fibras, em 3 grupos: 1) Área central do pôntico reforçada com uma fibra; 2) Área central do pôntico reforçada com duas fibras; 3) A parte inferior do pôntico foi reforçada em uma linha curva acompanhando a configuração do pôntico. Também foram testadas PPF's construídas com fibras Targis/Vectris (Ivoclar Vivadent,

Schaan, Liechtenstein) e Sculpture/FiberKor (Pentron, Wallingford, CT, USA), que são similares às fibras EG. PPF's sem reforço de fibra foram utilizadas como controle. As amostras foram então cimentadas aos pilares metálicos utilizando cimento resinoso (Panavia Fluoro Cement, Kuraray Medical). Foram confeccionados no total 60 espécimes, 10 para cada condição. Em sequência, foram submetidas a ensaio de fratura. Os autores concluíram que o reforço na parte inferior do pântico acompanhando a configuração do pântico foi o que mostrou maior resistência à fratura. Além disso, inferiram que a fratura ocorre principalmente na área do conector e que as amostras confeccionadas com Estenia/EG apresentaram resistência à fratura superior aos demais sistemas reforçados.

Abdulmajeed e colaboradores, em 2011 [29], avaliaram o efeito do aumento da densidade de fibras em algumas propriedades mecânicas de compósitos reforçados. Cinco grupos com diferentes volumes de fibras de vidro foram preparados. Dois outros grupos foram preparados, com adição de carga de vidro com partículas silanizadas de bário-sílica de duas diferentes porcentagens, 5 e 10%. Foram utilizadas as fibras de vidro unidirecionais E-glass (Ahlstrom, Karhula, Finlândia) e resina composta (Stick Resin. Stick Tech, Turku, Finlândia). Os grupos foram divididos em: 1) Sete feixes de fibras; 2) 7,5 feixes de fibras; 3) 8 feixes de fibras; 4) 8,5 feixes de fibras; 5) 9 feixes de fibras; 6) 8 feixes + 5% carga; 7) 8 feixes + 10% de carga. As amostras foram conduzidas a ensaio de flexão de três pontos. Os autores concluíram que as propriedades mecânicas de compósitos reforçados por fibras melhoram à medida em que se aumenta o volume de fibras e que o uso de partículas não influencia nas propriedades mecânicas.

Com relação a interação da fibra com a matriz orgânica, as fibras pré-impregnadas têm como grande vantagem uma impregnação homogênea das tiras, além do menor número de passos para o operador e de uma boa consistência de manuseio. No entanto, não há liberdade para escolha do agente de molhamento. Quanto às fibras não pré-impregnadas, pesa o aspecto da dificuldade de se realizar um meticuloso molhamento destas [54], juntamente a um tempo de trabalho mais longo. Neste caso, no entanto, é possível que o operador selecione o sistema de união utilizado para impregnação. As fibras de polietileno, por exemplo, são sensíveis ao ambiente e correm risco de contaminação durante sua manipulação, o que deve ser realizado da forma mais cautelosa, com uso de tesoura adequada devido a seu tratamento superficial. A impregnação incompleta das fibras pode ter

como resultado alguns vazios na estrutura da amostra, aumentando a sorção de água e diminuindo as propriedades mecânicas [55, 56]. Em contrapartida, Bae e colaboradores, em 2001 [49], não observaram diferenças nas propriedades mecânicas de compósitos reforçados com fibras pré-impregnadas ou impregnadas manualmente.

Mosharraf e colaboradores, em 2011 [57], avaliaram a resistência transversa de espécimes reforçados com fibras impregnadas e não impregnadas. Foram utilizadas as fibras de vidro pré-impregnada Fibrex (Angelus, Londrina, PR, Brasil) e a fibra não impregnada Fiber-braid (NSIDental PTY., Australia). Concluíram que o modo de impregnação das fibras não influencia no comportamento mecânico das mesmas.

As fibras podem apresentar-se em diversas arquiteturas: unidirecionais, trançadas, perpendiculares entre si ou entrelaçadas. As unidirecionais tendem a apresentar alta resistência flexural, e as demais têm a característica de resistir a carregamentos oriundos de diversas direções [11].

Gaspar e colaboradores, em 2009 [14], avaliaram a resistência à flexão e módulo de elasticidade de compósitos reforçados com a fibra de vidro Interlig (Angelus, Londrina, PR, Brasil) e fibra de polietileno Connect (Kerr, MFG Co., West Collins Orange, CA, EUA). Foram confeccionados espécimes com uma ou duas camadas de fibras, submetidos ou não a termociclagem. A fibra de polietileno em duas camadas apresentou maiores valores de resistência à flexão, independentemente da realização de termociclagem.

Malquarti e colaboradores [58] relataram boa compatibilidade das fibras de carbono, assim como resistência à corrosão, porém, devido à coloração escura, a estética foi prejudicada. Por estas razões, as fibras mais utilizadas na odontologia contemporânea são as de vidro e polietileno, embora as de carbono e aramida também sejam estudadas.

Segundo Vallitu, em 1997 [54], as fibras de polietileno apresentam apenas uma união mecânica à matriz. Foi verificada a ausência de matriz de metacrilato de polimetila aderidas às fibras (Ribbond) após a fratura dos espécimes, apesar da pré-impregnação realizada. Assim, pode-se concluir que os compósitos reforçados por fibras de polietileno tendem a apresentar propriedades mecânicas inferiores se comparados aos reforçados por fibras de vidro. Tratamentos superficiais à base de

plasma têm sido utilizados para tornar a superfície do polietileno reativa e assim melhorar sua adesividade [59].

Bae e colaboradores, em 2001 [49], estudaram compósitos reforçados por fibras de vidro (GlasSpan, Fibrekor e Vectris), polietileno (Ribbond) e poliaramida (Fibreflex) submetidos a teste de resistência à flexão. Concluíram que as fibras unidirecionais (Fibrekor e Fibreflex) e trançada (Glaspan) foram as que apresentaram maiores valores. Relataram que para o teste de resistência à flexão em três pontos, é natural que as fibras unidirecionais apresentem melhores propriedades mecânicas, devido ao fato da carga ser aplicada perpendicularmente à fibra.

Hamza e colaboradores, em 2004 [60], não observaram diferenças significativas entre as fibras de polietileno (Construct) e de vidro (Fibrestick) em relação ao reforço de barras confeccionadas em resina acrílica. Atribuíram o melhor desempenho das fibras Construct, comparadas a outras fibras de polietileno, à aplicação de silano e tratamento com plasma, responsáveis pelo aumento da união entre fibra e matriz.

2.3 Tratamento térmico

Os compósitos para uso indireto ou laboratoriais, utilizados para a confecção de peças fora da boca que devem ser posteriormente cimentadas, apresentam a composição básica semelhante aos compósitos para uso direto [1, 61]. Nos sistemas indiretos a peça é submetida a ativação por luz e/ou calor e/ou pressão, e pressupõe a utilização de equipamentos específicos e sofisticados que associam calor, pressão e/ou atmosfera controlada, o que aumenta o custo destes procedimentos.

O uso de calor, pressão e atmosfera controlada visa a obtenção de maior grau de conversão e consequente aumento das propriedades mecânicas. Dentre as vantagens do processamento indireto, produzido em fase laboratorial (fora do ambiente bucal), destacam-se a minimização dos problemas gerados pela contração de polimerização, a visão direta da peça sob vários ângulos, o que promove uma melhor adaptação do material à cavidade[62], entre outros.

Existem trabalhos que relatam que algumas propriedades dos compósitos, como resistência à flexão e à tração, a dureza, a estabilidade de cor e o grau de conversão, apresentam um efeito positivo com o processo de polimerização adicional por calor [6, 62-64].

Santana e colaboradores, em 2009 [64], verificaram a influência do tratamento térmico nas propriedades mecânicas de duas resinas de uso direto disponíveis comercialmente, comparadas a um sistema de resina de uso indireto. Foram utilizadas as resinas diretas TPH Spectrum (Dentsply) e Filtek P60 (3M ESPE) e como grupo controle a resina de uso indireto BelleGlass (Belle de St. Claire, Orange, CA, EUA). Os espécimes foram divididos em 5 grupos: 1) TPH Spectrum (Dentsply) com tratamento térmico; 2) TPH Spectrum (Dentsply) sem tratamento térmico; 3) Filtek P60 com tratamento térmico; 4) Filtek P60 sem tratamento térmico; 4) Belleglass. Os grupos que receberam tratamento térmico, foram submetidos à 170°C, à seco, em um forno digital por 10 minutos. Após o tratamento, as amostras foram armazenadas à 37°C por 72 horas. Foram então submetidas ao teste de flexão de 3 pontos e os espécimes fraturados foram levados à máquina de teste de microdureza (modelo HMV-2/2 T, Shimadzu Corporation) para avaliação da dureza Knoop. Baseado nos resultados, os autores concluíram que o tratamento térmico influenciou na resistência à flexão das resinas compostas de uso direto, enquanto, para a dureza, o mesmo não foi observado. A temperatura do tratamento térmico proposta no estudo foi determinada após a caracterização térmica por termogravimetria (TG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC).

Miyazaki e colaboradores, em 2009 [63], avaliaram a resistência à flexão de um compósito direto, para aplicação indireta, que receberam tratamento térmico com ou sem revestimento. Foi utilizada a resina FillMagic (Vigodent S.A. Ind. Com. Bonsucesso, RJ, Brasil) e a resina indireta BelleGlass (Belle de St. Claire, Orange, CA, EUA) como controle. Para determinar a temperatura do tratamento térmico foram realizadas termogravimetria (TGA) e calorimetria exploratória diferencial (DSC), considerando a temperatura em que ocorreu o início da perda de peso e a temperatura de transição vítrea. Os espécimes confeccionados com resina direta FillMagic foram submetidos ao tratamento térmico experimental. Com este objetivo, foram mantidos à 37°C por 48 horas após a fotoativação e foram submetidos à temperatura de 170°C por 5, 10 e 15 minutos, e após isso, foram mantidos novamente à 37°C por 120 horas. As amostras de resina indireta foram tratadas

conforme orientações do fabricante. Foram encaminhados então ao ensaio de resistência à flexão de três pontos. Os resultados mostraram que diferentes períodos apresentaram valores estatísticos similares. Contudo, a resina direta com tratamento térmico apresentou maiores valores de resistência (178,7MPa) se comparada a resina indireta (146,0MPa) e mesmo à resina direta fotoativada somente (151,7MPa). Os autores concluíram que o tratamento térmico realizado na resina direta estudada aumentou sua resistência à flexão, quando comparado com a resina indireta utilizada neste estudo.

Shah e colaboradores, em 2009 [65], testaram a hipótese de que os valores de resistência à fratura de duas resinas compostas diminuem após imersão em água e aumentam com tratamento térmico. Foram utilizadas duas resinas compostas, uma microhíbrida (Filtek Z250/3M ESPE) e uma nanoparticulada (Filtek Supreme/3M ESPE). Os espécimes foram divididos em dois grupos: 1) Submetidos à imersão em água por 60 dias; 2) Submetidos à tratamento térmico imediatamente após a fotoativação à 120°C por 90 minutos sem subsequente hidratação. A resistência à fratura foi verificada utilizando curva de resistência à fratura (curva - R) e tensão compacta pré-fratura. A resistência à flexão dos espécimes hidratados foi avaliada utilizando teste de flexão de quatro pontos. A imersão em água diminuiu a resistência de ambos os compósitos, e isso pôde ser atribuído à plastificação da matriz resinosa e degradação hidrolítica, com degradação interfacial adicional, causando um declínio maior da resistência à fratura e tenacidade na resina composta nanoparticulada. Embora o tratamento térmico pós-cura não tenha afetado o pico de resistência à fratura, a forma da curva-R foi alterada. Tais mudanças ajudam a explicar o aumento da resistência observado em outros estudos e é atribuída a melhora das propriedades da matriz resinosa.

Silva, em 2010 [66], avaliou o tratamento térmico em compósitos restauradores diretos a fim de verificar a influência sobre algumas propriedades, tais como a sorção, solubilidade, tenacidade à fratura e grau de conversão. Foram utilizados três compósitos: um nanoparticulado (Filtek Supreme XT/3M ESPE), um microhíbrido (Filtek Z250/3M ESPE) e um microparticulado (Durafill/Heraeus Kulzer). Duas fontes de luz (Halógena e LED) e dois períodos (48 horas e 28 dias) de armazenagem, com exceção da solubilidade. O tratamento térmico foi realizado em estufa convencional (170°C por 5 minutos), sendo metade dos corpos de prova tratados termicamente e a outra, apenas fotoativada. Para sorção e solubilidade,

foram confeccionados 60 espécimes de acordo com os fatores analisados ($n=5$) em uma matriz metálica em forma de disco. Para o cálculo da sorção e solubilidade, os espécimes foram pesados em uma balança analítica, inicialmente após a confecção do corpo-de-prova, 1 hora, 24h, 48h, 7 dias, 14, 21 e 28 dias, a fim de estabelecer Massa Inicial (Mi) Massa absorvida (Ma) e Massa dessecada (Md). Para a tenacidade à fratura, foram confeccionados 240 espécimes. As amostras foram levadas à máquina universal para o ensaio de flexão e, após a ruptura, as superfícies de fratura foram analisadas no estereomicroscópio, para, em seguida, obter as imagens e calcular as dimensões do espécime para inserir na equação da tenacidade à fratura. O tratamento térmico, em geral, influenciou positivamente as propriedades estudadas. Sendo assim, a opção de realizar o tratamento térmico nos compósitos de acordo com as propriedades e fatores analisados, torna a técnica passível de ser recomendada.

Visando otimizar as propriedades químicas e mecânicas de compósitos de uso direto aplicados na forma indireta associados a tratamentos térmicos experimentais (TT), Miyazaki, em 2010 [6], realizou caracterização térmica de dez compósitos comerciais (Z100, Filtek Z250, Z350 e Supreme XT- 3M ESPE, Esthet-X e TPH Spectrum – Dentsply, Charisma – Heraeus Kulzer, Tetric Ceram – Ivoclar Vivadent, Herculite XRV e Point 4 - Kerr) a fim de determinar uma temperatura segura para realização do tratamento térmico, que seria abaixo da temperatura de perda de massa. A primeira etapa deste estudo consistiu em caracterizar termicamente dez. A caracterização térmica ocorreu através da técnica de termogravimetria (TG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC). As resinas compostas foram fotoativadas por dois métodos: contínuo (C) e pulse-delay (PD). Foram escolhidas duas temperaturas de TT: 100 e 170°C, aplicadas 10 minutos ou 24 horas após a fotoativação. A partir disto, avaliaram-se: 1) o grau de conversão (GC), por espectroscopia *FT-Raman* ($n=3$); 2) a resistência à flexão em três pontos (RF) ($n=10$); e 3) a dureza Knoop (KHN) para as faces topo e base ($n=3$) de quatro destes compósitos (Filtek Z250 e Supreme XT, Esthet-X e Point 4), após diferentes condições: imediatamente, 1h, 6h e 24h após a fotoativação e 24h após fotoativação seguida de TT a 100 ou 170°C. A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que os TT's experimentais propostos foram capazes de aumentar as propriedades estudadas, sendo, de maneira geral, os resultados obtidos com 170°C melhores do

que os com 100°C, e ambos melhores do que o grupo controle (sem tratamento térmico).

2.4 Resistência à flexão

Os compósitos restauradores reforçados por fibras apresentam comportamento mecânico diferente dos outros materiais dentários. Enquanto esses apresentam propriedades homogêneas independentemente da direção em que são testados, os compósitos reforçados são heterogêneos e anisotrópicos, ou seja, suas propriedades dependem da direção da solicitação mecânica em relação à orientação das fibras. No caso de uma prótese parcial fixa, por exemplo, na região do pântico, a maior quantidade de fibras é colocada na direção méso-distal, de forma a suportar melhor a carga que será aplicada no sentido ocluso-gengival [67].

Um dos métodos mais utilizados para avaliação da resistência de um compósito reforçado com fibras é a resistência à flexão em três pontos [12-14]. Na superfície de aplicação da carga o espécime é submetido a tensões de compressão, enquanto que no lado oposto, a tensão de tração [15]. Este ensaio permite carregar o corpo-de-prova com forças que geram tensões complexas, semelhantes às que acontecem numa situação clínica [16]. Isto o torna bastante interessante para ensaio de materiais propostos para próteses parciais fixas (PPF), mesmo sendo um método destrutivo.

Kamble e colaboradores, em 2012 [68], estudaram e compararam a resistência à flexão de uma resina composta à base de polimetil-metacrilato (PMMA) e uma bisacrílica (BAC), reforçadas com fibra de vidro e de polietileno. Foram confeccionados 15 espécimes para cada grupo (resina/fibra), variando a forma de impregnação das fibras (silano ou monômero) e os compósitos não reforçados foram utilizados como controle. Foi realizado ensaio de resistência à flexão de 3 pontos. Os autores concluíram que resina PMMA apresentou resultados menores que a BAC. O reforço com fibras de vidro silanizadas apresentou os maiores valores estatisticamente significantes de resistência à flexão, quando comparados aos espécimes impregnados com monômero.

2.5 Sorção de água e estabilidade de cor

A pigmentação ou alteração de cor por substâncias corantes ocorre na medida em que são incorporados ao compósito, processo esse que ocorre através da sorção de água das resinas compostas após a polimerização. A qualidade da cadeia polimérica formada, entre outros fatores, impõe limites à sorção de água, onde se observa que a presença de ligações entre as cadeias poliméricas geralmente resulta numa diminuição significativa da permeabilidade de água do polímero. Assim, a natureza hidrofílica de um polímero é, em grande parte, uma função da química de seus monômeros e de ligações de suas cadeias poliméricas [69].

Ferracane [70], pesquisou os fatores associados aos efeitos higroscópicos e a hidrolítica na estrutura dos polímeros odontológicos, revisando a literatura gerada nos últimos 30 anos ou mais nessa área. Os polímeros utilizados em materiais dentários restauradores estão sujeitos a efeitos higroscópicos e hidrolíticos em diferentes graus, que dependem de sua química e estrutura polimérica, podendo influenciar as propriedades mecânicas, a estabilidade dimensional e a biocompatibilidade. Em que proporção esses fenômenos afetam o desempenho clínico das restaurações ainda é desconhecido, embora diversos pesquisadores tenham aludido à redução do potencial de vida útil da restauração.

Enquanto as propriedades físicas e mecânicas desses materiais podem ser significativamente alteradas pelos efeitos da absorção de solvente e a lixiviação/liberação de componentes, o que pode constituir a maior preocupação é a liberação, em curto prazo, dos componentes não reagidos e a liberação, em longo prazo, dos produtos de sua degradação na cavidade oral, sendo que ambos devem ser fortemente considerados durante o desenvolvimento do material restaurador [70].

Em 2009, Berger e colaboradores [71] determinaram a sorção de água e solubilidade de 3 resinas compostas que contêm diferentes conteúdos de partículas de carga. As resinas foram selecionadas de acordo com o tamanho das partículas: Filtek Supreme nanoparticulado (3M ESPE), Esthet- X micro-híbrido (Dentsply Caulk) e Renamel microparticulado (Cosmedent Inc.). Dez espécimes com formato de disco de cada compósito foram confeccionados e armazenados em dessecador até obtenção de massa constante. Em seguida, os espécimes foram armazenados

em água por 7 dias e sua massa mensurada novamente. Os espécimes foram desidratados novamente e a massa final mensurada. A sorção e solubilidade foram calculadas a partir dessas medidas. Os materiais testados foram estatisticamente semelhantes quando avaliada a sorção, porém diferiram significativamente quando comparados na solubilidade, revelando diferenças significativas entre os compósitos. As resinas compostas mostraram similar sorção, enquanto o compósito nanoparticulado apresentou a menor solubilidade.

A sorção de água em compósitos reforçados por fibras influencia a longo prazo suas propriedades mecânicas. Quando este tipo de material é exposto ao meio aquoso, a água pode prejudicar a ligação entre a fibra e a matriz polimérica, o que resulta na redução das propriedades mecânicas do compósito reforçado. A adesão promovida entre a matriz resinosa e a fibra é enfraquecida pela formação de óxidos na superfície da fibra e pela degradação hidrolítica da rede de polisiloxano. Isso gera uma diminuição irreversível nas propriedades mecânicas deste material [72].

Alguns estudos avaliaram o efeito da sorção de água em compósitos reforçados por fibras. Lassila e colaboradores, em 2002 [17], determinaram a resistência à flexão de um compósito reforçado com fibra de vidro unidirecional após 30 dias de imersão em água. Foram utilizados 3 tipos diferentes de matrizes poliméricas para pré-impregnação das fibras de vidro unidirecionais E-glass (Stick™, Stick Tech, Turku, Finlândia): a) Sinfony Activator (Espe, Alemanha); b) Triad™ Gel, Colorless (Dentsply Int Inc., York, EUA); c) 3M Scotchbond 3 Adhesive (3M Corp., St Paul, EUA). Além disso, variaram o volume de fibras utilizadas, em 0%, 12%, 23%, 36% e 45% e as condições de armazenagem (ambiente seco ou em água). Os resultados mostraram uma correlação linear negativa entre a sorção de água e o volume de fibras ou seja, o maior ganho de massa foi do grupo sem adição de fibras. Os autores atribuíram este resultado à satisfatória adesão das fibras à matriz resinosa. Os maiores valores de resistência à flexão foram alcançados nos grupos que tiveram como condição de armazenagem o ambiente seco, o que leva à conclusão de que a sorção de água influencia nas propriedades mecânicas dos compósitos reforçados por fibras.

Kim e colaboradores, em 2004 [73], estudaram o efeito da adição de fibras e do armazenamento em água na tenacidade à fratura de materiais para coroas provisórias de próteses parciais fixas (PPF). Foram utilizados para este estudo

quatro compósitos: 1) Protemp 3 Garant (3M/ESPE); 2) Quicktemp (Schottlander); 3) Fast Set Temphase (Kerr); 4) Trim (Bosworth). Foi escolhida a fibra unidirecional E-glass (StickTM, Stick Tech, Turku, Finlândia) para reforço dos compósitos. Para cada compósito, foram confeccionados espécimes reforçado e não reforçado e foram acondicionados em água destilada à 37°C por 1, 7, 30 e 60 dias antes da realização dos testes. Os resultados mostraram que a tenacidade à fratura dos grupos reforçados por fibras foi significativamente maior quando comparados àqueles não reforçados. Ocorreu pequena e gradual redução nos valores de tenacidade à fratura dos grupos reforçados por fibras submetidos a armazenagem, mas as diferenças encontradas não foram estatisticamente significantes.

Ardu e colaboradores, em 2011 [74], avaliaram a influência da sorção de água na estabilidade de cor de 13 marcas comerciais de resinas compostas e a variação de cor entre elas (A2 – esmalte). Foram confeccionados espécimes em forma de disco (n=6) e foi mensurada a cor, utilizando-se um espectrofotômetro (SpectroShade, Handy Dental, Medical High Technologies, Arbizzano di Negar, Verona, Italia) antes e após 7 dias de armazenamento em água destilada. Os autores concluíram que a maioria dos compósitos analisados apresentaram mudanças de cor significativas após 7 dias de armazenamento em água. As diferenças entre as marcas também foram estatisticamente significantes.

A estabilidade de cor de resinas compostas microparticuladas, micro-híbridas e nanoparticuladas foi avaliada em um estudo in vitro realizado por Nasim e colaboradores, em 2010 [75]. O objetivo do estudo foi o de avaliar o efeito de bebidas corantes, como chá e Pepsi, na estabilidade de cor de três resinas compostas (Heliomolar, Spectrum TPH e Filtek Z350) após sete e trinta dias. As avaliações de cor foram realizadas com o auxílio de um espectrofotômetro, utilizando o sistema CIE L*a*b*. Todas as resinas testadas apresentaram alteração de cor após o período de imersão de sete ou trinta dias. As alterações de cor exibidas nos três grupos produziram diferenças estatisticamente significantes para todas as bebidas, em ambos os períodos. Dentre as resinas estudadas, a resina micro-híbrida Spectrum TPH mostrou a maior estabilidade de cor. A resina microparticulada Heliomolar sofreu maiores alterações de cor quando em água destilada e Pepsi, após 7 e 30 dias. Já a resina nanoparticulada apresentou maiores alterações de cor quando imersa em chá por 7 e 30 dias. Os diferentes resultados observados, para as diferentes resinas compostas, podem ser explicados através da avaliação da

formulação das resinas compostas, sua matriz orgânica e quantidade de partículas presente, de modo a interagir de diferentes maneiras com certas soluções corantes, dependendo da composição química da solução. Como conclusões do trabalho, relataram que todas as bebidas utilizadas afetaram a estabilidade de cor das resinas testadas, porém essas alterações permaneceram dentro do limite aceito clinicamente. A resina micro-híbrida mostrou maior estabilidade de cor que a resina nanoparticulada e a microparticulada. Os efeitos das bebidas nas alterações de cor das resinas compostas dependem do tipo de bebida e da composição da resina utilizada.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo geral deste trabalho foi inferir sobre a influência da associação do reforço de fibras com um tratamento térmico na resistência à flexão de compósitos odontológicos. Após a análise dos resultados de resistência à flexão, as condições experimentais mais favoráveis foram analisadas por meio de ensaio de sorção, solubilidade e estabilidade de cor.

Os objetivos específicos deste trabalho foram:

1. Avaliar a resistência à flexão em três pontos de compósitos para uso direto (Filtek Z350 XT <3M ESPE>) e para uso indireto (Signum <Heraeus Kulzer>) reforçados por uma ou duas camadas de fibras de polietileno (Ribbond THM <Ribbond>) ou de vidro (Interlig <Ângelus>), tratados termicamente (170°C por 10 minutos), comparados com os grupos controle (não reforçados por fibras e/ou não tratados termicamente);
2. Avaliar a sorção e solubilidade dos compósitos reforçados, após armazenamento em água destilada à 37° por 14 dias, por meio da variação de massa;
3. Avaliar estabilidade de cor após a armazenagem em água destilada à 37° por 14 dias, com auxílio de um espectrofotômetro de contato dental (Vita EasyShade, Vident, CA, USA).

4 MATERIAL E MÉTODOS

A figura abaixo apresenta as condições experimentais deste estudo (Figura 4.1).

*TT – tratamento térmico

** Uma camada de fibra

*** Duas camadas de fibras

Figura 4.1 - Esquema representativo deste estudo

A descrição dos materiais utilizados neste trabalho estão na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Materiais utilizados neste estudo, fabricantes e composição (conforme descrição dos fabricantes)

Produto	Composição	Fabricante
Filtek Z350 XT	Carga: partículas de zircônia e sílica (5 a 20 nm) (59,5% vol, 78,5% peso), com tamanho médio entre 0,6 e 1,4 μm . Matriz: bis-GMA, UDMA, TEGDMA e bis-EMA. Cor A3/Dentina.	3M ESPE (St. Paul, MN, EUA)
Signum - Ceramis	Ésteres poli funcionais de ácido (met) acrílico (27% de peso), dióxido de silício e aglutinantes inorgânicos silanizados (73% de peso, tamanho médio das partículas de 1 μm), foto iniciadores, estabilizadores, pigmentos inorgânicos. Cor A3/Dentina.	Heraeus Kulzer (Hanau, Alemanha)
Filtek Z350 XT Flow	Carga: partículas de zircônia e sílica (5 a 75 nm) (55% vol, 65% peso), com tamanho médio entre 0,6 e 1,4 μm . Matriz: bis-GMA, TEGDMA e bis-EMA. Cor A2.	3M ESPE (St. Paul, MN, EUA)
Ribbond - THM	Fibra de polietileno de ultra-peso molecular entrelaçada	Ribbond® (Seattle, Washington, EUA)
Interlig	Fibras de vidro trançadas (60 $\pm$ 5% em peso). Resina composta de impregnação (40 $\pm$ 5% em peso): Bis-GMA, diuretano, cerâmica de vidro de bário, dióxido de silício, catalisadores.	Ângelus (Londrina, PR, Brasil)

4.1 Preparação dos espécimes

4.1.1 Confeção dos corpos de prova para ensaio de resistência à flexão (RF) (n=10).

Para confecção dos espécimes, foi desenvolvida uma matriz metálica bipartida com dimensões de 12 mm (comprimento) x 2 mm (largura) x 2 mm (espessura) [76]. Um outro dispositivo metálico se encaixa na matriz, de forma que a primeira camada de resina composta seja condensada e mantenha-se com espessura regular de 0,5mm, antes de receber as fibras de reforço (Figura 4.2 e Figura 4.3).

Figura 4.2 – Matriz metálica bipartida com dimensões de 12 mm (comprimento) x 2 mm (largura) x 2 mm (espessura) e dispositivo para padronização do primeiro incremento de resina composta

Figura 4.3 - Encaixe entre matriz metálica e dispositivo

Foi utilizado um equipamento fabricado no Departamento de Materiais Dentários da FOUSP para pré-aquecimento da resina composta.

O procedimento de pré-aquecimento foi realizado antes da confecção dos corpos-de-prova, para tornar o compósito menos viscoso e facilitar sua acomodação na matriz metálica. A temperatura de pré-aquecimento foi ajustada para 50°C (± 5) [25].

Figura 4.4 - A) Vista geral do dispositivo para aquecimento de resina composta; B) Termostato indicando temperatura

A matriz metálica foi posicionada sobre lâmina de vidro e foram acomodados incrementos da resina composta pré-aquecida com espátula Suprafill. Cada incremento foi comprimido com auxílio do acessório metálico (Figura 4.2), para a regularizar a camada de compósito e confirmar a espessura de 0,5mm (Figura 4.6).

Figura 4.5 – Matriz metálica sob lâmina de vidro

Figura 4.6 – Primeira camada de 0,5mm de resina composta.

As fibras cortadas (12 mm de comprimento) foram pré-impregnadas com resina fluida (Filtek Z350 Flow, 3M ESPE), a fim de garantir o molhamento e melhor aderência à matriz resinosa. Antes da acomodação da fibra na matriz foi utilizado papel absorvente para remoção do excesso de resina fluida.

Figura 4.7 – Resina fluida Z350 XT sendo dispensada sob lâmina de vidro

Figura 4.8 – Impregnação da fibra

Uma ou duas camadas de fibras, de acordo com o grupo experimental, foram então condensadas sobre a camada de compósito acomodado na matriz. Em seguida, o reforço foi recoberto por outra camada de compósito. Uma tira de poliéster e uma lâmina de vidro foram posicionadas sobre a última camada e pressionadas contra a matriz a fim de extravar o excesso de compósito e manter a superfície lisa e regular.

Figura 4.9 – Uma fibra posicionada sobre a camada de compósito previamente acomodada na matriz

Figura 4.10 – Segunda fibra sendo posicionada sobre a primeira, para os grupos experimentais de duas fibras de reforço

Quando utilizado o compósito para uso direto Z350 XT (3M ESPE), os espécimes foram fotoativados por lâmpada halógena (Optilux 501, Kerr, Danbury, CT, EUA), utilizando ponteira curva de 11 mm por 40 segundos em cada face. No caso do compósito para uso indireto Signum Ceramis (Heraeus Kulzer), foi utilizado forno de termo-fotoativação (HiLite Power Light-Curing Unit – 1, Heraeus Kulzer), em um ciclo de 180 segundos, conforme especificação do fabricante (Figura 4.11).

Figura 4.11 – (a) Optilux 501, Kerr; (b) HiLite Power Light-Curing Unit – 1, Heraeus Kulzer

Após remoção da matriz metálica, os excessos foram cortados com auxílio de bisturi n° 15 e o polimento das faces foi feito com lixa de água com granulação 5000.

Os espécimes foram acondicionados em estufa à 37°C por 24 horas antes da realização do tratamento térmico ou realização dos testes.

A descrição dos grupos experimentais está indicada na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Descrição dos grupos experimentais para ensaio de resistência à flexão em três pontos.

Compósito	Fibra	N° de camadas	Tratamento térmico
Para uso direto	Sem fibras		Não
			Sim
Para uso indireto			Não
			Sim
Para uso indireto	Vidro	1	Não
		2	
		1	Sim
		2	
	Polietileno	1	Não
		2	
		1	Sim
		2	
Para uso direto	Vidro	1	Não
		2	
		1	Sim
		2	
	Polietileno	1	Não
		2	
		1	Sim
		2	

4.1.2 Confeção dos corpos de prova para ensaio de sorção e estabilidade de cor (n=5)

Foram realizados os mesmos procedimentos utilizados para confecção dos espécimes retangulares, porém foi utilizada uma matriz metálica bipartida em forma de disco, com dimensões de 15 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. Também foi desenvolvido um dispositivo que se encaixasse na matriz de forma que a primeira

camada de compósito fosse condensada, se mantivesse regular e com espessura de 0,5mm, antes de receber as fibras de reforço (Figura 4.12).

Figura 4.12 – (a) Matriz metálica bipartida para ensaios de sorção e solubilidade; (b) Dispositivo para padronização do primeiro incremento de resina composta

Após a acomodação do primeiro incremento de resina composta (com espessura de 0,5mm), duas fibras previamente impregnadas com resina fluida foram posicionadas lado-a-lado no centro da matriz, conforme ilustrado na Figura 4.13.

Figura 4.13 - (a) Primeiro incremento de resina composta com espessura de 0,5mm; (b) Acomodação das fibras; (c) Último incremento de resina composta

Uma lâmina de vidro foi posicionada sobre a última camada e pressionada contra a matriz a fim de extravasar material em excesso e manter a superfície lisa e regular.

Os espécimes foram acondicionados em dessecador a 37°C por 24 horas antes da realização da primeira pesagem e tomada de cor.

Os grupos experimentais estão descritos na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Descrição dos grupos para ensaios de sorção/solubilidade e estabilidade de cor

Compósito	Tipo de fibra	Nº de camadas	Tratamento térmico
Para uso direto	Sem fibras		Não
Para uso indireto			
Para uso indireto	Vidro	1	
		2	
	Polietileno	1	
		2	
Para uso direto	Vidro	1	
		2	
	Polietileno	1	
		2	

4.1.3 Tratamento térmico

O tratamento térmico foi realizado em forno em atmosfera ambiente (Orion 520, Fanem, SP, Brasil - Figura 4.14). Os espécimes foram inseridos ao forno quando o visor digital indicava temperatura de 170°C e, a partir desse momento, foram contados 10 minutos. Após este período, as amostras foram conduzidas à estufa com temperatura de 37°C por 24 horas.

Figura 4.14 – Estufa convencional (Orion 520, Fanem, SP, BRA)

4.2 Caracterização e Ensaios

4.2.1 Resistência à flexão

Os testes de resistência à flexão (RF) de três pontos foram realizados 24 horas após a fotoativação ou 24 horas após tratamento térmico. Os testes foram conduzidos em um equipamento para ensaios universal (Kratos Dinamômetros Ltda, São Paulo, SP) com célula de carga de 1000N e uma taxa de carregamento de 1,0mm/s. A distância entre os apoios foi de 10 mm, com os suportes cilíndricos de 2 mm de diâmetro utilizados como apoios, bem como para a aplicação da carga.

Figura 4.15 – Dispositivo para resistência à flexão em 3 pontos

O valor de RF (MPa) foi obtido a partir da seguinte equação:

$$RF = \frac{3Fd}{2bh^2} \quad \text{Equação 4.1}$$

onde F corresponde à carga medida no momento da fratura (N), d a distância entre apoios (mm), b e h , respectivamente, a largura (mm) e a espessura (mm) do espécime.

4.2.2 Sorção e solubilidade

Para avaliação de sorção e solubilidade, os espécimes foram pesados, 24 horas após fotoativação, em balança analítica (Figura 4.16) para se obter um valor de massa inicial (M_i). Os espécimes foram armazenados em dessecador a 37°C até a primeira pesagem. Após a obtenção do valor de M_i , foram armazenados em água deionizada em recipientes de vidro de 30 ml em estufa a 37°C. Após 15 dias, foram pesados novamente a fim de se obter a massa absorvida (M_a).

Figura 4.16 – Balança analítica de alta precisão

Após a obtenção da massa absorvida, os espécimes foram acondicionados em dessecador (Figura 4.17) por 15 dias para obtenção da massa final (M_f), seguindo o protocolo utilizado nas demais pesagens.

Figura 4.17 – Dessecador com espécimes para ensaio de sorção e solubilidade

As equações matemáticas utilizadas para os cálculos de sorção e solubilidade estão expressas abaixo:

$$\text{Sorção} = \frac{Ma - Mf}{V} \quad \text{Equação 4.2}$$

$$\text{Solubilidade} = \frac{Mi - Mf}{V} \quad \text{Equação 4.3}$$

onde Ma é a massa absorvida, Mf a massa final, Mi a massa inicial e V , o volume.

4.2.3 Estabilidade de cor

Para a avaliação da estabilidade de cor antes e após armazenamento em água, foi utilizado um espectrofotômetro de contato dental (Vita EasyShade, Vident, CA, USA) e foram mensurados os parâmetros L^* , a^* , b^* , segundo escala CIE-Lab, sobre fundo branco. A diferença de cor (ΔE) foi medida através da fórmula:

$$\Delta E = [(L_1^* - L_2^*)^2 + (a_1^* - a_2^*)^2 + (b_1^* - b_2^*)^2]^{1/2} \quad \text{Equação 4.4}$$

onde L_1 , a_1 , b_1 são os parâmetros mensurados antes do armazenamento em água e L_2 , a_2 , b_2 são os mensurados após armazenamento em água.

4.3 Forma de análise dos resultados

Os resultados foram analisados por análise de variância (ANOVA) de dois fatores para o ensaio de resistência à flexão, para cada compósito separadamente, considerando os seguintes fatores de variação: a) fibra (tipo: vidro ou polietileno; número de camadas: uma ou duas); b) tratamento térmico.

Para o teste de sorção/solubilidade e análise da estabilidade de cor, foram realizadas as análises de variância de três fatores: a) compósito (para uso direto ou indireto); b) tipo de fibra (vidro ou polietileno); c) número de camadas (uma ou duas). No ensaio de sorção, para destacar alguma diferença entre as médias foi realizada análise de variância de dois fatores: a) tipo de fibra: vidro e polietileno; b) número de camadas: uma e duas, separadamente para cada compósito (para uso direto <Z350 XT> e para uso indireto <Signum>).

Para contraste entre as médias foi utilizado o Teste de Tukey, com nível de significância de 5% ($p < 0,05$).

5 RESULTADOS

5.1 Resistência à flexão

5.1.1 Compósito para uso direto (Z350 XT <3M ESPE>)

Para o compósito para uso direto (Z350 XT <3M ESPE>), foram considerados os seguintes fatores de variação: a) Fibras (Fb): tipo e número de fibras; b) tratamento térmico (TT). Foi realizada análise de variância (ANOVA) para dois fatores, conforme Tabela 5.1. Observou-se significância estatística somente para o fator fibra ($p < 0,05$). O fator tratamento térmico e a interação Fb x TT não foram estatisticamente significantes ($p > 0,05$).

Tabela 5.1 – Análise de variância de dois fatores (fibra x tratamento térmico) para resistência à flexão do compósito para uso direto (Z350 XT <3M ESPE>)

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	RQM	F	p
Fibras (Fb)	4	56509,3	14127,3	63,36	0,000
Tratamento térmico (TT)	1	194,0	194,0	0,87	0,353
Interação Fb x TT	4	2175,8	544,0	2,44	0,053
Resíduo	90	20067,4	223,0		
Variação total	99	78946,7			

Foi realizado teste de Tukey para verificar diferenças entre as médias (Tabela 5.2). A fibra de vidro (Interlig) quando utilizada em duas camadas apresentou o maior valor de resistência à flexão, quando comparada aos outros grupos (fibra de polietileno em uma e duas camadas, de vidro em uma camada e sem adição de fibras).

Quando o compósito direto foi reforçado com duas camadas da fibra de polietileno, o valor de resistência à flexão foi inferior ao do compósito com reforço de

duas camadas de fibra de vidro e estatisticamente superior aos valores das demais condições experimentais.

Tabela 5.2 – Médias e desvios padrão de resistência à flexão (MPa) do compósito para uso direto (Z350 <3M ESPE>). Letras iguais representam resultados estatisticamente semelhantes

Grupos	Médias (MPa)		
	Sem fibras	Uma camada	Duas camadas
Controle	98,8±9,6 ^c	-	-
Fibra de vidro	-	111,4±13,7 ^c	165,4±21,5 ^a
Fibra de polietileno	-	105,5±17,2 ^c	126,2±13,7 ^b

No Gráfico 5.1 abaixo, pode-se verificar as médias e desvios padrão de resistência à flexão quando da análise do fator de variação Fibras (Fb): tipo e número de fibras.

Gráfico 5.1– Gráfico representando os resultados de resistência à flexão e desvios padrão dos grupos experimentais para compósito para uso direto (Z350 XT). Letras diferentes indicam significância estatística

A tabela descritiva dos valores de resistência à flexão e teste de Tukey da interação Fb x TT encontra-se no Apêndice A.

5.1.2 Compósito para uso indireto (Signum Ceramis <Heraeus Kulzer>)

Para o compósito indireto (Signum <Heraeus Kulzer>), foram considerados os mesmo fatores utilizados na análise feita para o compósito direto. Foi realizada análise de variância (ANOVA) para dois fatores, conforme Tabela 5.3. Observou-se significância estatística ($p < 0,05$) para os fatores: a) Fibras (Fb): tipo e número de fibras; b) tratamento térmico (TT); bem como para a interação Fb x TT.

Tabela 5.3 - Análise de variância de dois fatores (fibra x tratamento térmico) para resistência à flexão da compósito de uso indireto (Signum <Heraeus Kulzer>)

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	RQM	F	p
Fibras (Fb)	4	163218	40805	133,8	0,000
Tratamento térmico (TT)	1	18458	18458	60,5	0,000
Interação Fb x TT	4	15854	3964	13,0	0,000
Resíduo	90	27442	305		
Variação total	99	224973			

A análise descritiva das médias e desvios padrão para a interação Fb x TT encontram-se na Tabela 5.4, assim como a indicação das diferenças entre os grupos obtida no teste de Tukey.

Nota-se que a fibra de vidro, quando utilizada em duas camadas, apresentou os maiores valores de resistência à flexão (RF). É possível perceber que quando o TT foi realizado nos grupos reforçados por duas camadas de fibras, ocorreu diminuição estatisticamente significativa dos valores do RF quando comparado aos grupos não tratados termicamente.

O reforço com a fibra de polietileno em duas camadas, quando não submetida a TT, apresentou valor estatisticamente semelhante à fibra de vidro em

duas camadas com TT. Já os grupos com adição de uma camada de fibra de vidro (com e sem TT), polietileno duas camadas (com TT), polietileno uma camada (sem TT) e os controles (sem fibras), apresentaram valores de RF estatisticamente semelhantes. O grupo que apresentou o menor valor numérico foi aquele em que se utilizou a fibra de polietileno com uma camada submetida a TT.

As médias e desvios padrão para os fatores Fb e TT, bem como a aplicação do teste de Tukey para avaliar diferença entre as médias, estão apresentados no Apêndice B e Apêndice C.

Tabela 5.4 - Descrição dos valores de resistência à flexão para o compósito indireto (Signum <Heraeus Kulzer), segundo ANOVA e teste de tukey. Letras iguais representam resultados estatisticamente semelhantes

Fibra	Nº de camadas	Tratamento térmico	Médias (MPa)
Sem fibras		Sim	83,5±12,2 ^{cd}
		Não	79,2±12,0 ^{cd}
Vidro	1 camada	Sim	90,2±18,9 ^c
		Não	101,9±15,5 ^c
	2 camadas	Sim	166,8±27,1 ^b
		Não	208,7±26,9 ^a
Polietileno	1 camada	Sim	69,5±15,9 ^d
		Não	88,2±15,7 ^{cd}
	2 camadas	Sim	89,9±9,7 ^{cd}
		Não	157,7±9,8 ^b

O Gráfico 5.2 apresenta as médias de resistência à flexão e desvios padrão dos grupos que apresentaram significância estatística.

Gráfico 5.2 – Médias de resistência à flexão e desvios padrão dos grupos experimentais confeccionados com o compósito para uso indireto (Signum <Heraeus Kulzer>) Letras diferentes indicam significância estatística

5.2 Sorção e solubilidade

A Tabela 5.5 demonstra a análise de variância (ANOVA) de três fatores realizada para avaliação dos dados de sorção de água. Foram avaliados os fatores: a) compósito (para uso direto ou indireto); b) tipo de fibra (vidro ou polietileno); c) número de camadas (uma ou duas). Foi encontrada significância estatística para o fator compósito e para a interação tripla compósito x tipo de fibra x número de camadas ($p < 0,05$).

Tabela 5.5 - Análise de variância de três fatores (compósito x tipo de fibra x n° de camadas) para ensaio de sorção de água

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	RQM	F	p
Compósito	1	2381,080	2381,080	121,427	0,000
Tipo de fibra	1	5,322	5,322	0,271	0,605
N° de camadas	1	28,883	28,883	1,473	0,232
Interação compósito x fibra	1	32,997	32,997	1,683	0,202
Interação compósito x n° de camadas	1	6,217	6,217	0,317	0,577
Interação fibra x n° de camadas	1	0,550	0,550	0,028	0,868
Interação fibra x compósito x n° de camadas	1	121,348	121,348	6,188	0,017
Resíduo	40	784,367	19,609		
Variação total	50	38355,839			

A análise descritiva das médias e desvio padrão segundo ANOVA e teste de Tukey, encontra-se na Tabela 5.6.

Tabela 5.6 - Médias e desvios padrão ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$), dos diferentes compósitos, fibras e número de camadas para avaliação de sorção de água. Letras iguais representam resultados estatisticamente semelhantes

Compósito	Controle	Fibra			
		Vidro		Polietileno	
		1 camada	2 camadas	1 camada	2 camadas
Para uso direto	31,3±1,6^{ab}	32,7±2,2^{ab}	36,8±6,7^a	34,8±4,6^a	32,5±3,6^{ab}
Para uso indireto	19,6±1,0^c	18,3±1,7^c	17,1±0,7^c	17,1±0,9^c	18,8±2,1^c

O gráfico com as médias e desvios padrão de análise de sorção de água encontram-se no Apêndice D. Para cada tipo de compósito (direto ou indireto), há

semelhança estatística entre as médias obtidas em todas as condições experimentais.

No intuito de destacar alguma diferença entre as médias para cada compósito, foi realizada análise de variância de dois fatores (tipo de fibra <vidro e polietileno> e número de camadas <uma e duas>) separadamente para cada compósito (para uso direto <Z350 XT> e para uso indireto <Signum>). A Tabela 5.7, abaixo, apresenta a análise de variância para o compósito direto (Z350 XT). Indica que não houve significância estatística para os fatores de variação tipo de fibra e número de camadas, assim como para a interação tipo de fibra x número de camadas ($p > 0,05$).

Tabela 5.7 - Análise de variância de dois fatores (tipo de fibra x n° de camadas) para ensaio de sorção de água para o compósito para uso direto (Z350 XT <3M ESPE>)

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	F	p
Tipo de fibra	1	5,908	0,342	0,565
N° de camadas	1	4,150	0,241	0,629
Interação fibra x n° de camadas	1	52,780	3,060	0,096
Resíduo	20	17,251		
Variação total	25			

A Tabela 5.8, abaixo, apresenta a análise de variância para o compósito indireto (Signum). Indica que não houve significância estatística para os fatores de variação tipo de fibra ou número de camadas, assim como para a interação tipo de fibra x número de camadas ($p > 0,05$).

Tabela 5.8 - Análise de variância de dois fatores (tipo de fibra x n° de camadas) para ensaio de sorção de água para o compósito para uso indireto (Signum <Heareus Kulzer>)

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	F	p
Tipo de fibra	1	32,411	1,475	0,239
N° de camadas	1	30,951	1,409	0,249
Interação fibra x n° de camadas	1	69,118	3,146	0,091
Resíduo	20	21,968		
Variação total	25			

A Tabela 5.9 indica as médias e desvios padrão de sorção para os diferentes compósitos avaliados. Nota-se que o compósito para uso direto apresentou valores de sorção estatisticamente superiores aos obtidos para os compósitos para uso indireto.

Tabela 5.9 - Médias e desvios padrão ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$), dos diferentes compósitos para avaliação de sorção, segundo ANOVA e teste de Tukey

Compósito	Sorção ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)
Para uso direto (Z350 XT)	$33,6 \pm 4,3^b$
Para uso indireto (Signum)	$19,1 \pm 4,9^a$

Para o ensaio de solubilidade, foi realizada a análise de variância (ANOVA) de três fatores. Foram avaliados os fatores: a) compósito, b) tipo de fibra, c) n° de camadas. Foi encontrada significância estatística para o fatores compósito e tipo de fibra, assim como para a interação compósito x tipo de fibra ($p < 0,05$), conforme descrito na Tabela 5.10.

Tabela 5.10 - Análise de variância de três fatores (compósito x tipo de fibra x n° de camadas) para ensaio de solubilidade

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	RQM	F	p
Compósito	1	1202,414	1202,414	98,879	0,000
Fibra	1	305,916	305,916	25,239	0,000
N° de camadas	1	0,011	0,011	0,001	0,976
Interação compósito x fibra	1	308,691	308,691	25,385	0,000
Interação compósito x n° de camadas	1	1,005	1,005	0,083	0,775
Interação fibra x n° de camadas	1	21,815	21,815	1,794	0,188
Interação fibra x compósito x n° de camadas	1	19,404	19,404	1,595	0,214
Resíduo	40	485,419	12,160		
Variação total	50	5127,804			

A análise descritiva das médias e desvios padrão, segundo a ANOVA e teste de Tukey, para a interação compósito/fibra encontra-se na Tabela 5.11. Observa-se que a fibra de vidro quando utilizada com o compósito para uso direto apresentou os maiores valores de solubilidade quando comparados com a fibra de polietileno e com o grupo controle (sem fibras). Pode-se perceber, no entanto, que o compósito para uso indireto apresentou valores de solubilidade inferiores aos de uso direto e estatisticamente semelhantes para o reforço com fibras de vidro ou polietileno. O grupo controle do compósito indireto apresentou valor de solubilidade maior se comparado àqueles deste compósito reforçado com fibras.

As médias e desvios padrão de solubilidade para a interação tripla estão dispostos em um gráfico e em uma tabela inseridos no Apêndice E e Apêndice F, respectivamente.

Tabela 5.11 - Médias e desvios padrão ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$) dos compósitos e fibras para avaliação da solubilidade. Letras iguais representam resultados estatisticamente semelhantes

Compósito	Controle	Fibra	
		Vidro	Polietileno
Para uso direto	$6,8 \pm 2,2^b$	$19,1 \pm 5,6^a$	$8,0 \pm 4,7^b$
Para uso indireto	$2,8 \pm 0,9^c$	$1,0 \pm 1,6^d$	$1,0 \pm 1,1^d$

O Gráfico 5.3 apresenta as médias e desvios padrão de análise de solubilidade da interação compósito x fibra.

Gráfico 5.3 - Valores de solubilidade e desvio padrão dos grupos experimentais avaliados

5.3 Estabilidade de cor

Para análise de estabilidade de cor, foram considerados os fatores de variação: a) compósito (para uso direto – Z350 XT ou para uso indireto – Signum); b) tipo de fibra (vidro – Interlig ou polietileno – Ribbond); c) número de camadas (uma ou duas). Foi realizada análise de variância (ANOVA) para três fatores, conforme Tabela 5.12. Houve significância estatística apenas para o fator de variação tipo de fibra ($p < 0,05$). Os demais fatores de variação, bem como as interações não foram estatisticamente significantes.

Tabela 5.12 - Análise de variância de três fatores (compósito x fibra x n° de fibras) para avaliação de estabilidade de cor

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	RQM	F	p
Compósito	1	0,827	0,827	2,804	0,102
Tipo de Fibra	1	1,661	1,661	5,630	0,023
N° de fibras	1	0,367	0,367	1,243	0,271
Interação compósito x fibra	1	0,754	0,754	2,555	0,118
Interação compósito x n° de fibras	1	0,155	0,155	0,526	0,473
Interação fibra x n° de fibras	1	0,091	0,091	0,309	0,581
Interação fibra x compósito x n° de fibras	1	0,946	0,946	3,206	0,081
Resíduo	40	11,797	0,295		
Variação total	50	106,376			

A análise descritiva das médias e desvios padrão do ΔE para o fator de variação tipo de fibra, encontra-se na Tabela 5.13. A análise de variância indicou diferença estatisticamente significativa entre as fibras utilizada (Interlig e Ribbond). O compósito reforçado com a fibra de polietileno apresentou maior valor de ΔE quando comparado ao reforçado com fibra de vidro. Os valores de médias/desvios padrão de ΔE para a interação tripla encontram-se dispostos em tabela e gráfico, no Apêndice G e Apêndice H, respectivamente.

Tabela 5.13 – Médias e desvios padrão de ΔE para o tipo de fibra na avaliação de estabilidade de cor, segundo ANOVA e teste de Tukey. Letras iguais representam resultados estatisticamente semelhantes

Tipo de fibra	ΔE
Vidro (Interlig)	$1,0 \pm 0,4^b$
Polietileno (Ribbond)	$1,5 \pm 0,6^a$

O Gráfico 5.4 apresenta as médias e desvios padrão da alteração de cor (ΔE) dos grupos que apresentaram significância estatística.

Gráfico 5.4 - Médias e desvios padrão de ΔE dos grupos experimentais que apresentaram significância estatística para análise de estabilidade de cor

6 DISCUSSÃO

6.1 Resistência à flexão

Os resultados deste estudo indicaram que a associação de fibras de vidro ou polietileno (uma ou duas camadas) ao tratamento térmico (TT) não propiciou aumento da resistência à flexão (RF) de compósitos para uso direto ou indireto. Portanto, a primeira hipótese sugerida na introdução deste trabalho foi parcialmente rejeitada. Para o compósito direto, somente o fator fibra foi significativo. No entanto, para o compósito indireto, a interação fibra e tratamento térmico foi significativa e o tratamento estatístico apontou grupos com adição de fibras e tratamento térmico com resistência à flexão superior ao grupo controle (sem fibras ou tratamento térmico).

Alguns estudos [6, 63-66] realizaram tratamentos térmicos em compósitos para uso direto e indireto e verificaram melhora em diversas propriedades, como tenacidade à fratura, resistência à flexão, dureza, sorção/solubilidade e grau de conversão. Os autores sugeriram que isso se deve principalmente ao fato do fornecimento de calor após a fotoativação promover aumento na conversão de monômeros residuais e possível relaxação das tensões ocorridas durante a polimerização entre a matriz polimérica e as partículas de carga.

Por outro lado, não existem trabalhos na literatura que tenham avaliado o efeito do tratamento térmico na resistência à flexão de compósitos reforçados por fibras.

Este estudo verificou que a adição de fibras, tanto a compósitos para uso direto como para uso indireto, aumentam os valores de RF, o que está de acordo com diversos estudos reportados na literatura [9, 12, 14, 29, 49, 60].

Quando o compósito direto (Z350 XT <3M ESPE>) foi avaliado, não houve significância estatística para o TT ($p>0,05$), porém, houve diferença estatisticamente significativa para o número e tipo de fibra utilizada. O compósito direto reforçado com duas camadas de fibra de vidro (Interlig) apresentou média de RF de 165,4 MPa, enquanto que quando utilizada a mesma quantidade de camadas para a fibra de polietileno (Ribbond), a média foi de 126,2 MPa. Este resultado entra em contradição

com um estudo [14], no qual foi utilizada a mesma fibra de vidro deste trabalho (Interlig) e uma fibra de polietileno similar, que concluiu que a fibra de polietileno quando em duas camadas apresentou o maior valor de RF. Uma possível explicação sugerida pelos autores é que as fibras pré-impregnadas, como no caso das fibras de vidro, não apresentam interação satisfatória com a matriz resinosa se comparadas àquelas que recebem algum tratamento (silano, adesivo ou resina composta fluida), previamente a sua inserção no compósito restaurador.

Um aspecto importante para que a utilização de fibras para reforço de compósitos seja eficiente, reside na ocorrência de união química e mecânica entre a fibra e a matriz resinosa. Alguns autores [48, 77] verificaram que para obtenção de sucesso na adesão interfacial (matriz x fibra) deve ocorrer uma copolimerização entre o compósito resinoso e a camada de oxigênio inibida não polimerizada na superfície da fibra pré-impregnada. Os resultados do presente estudo sugerem que esta pode ser uma possível explicação para que a fibra de vidro tenha apresentado resultados mais favoráveis de RF quando comparada à de polietileno.

Vale ressaltar que neste trabalho os dois tipos de fibras foram pré-impregnadas com resina composta fluida (Z350 XT Flow – 3M ESPE), a fim de padronizar a técnica e o material utilizados para embebição da fibra antes da inserção na matriz resinosa, além de possibilitar maior molhamento e interação das fibras com o compósito, visto que uma das maiores dúvidas com relação à utilização dos compósitos reforçados é o fato das fibras apresentarem natureza química diferente das resinas compostas as quais serão associadas [48].

Também foi utilizado um compósito para uso indireto (Signum <Heraeus Kulzer), com o intuito de verificar se a indicação para uso laboratorial com ou sem reforço de fibras teria alguma influência nos valores de RF e nos outros parâmetros avaliados neste estudo, apesar de outros trabalhos indicarem semelhança na composição destes quando comparados aos de uso direto [6, 64].

O compósito indireto apresentou comportamento de RF diferente do compósito direto, indicando significância estatística para os fatores fibra (tipo e número de camadas), TT e para a interação destes fatores.

Quando considerados os grupos de compósito sem reforço de fibras, nota-se que, apesar do tratamento térmico não ter sido estatisticamente significante, ocorreu um discreto aumento numérico das médias de RF para aqueles que receberam TT. Apesar das diferenças entre as médias não indicarem significancia estatística, o

aumento da RF nos grupos tratados termicamente segue o padrão dos estudos encontrados na literatura em que as propriedades mecânicas melhoram quando do fornecimento de calor.

Os parâmetros utilizados no presente estudo foram sugeridos por um trabalho prévio [6], que avaliou o comportamento de compósitos resinosos quando submetidos a tratamentos térmicos e realizou análise térmica para verificar a temperatura e tempo ideais para tratamento desses materiais, de modo que não sofressem degradação ou perda de massa considerável. Os autores sugeriram que apresentavam-se como parâmetros seguros uma temperatura de 170°C e um período de exposição ao calor de 10 minutos. Por outro lado, não existem trabalhos na literatura que relatem realização de análise térmica para fibras de reforço. Os compósitos indiretos reforçados com duas camadas de fibras (de vidro ou polietileno) tratados termicamente apresentaram valores inferiores aos que não receberam TT. Pode-se sugerir que quando o conjugado (compósito x fibra de reforço) é levado ao forno à temperatura de 170°C durante 10 minutos pode ocorrer degradação da fibra e formação de defeitos na interface que levam à diminuição das propriedades mecânicas. Além disso, a diferença entre os coeficientes de expansão térmico linear das fibras e dos compósitos pode ser outro aspecto a contribuir para a geração de tensões na interface fibra x matriz e podem culminar no enfraquecimento do conjugado.

No que se refere ao tipo de fibra de reforço para os compósitos indiretos, a de vidro, quando em duas camadas, apresentou o maior valor de resistência à flexão (208,7 MPa) quando comparada ao mesmo número de camadas da fibra de polietileno (157,7 MPa), o que segue o padrão dos valores de resistência à flexão do compósito direto utilizado neste estudo.

A média observada com dupla camada de fibra de vidro no presente estudo é superior à média (134,8MPa) descrita no trabalho de Gaspar, em 2009 [14]. Pode-se atribuir este aumento comparativo no valor de resistência à flexão à utilização espécimes com dimensões reduzidas (12mm de comprimento) quando comparado ao trabalho citado acima, que optou por espécimes de comprimento maior (25mm), conforme ISO10477. Por outro lado, alguns autores sugerem que a utilização de amostras com dimensões reduzidas, apresentam resultados semelhantes, além da vantagem de necessitar de menor quantidade de material para confecção dos

espécimes, simplificar a técnica de fotoativação (a luz abrange todo o espécime de uma só vez) e exigir menor tempo para sua execução [6, 76, 78].

Quando se trata das fibras de polietileno, foi observado aumento de 55% no valor de resistência à flexão quando utilizada em duas camadas, se comparado ao controle sem adição de fibras, o que está de acordo com outro estudo que encontrou aumento de 56% quando fez uso do mesmo tipo de fibra [49].

Tendo em vista que quando foi feito o uso de uma única camada de fibra, tanto para a fibra de vidro como para a de polietileno, os valores de RF foram semelhantes aos dos espécimes não reforçados, é possível destacar que o efeito de reforço dos compósitos só se pronunciou quando da utilização de duas camadas de fibras. Este resultado apresenta-se parcialmente concordante com um estudo no qual os autores verificaram que o aumento no volume de fibras influenciou positivamente em diversas propriedades mecânicas de compósitos reforçados, como resistência à flexão, módulo de elasticidade e tenacidade à fratura [29]. Ainda com relação ao número de camadas, este estudo está de acordo com um trabalho que verificou que a utilização de duas camadas de fibras apresentaram maiores valores de resistência à flexão quando comparados a uma camada [14].

6.2 Sorção e solubilidade

Este estudo sugeriu, como segunda hipótese, que adicionar uma ou duas camadas de fibras aumentaria a sorção e solubilidade dos compósitos quando imersos em água, pelo fato de existirem interfaces adicionais, quando comparados àqueles em que as fibras não são utilizadas. Porém, os resultados obtidos indicaram que esta hipótese foi rejeitada.

No que se refere ao ensaio de sorção, apesar do fator de variação compósito e a interação tripla compósito x tipo de fibra x número de camadas apresentarem significância estatística ($p < 0,05$), quando realizada análise de variância separadamente para cada compósito (para uso direto ou indireto), não foi observada diferença estatisticamente significativa para nenhum fator de variação (tipo de fibra e número de camadas). Isso indica que quando se trata do compósito para uso direto (Z350 XT<3M ESPE>), não foi notado aumento nos valores de

sorção com a adição das fibras, independentemente do tipo ou número de camadas. Nota-se que o mesmo ocorreu para o compósito para uso indireto (Signum <Heraeus Kulzer>).

Um aspecto importante a ser ressaltado é que o compósito para uso direto apresentou valores superiores de sorção ($33,6 \mu\text{g}/\text{cm}^3$) quando comparado ao de uso indireto ($19,1 \mu\text{g}/\text{cm}^3$). Uma possível explicação para este fato é que o compósito nanoparticulado para uso direto apresenta TEGDMA em sua composição, sendo este o principal produto liberado durante o ensaio de sorção/solubilidade. A perda de componentes da matriz orgânica ou das partículas de carga é consequência da degradação do material e, por meio da alteração de massa, é possível que se obtenha conhecimento do processo de dissolução. Partículas de carga, como sílica ou quartzo, são praticamente inertes à água, porém a alta energia superficial pode facilitar o transporte de água e, conseqüentemente, desencadear a degradação hidrolítica do material [79].

Os resultados de solubilidade demonstraram significância estatística ($p < 0,05$) para os fatores de variação compósito, tipo de fibra e para interação desses dois fatores. Com relação ao fator de variação compósito, os resultados seguem o padrão dos resultados de sorção, ou seja, o compósito para uso direto (Z350 <3M ESPE>) apresentou valores superiores de solubilidade, principalmente quando reforçado com a fibra de vidro (Interlig). Uma característica importante na composição das fibras de vidro pode explicar os resultados encontrados neste estudo. Este tipo de fibra apresenta em sua composição íons alcalinos e trióxido de boro (B_2O_3), os quais estão intimamente ligados à degradação hidrolítica das fibras de vidro, devido ao fato de serem reativos com a água. O mecanismo de degradação hidrolítica se baseia na lixiviação (processo de extração de uma substância presente em componentes sólidos através da sua dissolução num líquido) do B_2O_3 na superfície da fibra, o que desencadeia uma desestruturação da trama da fibra, afrouxamento das ligações químicas e maior sorção de água. Conseqüentemente, ocorre uma diminuição da adesão da fibra à matriz resinosa, que é a principal causa de insucesso da utilização de fibras para reforço de compósitos resinosos.[56].

Com relação aos compósitos reforçados por fibras, alguns trabalhos avaliaram o efeito do acondicionamento das amostras em água na diminuição dos valores de resistência à flexão [17, 61, 72] e concluíram que compósitos com alta concentração de cargas e baixa concentração de monômeros hidrofílicos (como

HEMA) na matriz resinosa apresentaram valores superiores de resistência à flexão. Porém, não existem trabalhos na literatura que tenham avaliado sorção e solubilidade de compósitos reforçados com fibras.

Os trabalhos que avaliaram sorção/solubilidade em compósitos resinosos sem fibras não utilizaram padronização nos tempos de armazenamento, variando entre 24 horas e 180 dias. A ISO 10477 [80] preconiza o período de 7 dias para materiais poliméricos, no entanto, não existe norma para compósitos reforçados por fibras. O tempo de armazenamento utilizado nesse estudo foi de 14 dias, no entanto, a tendência das médias de sorção e solubilidade sugere que se fosse realizada armazenagem por um período maior ou ainda aliado a outros desafios (ciclagem térmica e ou de pH) talvez fosse possível detectar diferenças estatisticamente significantes entre o tipo de fibra utilizada ou até entre o número de camadas.

Outra característica que pode ter influenciado nos resultados obtidos de sorção/solubilidade foi o formato dos espécimes. Este estudo não seguiu a norma ISO 10477, que preconiza 1,0mm de espessura. Em razão da necessidade de maior volume de compósito para incorporação das fibras em seu interior, foram confeccionadas amostras de espessura de 2 mm.

Além disso, a literatura não reporta espécimes na forma de disco quando se avalia compósito reforçado por fibras nos ensaios de sorção/solubilidade de água. Não há menção a qualquer norma para ensaios de compósitos reforçados por fibras e, por isso, outros estudos são necessários nesta área do conhecimento.

6.3 Estabilidade de cor

Com relação a alteração de cor após imersão em água, foi observado que houve significância estatística ($p < 0,05$) somente para o fator tipo de fibra. A fibra de polietileno demonstrou valor de ΔE superior ao da fibra de vidro.

Apesar das resinas compostas serem amplamente utilizadas, em razão de suas propriedades estéticas, é grande a preocupação quanto a possibilidade de pigmentação, devido à frequente ingestão de alimentos e bebidas com moléculas corantes, além de descolorações intrínsecas devido às reações físico-químicas que podem ocorrer na superfície ou interior da restauração [81], bem como em razão da sorção de água e lixiviação de moléculas resinosas.

Pelo fato de existir uma nova interface (fibra x matriz resinosa) ausente no compósito sem reforço de fibras, foi sugerida como hipótese deste trabalho que a degradação hidrolítica da fibra ou da interface após imersão em água geraria alteração de cor nos compósitos reforçados, aspecto este não observado no presente estudo que indicou diferenças estatísticas somente para o fator tipo de fibra.

Diferentes métodos têm sido sugeridos para avaliação da alteração de cor de compósitos resinosos, desde técnicas de análises visuais diretas dos corpos-de-prova, com o auxílio de escalas de cor, assim como análises instrumentais por meio do uso de colorímetros e espectrofotômetros. As análises diretas, por serem subjetivas, apresentam baixa correlação de acerto entre os examinadores, enquanto que as instrumentais tendem a indicar resultados mais reprodutíveis [82]. Os colorímetros são dependentes do tipo de iluminante e podem ser influenciados pelo fundo padrão utilizado para a leitura (preto ou branco) [83]. Já os espectrofotômetros, por utilizarem uma câmara escura e condições de iluminação padronizadas, apresentam maior índice de repetição de valores de medida, além de poderem ser utilizados diferentes sistemas de mensuração das alterações de cor, como o sistema de Munsell, o CIE-Lab, o CIEDE 2000, ou ainda o DIN 99 [83, 84]. Muitos trabalhos relacionados à compósitos resinosos utilizam o sistema CIE-Lab para avaliação de alteração de cor [75, 85-89] e por este motivo, foi o sistema escolhido para este estudo.

No sistema de cores CIE-Lab, a alteração de cor é avaliada pelo ΔE que representa a distância, em linha reta, da posição determinada pelos pontos cartesianos, tomando como referência as coordenadas L^* , a^* e b^* na esfera de cores do sistema. Sendo os valores de ΔE números naturais, há uma tendência de se representar uma escala de valores com o intuito de estabelecer uma relação entre o valor do ΔE e a capacidade de o olho humano de detectar tal diferença de cor. Embora existam divergências entre autores sobre qual seria o valor numérico do ΔE que determinaria uma diferença na percepção de cor tornando uma restauração clinicamente inaceitável, valores de ΔE a partir de 3,3 começam a ser considerados inaceitáveis por 50% dos observadores e valores de ΔE acima de 3,8 são considerados inaceitáveis por todos os observadores [90, 91].

No presente estudo não foram encontrados valores de ΔE superiores a 1,7, indicando que a alteração de cor ocorrida após imersão em água dos espécime reforçados não apresenta relevância clínica, pois é pouco perceptível ao olho humano. Deve-se levar em consideração o fato de não ter sido utilizada nenhuma solução corante, o que provavelmente levaria a maior alteração de cor e consequentemente maiores valores de ΔE .

Vale ressaltar que outros trabalhos, *in vitro* e *in vivo*, são necessários para melhor avaliação da análise de alteração de cor de compósitos reforçados, tendo em vista que não existem trabalhos na literatura que abordam este tema.

7 CONCLUSÕES

Considerando as limitações deste estudo, pode-se concluir que:

- O efeito de reforço na resistência à flexão com a adição de fibras só foi observado quando adicionadas em duas camadas;
- O tratamento térmico à 170°C por 10 minutos não produziu aumento na resistência à flexão dos compósitos diretos reforçados e reduziu esta propriedade nos compósitos indiretos reforçados com duas camadas de fibras se comparada ao compósito indireto reforçado por duas camadas sem tratamento térmico;
- A sorção dos compósitos imersos em água por 14 dias não foram afetadas pela adição de fibras;
- A solubilidade aumentou para o compósito direto reforçado com fibra de vidro e, para o compósito indireto apresentou redução com a adição de fibra de vidro ou polietileno.
- A alteração de cor (ΔE) após a imersão em água foi influenciada pelo tipo de fibra de reforço (polietileno ou vidro). No entanto, para ambas apresentou valores médios de ΔE de pouca relevância clínica.

REFERÊNCIAS¹

1. Terry DA, Touati B. Clinical considerations for aesthetic laboratory-fabricated inlay/onlay restorations: a review. *Pract Proced Aesthet Dent*. 2001;13(1):51-8; quiz 60.
2. Cesar PF, Miranda WG, Jr., Braga RR. Influence of shade and storage time on the flexural strength, flexural modulus, and hardness of composites used for indirect restorations. *J Prost Dent*. 2001;86(3):289-96.
3. Loza-Herrero MA, Rueggeberg FA, Caughman WF, Schuster GS, Lefebvre CA, Gardner FM. Effect of heating delay on conversion and strength of a post-cured resin composite. *J Dent Res*. 1998;77(2):426-31.
4. Peutzfeldt A, Asmussen E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. *J Dent*. 2000;28(6):447-52.
5. Mante F, Saleh N, Mante M. Softening patterns of post-cure heat-treated dental composites. *Dent Mater*. 1993;9(5):325-31.
6. Miyazaki C. Caracterização térmica, grau de conversão, resistência à flexão e dureza de compósitos comerciais tratados termicamente [tese]: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2011.
7. Ferracane JL, Condon JR. Post-cure heat treatments for composites: properties and fractography. *Dent Mater*. 1992;8(5):290-5.
8. de Gee AJ, Pallav P, Werner A, Davidson CL. Annealing as a mechanism of increasing wear resistance of composites. *Dent Mater*. 1990;6(4):266-70.
9. Chung K, Lin T, Wang F. Flexural strength of a provisional resin material with fibre addition. *J Oral Rehabil*. 1998;25(3):214-7.
10. Freilich MA, Karmaker AC, Burstone CJ, Goldberg AJ. Development and clinical applications of a light-polymerized fiber-reinforced composite. *J Prost Dent*. 1998;80(3):311-8.

- 11.Garoushi S, Vallittu P. Fiber-reinforced composites in fixed partial dentures. *Libyan J Med*. 2006;1(1):73-82.
- 12.Cacciafesta V, Sfondrini MF, Lena A, Scribante A, Vallittu PK, Lassila LV. Flexural strengths of fiber-reinforced composites polymerized with conventional light-curing and additional postcuring. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*. 2007;132(4):524-7.
- 13.da Silva LH, de Castro HL, Tango RN, de Arruda Paes Junior TJ, Kimpara ET. Evaluation of flexural resistance of a denture base acrylic resin reinforced with glass fiber and with composite resin. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2010;18(3):107-10.
- 14.Gaspar Junior Ade A, Lopes MW, Gaspar Gda S, Braz R. Comparative study of flexural strength and elasticity modulus in two types of direct fiber-reinforced systems. *Braz Oral Res*. 2009;23(3):236-40.
- 15.Nambu T, Watanabe C, Tani Y. Influence of water on the transverse strength of posterior composite resins. *Dental Mater J*. 1991;10(2):138-48.
- 16.Reinhardt JW, Boyer DB, Stephens NH. Effects of secondary curing on indirect posterior composite resins. *Oper Dent*. 1994;19(6):217-20.
- 17.Lassila LV, Nohrstrom T, Vallittu PK. The influence of short-term water storage on the flexural properties of unidirectional glass fiber-reinforced composites. *Biomaterials*. 2002;23(10):2221-9.
- 18.Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi E. Dynamic thermomechanical properties and sorption characteristics of two commercial light cured dental resin composites. *Dent Mater*. 2008;24(6):737-43.
- 19.Eldiwany M, Friedl KH, Powers JM. Color stability of light-cured and post-cured composites. *Am J Dent*. 1995;8(4):179-81.
- 20.Yap AU, Sim CP, Loganathan V. Polymerization color changes of esthetic restoratives. *Oper Dent*. 1999;24(5):306-11.
- 21.Cesar P. Propriedades ópticas de cerâmicas odontológicas após múltiplos ciclos de sinterização [tese]: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia, 2010.

- 22.Wendt SL, Jr. The effect of heat used as a secondary cure upon the physical properties of three composite resins. I. Diametral tensile strength, compressive strength, and marginal dimensional stability. *Quintessence Int.* 1987;18(4):265-71.
- 23.Santada I. Estudo da influência do tratamento por calor em propriedades mecânicas de resinas compostas. [tese]: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia, 2005.
- 24.Gomes M. Tratamento térmico pré e pós-cura de diferentes compósitos: análise térmica, resistência à flexão e grau de conversão. [dissertação]: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia, 2008.
- 25.Uctasli MB, Arisu HD, Lasilla LV, Valittu PK. Effect of preheating on the mechanical properties of resin composites. *Eur J Dent.* 2008;2(4):263-8.
- 26.Meric G, Ruyter IE. Influence of thermal cycling on flexural properties of composites reinforced with unidirectional silica-glass fibers. *Dent Mater.* 2008;24(8):1050-7.
- 27.Xie Q, Lassila LV, Vallittu PK. Comparison of load-bearing capacity of direct resin-bonded fiber-reinforced composite FPDs with four framework designs. *J Dent.* 2007;35(7):578-82.
- 28.Waki T, Nakamura T, Kinuta S, Wakabayashi K, Yatani H. Fracture resistance of inlay-retained fixed partial dentures reinforced with fiber-reinforced composite. *Dent mater J.* 2006;25(1):1-6.
- 29.Abdulmajeed AA, Narhi TO, Vallittu PK, Lassila LV. The effect of high fiber fraction on some mechanical properties of unidirectional glass fiber-reinforced composite. *Dent Mater.* 2011;27(4):313-21.
- 30.Craig RG PJ. Materiais dentários restauradores. ed., editor. São Paulo; 2004.
- 31.Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997;105(2):97-116.
- 32.Ferracane JL. Current trends in dental composites. *Crit Rev Oral Biol Med.* 1995;6(4):302-18.

- 33.Full CA, Hollander WR. The composite resin restoration: a literature review, Part III. What the future holds. *ASDC J Dent Child*. 1993;60(1):57-9.
- 34.Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2002;23(8):1819-29.
- 35.Puckett AD, Fitchie JG, Kirk PC, Gamblin J. Direct composite restorative materials. *Dent Clin North Am*. 2007;51(3):659-75, vii.
- 36.Bottino M. *Estética em reabilitação oral metal free*. São Paulo: Artes Médicas; 2002.
- 37.Garcia LFR CS, Churata RLM, Panzeri F. Resinas indiretas - evolução histórica. *Clin Pesq Odontol*. 2006;2(5/6):407-11.
- 38.Touati B. The evolution of aesthetic restorative materials for inlays and onlays: a review. *Pract Periodontics Aesthet Dent*. 1996;8(7):657-66; quiz 68.
- 39.Ruyter IE. Types of resin-based inlay materials and their properties. *Int Dent J*. 1992;42(3):139-44.
- 40.Touati B, Aidan N. Second generation laboratory composite resins for indirect restorations. *J Esthet Dent*. 1997;9(3):108-18.
- 41.Akbar JH, Petrie CS, Walker MP, Williams K, Eick JD. Marginal adaptation of Cerec 3 CAD/CAM composite crowns using two different finish line preparation designs. *J Prosthodont*. 2006;15(3):155-63.
- 42.Giordano R, 2nd. Fiber reinforced composite resin systems. *Gen dentistry*. 2000;48(3):244-9.
- 43.Goldberg AJ, Burstone CJ. The use of continuous fiber reinforcement in dentistry. *Dent Mater*. 1992;8(3):197-202.
- 44.Felippe LA BL, Monteiro Júnior S, Andrada MAC, Vieira LCC. Fibras de reforço para uso odontológico - fundamentos básicos e aplicações clínicas. *Rev Assoc Paul Cir Dent*. 2001;55:245 - 50.

45. Altieri JV, Burstone CJ, Goldberg AJ, Patel AP. Longitudinal clinical evaluation of fiber-reinforced composite fixed partial dentures: a pilot study. *J Prost Dent*. 1994;71(1):16-22.
46. Goehring TN, Peters OA, Lutz F. Marginal adaptation of inlay-retained adhesive fixed partial dentures after mechanical and thermal stress: an in vitro study. *J Prost Dent*. 2001;86(1):81-92.
47. Dyer SR, Lassila LV, Jokinen M, Vallittu PK. Effect of cross-sectional design on the modulus of elasticity and toughness of fiber-reinforced composite materials. *J Prost Dent*. 2005;94(3):219-26.
48. Suzuki S, Saimi Y, Ono T. Evaluation of a new fiber-reinforced resin composite. *Journal of biomedical materials research Part B, Applied biomaterials*. 2006;76(1):184-9.
49. Bae JM, Kim KN, Hattori M, Hasegawa K, Yoshinari M, Kawada E, et al. The flexural properties of fiber-reinforced composite with light-polymerized polymer matrix. *Int J Prost*. 2001;14(1):33-9.
50. Ballo A, Vallittu P. Alternative fabrication method for chairside fiber-reinforced composite resin provisional fixed partial dentures. *Int J Prost*. 2011;24(5):453-6.
51. Fennis WM, Ray NJ, Creugers NH, Kreulen CM. Microhardness of resin composite materials light-cured through fiber reinforced composite. *Dent Mater*. 2009;25(8):947-51.
52. Gibson RF. Principles of composite material mechanics. Singapura; 1994.
53. Chawla KK. Composite materials science and engineering. Alemanha; 1987.
54. Vallittu PK. Ultra-high-modulus polyethylene ribbon as reinforcement for denture polymethyl methacrylate: a short communication. *Dent Mater*. 1997;13(6):381-2.
55. Takahashi Y, Chai J, Tan SC. Effect of water storage on the impact strength of three glass fiber-reinforced composites. *Dent Mater*. 2006;22(3):291-7.

56. Vallittu PK, Ruyter IE, Ekstrand K. Effect of water storage on the flexural properties of E-glass and silica fiber acrylic resin composite. *Int J Prost.* 1998;11(4):340-50.
57. Mosharraf R, Hashemi Z, Torkan S. In vitro study of transverse strength of fiber reinforced composites. *J Dent (Tehran).* 2011;8(3):101-6.
58. Malquarti G, Berruet RG, Bois D. Prosthetic use of carbon fiber-reinforced epoxy resin for esthetic crowns and fixed partial dentures. *J Prost Dent.* 1990;63(3):251-7.
59. Ellakwa AE, Shortall AC, Shehata MK, Marquis PM. The influence of fibre placement and position on the efficiency of reinforcement of fibre reinforced composite bridgework. *J Oral Rehabil.* 2001;28(8):785-91.
60. Hamza TA, Rosenstiel SF, Elhosary MM, Ibraheem RM. The effect of fiber reinforcement on the fracture toughness and flexural strength of provisional restorative resins. *J Prost Dent.* 2004;91(3):258-64.
61. Gohring TN, Gallo L, Luthy H. Effect of water storage, thermocycling, the incorporation and site of placement of glass-fibers on the flexural strength of veneering composite. *Dent Mater.* 2005;21(8):761-72.
62. Miyazaki CL, Medeiros IS, Matos JD, Rodrigues LE. Thermal characterization of dental composites by TG/DTG and DSC. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry.* 2010;102(1):361-7.
63. Miyazaki CL, Medeiros IS, Santana IL, Matos Jdo R, Rodrigues Filho LE. Heat treatment of a direct composite resin: influence on flexural strength. *Braz Oral Res.* 2009;23(3):241-7.
64. Santana IL, Lodovici E, Matos JR, Medeiros IS, Miyazaki CL, Rodrigues-Filho LE. Effect of experimental heat treatment on mechanical properties of resin composites. *Braz Dent J.* 2009;20(3):205-10.
65. Shah MB, Ferracane JL, Kruzic JJ. R-curve behavior and toughening mechanisms of resin-based dental composites: effects of hydration and post-cure heat treatment. *Dent Mater.* 2009;25(6):760-70.

66.Silva BMH. Efeito do tratamento térmico sobre a sorção e solubilidade, tenacidade à fratura e grau de conversão de compósitos restauradores diretos. [tese]: Universidade de São Paulo; Faculdade de Odontologia, 2010.

67.Carlos NB, Harrison A. The effect of untreated UHMWPE beads on some properties of acrylic resin denture base material. J Dent. 1997;25(1):59-64.

68.Kamble VD, Parkhedkar RD, Mowade TK. The effect of different fiber reinforcements on flexural strength of provisional restorative resins: an in-vitro study. J Adv Prostodont. 2012;4(1):1-6.

69.Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. Dent Mater. 2006;22(10):973-80.

70.Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. Dent Mater. 2006;22(3):211-22.

71.Berger SB, Palialol AR, Cavalli V, Giannini M. Characterization of water sorption, solubility and filler particles of light-cured composite resins. Braz Dent J. 2009;20(4):314-8.

72.Vallittu PK. Effect of 180-week water storage on the flexural properties of E-glass and silica fiber acrylic resin composite. Int J Prost. 2000;13(4):334-9.

73.Kim SH, Watts DC. Effect of glass-fiber reinforcement and water storage on fracture toughness (KIC) of polymer-based provisional crown and FPD materials. Int J Prost. 2004;17(3):318-22.

74.Ardu S, Gutemberg D, Krejci I, Feilzer AJ, Di Bella E, Dietschi D. Influence of water sorption on resin composite color and color variation amongst various composite brands with identical shade code: an in vitro evaluation. J Dent. 2011;39 Suppl 1:e37-44.

75.Nasim I, Neelakantan P, Sujeer R, Subbarao CV. Color stability of microfilled, microhybrid and nanocomposite resins--an in vitro study. J Dent. 2010;38 Suppl 2:e137-42.

76.Yap AU, Teoh SH. Comparison of flexural properties of composite restoratives using the ISO and mini-flexural tests. J Oral Rehabil. 2003;30(2):171-7.

- 77.Waki T, Nakamura T, Wakabayashi K, Mutobe Y, Yatani H. Adhesive strength between fiber-reinforced composites and veneering composites and fracture load of combinations of these materials. *Int J Prost.* 2004;17(3):364-8.
- 78.Muench A, Correa IC, Grande RH, Joao M. The effect of specimen dimensions on the flexural strength of a composite resin. *J Apl Oral Sci : revista FOB.* 2005;13(3):265-8.
- 79.Musanje L, Darvell BW. Aspects of water sorption from the air, water and artificial saliva in resin composite restorative materials. *Dent Mater.* 2003;19(5):414-22.
- 80.Standard I. ISO 10477. Dentistry — Polymer-based crown and bridge materials. Switzerland; 2004.
- 81.Stober T, Gilde H, Lenz P. Color stability of highly filled composite resin materials for facings. *Dent Mater.* 2001;17(1):87-94.
- 82.Okubo SR, Kanawati A, Richards MW, Childress S. Evaluation of visual and instrument shade matching. *J Prost Dent.* 1998;80(6):642-8.
- 83.Park JH, Lee YK, Lim BS. Influence of illuminants on the color distribution of shade guides. *J Prost Dent.* 2006;96(6):402-11.
- 84.Lee YK. Comparison of CIELAB DeltaE(*) and CIEDE2000 color-differences after polymerization and thermocycling of resin composites. *Dent Mater.* 2005;21(7):678-82.
- 85.Ertas E, Guler AU, Yucel AC, Koprulu H, Guler E. Color stability of resin composites after immersion in different drinks. *Dent Mater J.* 2006;25(2):371-6.
- 86.Janda R, Roulet JF, Kaminsky M, Steffin G, Latta M. Color stability of resin matrix restorative materials as a function of the method of light activation. *Eur J Oral Sci.* 2004;112(3):280-5.
- 87.Janda R, Roulet JF, Latta M, Steffin G, Ruttermann S. Color stability of resin-based filling materials after aging when cured with plasma or halogen light. *Eur J Oral Sci.* 2005;113(3):251-7.

88.Park JK, Kim TH, Ko CC, Garcia-Godoy F, Kim HI, Kwon YH. Effect of staining solutions on discoloration of resin nanocomposites. *Am J Dent*. 2010;23(1):39-42.

89.Yazici AR, Celik C, Dayangac B, Ozgunaltay G. The effect of curing units and staining solutions on the color stability of resin composites. *Oper Dent*. 2007;32(6):616-22.

90.Lee YK, Powers JM. Discoloration of dental resin composites after immersion in a series of organic and chemical solutions. *Journal of biomedical materials research Part B, Applied biomaterials*. 2005;73(2):361-7.

91.Ruyter IE, Nilner K, Moller B. Color stability of dental composite resin materials for crown and bridge veneers. *Dent Mater*. 1987;3(5):246-51.

Apêndice A – Tabela descritiva dos valores de resistência à flexão da compósito para uso direto (Z350 XT<3M ESPE>). Letras iguais indicam resultados estatisticamente semelhantes.

Fibra	Nº de camadas	Tratamento térmico	Médias (MPa)	Mínimo	Máximo
Vidro	2	Não	167,7±18,1 ^a	143,7	197,4
		Sim	163,2±25,3 ^a	114	193,7
Polietileno	2	Não	128,8±10,9 ^b	97,82	125,5
		Sim	123,5±12,7 ^b	87,52	132,4
Polietileno	1	Sim	115,7±14,9 ^{bc}	97,33	145,9
Vidro	1	Sim	112,7±12,8 ^{bc}	101,99	147,1
		Não	110,1±11,8 ^{bc}	79,19	114,7
Sem fibras		Sim	99,2±16,1 ^c	92,91	139,5
		Não	98,4±9,5 ^c	81,39	116,7
Polietileno	1	Não	95,3±10,2 ^c	86,05	118,2

Apêndice B – Médias e desvios padrão de resistência à flexão do compósito para uso indireto (Signum <Heraeus Kulzer>), com intervalo de confiança de 95%. Letras iguais indicam resultados estatisticamente semelhantes.

Fibra	Nº de camadas	Médias (MPa)
Vidro	2	187,8±33,9 ^a
Polietileno	2	123,8±37,7 ^b
Vidro	1	96,1±14,0 ^c
Sem fibras		81,4±13,9 ^{cd}
Polietileno	1	78,8±16,7 ^d

Apêndice C – Médias e desvios padrão de resistência à flexão (MPa) para tratamento térmico no compósito para uso direto (Z350 XT <3M ESPE>).

Tratamento térmico	Médias (MPa)
Não	127,2±52,4 ^a
Sim	100,0±38,4 ^b

Apêndice D - Gráfico representativo das médias e desvios padrão de sorção de água ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$) dos grupos experimentais avaliados.

Apêndice E - Gráfico representativo das médias e desvios padrão de solubilidade ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$) dos grupos experimentais avaliados.

Apêndice F – Tabela descritiva dos valores das médias e desvios padrão ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$) de solubilidade

Compósito	Controle	Fibra			
		Vidro		Polietileno	
		1 camada	2 camadas	1 camada	2 camadas
Para uso Direto	6,8 $\pm$ 2,2	17,9 $\pm$ 4,6	20,4 $\pm$ 6,7	9,7 $\pm$ 5,5	6,4 $\pm$ 3,7
Para uso indireto	2,8 $\pm$ 1,0	0,8 $\pm$ 1,2	1,1 $\pm$ 1,4	0,9 $\pm$ 1,4	1,1 $\pm$ 0,9

Apêndice G – Tabela descritiva das médias e desvios padrão de ΔE .

Compósito	Fibra			
	Vidro		Polietileno	
	1	2	1	2
Para uso direto	0,7 $\pm$ 0,2	1,2 $\pm$ 0,2	1,6 $\pm$ 0,2	1,7 $\pm$ 0,4
Para uso indireto	1,3 $\pm$ 0,3	1,0 $\pm$ 0,5	1,1 $\pm$ 0,4	1,6 $\pm$ 0,78

Apêndice H – Gráfico representativo dos resultados de ΔE e desvios padrão dos grupos experimentais avaliados para análise de estabilidade de cor.