Universidade de São Paulo
Instituto de Física de São Carlos

JEISON TALLIS TRIBIOLI

**Desenvolvimento e avaliação de resina composta
odontológica com esmalte bovino como partícula de
carga**

São Carlos – S.P.

2011

JEISON TALLIS TRIBIOLI

Desenvolvimento e avaliação de resina composta odontológica com esmalte bovino como partícula de carga.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Física do Instituto de Física de São Carlos da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de concentração: Física Aplicada

Orientadora: Profa. Dra. Cristina Kurachi

Versão Corrigida

São Carlos – S.P.

2011

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.

Ficha catalográfica elaborada pelo Serviço de Biblioteca e Informação IFSC/USP

Tribioli, Jeison Tallis

Desenvolvimento e avaliação de resina composta odontológica com esmalte bovino como partícula de carga./ Jeison Tallis Tribioli; orientadora Cristina Kurachi -- versão corrigida--São Carlos, 2011.

76 p.

Dissertação (Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Física - Área de concentração: Física Aplicada – Instituto de Física de São Carlos da Universidade de São Paulo.

1. Resina Experimental. 2. Fotopolimerização. 3. Esmalte Bovino.
I. Título.

AGRADECIMENTOS

A Deus pela misericórdia e graça para com a minha vida

Aos meus amados pais, Sr. Orivaldo e Sra. Maria Teresa pelo apoio e incentivo que nunca faltaram nesses anos.

A Profa. Cristina Kurachi e Prof Vanderlei Salvador Bagnato pelo apoio, confiança e sábias instruções.

Ao meu irmão Jonata juntamente com todos meus familiares que me apoiaram.

Ao senhor Otacilo Marques e Amabile Bianchini Tribioli in memoriam, foram avós que sempre incentivaram seus netos a estudar.

A minha noiva Renata pela paciência e compreensão durante este tempo.

Alessandra Rastelli e Denis Jacomassi companheiros de resinas composta, obrigado pelos ensinamentos e proveitosas discussões.

Ao Sebastião e Paulinha que no começo deste trabalho proporcionaram momentos agradáveis, ou seja, muitas risadas.

Lilian Moriyama, Natália Inada, Carla Fontana, Juçaíra Giusti, Vitória Maciel, Fernanda, Paula, Larissa, Hilde, Cintia. Aos meus amigos figuras, Clóvis Grecco, Emery Lins, José Dirceu, Gustavo Sabino, Gustavo Nicolodeli, Mardoqueu, Boto (Everton), Ruy, Leandro Minatel, pelo apoio que sempre me deram e por serem sempre companhias tão agradáveis em tantos momentos.

A todos os funcionários do IFSC-USP, em especial aos que fazem parte do Grupo de Óptica, pela dedicação, carinho e respeito.

Ao Professor Emerito Milton Ferreira de Souza meus sinceros agradecimentos

A Profa. Dra Dulcina Ferreira pelas dicas de moagem das partículas e possibilitar o uso do moinho vibratório, Prof. Dr. Victor e ao Zé por possibilitar a utilização da máquina de ensaios mecânicos

A FAPESP pelo apoio financeiro

Resumo

TRIBIOLI, J. T. **Desenvolvimento e avaliação de resina composta odontológica com esmalte bovino como partícula de carga.** 2011.76p. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos 2011.

A utilização de resinas compostas para restaurações em dentes anteriores e posteriores é bastante frequente na odontologia atual, pois suas propriedades mecânicas e estéticas são compatíveis a estrutura dental. O objetivo deste trabalho foi confeccionar e caracterizar uma resina composta para uso odontológico utilizando esmalte bovino como carga de reforço. Para confeccionar a resina composta a mesma matriz orgânica comumente utilizada nas resinas comerciais foi empregada. A carga de reforço foi obtida através da moagem de fragmentos de esmalte bovino, e posteriormente submetida a um tratamento superficial para que tornasse possível a união das partículas com a matriz orgânica. Foram confeccionadas resinas compostas nas concentrações de 60, 70 e 85% em peso de carga. Para fotopolimerização um dispositivo a base de LED com banda de emissão centrada em 470 nm com intensidade de 1000 mW/cm^2 foi usado. Duas resinas comerciais Filtek Z-250 e Supreme XT (3M ESPE) ambas na cor A2 foram empregadas para comparação. A caracterização das resinas experimentais e comerciais foi realizada através de ensaios de compressão axial e diametral, grau de conversão, teste de dureza Vickers e fluorescência. No teste de fluorescência realizado em dentes humanos, a resina experimental com 85% de partícula de carga em peso apresentou valores de intensidade de fluorescência em escala de cinza ao redor de 34 (unid. arb.) sendo mais semelhante ao dente (41 unid. arb.) quando comparada com as resinas comerciais que obtiveram valores ao redor de 17 (unid. arb.). Baseado nos testes realizados, a resina experimental apresenta propriedades promissoras para utilização em restaurações.

Palavras Chave: Resina Experimental. Fotopolimerização. Esmalte Bovino.

ABSTRACT

TRIBIOLI, J. T. **Development and evaluation of a dental composite resin using bovine enamel as reinforcing filler.** 2011. 76p. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos 2011.

The use of composite resins for restorative procedure at anterior and posterior cavities is highly common in the modern Dentistry because its mechanical and aesthetic properties are compatible with the remanescant dental structure. The aim of this study was the manipulation and characterization of a dental composite resin using bovine enamel as reinforcing filler. The same organic matrix of the commercially available resins was used for this experimental resin. The reinforcing filler was obtained after the gridding of bovine enamel fragments and a superficial treatment was performed to allow the adhesion of the filler particles with the organic matrix. The experimental resin was manipulated at the weight filler concentrations of 60%, 70%, and 85%. A LED-based light source with 1000 mW/cm^2 centered at 470 nm was used for photopolymerization. Two commercial resins, Filtek Z-250 and Supreme XT at A2 shade, were used for comparison. The resin characterization was performed with tensile strength and diametral tensile strength tests, conversion degree, Vickers hardness, and fluorescence. In the fluorescent test performed at human teeth, the experimental resin with 85% particle weight showed fluorescence intensity values at gray scale, around 34 (arbitrary units), being more similar to the tooth (41 arb. units) when compared with commercial resins (17 arb. units). Based on the investigated tests, the present experimental resin shows promising properties to its use on dental restorations.

Keywords: Experimental Resin. Photopolymerization. Bovine Enamel.

Lista de Figuras

Figura 1 -	Esquema de classificação de materiais compósitos (23)	22
Figura 2 -	Estrutura química do monômero Bis-GMA	24
Figura 3 -	BisEMA – 2,2-Bis[4-(2-metacrilóiloietoxi)-fenil]propano	25
Figura 4 -	Estrutura UDMA	25
Figura 5 -	TEGDMA – Trietilenoglicol dimetacrilato	26
Figura 6 -	Silano γ -metacriloxipropiltrimetoxi	26
Figura 7 -	Reação de união do agente de união com a matriz orgânica	29
Figura 8 -	a) Resina composta antes da fotopolimerização b) resina composta fotopolimerizada	41
Figura 9 -	Ilustração da identificação nos corpos-de-prova	43
Figura 10 -	a) ensaio de compressão axial, b) ensaio de compressão diametral	44
Figura 11 -	Sistema de aquisição de imagem	46
Figura 12 -	Distribuição de partículas de esmalte bovino triturado por doze horas no moinho vibratório	47
Figura 13 -	Distribuição do diâmetro de partículas de esmalte trituradas no moinho de bola	48
Figura 14 -	Resina experimental 60%-(A), 70%-(B) e 85%-(C) concentrações de carga. Resinas comerciais Supreme XT-(D) e Z-250-(E). Aumento de 5000 para as cinco imagens as resinas	49
Figura 15 -	Intensidade de absorção das partículas de esmalte sem γ -MPS e γ -MPS	50

Figura 16 - Grau de conversão das resinas compostas comerciais e experimentais	50
Figura 17 - Espectro de absorção da resina experimental	51
Figura 18 - Grau de conversão das resinas compostas comerciais e experimentais	52
Figura 19 - Teste de microdureza nas resinas compostas	53
Figura 20 - Ensaio de compressão axial nas diferentes resinas compostas.	55
Figura 21 - Ensaio de compressão diametral nas diferentes resinas compostas	58
Figura 22 - a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina experimental 60% carga em peso	59
Figura 23 - a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina experimental 70% carga em peso	59
Figura 24 - a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina experimental 85% carga em peso	60
Figura 25 - a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina experimental do dente humano	60
Figura 26 - a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina comercial Supreme XT	60
Figura 27 - a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina comercial Z-250	61
Figura 28 - Intensidade de fluorescência em escala de cinza das resinas experimentais, comerciais e dente humano	61

Lista de Tabelas

Tabela 1 -	Características para seleção para aplicação de um biomaterial (17) (alterado).	20
Tabela 2 -	Classificação dos compósitos de acordo com o tamanho médio das partículas	27
Tabela 3 -	Composição da matriz orgânica da resina	39
Tabela 4 -	Composição da resina composta	40
Tabela 5 -	Grau de conversão das diferentes quantidades de carga	52
Tabela 6 -	Valores médios de compressão axial	55
Tabela 7 -	Compressão diametral	57
Tabela 8 -	Ensaio mecânicos e intensidade de fluorescência	62

Lista de Abreviaturas ou Siglas

BisGMA - bisfenol A-glicidil metacrilato

UDMA - uretanodimetacrilato

TEGDMA – trietilenoglicoldimetacrilato

LED – Light Emission Diode

ADA – American Dental Association

HV – Hardness Vickers

mW – (mili)Watts

µm – micrometros

nm - nanometros

Sumário

1	Introdução	15
2	Revisão bibliográfica	19
2.1	Biomateriais	19
2.2	Materiais Compósitos	21
2.3	Resina composta	23
2.3.1	Matriz Orgânica	24
2.3.2	Partículas de Carga	26
2.3.3	Agente de União	28
2.3.4	Sistema Iniciador	30
2.4	Polimerização em cadeia	31
2.4.1	Cinética de polimerização	32
3	Objetivo	35
4	Materiais e Métodos	36
4.1	Obtenção das partículas de carga	36
4.2	Caracterização das partículas de carga	37
4.3	Tratamento superficial	37
4.4	Matriz de orgânica e fotoiniciador	38
4.5	Preparação da resina experimental	39
4.6	Grau de Conversão	41
4.7	Teste de Dureza	42
4.8	Compressão axial e compressão diametral	44

4.9	Fluorescência	45
5	Resultados e Discussões.....	47
5.1	Verificação do diâmetro das partículas de esmalte bovino.....	47
5.2	Avaliação do tratamento superficial.....	49
5.3	Avaliação do Grau de Conversão.....	51
5.4	Avaliação do teste de dureza	53
5.5	Teste de compressão axial e compressão diametral	55
5.6	Avaliação da fluorescência.....	59
6	Conclusão	63
7	Trabalhos futuros	64
	Referências	65
	Apêndice – Pedido de Patente.....	72
	ANEXO – Comitê de Ética	76

1 Introdução

O desenvolvimento das resinas compostas utilizadas como material restaurador estético, tanto em dentes anteriores como posteriores, é um dos maiores avanços da odontologia estética(1).

Desde a introdução do sistema de monômero de Bis-GMA (bisfenol A-glicidil metacrilato) no início da década de 60 por Bowen(2), as resinas compostas vêm sofrendo diversas mudanças em sua composição, bem como no sistema de ativação da reação de polimerização, sempre com o intuito de melhorar suas propriedades físicas, químicas e mecânicas, aumentando a longevidade das restaurações(3,4). A adição de partículas de quartzo silanizadas ao Bis-GMA diminuiu radicalmente a contração de polimerização, expansão térmica e adsorção de água, ao mesmo tempo em que aumentou o módulo de elasticidade e dureza superficial(5). No entanto, o desenvolvimento das resinas comerciais sido realizado basicamente na matriz orgânica, pouco interesse nas partículas de reforço, com exceção do tamanho das partículas.

Atualmente, no mercado de resinas compostas odontológicas existem diversos tipos disponíveis: híbridas, microhíbridas, micropartículas e mais recentemente as de nanopartículas. A composição desses materiais é basicamente de uma matriz orgânica, partículas inorgânicas, agente de união (silano), sistema fotoiniciador, inibidores e pigmentos corantes(6).

O sistema de ativação mais empregado em resinas compostas comerciais é a canforoquinona, o composto químico denominado fotoiniciador, associado a uma amina terciária, o co-iniciador que funciona como doador de elétrons. A concentração desses componentes pode variar de acordo com a necessidade de otimizar o processo de cura (7).

A fonte de luz atualmente mais empregada para ativação da canforoquinona é a base de LEDs, com emissão espectral estreita coincidindo com uma região da banda de absorção do fotoiniciador. Na literatura podem ser encontrados diversos estudos com sistemas de fotopolimerização a base de LEDs, tais trabalhos foram realizados para verificar a influência da fotopolimerização nas propriedades dos materiais compósitos dentários(8,9).

A principal diferença encontrada nas resinas comerciais atuais é na porcentagem de matriz orgânica e partícula de carga. Uma maior quantidade de matriz orgânica está associada à melhor qualidade estética, mas com inferiores propriedades físicas e mecânicas, como maior contração de polimerização e menor dureza. O tamanho da partícula de carga tem principal influência sobre as propriedades mecânicas, as resinas que apresentam partículas de carga com maiores diâmetros, apresentam melhores propriedades mecânicas. Atualmente, a maioria das resinas compostas comerciais apresenta uma diversificação nos tamanhos de partículas de carga, buscando balancear as propriedades mecânicas e qualidade estética do material.

A maioria dos materiais compósitos, empregados na odontologia, utiliza monômeros que são substâncias aromáticas ou diacrilatos alifáticos. O Bis-GMA, o trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA) e o uretanodimetacrilato (UDMA), são os dimetacrilatos mais comuns empregados nos compósitos dentários(10).

A incorporação da carga à matriz resinosa melhora consideravelmente as suas propriedades, porém isso só ocorre quando as cargas estiverem bem aderidas. Para que essa adesão principal ocorra com eficácia é necessário utilização do agente de união ou silano.

O aumento da fração de partículas na resina composta melhora algumas propriedades como: resistência a compressão, resistência a tração, módulo de elasticidade e principalmente a resistência a abrasão. Além disso, o aumento da fração de partículas também propicia menor contração de polimerização, uma vez que, a contração de polimerização depende somente da porção orgânica do material(3).

As partículas de carga mais comumente utilizadas em resinas compostas dentárias são quartzo, zircônia, sílica. O tamanho das partículas pode variar de 0,04 a 100 μm . O diâmetro da partícula vai depender do processo utilizado para obtenção da mesma. O processo por moagem resulta em partículas com tamanho de grão variando entre 0,1 a 100 μm . Já para obtenção de partículas com granulação menor que 0,1 μm , o processo pirolítico ou por precipitação é utilizado, sendo muito comum para obtenção de partículas de sílica chegando ao tamanho médio de 0,04 μm (11,12).

A utilização de diferentes distribuições de tamanho médio das partículas de carga é muito comum, pois utilizando um único tamanho de partículas, mesmo que

compactadas, interstícios entre partículas são observados, portanto a utilização de partículas com tamanho médio menor se faz necessário para que esses espaços sejam preenchidos. Fatores como grau volumétrico dessas cargas, seu tamanho, distribuição por tamanho, radiopacidade e sua dureza, influenciam na aplicação clínica(11).

Além das propriedades físico-químicas serem semelhantes à estrutura dental, atualmente existe a necessidade dos materiais restauradores apresentarem semelhanças ópticas aos tecidos dentais no intuito de melhorar o quesito estético. Os componentes utilizados para melhorar as propriedades ópticas como, fluorescência e opalescência são terras raras, tais como: európio, cério, itérbio (13,14).

As resinas comerciais mais empregadas em restaurações possuem intensidade de fluorescência inferior quando comparado a estrutura dental, o que do ponto de visto estético desfavorece o emprego de tais resinas em restaurações (15).

Na aplicação clínica atual, o material restaurador empregado para o preenchimento de uma cavidade preparada é único, ou seja, apresenta as mesmas propriedades físico-químicas. Existe a exceção no caso da restauração de dentes anteriores, quando se emprega uma resina com característica mais opaca, na região central da restauração, e outra mais translúcida no acabamento incisal. No entanto, considerando as propriedades mecânicas, ainda não existe uma utilização de materiais com diferentes características na mesma restauração. Em uma cavidade preparada, o material estará sujeito a diferentes forças e desafios bioquímicos dependendo de sua posição. O material em contato com a dentina preparada deve apresentar alta capacidade de adesão à estrutura dental; o material na parte central da cavidade deve absorver as forças minimizando a transmissão para o remanescente dental; o material na superfície oclusal deve apresentar dureza, resistência ao desgaste físico-químico e ser passível de polimento(16).

Com os materiais utilizados para restaurações utilizados atualmente fica difícil confeccionar uma restauração com diferentes propriedades mecânicas no qual possa assemelhar a estrutura dental. Existe a necessidade de manipular novos materiais com características mecânicas distintas em que seja possível combiná-los para obter restaurações com melhores propriedades e maior semelhança aos tecidos duros dentais.

Com essa principal motivação, buscamos desenvolver e viabilizar uma resina composta dentária, empregando um material biológico como partícula de carga, com variação de algumas propriedades mecânicas, na busca de um material restaurador mais semelhante à estrutura dental.

2 Revisão bibliográfica

2.1 Biomateriais

A utilização de materiais para substituir partes do corpo humano já vem sendo descrita desde relatos antigos. Antes de materiais serem sintetizados para utilização foram encontrados em múmias egípcias órgãos artificiais como olhos, dentes e nariz(17).

Atualmente, com o aumento da expectativa de vida, as pessoas estão mais sujeitas aos desgastes decorrentes do envelhecimento, que podem resultar em ossos frágeis e quebradiços, dentes fraturados e órgãos, como o coração, perdendo sua funcionalidade. Além dos processos de perdas naturais existem perdas ocasionadas por acidentes, o que se faz necessário implantes de tecidos ou de órgãos mutilados, fraturados(18).

Com o desenvolvimento dos materiais sintéticos e técnicas cirúrgicas, surgem mais tipos de implantes que podem ser utilizados, tais como: válvula do coração, próteses, dentes a base de cerâmicas, resinas compostas para aplicação dentária. Estima-se que em 1995 foram utilizados 12 bilhões de dólares em propaganda para produtos considerados como biomateriais e esse valor cresce de 7 a 12 % ao ano. Materiais para restauração dentária correspondem por uma parcela significativa, onde um bilhão de dólares foram investidos em propaganda para implantes de dentes sendo que esse valor cresce por volta de 18% ao ano e 2 bilhões de dólares em coroa dental (19).

Para que um determinado material possa ser classificado como biocompatível se faz necessário o entendimento global das diversas formas de interação do organismo com o material, dando evidência à interface tecido-material. Uma definição que pode ser utilizada para definir biocompatibilidade está na capacidade do material ser compatível física, química e biologicamente com o hospedeiro (18). A Tabela 1 apresenta características importantes para que o material seja considerado biomaterial.

Tabela 1-Características para seleção para aplicação de um biomaterial(17)

Fatores		Descrição	
Propriedades do Material: Parte 1	Características químico-biológicas	Características mecânicas/estrutural	
	Composição química	Módulo elástico	
	Características físicas	Compressão	
	Densidade	Poisson's	
Propriedades do Material: Parte 2	Adesão	Dureza	
	Topologia da superfície (textura e rugosidade)	Modulo Flexão	
Função específica (baseado na aplicação)	Biofuncionalidade (adesão de célula),	Forma (sólida, porosa, pó, fibras, filme)	Rígido ou Fadiga
	Bioinerte (atóxico não carcinogênico),	Geometria	Resistência a brasão
	Bioativo,	Coefficiente de expansão térmica	Resistência ao impacto
	Bioestável (resistente a corrosão, oxidação),	Condutividade elétrica	
	Biodegradação	Cor, estético	
		Índice de refração	
		Opacidade, Translucidez e Fluorescência.	
Processamento e fabricação reprodutibilidade, qualidade, embalagem.			
Características do hospedeiro tecido, órgão, condição de saúde, sistema imunológico.			
Procedimento Cirúrgico período de aplicação/uso			
Custo baixo			

Materiais como polímeros, cerâmicas, compósitos, metais ou combinação entre esses materiais podem ser utilizados como biomateriais. O avanço que vem

ocorrendo na ciência ao longo dos anos possibilita a utilização de biomateriais em diversas aplicações.

O material mais escolhido para prótese tem sido os materiais cerâmicos, pois são mais biocompatíveis e apresentam estética satisfatória, contudo são materiais frágeis o que limita a utilização. Os metais apresentam propriedades satisfatórias, mas existe uma quantidade pequena de metais biocompatíveis. Já os compósitos poliméricos podem apresentar combinações de seus constituintes e ser utilizado como material biocompatível, mas a deficiência dos polímeros é apresentar propriedades mecânicas insatisfatórias, além do mais, devido a presença de moléculas de monômero residual, existe uma reação imunológica, com edema resultante(17).

Os polímeros podem ser utilizados para substituição de tecidos duros ou moles. Em tecidos duros os polímeros são, geralmente, utilizados para restaurações dentárias, reparação de fratura óssea. Em tecidos moles, os polímeros são, na maioria das vezes, empregados em implantes de tendões, ligamentos (17).

2.2 Materiais Compósitos

Os materiais compósitos podem ser definidos como a composição de dois ou mais componentes com uma interface bem definida. Certo cuidado tem que ser tomado com tal conceito, pois engloba um número grande de materiais, comumente não chamado de compósitos, tais com ligas metálicas (18).

A combinação de dois ou mais componentes para a formação dos compósitos tem como objetivo combinar as propriedades distintas no intuito de formar um material com propriedade igual ou superior aos componentes individuais. Outro fator que deve ser levado em conta na construção de compósitos é que com a combinação dos componentes individuais forma-se um produto que poderá ser economicamente viável (18,20).

As partículas de carga utilizadas como enchimento, em materiais compósitos, visam melhores propriedades mecânicas, principalmente aumentando o módulo de

elasticidade (tração e flexão) e a resistência mecânica. Tal incorporação confere aos materiais baixos coeficientes de expansão térmica, maior resistência a corrosão, resistência a fadiga entre outras propriedades (21).

Os materiais compósitos são formados mediante ao uso de diferentes tipos de reforços (22). Nesses materiais a mistura ou dispersão dos componentes ocorre a nível molecular. As propriedades finais de um material compósito são determinadas predominantemente em função da natureza da interface entre as fases orgânica-inorgânica, com a seguinte classificação:

Classe 1 – os componentes orgânicos e inorgânicos estão homogeneamente dispersos, ocorrendo apenas ligações fracas entre as fases, ligações de hidrogênio e Van der Waals, e interações hidrofílicas e hidrofóbicas;

Classe 2 – os componentes orgânicos e inorgânicos estão fortemente ligados através de ligações químicas covalentes (22).

Três grupos principais podem ser utilizados para classificar materiais compósitos: compósitos reforçados com partículas, reforçados com fibras e estruturais; dentro dessa divisão existem subdivisões para cada grupo. A Figura 1 apresenta a classificação dos compósitos (23).

Figura 1 -Esquema de classificação de materiais compósitos(23).

A diferença entre as subdivisões compósitos de partículas grandes e reforçado por dispersão está no mecanismo de interação matriz-partícula. O compósito de partícula “grande” refere que as interações partícula-matriz que não podem ser tratadas nos níveis moleculares, ou seja, as interações são descritas pela mecânica clássica. Em geral, as partículas são mais duras e rígidas do que a matriz e tensão aplicada é transferida às partículas. A melhora nos comportamentos mecânicos, de compósitos reforçados com partículas “grandes”, depende da forte ligação na interface matriz-partícula.

Nos compósitos que são reforçados por dispersão, os diâmetros das partículas variam entre 10 a 100 nm, em geral, o processo que leva o aumento da resistência sucede em nível atômico ou molecular na interação matriz-partícula. Nos compósitos reforçado por dispersão a matriz absorve a maior parte do impacto enquanto as cargas tem o papel de evitar a propagação das discordâncias (23).

2.3 Resina composta

Os componentes estruturais de uma resina composta dental podem ser divididos em cinco partes, dos quais são: a matriz que é um material plástico resinoso que forma uma fase contínua e se une a partículas de carga; carga são partículas de reforço e/ou fibras que se encontram dispersas na matriz; agente de união é responsável em promover a adesão entre a carga e a matriz resinosa; sistema iniciador composto por foto-iniciador e co-iniciador são responsáveis por dar início a formação de radicais livres e pigmentos proporcionam a reprodução da cor o que resulta em uma aparência mais semelhante a estrutura dental.

2.3.1 Matriz Orgânica

A matriz orgânica da resina composta dentária é um complexo resinoso constituído de monômeros acrilatos aromáticos ou alifáticos tais como: Bis-GMA, BisEMA, TEGDMA e UDMA. A concentração em peso de cada monômero varia para cada resina. A resina comercial Supreme XTTM (3M ESPE), por exemplo, utiliza Bis-GMA, BisEMA e TEGDMA(24).

O monômero Bis-GMA, é o monômero mais utilizado em resinas compostas dentárias e caracteriza-se por ser uma molécula longa e rígida. A contração de polimerização é menor quando comparado com as resinas acrílicas, também empregadas na odontologia, essa contração menor ocorre devido ao extenso comprimento da cadeia molecular e à estrutura aromática no centro da molécula que confere rigidez ao monômero.

Uma maior reatividade no monômero Bis-GMA ocorre por ser um monômero bifuncional com longa separação entre os grupamentos reativos vinílicos presentes, em ambas as extremidades. Por sua vez, o grupo hidroxila promove ligações intermoleculares de hidrogênio(24,25). A Figura 2 mostra a estrutura química do monômero Bis-GMA.

Figura 2 - Estrutura química do monômero Bis-GMA.

Entretanto, o Bis-GMA apresenta alta viscosidade e sorção de água, conseqüência das ligações intermoleculares de hidrogênio devido a presença de grupos hidroxila (OH). A utilização de diluentes torna-se necessária a fim de permitir a incorporação de uma quantidade elevada de carga. Contudo, quanto menor a massa molar, maior a contração de polimerização ocasionando uma fenda entre a parede da cavidade dentária e o material restaurador (26,27). O peso molecular do Bis-GMA é 512 g/mol e viscosidade de 1200 Pa.s.

A estrutura BisEMA (bisfenol A dimetacrilato etoxilado) é outro monômero bifuncional como a estrutura Bis-GMA, possuindo os anéis benzênicos no centro da

molécula, o que proporciona rigidez à cadeia. A modificação feita no Bis-GMA para obtenção do BisEMA ocorre através da substituição dos grupos hidroxila por um átomo de hidrogênio. Com essa substituição a viscosidade do BisEMA diminui e a estrutura BisEMA tem mais mobilidade entre as cadeias quando comparado com o Bis-GMA (24).

O peso molecular do BisEMA é 540 g/mol e viscosidade 0,9 Pa.s. A Figura 3 mostra a estrutura do BisEMA.

Figura 3 -BisEMA – 2,2-Bis[4-(2-metacrilóioxietoxi)-fenil]propano.

Outra combinação de dimetacrilatos são dimetacrilatos de uretana alifáticas (UDMA) que foram desenvolvidos inicialmente para apresentar viscosidades mais baixas. Tais monômeros podem ser descritos por uma cadeia principal contendo um ou mais grupos de uretana e dois grupos metacrilatos nas extremidades como pode ser observado na Figura 4. A vantagem do dimetacrilato de uretana é a sua menor viscosidade, o que possibilita a inclusão de uma porcentagem maior de carga inorgânica, sem a necessidade de adicionar diluentes de baixa massa molar. Entretanto os dimetacrilatos de uretana sofrem uma contração de polimerização elevada(6).

Figura 4 -Estrutura UDMA.

Para reduzir a alta viscosidade do material, monômeros conhecidos como monômeros diluentes são acrescentados na formulação. Esses monômeros reduzem a viscosidade do material o que facilita uma mistura mais homogênea com os constituintes inorgânicos, possibilitando também uma manipulação clínica mais fácil(28).

Os diluentes possuem baixa massa molar, o mais encontrado na formulação de resinas compostas dentárias é o TEGDMA (trítenoglicol), apresentado na Figura

5. O peso molecular do TEGDMA é 286,3 g/mol e viscosidade de $1,1 \cdot 10^{-2}$ Pa.s. O monômero é bifuncional, apresentando dois grupos metacrilatos reativos nas extremidades da molécula, o que aumenta a eficiência de polimerização mas se adicionado em excesso aumenta a contração de polimerização. Contudo, ocorre um aumento de ligações cruzadas dificultando a sorção de água (29)

Figura 5 -TEGDMA – Trietilenoglicol dimetacrilato.

2.3.2 Partículas de Carga

A incorporação de partículas inorgânicas na matriz orgânica, em geral, proporciona melhoria nas propriedades mecânicas, tais como: resistência a abrasão, módulo de elasticidade, resistência a compressão e dureza superficial, tais propriedades relacionadas com a morfologia das partículas (30).

Além das propriedades mecânicas, as propriedades ópticas, térmicas e reológicas são influenciadas pelo tamanho e quantidade de partículas. O tamanho e quantidade das partículas tem influência direta na viscosidade, na facilidade de manuseio e acabamento superficial que contribui para um resultado estético satisfatório, reduz a contração de polimerização, coeficiente de expansão térmica (31).

As resinas compostas podem ser classificadas de acordo com o tamanho médio de partículas incorporadas na matriz. Na Tabela 2 pode-se verificar a classificação das resinas compostas para uso odontológico (32).

Tabela 2 - Classificação dos compósitos de acordo com o tamanho médio das partículas

Categoria	Tamanho médio
Macropartículas	Acima de 15 μm
Intermediária média	5 a 15 μm
Intermediária pequena	1 a 5 μm
Micropartículas	0,01 a 0,1 μm
Nanopartículas	1 a 100 nm

As nanopartículas foram incorporadas, recentemente, nas formulações de diversas resinas comerciais com a finalidade de modificar ou influenciar as propriedades do material. Esse fato pode ser explicado pelo aumento da área superficial específica, pois com o aumento da área superficial aumenta a interação entre a matriz e as partículas (3,31). Nessa nova classe de material ocorre a formação de dois tipos de carga de nanopartículas: as partículas nanométricas se aglomeram formando aglomerados denominados *nanoclusters* as partículas nanométricas monodispersas não-aglomeradas e não-agregadas(4).

Propriedades ópticas das resinas composta podem melhorar com a inclusão de partículas com tamanhos pequenos (nanopartículas), pois o diâmetro das partículas é uma fração dos comprimentos de onda da luz no visível (400 a 800 nm), fração essa que os olhos humanos não podem detectar (3).

O mascaramento das restaurações depende das condições da luz ambiente. A predominância da luz UV no ambiente pode expor as restaurações estéticas feitas com materiais compósitos com fluorescência diferente apresentada pela estrutura do dente. Dessa maneira, as restaurações podem apresentar-se como claro ou escuro em comparação com a estrutural dental adjacente. A fluorescência contribui para o brilho e proporciona uma aparência semelhante à estrutura do dente.

Os componentes da resina composta não apresentam fluorescência na região de maior emissão dos tecidos duros dentais, região verde do espectro eletromagnético, quando expostos a radiação UV. Para obter fluorescência similar a estrutura do dente faz-se necessário a incorporação de elementos luminescente tais como: európio, cério, itérbio (terras raras)(15).

2.3.3 Agente de União

Para que ocorra a união da carga com a matriz orgânica é necessária a utilização de um agente de união. A matriz de resina que é uma estrutura orgânica não apresenta afinidade química com a fase inorgânica, partículas de carga utilizada para composição da resina composta.

O agente de união é utilizado para melhorar as propriedades físicas, mecânicas e produzir uma melhor estabilidade hidrolítica evitando que a água penetre entre a interface carga/matriz de resina (33,34), essa estabilidade é devido ao o aumento das ligações cruzadas da matriz de resina com a carga proporcionada pelo agente de união (35,36).

Embora titanatos e zirconatos possam ser utilizados como agente de união, os organosilanos – como o γ -metacriloxipropiltrimetoxi (Figura 6), são empregados mais comumente em partículas de carga para resina composta (37). Em seu estado hidrolisado, o silano contém grupos silânicos que podem aderir aos silanóis na superfície das cargas através da formação de uma adesão silânica (Si-O-Si). Os grupos metacrilatos dos compostos organosilanos formam uma união covalente com a resina quando ela é polimerizada, completando, assim, o processo de união (Figura 7) (35,38).

Figura 6 – Silano γ -metacriloxipropiltrimetoxi

Figura 7 -Reação de união do agente de união com a matriz orgânica

Na Figura 7 (A) pode-se verificar que as moléculas de silano hidrolisadas aproximam-se do grupo OH da superfície de sílica. No instante que isto ocorre, ligações de hidrogênio se desenvolvem entre o grupo de silanol e uma OH pertencente ao grupo da superfície da sílica. O grupo carbonil do silano forma uma ligação com o hidrogênio do grupo OH isolado da superfície da sílica. Na Figura 7 (B) pode-se visualizar a interação entre o grupo silanol do silano e do grupo OH da sílica resultando em uma reação por condensação. Esta reação resulta uma formação de ligação covalente entre as moléculas de silano e a superfície da sílica durante a liberação de uma molécula de água. As ligações de hidrogênio

remanescentes orientam as moléculas de silano paralelamente à superfície da sílica. No compósito, contudo, a carga é coberta com várias camadas de silano, fazendo a interface mais complexa do que a representada na Figura 7(39).

2.3.4 Sistema Iniciador

O fotoiniciador é uma molécula geralmente orgânica, empregada sozinha ou em um sistema químico envolvendo duas ou mais moléculas que absorve luz formando espécies reativas para etapa de iniciação da polimerização. As espécies reativas podem ser, por exemplo, radicais livres, cátions ou espécies iônicas. Um elemento que participa na produção de espécie reativa, porém não absorve luz, é o co-iniciador.

Para desempenhar um processo reacional eficaz as propriedades fotoquímicas e fotofísicas são extremamente importantes e, devem apresentar algumas características fundamentais, tais como: alta absorção, alto rendimento quântico de formação de radical livre, solúvel no meio reacional, ter baixa degradação química antes e após a reação, ser inodoro, não provocar amarelamento, ser atóxico, de fácil manipulação(40).

Os radicais livres que são gerados pelos fotoiniciadores são classificados pelo mecanismo no qual são formados os radicais, divididos em Tipo I e Tipo II.

O processo no qual após absorção de luz são formados radicais por fragmentação da molécula é classificado como Tipo I. O fotoiniciador dessa classe é responsável direto por espécie ativa que irá iniciar a polimerização, em um processo unimolecular(41).

Para os fotoiniciadores do Tipo II, ocorre a absorção dos fótons e no estado excitado ocorre uma interação com outra molécula, doadora ou aceptora de elétrons, para que a espécie ativa seja obtida. A molécula doadora é denominada de co-iniciador.

As propriedades que os co-iniciadores devem apresentar são: um alto potencial de oxiredução, alta reatividade na adição do radical à dupla ligação, não absorver luz no mesmo comprimento de onda da irradiação do fotoiniciador e não reagir e/ou interagir com o fotoiniciador e com os monômeros no estado fundamental (40).

O iniciador de Tipo II, comumente reage a partir do estado tripleto, estado de mais baixa energia, e sua eficiência depende do cruzamento intersistemas (40).

As aminas terciárias são comumente utilizadas na formulação para cura usando luz UV quando usados fotoiniciadores do Tipo II.

2.4 Polimerização em cadeia

Os tipos de polimerização em cadeia são: radicalar, catiônica, aniônica, por coordenação e aniônica por coordenação. A classificação é feita em função da natureza da espécie que se propaga(40,42,43). Os processos de crescimento das cadeias ocorrem de forma muito rápida nos quais são obtidos polímeros de alta massa molar, essas características podem ser encontradas na polimerização por crescimento em cadeia.

A diferença entre a polimerização de crescimento por etapa e crescimento por cadeia está que no primeiro o aumento da massa molar ocorre durante todo o tempo de reação enquanto que no segundo ocorre uma mistura de polímeros e monômeros (40,42,43).

Existem dois tipos básicos de reações de fotopolimerização: reações de fotoentrelaçamento, no qual a formação de ligações cruzadas entre os polímeros é motivada pela irradiação, resultando em materiais de maior massa molecular, e polimerização em cadeia fotoiniciadas, processo esse facilmente encontrado nas resinas compostas dentárias. A polimerização em cadeia fotoiniciada pode ser dividida em três estágios: iniciação, propagação da cadeia e terminação da cadeia (40,42,43).

2.4.1 Cinética de polimerização

Nos compósitos odontológicos a polimerização ativada por luz visível se processa por uma reação de adição exotérmica do tipo vinílica desencadeada via radicais livres e gera a formação de uma rede tridimensional através de ligações cruzadas intermoleculares. A abertura das duplas ligações de carbono e seguida ligações de moléculas para formar cadeias poliméricas é chamado de polimerização vinílica (40).

Na iniciação da reação ocorre a geração de radicais livres que reagem com o monômero formando um novo radical. Na fotoiniciação acontecem processos que podem ser divididos em unimoleculares, ocorre a formação de radicais livres envolvendo apenas o fotoiniciador, e bimoleculares, onde a produção de radicais livres é da interação entre uma molécula excitada e uma molécula no estado fundamental, tais processos podem advir em poucas etapas ou serem muito complexos (44).

A iniciação da reação de polimerização pode ser representada por:

$$R_d = K_d[C] (2)$$

$$R_i = K_i[M][R\cdot] (4)$$

Onde C é o fotoiniciador, K_d coeficiente de absorção do fotoiniciador, R_d taxa de absorção do fotoiniciador, $R\cdot$ radical livre, M monômero, $M\cdot$ radical primário, K_i coeficiente de iniciação de polimerização e R_i taxa de iniciação de polimerização.

A absorção de fótons incidentes nas resinas compostas dentárias, em regra, ocorre na canforoquinona (α dicetona). O pico de maior absorção da canforoquinona ocorre em 470 nm (45).

Após a absorção dos fótons, a canforoquinona que se encontra no estado tripleto interage com a amina terciária alifática que se encontra no estado fundamental. Dois radicais livres resulta da interação, o radical amino e o radical cetila (29). Dos radicais resultantes, somente o radical amino é reativo, pois possui um elétron desemparelhado na camada de valência, no carbono secundário se adiciona a uma dupla ligação de um monômero, constituindo um radical iniciador. O radical derivado da canforoquinona, radical cetila, é inativo, pois se liga a outro radical ou a uma cadeia em propagação, podendo assim levar a terminação da cadeia.

A etapa de propagação, representado em 5 e 6, é o crescimento do M^* por consecutivas moléculas de monômeros M .

$$R_p = K_p [M^*] [M] \quad (6)$$

Onde M_n^* radical cadeia, n número de monômeros que forma a cadeia, K_p coeficiente de propagação e R_d taxa de propagação.

O processo de terminação ocorre por dois processos, recombinação de dois macrorradicais ou por desproporcionamento. O processo de dois macrorradicais pode ser entendido quando duas cadeias longas se combinam resultando uma cadeia maior. O processo em que dois macrorradicais formam dois polímeros inertes é chamado de macrorradicais por desproporcionamento, onde um polímero fica com ligação insaturada e outro com ligação saturada (45).

Os processos podem ser representados das seguintes formas:

Onde K_r e K_d são as constante de velocidade para terminação por recombinação e desproporcionamento.

Quando ocorre a formação do polímero, a união de vários monômeros pode ser entendida como um macrorradical disposto em cadeia linear e/ou ligados por ligações cruzadas, na qual um elétron desemparelhado na sua camada de valência forma ligações com outras moléculas no intuito de tornarem estáveis. Na medida em que ocorre a polimerização, as cadeias vão se tornando mais emaranhadas.

Nas resinas compostas em que a matriz orgânica é composta por BisGMA, a estrutura vai ficando mais rígida durante a polimerização implicando que o monômero BisGMA fica impossibilitado de mover e expor suas duplas ligações impedindo assim que a reação ocorra, esse impedimento é chamado de impedimento estéreo. Para contornar essa situação faz-se o uso do diluente TEGDMA, que é um monômero mais maleável possibilitando o dobramento e conseqüentemente podendo ter mais reação (44).

Na polimerização de monômeros multifuncionais a base de dimetacrilatos a cinética de reação é um processo complexo, nos quais fatores como concentração de fotoiniciador, taxa de produção de radicais, concentração de monômeros, irradiação, tempo de exposição, partículas de carga nos diferentes tamanhos e formas, opacidade e cor, influenciam no processo. Porém possuem características próprias tais como: autoaceleração, autodesaceleração, ciclização, aprisionamento de radicais e conversão final limitada (46-48).

3 Objetivo

O objetivo desse trabalho foi confeccionar e caracterizar uma resina composta para uso odontológico utilizando partículas de esmalte bovino como carga de reforço e com propriedade óptica, fluorescência, sem a necessidade de modificadores ópticos. O trabalho foi realizado em três etapas, a primeira etapa consistiu na obtenção das partículas de esmalte bovino, a segunda etapa foi a confecção das resinas experimentais e por ultimo foi realizado a caracterização das resinas experimentais comparando com resinas comerciais.

4 Materiais e Métodos

4.1 Obtenção das partículas de carga

As partículas de carga foram obtidas a partir de esmalte bovino, extraído de 250 dentes incisivos em boas condições.

É sabido que o dente é constituído por esmalte e dentina, porém neste estudo realizado a dentina não foi utilizada, pois 40% de sua constituição é composta por parte orgânica, outro fator considerado foi que morfológicamente a dentina e o esmalte são distintos. O esmalte apresenta em sua constituição 2% de parte orgânica [15,16].

A separação do esmalte e da dentina foi realizada através do seguinte procedimento: os dentes foram colocados sobre uma chapa de cerâmica a uma temperatura de 300°C. Nessa temperatura o esmalte se separa da dentina ficando fácil de removê-lo. Nenhuma mudança na estrutura cristalina do esmalte ocorre quando é submetido a essa temperatura, pois a primeira transição de fase no esmalte ocorre a 350°C (49), já na dentina a primeira transição de fase ocorre a 60°C.

Todos os fragmentos de esmalte separados passaram por uma verificação visual no intuito de averiguar se algum resquício de dentina ficou aderido no esmalte. Se fossem encontrados fragmentos de dentina nos pedaços de esmaltes, estes foram tirados com disco diamantado acoplado a um motor de mão em baixa rotação.

Depois de separados, o esmalte foi triturado em pistilo de ágata a fim de obtermos seus fragmentos. O tamanho de partícula que foi possível obter utilizando o pistilo de ágata é da ordem de 3,8 microns (μm).

Os fragmentos de esmalte obtidos do pistilo foram inseridos em uma garrafa contendo esferas de zircônia de um milímetro (mm) de diâmetro. A garrafa foi colocada no moinho de vibratório, que ficou ligado por até 24 horas e por choque mecânico entre as bolas de zircônia e os fragmentos de esmalte.

4.2 Caracterização das partículas de carga

Após 12 e 24 horas no moinho vibratório foram utilizadas duas técnicas para caracterizar a forma das partículas e o diâmetro, fundamentais para o cálculo da área superficial das partículas de carga.

Para a medida do diâmetro utilizou-se o equipamento comercial Bi-FOQELS, Brookhaven Instruments Corporation, com intervalo de medida de tamanho de 0,002 a 2 μm , possibilitando obter uma distribuição das médias do diâmetro das partículas. Após moagem no moinho vibratório as partículas de carga foram inseridas em endorfes contendo álcool etílico na proporção 1 para 1/4 de partículas de esmalte bovino em peso. Em seguida foi inserido no ultrassom por 10 minutos. Após o término, a solução foi imediatamente inserida em uma cubeta e a medida foi realizada.

Foi realizada microscopia eletrônica de varredura MEV para verificar a forma e diâmetro das partículas o equipamento utilizado foi DSM 960 (Zeiss, Jena, Alemanha).

4.3 Tratamento superficial

O processo de silanização que foi realizado nesse trabalho foi baseado no trabalho de Jong-Hyuk Lee e colaboradores (31). Para obtenção de uma boa silanização é necessário adicionar a quantidade correta de silano que depende da quantidade de carga a ser utilizada, ou seja, da área superficial da carga em uso. A quantidade de silano foi determinada utilizando a equação (9):

$$X = f \frac{A}{W} \quad (9)$$

Onde:

f – quantidade de partículas a ser silanizadas em gramas (g).

A – área superficial da partícula m^2/g das partículas.

W – superfície de “molhamento” do silano, nesse trabalho foi utilizado o MPS= 315 m²/g.

X – quantidade de agente de união em gramas a ser adicionado, necessário para obter uma boa silanização.

As quantidades finais estabelecidas foram: para 6 g de partícula de carga, adicionou-se em um béquer, setenta mililitros de água destilada e 30 ml de etanol (Aldrich, Alemanha). Em seguida o agente de união, γ -metacriloxipropiltrimetoxi foi adicionado de acordo com os tamanhos das partículas obtidos. Para manter o pH da solução entre 5 e 6 foi adicionado 25 ml de ácido acético.

Em seguida a solução foi homogeneizada em um misturador fabricado na oficina mecânica no IFSC/USP, com velocidade de 5000 rotações por minuto (rpm). A solução permaneceu no misturador por uma hora, e nesse intervalo de tempo a quantidade de carga foi sendo adicionada a um intervalo de quinze minutos. Depois de finalizada a adição da carga, o misturador permaneceu ligado por mais uma hora totalizando duas horas de mistura.

A solução foi colocada em uma centrífuga a 3600 rpm por três minutos com a finalidade de separar a solução líquida da carga. Em seguida a carga foi mantida em um freezer a -80 °C por 24 horas, após esse tempo a solução foi tirada do freezer, e inserida na estufa a 120°C por duas horas para secar e completar a reação (31).

4.4 Matriz de orgânica e fotoiniciador

A formulação da composição da matriz de resina foi baseada em elementos bem estabelecidos na literatura para a confecção da mesma (25,50). Os componentes utilizados podem ser encontrados em resinas compostas odontológicas comerciais com a mesma matriz orgânica.

Na Tabela 3 apresentamos os componentes e quantidades utilizados, todos os componentes são da Sigma Aldrich, Alemanha.

Tabela 3 - Composição da matriz orgânica da resina.

Componentes	Porcentagem em massa (%)	Massa (g)	Volume (ml)
Bis-GMA	60	2,4	2,06
TEGDMA	30	1,2	1,1
UEDMA	10	0,4	0,36

Os monômeros foram inseridos em um pote preto e misturado a 2000 rpm por trinta minutos para homogeneizar a mistura. Em seguida foram acrescentados os componentes de fotoativação: canforoquinona e amina 1,5% em peso e misturados a 2000 rpm por quinze minutos. A matriz de resina foi colocada na estufa a 37°C para que as bolhas de ar ocasionadas pela movimentação da hélice em alta rotação fossem expelidas.

Foi necessário colocar uma tampa no pote preto depois de inserido os componentes de fotoativação protegendo assim a matriz orgânica para que não houvesse cura devido à exposição à luz ambiente.

4.5 Preparação da resina experimental

A partir das partículas de esmalte bovino silanizadas e da matriz de resina, a resina composta proposta foi confeccionada.

Na Figura 8 apresentamos a resina composta antes de fotocura (a) e após a fotocura (b), a resina contém 70 % de carga.

A resina composta foi confeccionada com 60, 70 e 85% em peso de carga, onde dessa porcentagem 80% em peso corresponde a cargas com distribuição de tamanho médio de micrômetro e os outros 20% de cargas com tamanho médio de nanômetros. A variação da proporção carga/matriz foi necessária para que fossem testadas diversas composições e suas propriedades físicas, foi testada resina composta com 100 % de partículas de carga com distribuição nanométrica e

variações de 100 % com micrométrica. Variações entre essas composições foram realizadas, na Tabela 4 são apresentados as composições testadas.

Tabela 4 - Composição da resina composta

Porcentagem de carga na resina composta (%)	Quantidade de carga em peso (g)	Quantidade das partículas em peso (g)		Porcentagem em peso das partículas (%)	Quantidade de matriz de resina em peso (g)
		μm	nm		
85	3,4	2,72 e 0,68		80 e 20	0,6
70	2,8	2,24 e 0,56		80 e 20	1,2
60	2,4	1,92 e 0,48		80 e 20	1,6

Os corpos-de-prova foram confeccionados em uma matriz metálica nas seguintes dimensões: 1 milímetro de espessura e 5 milímetros de diâmetro, para os testes de dureza e grau de conversão(Figura 8).

A matriz foi colocada sobre uma placa de vidro, e duas fitas de poliéster foram posicionadas no topo e na base para as superfícies ficassem lisas. Uma fita foi utilizada entre a superfície de vidro e a matriz metálica a outra sobre a matriz e um bloco metálico de 500 g foi utilizado para deixar as superfícies planas.

Para fotopolimerizar a resina composta utilizou-se uma fonte de luz a LED (Diodo Emissor de Luz) com comprimento de onda centrado em 470 nm região espectral dentro da banda de maior absorção da canforoquinona (51,52). A intensidade do equipamento é variável podendo chegar a 1000 mW/cm². O sistema foi desenvolvido no Laboratório de Apoio Tecnológico (LAT) do IFSC/USP. A fotopolimerização de cada camada de 1 mm de espessura foi realizada com intensidade luminosa de 1000 mW/cm² por 60 segundos, parâmetros convencionalmente empregados para a cura das resinas comerciais.

Figura 8 a) Resina composta antes da fotopolimerização b) resina composta fotopolimerizada

Para todos os testes realizados foram utilizadas duas resinas comerciais Filtek Z-250™ e Filtek Supreme XT™ para esmalte (3M ESPE) ambas na cor A2, para comparação com a resina experimental.

4.6 Grau de Conversão

Para cada concentração de carga 60, 70 e 85 % em peso e as resinas comerciais, cinco corpos-de-prova foram confeccionados e armazenados em ambiente seco e sem exposição de luz por 24 horas antes das medidas.

O grau de conversão foi calculado pelo percentual de ligações duplas de carbono utilizadas na reação de polimerização. Para compósitos à base de BisGMA é de 50 a 60%. Isso não implica necessariamente que 40 a 50% de moléculas de monômeros sejam deixadas na resina, porque um ou dois grupo metacrilato por moléculas de dimetacrilato podem ter reagido e ficando com ligações covalentes ligados na resina (53).

Nesse trabalho foi utilizado o espectrofotômetro FTIR-640 (VARIAN) para determinar os picos de intensidade de absorção para o cálculo do grau de conversão. Foi acoplado um ATR (Atenuação por Reflexão Total), observando as áreas nas regiões de 1637 cm^{-1} (ligação dupla alifática) e 1608 cm^{-1} (ligação dupla do grupo aromático C=C) do polímero com Lina de base fixada no software do equipamento, sendo possível verificar e calcular a porcentagem do grau de

conversão para os corpos-de-prova de resina composta (54).O grau de conversão (GC%) correspondente foi calculado pela equação 10.

$$\%GC = \left(1 - \frac{\frac{I_{pico\ 1637}}{I_{pico\ 1608}}c}{\frac{I_{pico\ 1637}}{I_{pico\ 1608}}nc} \right) .100 \quad (10)$$

Onde I é a intensidade, c: intensidade da resina curada, nc: intensidade da resina não curada.

A aquisição do espectro foi realizada 24 horas depois da resina composta ter sido fotopolimerizada para cada corpo-de-prova. A partir do espectro obtido foi realizado o calculo do grau de conversão de cada corpo-de-prova. O resultado apresentado é o valor médio das cinco amostras.

Medidas de intensidade de absorção foram realizadas de topo dos corpos-de-prova e na superfície de base, isso só foi possível com a utilização do ATR.

A espectroscopia por infravermelho, FTIR, permitiu verificar se o agente de união, γ -MPS, estava se aderindo as partículas. Como temos uma distribuição de tamanho médio de partículas e a equação 1, para o cálculo da quantidade de silano, leva em conta apenas um valor fixo de diâmetro e não uma distribuição, então diferentes quantidades de γ -MPS foram testadas para verificar como o agente de união estava se aderindo as partículas observando as suas bandas de absorção de 1250-1175 cm^{-1} (55).

4.7 Teste de Dureza

As medidas de dureza Vickers, foram realizadas após 24 horas da fotopolimerização dos corpos-de-prova. O corpo-de-prova foi dividido em 4 quadrantes, com o objetivo de orientar a localização das impressões no momento do teste de dureza. As medidas foram realizadas no topo e na base (superfície oposta à fonte de luz)dos corpos-de-prova.Para cada concentração de carga da resina

experimental e cada resina composta comercial, cinco corpos-de-prova foram confeccionados.

Os corpos-de-prova foram avaliados no aparelho de dureza Leica VMHT Mot (Alemanha), com carga de 50 gf por 30 segundos. Foi realizada uma indentação em cada quadrante nas respectivas superfícies avaliadas dos corpos-de-prova, sendo no total 4 impressões por superfície analisada como na Figura 9 (52).

Figura 9 -Ilustração da indentação nos corpos-de-prova

Para a determinação dos valores de dureza foram medidas as duas diagonais (d_1 e d_2) da impressão em micrometros (μm), e a partir desses valores, o aparelho de dureza fornece o valor em dureza Vickers HV que é dado por(52):

$$HV = \frac{F}{A} = \frac{2.F.\sin\frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 1,845.\frac{F}{d^2}(11)$$

Onde: F é a força aplicada e d a média das duas diagonais

O valor de dureza foi calculado para cada impressão e a média de dureza é apresentada para topo e base de cada resina.

4.8 Compressão axial e compressão diametral

Foram realizados ensaios de compressão e compressão diametral. Os corpos-de-prova foram confeccionados com 4 mm de diâmetro e 6 mm de altura de acordo com a especificação ISO 4049 e ANSI/ADA número 27, (56). A resina foi inserida em um molde metálico e fotopolimerizadas com incrementos de 1 mm de espessura, aferido com paquímetro.

Foram confeccionados 5 corpos-de-prova para cada resina composta nas diferentes concentrações de carga e resinas composta comerciais.

Os corpos-de-prova foram prensado em uma máquina de ensaios universal Instron 5500R com capacidade máxima de carga de 25000 kgf com velocidade constante de prensagem de 1 mm/min.

O calculo da tensão máxima de resistência a fratura de ensaios de compressão diametral é dado pela equação 12.

$$\sigma = \frac{2F}{\pi dh}(12)$$

Onde: F é a força máxima obtida (N), d é o diâmetro (mm) e h é a altura (mm).

Para os testes de compressão axial e diametral foram confeccionados cinco corpos-de-prova para cada concentração da resina experimental e resinas comerciais. A média dos cinco ensaios para cada situação é apresentada. Na Figura 10 apresentamos uma ilustração de como foi realizado o ensaio de compressão axial e compressão diametral.

Figura 10 - a) ensaio de compressão axial, b) ensaio de compressão diametral

4.9 Fluorescência

Para a realização do teste de fluorescência foram selecionados 5 caninos superiores humanos hígidos e recentemente extraídos por razões periodontais obtidos do banco de dentes da Faculdade de Odontologia de Araraquara-FOAr-UNESP. Previamente às medidas de fluorescência, os dentes foram limpos com pedra pomes e água e permaneceram armazenados em água destilada até a obtenção das medidas de fluorescência para evitar desidratação.

A avaliação de fluorescência foi de forma comparativa entre resinas odontológicas comerciais, dente humano e a resina composta experimental proposta.

Para realizar o teste de fluorescência foi utilizado o sistema apresentado na Figura 11, composto por uma câmera de CCD (Pixel Fly), quatro LEDs com banda de emissão ao redor de 400 nm, um filtro óptico passa-alta em 475 nm (Schott) para barrar a luz retro-espalhada e um computador para realizar a aquisição das imagens. Dezesesseis imagens foram obtidas para cada situação, para diminuir o ruído (57). As imagens de fluorescência foram transformadas em escala de cinza, empregando o software matemático, Matlab, no qual foi possível distinguir de forma qualitativa a intensidade de fluorescência das amostras em estudo.

Foram executados preparo cavitários na forma de “U” localizados no terço cervical da face vestibular dos caninos superiores, com ângulo cavo-superficial gengival localizado na junção amelo-cementária, tendo 2 mm de profundidade e extensão méso-distal correspondendo ao tamanho da face vestibular onde estavam localizados. Para a realização dos preparos foi utilizada fresa carbide número 245 (KG Sorensen) montada em peça de alta rotação (Extra Torque 605-Kavo). O preparo cavitário foi realizado com refrigeração sempre abundante. A padronização das medidas dos preparos foi aferida por meio de paquímetro.

Anteriormente aos procedimentos restauradores foi realizada a limpeza da cavidade com solução de digluconato de clorexidina a 0,2% com a finalidade de eliminar detritos e impurezas decorrentes da manipulação e preparo das cavidades. Na sequência, foram realizados os procedimentos restauradores da seguinte forma:

- 1) Aplicação do ácido na forma de gel, durante 15 segundos, sendo 15 s no esmalte e 10 s na dentina;
- 2) Lavagem abundante da cavidade com água durante 30 segundos;
- 3) Secagem cuidadosa da cavidade com papel absorvente para que não haja desidratação dentinária o que poderia comprometer a adesão.
- 4) Aplicação do sistema adesivo convencional de 2 passos Adper Single Bond (3M Espe). De acordo com o protocolo do fabricante o qual recomenda a seguinte técnica de aplicação: aplicação da primeira camada com *microbrush*, aguardar 20 segundos, leve jato de ar, aplicação da segunda camada, aguardar 20 segundos, leve jato de ar e fotoativar durante 20 s;
- 5) Inserção da resina composta em três incrementos de forma oblíqua, sendo: inserir primeiro incremento no terço incisal e fotoativado por 40 segundos; segundo incremento no terço cervical do preparo e fotoativado por 40 segundos e último incremento restaurando todo o preparo, tomando-se o cuidado de deixar o material restaurador com pequeno excesso.

Os corpos-de-prova foram colocados no plano focal da câmera, a 6 cm. A iluminação na região focal da imagem é de 4 cm².

Figura 11 -Sistema de aquisição de imagem

5 Resultados e Discussões

5.1 Verificação do diâmetro das partículas de esmalte bovino

Na Figura 12 pode-se verificar a distribuição do diâmetro das partículas de esmalte que foram trituradas por doze horas no moinho vibratório, a distribuição está centrada em 519,5 nm, obtida no equipamento Bi-FOQELS.

Figura 12 -Distribuição de partículas de esmalte bovino triturado por doze horas no moinho vibratório.

Na Figura 13 verifica-se a distribuição do diâmetro das partículas que foram fragmentadas no moinho vibratório por 24 horas, o pico da distribuição está centrado em 72,3 nm.

Figura 13 -Distribuição do diâmetro de partículas de esmalte trituradas no moinho de bola.

De acordo com o fabricante das resinas comerciais a distribuição do diâmetro da Filtek™ Z-250 é de 0,01 a 3,50 μm com tamanho médio de 0,6 μm . A resina Filtek™ Supreme XT tem distribuição de diâmetro de 0,6 a 1,4 μm incorporadas partículas de 20 nm não agregadas. As duas resinas comerciais são compostas por Zircônia e Sílica, o fabricante não descreve as proporções dos elementos.

O processo utilizado de moagem não foi eficaz para diminuir o diâmetro e uniformizar a morfologia das partículas. Na Figura 14 pode-se verificar as imagens de microscopia eletrônica de varredura das resinas experimentais nas diferentes concentrações em massa 60, 70 e 85% e das resinas comerciais Supreme XT e Z-250. As setas nas imagens mostram os diferentes diâmetros de partículas de esmalte bovino nas resinas experimentais e a não uniformidade partículas de esmalte comparado com as resinas comerciais, que apresentam partículas regulares na morfologia.

Como resultado da distribuição dos diâmetros das partículas de carga a manipulação da resina experimental é baseada na porcentagem da carga em peso, sem um controle rigoroso da uniformidade (formato) das partículas

Figura 14 - Resina experimental 60%-(A), 70%-(B) e 85%-(C) concentrações de carga. Resinas comerciais Supreme XT-(D) e Z-250-(E). Aumento de 5000 vezes para as cinco imagens de corpos-de-prova fraturado.

5.2 Avaliação do tratamento superficial

A partir das distribuições de diâmetro médio das partículas utilizou-se a eq.9 para fazer o cálculo da quantidade de silano a ser utilizado para cada distribuição.

Para a distribuição na qual o diâmetro médio das partículas ficou da ordem de 519,3 nm, a área superficial foi de 3,85 m²/g, sendo a quantidade de silano utilizado, de 0,07 g, enquanto que partículas medidas de 72,3 nm a área superficial foi de 27,6 m²/g e quantidade de silano foi utilizada 0,52 g.

A Figura 15 apresenta os espectros de absorção na região de 750 a 3500 cm⁻¹ das partículas de esmalte sem o agente de união e do agente de união. A região em destaque é apresentada com maior detalhe na Figura 16.

Após o tratamento superficial, descrito no item 4.2, o espectro de absorção no infravermelho das partículas tratadas na região de 1175 a 1250 cm⁻¹ foi obtido, região

esta referente à ligação $\text{Si-CH}_2\text{R}$ apresentado na Figura 16. As partículas com área superficial maior apresentam maior intensidade de absorção quando comparado com partículas de área superficial menor Figura 16, isto ocorre devido a quantidade de agente de união utilizada.

Como o silano é uma molécula relativamente grande, se faz necessárias quantidades exatas, pois quantidades de silano maiores dificultam a silanização e quantidades pequenas não resultam em recobrimento de toda a área superficial da partícula (55).

Figura 15 - Intensidade de absorção das partículas de esmalte sem γ -MPS e γ -MPS

Figura 16 - Intensidade de absorção do silano em diferentes área superficial

5.3 Avaliação do Grau de Conversão

Foi realizado o teste de grau de conversão para verificar se a proporção dos componentes da matriz orgânica utilizada resultava em valores de porcentagem de conversão semelhantes aos encontrados na literatura, pois um valor baixo de conversão pode aumentar os monômeros residuais. A Figura 17 mostra o espectro de absorção da resina composta com 70% de carga. Temos a intensidade de absorção da resina curada e não curada.

Figura 17 -Espectro de absorção da resina experimental

Na Tabela 5 e Figura 18 pode-se verificar que os valores calculados do grau de conversão das resinas composta comerciais e experimentais com 60, 70 e 85% em peso de carga.

Os valores apresentados corroboram com valores encontrados na literatura de resinas compostas a base da matriz orgânica apresentada na Tabela 3 e a partir dos valores obtidos constatamos que as proporções utilizadas para composição da matriz de resina estão satisfatórias, baseado nos valores encontrados na literatura (58,59).

Figura 18 - Grau de conversão das resinas compostas comerciais e experimentais

Tabela 5 - Grau de conversão das diferentes quantidades de carga

Resina composta	Grau de Conversão (%)
Z-250	57 ± 3
Supreme XT	57 ± 2
60	63 ± 2
70	59 ± 3
85	55 ± 2

A resina composta experimental contendo 60% de partícula de carga em peso apresenta um maior valor médio de grau de conversão em comparação às resinas experimentais de 70 e 85% e as resinas comerciais. Este aumento no valor médio de grau de conversão pode estar relacionado com a quantidade em peso da matriz orgânica contida na resina experimental de 60%. Essa resina contém mais matriz orgânica em peso do que as resinas experimentais de 70 e 85% e as resinas comerciais utilizadas neste trabalho. A porcentagem maior de matriz orgânica, na resina experimental de 60% em peso de partícula de carga, aumenta a probabilidade de ocorrer ligações da dupla alifática e da dupla do grupo aromático, ligações estas utilizadas para realização do cálculo de grau de conversão através da obtenção da intensidade de absorção por espectroscopia de infravermelho.

5.4 Avaliação do teste de dureza

Na Figura 19 são apresentados os valores de microdureza Vickers das resinas comerciais e das resinas experimentais (RE) nas concentrações de 60, 70 e 85% de partículas de carga de esmalte bovino.

Figura 19 -Teste de microdureza nas resinas compostas

As resinas experimentais apresentam valores médios de dureza que aumentam em função do aumento da concentração de partículas de carga, esse comportamento pode ser observado tanto no topo quanto na base dos corpos-de-prova. Nas resinas experimentais com 60 % de partículas de carga os valores médios de microdureza são iguais levando em conta o desvio padrão. Nota-se que com o aumento da concentração de partículas de carga propicia valores de dureza na base inferior quando comparado com o topo na mesma concentração. Esse fato pode ser entendido da seguinte maneira. Com o aumento da concentração de partículas de carga menos luz incidente está chegando à base, pode estar ocorrendo um processo de absorção das partículas de carga, isso proporciona que menos ligações cruzadas sejam formadas resultando uma diminuição do valor em

relação ao topo. O aumento das propriedades mecânicas está associado com o aumento das ligações cruzadas (60).

Nas resinas comerciais verifica-se que os valores médios de dureza topo e base são similares quando considerado o desvio padrão, esse fato pode estar ocorrendo, pois estas resinas são mais translúcidas do que a resina experimental manipulada neste estudo. Nossa hipótese é a de que nas resinas comerciais, a distribuição da luz no material ocorre de maneira mais uniforme, atingindo intensidade semelhante na base da amostra. No caso da resina experimental, onde devido a maior opacidade e conseqüentemente maior absorção, a intensidade na superfície base é inferior à do topo. Outro fator que influencia as propriedades mecânicas da resina composta é a menor eficiência da adesão do agente de união, silano, na partícula de carga. Se o agente de união não aderir na partícula de carga, a mesma fica dispersa na matriz polimérica em formação, assim durante o processo de polimerização o polímero em formação não se liga a partícula de carga formando uma cadeia polimérica sem partículas de carga.

Os valores encontrados de microdureza das resinas experimentais estão abaixo dos valores de dureza encontrados na literatura, onde pode ser encontrados valores de dureza de 45 a 70 Vickers (61). O trabalho de GOMES e colaboradores apresentam o valor da dureza Vickers da resina composta Filtek Supreme 3M ESPE, essa resina composta é constituída aproximadamente da mesma composição de carga de 70 % em peso. O valor encontrado pelo autor é de 66 HV (62), podemos verificar que o valor encontrado na resina proposta com esmalte bovino como carga está abaixo.

Usualmente as resinas compostas comerciais apresentam na sua composição 0,5% em peso de CQ e amina, foi feito teste nas resinas experimentais com nesta concentração, mas os valores de microdureza obtidos ficaram em 28 HV para resina experimental com 85% em massa de partícula de carga.

Para aumentar a numero de ligações cruzadas e conseqüentemente a dureza, foi triplicado o sistema de fotoativação: canforoquinona e amina para 1,5% em peso. Essa ação foi baseada no artigo de V. Kalliyana e colaboradores (61), no qual foi feito um estudo variando a quantidade do sistema de fotoativação fixando a matriz de resina e constatou-se que fazendo esse aumento pode-se ter um aumento de até 88% do valor de dureza inicial, ou seja, antes do aumento do sistema de fotoativação.

5.5 Teste de compressão axial e compressão diametral

Na Tabela 6 são apresentados os valores médios de resistência à fratura no ensaio compressão axial. Na Figura 20 apresenta o comportamento das resinas compostas durante o ensaio de compressão axial, para um copor-de-prova nas diferentes resinas em estudo.

Tabela 6 - Valores médios de compressão axial

Resina composta	Compressão (MPa)
Z-250	300 ± 20
Supreme XT	340 ± 20
60	180 ± 20
70	160 ± 20
85	110 ± 10

Figura 20 - Ensaio de compressão axial nas diferentes resinas compostas.

Para que uma resina composta possa ser utilizada em restauração a ADA (American Dental Association) recomenda que a resina tenha valores de resistência a compressão superiores a 100 MPa, representado na Figura 20 pela linha preta pontilhada (56).

Nos dentes naturais a resistência a compressão do esmalte é aproximadamente de 380 MPa, dentina 300 MPa, no dente molar é de aproximadamente de 300 MPa e pré molar de 250 MPa. Munidos desses valores, a avaliação da resistência a compressão de um novo material para uso em restaurações é importante, pois esta propriedade pode determinar se o material está apto a suportar os estresses durante o ato de mastigação (63,64).

A comparação direta dos valores apresentados na Tabela 5 com valores de resistência a compressão de dentes naturais e resinas compostas encontrados na literatura se faz necessário uma cautela, pois não foi encontrada padronização no formato dos corpos-de-prova. Em dentes naturais existe a dificuldade de padronizar o corpo-de-prova devido a morfologia do mesmo.

Os valores de resistência a compressão encontrados nesse trabalho superam o valor exigido pela ADA. As resinas comerciais apresentam os maiores valores, enquanto que as resinas experimentais apresentam valores menores e diminuem com o aumento da porcentagem em massa da partícula de carga.

Masouras e colaboradores relatam que o tamanho, a forma e se o agente de união está aderido a partícula de carga interfere nas propriedades mecânicas do material (65).

As Figuras 12 e 13 apresentam a distribuição do diâmetro das partículas de carga, pode-se verificar que a distribuição é larga e este fato influencia diretamente no cálculo da área superficial que por sua vez determina a quantidade de agente de união a ser utilizado. Se o agente de união não for utilizado na quantidade correta torna-se ineficaz a sua contribuição para que a partícula de carga esteja aderida a estrutura polimérica. Para sustentar esta hipótese observou-se a resina experimental que possui o maior valor a resistência a compressão, resina experimental com 60% de partícula de carga em peso, possui uma resistência a compressão de 180 MPa, como observado na Tabela 6. Ao aumentar a quantidade em peso de partícula de carga de 60% para 70% ocorre um aumento de aproximadamente 16% em peso e a resistência a compressão tem uma diminuição de aproximadamente de 12%. Para o aumento de 60% em peso de partícula de carga para 85% ocorre um aumento de aproximadamente de 41% de partícula de carga e a resistência a compressão diminui 41%. Quanto maior a porcentagem em peso da partícula de carga observa-se uma diminuição na resistência a compressão (Tabela 6). Para a resina experimental, quanto maior a quantidade de partícula de carga em peso e

considerando que o tratamento da área superficial não está sendo eficaz, as partículas de carga podem atuar como impurezas no material, uma vez que não participam da ligação da resina experimental e atuam como precursores de propagação de trincas. O possível resultado final é a diminuição do valor da resistência a compressão com o aumento da porcentagem em peso das partículas de carga.

A Figura 14 mostra a morfologia das partículas moídas no moinho vibratório, pode-se verificar que as partículas não são exatamente esféricas, e forma da partícula influencia no cálculo para quantidade de agente de união.

O aumento da porcentagem em massa de partícula, geralmente aumenta as propriedades mecânicas do material(66). No ensaio de microdureza esse fato foi possível constatar, onde o aumento da porcentagem em massa da resina resultou no aumento da dureza do material. Enquanto que no ensaio de resistência a compressão as resinas experimentais apresentaram valores menores na fratura com o aumento da porcentagem de carga.

A diferença de comportamento nos ensaios de microdureza e compressão axial e diametral pode estar relacionada com a diferença do tipo de ensaio mecânico. No ensaio de microdureza o indentador atua em uma pequena área do corpo-de-prova o que proporciona no material um deslocamento de uma pequena fração do material, apenas onde o indentador esteve em contato. Como a força aplicada é relativamente baixa, o material adjacente àquele que foi deslocado não se desloca. Com o aumento da concentração das partículas de carga, o deslocamento do material onde o indentador está em contato torna-se mais difícil, consequentemente, com o aumento da concentração observamos um aumento do valor de microdureza.

Para o ensaio de compressão axial e diametral a força aplicada atua sobre toda a área em contato do suporte da máquina de ensaio com o corpo-de-prova. O nosso tratamento de área superficial das partículas (silanização) não está ocorrendo de forma eficaz, desta forma, com o aumento da concentração de partículas existe um aumento da área superficial não ligada à matriz polimérica em formação. Existe o favorecimento da propagação de trincas de forma mais rápida, neste caso a partícula funciona como uma impureza, e, consequentemente, com o aumento da concentração de carga observa-se uma diminuição da resistência à compressão.

Na Tabela 7 pode-se verificar a média dos valores de resistência a compressão diametral e o desvio padrão. A Figura 21 apresenta o comportamento das resinas compostas durante a compressão diametral.

Tabela 7 - Compressão diametral

Resina composta	Compressão Diametral (MPa)
Z-250	50 ± 3
Supreme XT	48 ± 2
60	26 ± 2
70	23 ± 2
85	21 ± 2

Figura 21 - Ensaio de compressão diametral nas diferentes resinas compostas

Os valores obtidos do ensaio de compressão diametral das resinas comerciais corroboram o valor encontrado na literatura. O ensaio de compressão diametral foi realizado, pois é utilizado para entender o comportamento de materiais resinosos a restaurações anteriores(56).

Para as resinas experimentais os valores obtidos foram inferiores aos das resinas comerciais, esse fato pode estar relacionado com o tratamento da área superficial não eficaz, como discutido no ensaio de compressão axial.

5.6 Avaliação da fluorescência

As imagens de fluorescência foram realizadas para comparar de forma quantitativa a fluorescência das resinas comerciais e experimentais que se assemelham ao tecido dental.

Figura 22 - a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina experimental 60% carga em peso.

Figura 23 -a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina experimental 70% carga em peso.

Figura 24 - a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina experimental 85% carga em peso.

Figura 25 -a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina experimental do dente humano.

Figura 26 -a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina comercial Supreme XT.

Figura 27 -a) imagem de fluorescência, b) imagem em escala de cinza resina comercial Z-250.

As imagens nas Figuras 22 a 27 apresenta em a) a imagem de fluorescência e em b) imagem em escala de cinza das resinas experimentais, dente humano e resinas comerciais. Como pode-se verificar que as resinas experimentais assemelhasse a estrutura dental do que as resinas experimentais utilizadas neste trabalho. Na Figura 28 é apresentado intensidade de fluorescência em escala cinza das resinas experimentais, resinas comerciais e dente humano, o que podemos verificar que as resinas experimentais possuem mais semelhança óptica ao tecido dental do que as resinas comerciais.

Figura 28 - Intensidade de fluorescência em escala de cinza das resinas experimentais, comerciais e dente humano.

A Tabela 8 apresenta os valores médios dos ensaios mecânicos e intensidade de fluorescência realizados nas resinas comerciais e experimentais.

Tabela 8 – Ensaio mecânicos e intensidade de fluorescência

Tipo de Resinas	Partículas de Carga	HV	Compressão diametral (MPa)	Compressão axial (MPa)	Fluorescência (escala de cinza)
Z-250	Zirconia/Sílica 0,01 a 3,50 µm	70	300	50	17
Supreme XT	Zirconia/Sílica 0,6 a 1,40 µm e 20 nm	67	340	48	18
RE 60 % de carga	Esmalte bovino 0,04 a 0,13 µm e 0,32 a 1 µm	20	180	26	25
RE 70 % de carga	Esmalte bovino 0,04 a 0,13 µm e 0,32 a 1 µm	30	160	23	34
RE 85 % de carga	Esmalte bovino 0,04 a 0,13 µm e 0,32 a 1 µm	49	110	21	34
Dente humano		310*			41

*o valor de microdureza não pode ser utilizado como comparação, pois o corpo-de-prova confeccionado passa por um tratamento antes do ensaio(67).

6 Conclusão

Com base nos resultados apresentados neste trabalho verificou-se que foi possível confeccionar uma resina composta para uso odontológico utilizando com propriedades químicas esmalte bovino como partícula de carga. A metodologia para o tratamento de área superficial específica não está interferindo no processo de polimerização, baseado nos resultados de GC. Os valores obtidos no teste de microdureza estão abaixo dos valores encontrados na literatura. Os resultados obtidos no ensaio de compressão axial superou o mínimo exigido pelo ADA. As imagens de fluorescência mostraram que a resina experimental proposta tem característica óptica, fluorescência, semelhante a estrutura dental.

7 Trabalhos futuros

1. Procurar métodos eficientes para ter um maior controle do diâmetro das partículas.
2. Testar outros agentes de união.
3. Melhorar a homogeneização da partícula de carga na matriz orgânica.
4. Realizar calcinação das partículas de esmalte bovino com zircônia e/ou sílica, na busca de melhorar a propriedades mecânicas.

Referências

- 1 JANDT, K.D.; SIGUSCH, B.W. Future perspectives of resin-based dental materials. *Dental Materials*, v. 25, n.8, p. 1001-1006, 2009.

- 2 TAN, Y.; LIU, Y.; GROVER, L.M.; HUANG, B. Wear behavior of light-cured dental composites filled with porous glass-ceramic particles. *Journal Mechanical Behavior Biomedical Materials*, v. 3, n.1, p. 77-84, 2010.

- 3 BEUN, S.; GLORIEUX, T.; DEVAUX, J.; VREVEN, J.; LELOUP, G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dental Materials*, v. 23, n.1, p. 51-9, 2007.

- 4 CURTIS, A.R.; PALIN, W.M.; FLEMING, G.J.; SHORTALL, A.C.; MARQUIS, P.M. The mechanical properties of nanofilled resin-based composites: the impact of dry and wet cyclic pre-loading on bi-axial flexure strength. *Dental Materials*, v. 25, n.2, p. 188-97, 2009.

- 5 BOWEN, R.L. Properties of a Silica-Reinforced Polymer for Dental Restorations. *Journal of the American Dental Association*, v. 66, n.1, p. 57-61, 1963.

- 6 PEUTZFELT, A. Resin composite in dentistry; the monomer systems. *European Journal Oral Science*, v. 105, n.2, p. 97-116, 1997.

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

- 8 TSAI, P.C.L.; MEYERS, I.A.; WALSH, L.J. Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing lights. *Journal of Dental Research*, v. 82, n. Sp. Iss. C, p. 82-82, 2003.

- 9 OBICI, A.C.; SINHORETI, M.A.C.; CONSANI, S.; GOES, M.F.; SOBRINHO, L.C. Effect of photoactivation method on polymerization shrinkage of the restorative composites. *Journal of Dental Research*, v. 81, n. Sp. Iss. B, p. B169-B169, 2002.

10 GONCALVES, F.; PFEIFER, C.C.S.; STANSBURY, J.W.; NEWMAN, S.M.; BRAGA, R.R. Influence of matrix composition on polymerization stress development of experimental composites. *Dental Materials*, v. 26, n.7, p. 697-703, 2010.

11 ANUSAVICE, K.J. *Materiais Dentários*. 10 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S.A. 1998.

12 BRAGA, R.R.; BALLESTER, R.Y.; FERRACANE, J.L. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: A systematic review. *Dental Materials*, v. 21, n.10, p. 962-970, 2005.

13 WOZNAK, W.T.; MOORE, B.K. Luminescence spectra of dental porcelains. *Journal of Dental Research*, v. 57, n.11-12, p. 971-4, 1978.

14 ECKER, G.A.; MOSER, J.B.; WOZNAK, W.T.; BRINDEN, G.I. Effect of repeated firing on fluorescence of porcelain-fused-to-metal porcelains. *The Journal of prosthetic dentistry*, v. 54, n.2, p. 207-14, 1985.

15 DOS REIS, R.S.A.; CASEMIRO, L.A.; CARLINO, G.V.; LINS, E.C.C.C.; KURACHI, C.; BAGNATO, V.S.; PIRES-DE-SOUZA, F.D.P.; PANZERI, H. Evaluation of fluorescence of dental composites using contrast ratios to adjacent tooth structure: A pilot study. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, v. 19, n.4, p. 199-206, 2007.

16 HOSSEINALIPOUR, M.; JAVADPOUR, J.; REZAIE, H.; DADRAS, T.; HAYATI, A.N. Investigation of mechanical properties of experimental Bis-GMA/TEGDMA dental composite resins containing various mass fractions of silica nanoparticles. *Journal Prosthodontics*, v. 19, n.2, p. 112-7, 2010.

17 RAMAKRISHNA, S.; MAYER, J.; WINTERMANTEL, E.; LEONG, K.W. Biomedical applications of polymer-composite materials: a review. *Composites Science and Technology*, v. 61, n.9, p. 1189-1224, 2001.

18 ORÉFICE R.L.; PEREIRA M.M; Mansur, H.S. *Biomateriais: fundamentos e aplicações*. Rio de Janeiro: Cultura Médica. 2006.

19 REKOW, D.; THOMPSON, V.P. Engineering long term clinical success of advanced ceramic prostheses. *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*, v. 18, n.1, p. 47-56, 2007.

20 CANEVAROLO Jr, S.V. *Ciências dos Polímeros*. São Paulo: Artliber Editora Ltda. 2006.

21 CURTIS, A.R.; SHORTALL, A.C.; MARQUIS, P.M.; PALIN, W.M. Water uptake and strength characteristics of a nanofilled resin-based composite. *Journal of Dentistry*, v. 36, n.3, p. 186-193, 2008.

22 JUDEINSTEIN, P.; SANCHEZ, C. Hybrid organic-inorganic materials: A land of multi-disciplinarity. *Journal of Materials Chemistry*, v. 6, n.4, p. 511-525, 1996.

23 CALLISTER JR., W.D. *Fundamentos da ciência e engenharia dos materiais*. Rio de Janeiro: LTC. 2006.

24 SIDERIDOU, I.; TSERKI, V.; PAPANASTASIOU, G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*, v. 23, n.8, p. 1819-29, 2002.

25 ASMUSSEN, E.; PEUTZFELDT, A. Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dental Materials*, v. 14, n.1, p. 51-56, 1998.

26 CHUNG, C.M.; KIM, M.S.; KIM, J.G.; JANG, D.O. Synthesis and photopolymerization of trifunctional methacrylates and their application as dental monomers. *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 62, n.4, p. 622-627, 2002.

27 LU, H.; STANSBURY, J.W.; NIE, J.; BERCHTOLD, K.A.; BOWMAN, C.N. Development of highly reactive mono-(meth)acrylates as reactive diluents for dimethacrylate-based dental resin systems. *Biomaterials*, v. 26, n.12, p. 1329-1336, 2005.

28 ZOTTI-MARTELLI, L.; PECCATORI, M.; SCARPATO, R.; MIGLIORE, L. Induction of micronuclei in human lymphocytes exposed in vitro to microwave radiation. *Mutation Research-Genetic Toxicology and Environmental Mutagenesis*, v. 472, n.1-2, p. 51-58, 2000.

29 COOK, W.D. Photopolymerization kinetics of dimethacrylates using the camphorquinone amine initiator system. *Polymer*, v. 33, n.3, p. 600-609, 1992.

- 30 LEPRINCE, J.; PALIN, W.M.; MULLIER, T.; DEVAUX, J.; VREVEN, J.; LELOUP, G. Investigating filler morphology and mechanical properties of new low-shrinkage resin composite types. *Journal of Oral Rehabilitation*, v. 37, n.5, p. 364-376, 2010.
- 31 LEE, J.H.; UM, C.M.; LEE, I.B. Rheological properties of resin composites according to variations in monomer and filler composition. *Dental Materials*, v. 22, n.6, p. 515-526, 2006.
- 32 FERRACANE, J.L. Resin composite-state of the art. *Dental Materials*, 2010.In press.
- 33 REKOLA, J.; AHO, A.J.; GUNN, J.; MATINLINNA, J.; HIRVONEN, J.; VIITANIEMI, P.; VALLITTU, P.K. The effect of heat treatment of wood on osteoconductivity. *Acta Biomaterialia*, v. 5, n.5, p. 1596-1604, 2009.
- 34 WITUCKI, G.L. A Silane Primer - Chemistry and Applications of Alkoxy Silanes. *Journal of Coatings Technology*, v. 65, n.822, p. 57-60, 1993.
- 35 SHEN, C.Y.; OH, W.S.; WILLIAMS, J.R. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 91, n.5, p. 453-458, 2004.
- 36 MATINLINNA, J.P.; OZCAN, M.; LASSILA, L.V.J.; VALLITTU, P.K. The effect of a 3-methacryloxypropyltrimethoxy-silane and vinyltriisopropoxysilane blend and tris(3-trimeth oxysilylpropyl)isocyanurate on the shear bond strength of composite resin to titanium metal. *Dental Materials*, v. 20, n.9, p. 804-813, 2004.
- 37 PHILLIPS, R.W. *Materiais Dentários*. 10 ed.Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S.A. 1998.
- 38 NIHEI, T.; DABANOGLU, A.; TERANAKA, T.; KURATA, S.; OHASHI, K.; KONDO, Y.; YOSHINO, N.; HICKEL, R.; KUNZELMANN, K.H. Three-body-wear resistance of the experimental composites containing filler treated with hydrophobic silane coupling agents. *Dental Materials*, v. 24, n.6, p. 760-764, 2008.
- 39SODERHOLM, K.J.M.; SHANG, S.W. Molecular-Orientation of Silane at the Surface of Colloidal Silica. *Journal of Dental Research*, v. 72, n.6, p. 1050-1054, 1993.

40GEHLEN, M.H.; BUCHVISER, S.F.; RODRIGUES, M.R.; NEUMANN, M.G. Fotoiniciação de polimerização vinílica. *Química Nova*, v. 21, n.6, p. 794-801, 1998.

41RUTSCH, W.; DIETLIKER, K.; LEPPARD, D.; KOHLER, M.; MISEV, L.; KOLCZAK, U.; RIST, G. Recent developments in photoinitiators. *Progress in Organic Coatings*, v. 27, n.1-4, p. 227-239, 1996.

42 ALLEN, N.S. Photoinitiators for UV and visible curing of coatings: mechanism and properties. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: chemistry*, v. 10, n.1-3, p. 101-107, 1996.

43 RODRIGUES, M.R. Fotopolimerização: princípios e métodos. *Polímeros: ciência e tecnologia*, v. 13, n.4, p. 276-286, 2003.

44FOUASSIER, J.P.; ALLONAS, X.; BURGET, D. Photopolymerization reactions under visible lights: principle, mechanisms and examples of applications. *Progress in Organic Coatings*, v. 47, n.1, p. 16-36, 2003.

45 ANDRZEJEWSKA, E. Photoinitiated polymerization of multifunctional monomers. *Polimery*, v. 46, n.2, p. 88-99, 2001.

46LOVELL, L.G.; NEWMAN, S.M.; BOWMAN, C.N. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *Journal of Dental Research*, v. 78, n.8, p. 1469-1476, 1999.

47 LOVELL, L.G.; NEWMAN, S.M.; DONALDSON, M.M.; BOWMAN, C.N. The effect of light intensity on double bond conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. *Dental Materials*, v. 19, n.6, p. 458-465, 2003.

48NIE, J.; LINDEN, L.A.; RABEK, J.F.; EKSTRAND, J. Photocuring of mono- and di-functional (meth)acrylates with tris [2-(acryloyloxy)ethyl]isocyanurate. *European Polymer Journal*, v. 35, n.8, p. 1491-1500, 1999.

49DUTRA-CORRÊA, M. *Avaliação das propriedades térmicas, químicas e mecânicas relacionando dente bovino e dente humano*. 2005. 170 f. Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora, Especialidade Dentística Restauradora) - Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos. 2005. Avaliação das propriedades térmicas, químicas e mecânicas relacionando dente bovino e dente humano. 2005.

- 50 MOSZNER, N.; FISCHER, U.K.; ANGERMANN, J.; RHEINBERYER, V. A partially aromatic urethane dimethacrylate as a new substitute for Bis-GMA in restorative composites. *Dental Materials*, v. 24, n.5, p. 694-699, 2008.
- 51 BANDECA, M.C.; EL-MOWAFY, O.; SAADE, E.G.; RASTELLI, A.N.S.; BAGNATO, V.S.; PORTO-NETO, S.T. Changes on degree of conversion of dual-cure luting light-cured with blue LED. *Laser Physics*, v. 19, n.5, p. 1050-1055, 2009.
- 52 JACOMASSI, D.P. *Estudo da fotoativação de resina composta variando o comprimento de onda com laser de argônio, por meio dos testes de microdureza, variação térmica, grau de conversão e ablação*. 2007. 87 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia\ Instituto de Química de São Carlos\ Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.
- 53 ANUSAVICE, K.J. *Resorative resins, in Phillip's science of dental materials*. Philadelphia: J Wiley, 1996.
- 54 MIYAZAKI, M.; ONOSE, H.; IIDA, N.; KAZAMA, H. Determination of residual double bonds in resin-dentin interface by Raman spectroscopy. *Dental Materials*, v. 19, n.3, p. 245-251, 2003.
- 55 SOCRATES, G. *Infrared and raman characteristic:group frequencies*, 3 ed. Chichester: J Wiley, 2001.
- 56 DELLA BONA, A.; BENETTI, P.; BORBA, M.; CECCHETTI, D. Flexural and diametral tensile strength of composite resins. *Brazilian Oral Research*, v. 22, n.1, p. 84-9, 2008.
- 57 GONZALEZ, R.C.; WOODS, R.E. *Digital image processing*. New York: Addison-Wesley. 1992.
- 58 MOHAMAD, D. ; YOUNG, R J ; MANN, A B ; Watts, D.C. Post-polymerization of dental resin composite evaluated with nanoindentation and micro-Raman spectroscopy. *Archives of Orofacial Sciences*, n.2, p. 26-31, 2007.
- 59 OBICI, A.C.; SINHORETI, M.A.C.; FROLLINI, E.; SOBRINHO, L.C.; CONSANI, S. Degree of conversion and knoop hardness of Z250 composite using different photo-activation methods. *Polymer Testing*, v. 24, n.7, p. 814-818, 2005.

60 SCHNEIDER, L.F.J.; MORAES, R.R.; CAVALCANTE, L.M.; SINHORETIA, M.A.C.; CORRER-SOBRINHO, L.; CONSANI, S. Cross-link density evaluation through softening tests: Effect of ethanol concentration. *Dental Materials*, v. 24, n.2, p. 199-203, 2008.

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

62 GOMES, G. M.; CALIXTO, A.L.; SANTOS, F. A.; GOMES, O. M. M.; D'ALPINO, P. H. P.; GOMES, J. C. Hardness of a bleaching-shade resin composite polymerized with different light-curing sources. *Brazilian Oral Research*, v. 20, p. 337-41, 2006.

63 KREJCI, I.; LUTZ, F.; ZEDLER, C. Effect of Contact Area Size on Enamel and Composite Wear. *Journal of Dental Research*, v. 71, n.7, p. 1413-1416, 1992.

64 WILLEMS, G.; LAMBRECHTS, P.; BRAEM, M.; VANHERLE, G. Three-year follow-up of five posterior composites: in vivo wear. *Journal Dentistry*, v. 21, n.2, p. 74-8, 1993.

65 MASOURAS, K.; SILIKAS, N.; WATTS, D.C. Correlation of filler content and elastic properties of resin-composites. *Dental Materials*, v. 24, n.7, p. 932-939, 2008.

66 WEI, Y.; JIN, D.L.; WEI, G.; YANG, D.C.; XU, J.G. Novel organic-inorganic chemical hybrid fillers for dental composite materials. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 70, n.9, p. 1689-1699, 1998.

67 CHUENARROM, C.; BENJAKUL, P.; DAOSODSAI, P. Effect of Indentation Load and Time on Knoop and Vickers Microhardness Tests for Enamel and Dentin. *Materials Research-Ibero-American Journal of Materials*, v. 12, n.4, p. 473-476, 2009.

Apêndice – Pedido de Patente

INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL PROTOCOLO GERAL 22/06/2010 018100022537 12:14 DESP 0000281003216763 Espaço reservado ao protocolo	< Uso exclusivo do INPI > Espaço para etiqueta
--	---

DEPÓSITO DE PEDIDO DE PATENTE OU DE CERTIFICADO DE ADIÇÃO

Ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial:

O requerente solicita a concessão de um privilégio na natureza e nas condições abaixo indicadas

1. Depositante (71):

- 1.1 Nome: Vanderlei Salvador Bagnato
 1.2 Qualificação Brasileiro, Casado, Prof. Universitário
 1.3 CNPJ/CPF: 002.804.928-47.
 1.4 Endereço Completo: Rua Julio Fagá, 120, São Carlos-SP.
 1.5 CEP: 13560-120 1.6 Telefone: 16-3373-9811 1.7 Fax: 16-3373-9811
 1.8 E-mail: marcio@mlmarcasepatentes.com.br

☒ continua em folha anexa

- 2. Natureza:** ☒ Invenção ☐ Modelo de Utilidade ☐ Certificado de Adição

Escreva, obrigatoriamente, e por extenso, a Natureza desejada: Invenção.

3. Título da Invenção ou Modelo de Utilidade ou Certificado de Adição(54):

RESINA DENTAL COM PARTÍCULAS DE ESMALTE BOVINO VISANDO A BIOCOMPATIBILIDADE

☐ continua em folha anexa

- 4. Pedido de Divisão:** do pedido N° _____ Data de Depósito: _____

- 5. Prioridade:** ☐ interna ☐ unionista

O depositante reivindica a(s) seguinte(s):

Pais ou organização de origem	Número de depósito	Data do depósito

6. Inventor (72):

☐ Assinale aqui se o(s) mesmo(s) requer(em) a não divulgação de seu(s) nome(s)

- 6.1 Nome: Vanderlei Salvador Bagnato
 6.2 Qualificação Bras., Casado, Prof. Universitario 6.3 CPF: 002.804.928-47.
 6.4 Endereço completo Rua Julio Fagá, 120, São Carlos-SP.
 6.5 CEP: 13560-120 6.6 Telefone: 16-3373-9811 6.7 Fax: 16-3373-9811
 6.8 E-Mail: marcio@mlmarcasepatentes.com.br

☒ continua em folha anexa

7. Declaração na forma do item 3.2 do Ato Normativo nº 127/97:

☐ 7.1 Declaro que os dados fornecidos no presente formulário são idênticos ao da certidão de depósito ou documento equivalente do pedido cuja prioridade está sendo reivindicada.

☐ em anexo

8. Declaração de divulgação anterior não prejudicial: (Período de Graça:
(art. 12 da LPI e item 2 do AN nº 127/97)

☐ em anexo

9. Procurador (74)

9.1 Nome: Marcio Loreti

9.2 CNPJ/CPF: 156.259.688-88

9.3 API/OAB: OAB/SP 178.628

9.4 Endereço completo Rua Riachuelo, 227, São Carlos-SP.

9.5 CEP: 13560-110

9.6 Telefone: 16-3372-5539

9.7 Fax: 16-3372.5539

9.8 E-Mail: marcio@mlmarcasepatentes.com.br

10. Listagem de sequências Biológicas (documentos anexados) (se houver):

- ☐ Listagem de sequências em arquivo eletrônico: nº de CDs ou DVDs (original e cópia).
☐ Código de controle alfanumérico no formato de código de barras: fl.
☐ Listagem de sequências em formato impresso: fls.
☐ Declaração de acordo com o artigo da Resolução INPI nº 228/09: fls.

11. Documentos anexados (assinale e indique também o número de folhas):
(Deverá ser indicado o nº total de somente uma das vias de cada documento)

☒	11.1 Guia de Recolhimento	02 fls.	☒	11.5 Relatório descritivo	05 fls.
☒	11.2 Procuração	03 fls.	☒	11.6 Reivindicações	01 fls.
☐	11.3 Documentos de Prioridade	fls.	☒	11.7 Desenhos	01 fls.
☐	11.4 Doc. de contrato de trabalho	fls.	☒	11.8 Resumo	01 fls.
☒	11.9 Outros que não aqueles definidos no campo 11 (especificar) Anexo I e II (depositante e inventor)				02 fls.

12. Total de folhas anexadas (referentes aos campos 10 e 11): 15 fls.

13. Declaro, sob penas da Lei, que todas as informações acima prestadas são completas e verdadeiras.

São Carlos, 17 de junho de 2010.

Local e Data

Assinatura e Carimbo
Marcio Loreti
ADVOGADO
OAB/SP 178.628

1/1

ANEXO I**1. DEPOSITANTE**

1.1 Nome: Gnatus Equipamentos Médico Odontológico Ltda.

1.2 Qualificação: Empresa Privada

1.3 CPF/CNPJ: 48.015.119/0001-64.

1.4 Endereço Completo: Rodovia Abraão Assed, s/n, Km 53+450, Recreio Anhanguera, Ribeirão Preto-SP.

1.5 CEP 14.097-500.

1.6 Telefone: (16) 2102-5000.

1.7 FAX: (16) 2102-5000.

1.8 e-mail: marcio@mlmarcasepatentes.com.br

1. DEPOSITANTE

1.1 Nome: Jeison Tallis Tribioli

1.2 Qualificação: Brasileiro, Solteiro, Físico

1.3 CPF/CNPJ: 329.342.798-71.

1.4 Endereço Completo: Alameda Francisco Souza Braga, 1438, Jd. Alvorada, Bebedouro-SP.

1.5 CEP 14.706-230-270.

1.6 Telefone: (17) 3342-8569.

1.7 FAX: (16) 3373-9811.

1.8 e-mail: marcio@mlmarcasepatentes.com.br

1/1

ANEXO II**6. AUTOR**

6.1 Nome: Alessandra Nara de Souza Rastelli
6.2 Qualificação: Brasileira, Solteira, Dentista 6.3 CPF: 926.436.809-44.
6.4 Endereço: Rua Carlos Gomes, 854, Apto. 103, Araraquara-SP. 6.5 CEP 14.800-270.
6.6 Telefone: (16) 8123-6486. 6.7 FAX: (16) 3373-9811.
6.8 e-mail: marcio@mlmarcasepatentes.com.br

6. AUTOR

6.1 Nome: Denis Pablo Jacomassi.
6.2 Qualificação: Brasileiro, Casado, Físico 6.3 CPF: 285.593.888-00.
6.4 Endereço: Rua Tiago Caruso, 241, Azulvile, São Carlos-SP. 6.5 CEP 13571-190.
6.6 Telefone: (16) 3368-3470. 6.7 FAX: (16) 3373-9811.
6.8 e-mail: marcio@mlmarcasepatentes.com.br

6. AUTOR

6.1 Nome: Jeison Tallis Tribioli.
6.2 Qualificação: Brasileiro, Solteiro, Físico 6.3 CPF: 329.342.798-71.
6.4 Endereço: Rua Francisco de Souza Braga, 1438, Bebedouro-SP. 6.5 CEP 14.706-230.
6.6 Telefone: (17) 3342-8569. 6.7 FAX: (16) 3373-9811.
6.8 e-mail: marcio@mlmarcasepatentes.com.br

6. AUTOR

6.1 Nome: Gilberto Henrique Canesin Nomelini
6.2 Qualificação: Brasileiro, Casado, Empresário 6.3 CPF: 838.461.238-20.
6.4 Endereço: Rodovia Abraão Assed, s/n, Km 53+450metros, Ribeirão Preto-SP.
6.6 Telefone: (16) 2102-5000. 6.7FAX: (16) 2102-5000.
6.8 e-mail: marcio@mlmarcasepatentes.com.br

6. AUTOR

6.1 Nome: Cristina Kurachi.
6.2 Qualificação: Brasileira, Solteira, Dentista 6.3 CPF: 279.401.828-03.
6.4 Endereço: Rua Ruth Bloem Souto, 110, apto. 44, São Carlos-SP. 6.5 CEP 13.560-044.
6.6 Telefone: (16) 3413-2902 6.7FAX: (16) 3373-9811.
6.8 e-mail: marcio@mlmarcasepatentes.com.br

ANEXO – Comitê de Ética

Centro Universitário de Araraquara

Rua Voluntários da Pátria, 1309 - Centro - Araraquara - SP
CEP 14801-320 - Caixa Postal 68 - Fone/Fax: (16) 3301-7100

www.uniara.com.br

COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

Parecer do projeto sob o protocolo: nº. 1164/10

Título do Projeto: "Desenvolvimento e testes de compósitos odontológicos com cargas não convencionais".

Pesquisador responsável: Jeilson Tallis Tribioli.

PARECER

O Projeto de Pesquisa intitulado "**Desenvolvimento e testes de compósitos odontológicos com cargas não convencionais**", sob sua responsabilidade e com a participação dos pesquisadores Alessandra Nara de Souza Rastelli e Denis Pablo Jacomassi foi analisado por este Comitê.

O trabalho tem por objetivo verificar e comparar a fluorescência do dente humano com a resina composta odontológica experimental.

A análise do referido projeto mostra que está devidamente instruído conforme as normas que regulamentam as pesquisas envolvendo seres humanos, adequado às diretrizes da Resolução nº. 196/96 do Conselho Nacional de Saúde (Ministério da Saúde).

Este Comitê apresenta **parecer favorável**, sendo assim, o projeto está **APROVADO** para a sua execução.

Os autores, ao concluírem o trabalho devem encaminhar ao CEP-UNIARA o Relatório Final de Atividades, na íntegra contendo os resultados e conclusões obtidas.

Araraquara, 04 de novembro de 2010.

Relator/Parecerista

CENTRO UNIVERSITÁRIO DE ARARAQUARA

CEP
Aprovado.
Reunião 04 / 11 / 2010

Coordenador(a)