

Avaliação de Compósitos Odontológicos por Análise Térmica e Microscopia Eletrônica de Varredura

Cristina C. de Almeida, Cheila G. Mothé
Escola de Química, UFRJ

Resumo: O objetivo deste trabalho é caracterizar compósitos odontológicos fotossensíveis por análise térmica (TG, DTG e DTA) e Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM). Dentre as marcas comerciais analisadas, quatro marcas são de uso indireto, Resilab (Wilcos/Brasil), Epricord (Kuraray/Japão), Signum (Heraeus Kulzer/Alemanha) e Sinfony (3M/USA); e foram comparadas com duas marcas de compósitos de uso direto, 4Seasons (Ivoclar Vivadent/Liechtenstein) e Esthet X (Dentsply/USA). Os compósitos de uso direto foram curados por 20 segundos, enquanto que os indiretos foram curados por 180 segundos em diferentes equipamentos, seguindo as indicações dos fabricantes. A decomposição térmica dos compósitos (curados e não curados) foi estudada na temperatura de 30 a 800 °C em atmosfera de nitrogênio com fluxo de 120 mL.min⁻¹. As curvas de termogravimetria (TG) mostraram que os compósitos com maior estabilidade térmica foram aqueles com menor porcentagem de resíduo a 800 °C. As micrografias dos compósitos revelaram diferentes tamanhos de partículas de carga. A análise térmica apresentou-se como uma ferramenta interessante com precisão, para avaliar o comportamento térmico de compósitos odontológicos.

Palavras-chave: *Compósitos odontológicos, análise térmica, decomposição térmica.*

Evaluation of Dental Composites Using Thermal Analysis and Scanning Electron Microscopy

Abstract: The aim of this work is to characterize photosensitive dental composites by thermal analysis (TG, DTG and DTA) and Scanning Electron Microscopy (SEM). Among the commercial brands analyzed, four were for indirect use, Resilab (Wilcos/Brazil), Epricord (Kuraray/Japan), Signum (Heraeus Kulzer/Germany) and Sinfony (3M/USA), while the other two were for direct use, namely 4Seasons (Ivoclar Vivadent/Liechtenstein) and Esthet X (Dentsply/USA). Composites for direct use were cured during 20 seconds, while the indirect ones were cured for 180 seconds on different instruments, as indicated by the producers. Thermal decomposition of dental composites (cured and uncured) was studied between 30 and 800 °C with a nitrogen flow of 120 mL.min⁻¹. Thermogravimetry curves (TG) showed that composites which presented a better thermal stability showed smaller amount of residues at 800 °C. Composites micrographs showed different particle sizes. Thermal analysis seems to be an interesting tool to evaluate the thermal behavior of dental composites.

Keywords: *Dental composite, thermal analysis, thermal decomposition.*

Introdução

Na década de 60, uma nova classe de materiais de aplicação intra-oral é introduzida na odontologia, os compósitos poliméricos. Desenvolvido por Raphael L. Bowen a partir da reação entre monômeros vinílico e epóxi, este novo polímero foi denominado Bis-GMA ou bis(metacrilato de glicidila). Além disso, Bowen adicionou partículas de quartzo silanizadas a este polímero, o que modificou radicalmente seu desempenho. A contração durante o processo final de polimerização, a expansão térmica e a sorção de água foram reduzidas, ao mesmo tempo em que tiveram o módulo de elasticidade e a dureza do Bis-GMA aumentados^[1]. Estudos comprovaram que a incorporação de partículas de carga ao polímero altera as propriedades dos compósitos^[2-5].

O sistema de classificação mais empregado para os compósitos odontológicos baseia-se no tamanho médio

das partículas de carga e na sua distribuição por tamanho. Os compósitos odontológicos classificam-se em microparticulado homogêneo, que contém sílica submicrométrica (~0,04 µm) obtida por processo pirolítico ou sol-gel; microparticulado heterogêneo, com a sílica submicrométrica misturada a um polímero de baixa viscosidade, curados em blocos e triturados em partículas pré-polimerizadas de 50 a 150 µm, antes de serem misturadas à matriz polimérica; híbridos, onde a sílica submicrométrica é misturada às partículas inorgânicas trituradas, com tamanho superior a 1 µm; e microhíbrido, com a mesma composição, entretanto com o tamanho médio das partículas inorgânicas trituradas menor do que 1 µm. Por último, o compósito de nanopartícula, com tamanho de 1 a 100 nanômetros (nm). O termo nanopartícula pode também ser utilizado para as partículas de sílica submicrométrica, cujo tamanho médio é de 0,04 µm, ou seja, 40 nm. As nanopartículas representam

apenas 10% da composição inorgânica total dos materiais comerciais e uma denominação mais adequada para os nanocompósitos atuais é a de nanohíbridos. O conteúdo final de carga inorgânica em um compósito de micropartículas de resina pré-polimerizada pode ser de apenas 50% em peso, enquanto que para os materiais híbridos, o conteúdo de carga é de aproximadamente 70 a 80% em peso^[6-9].

Após 1970, diversos avanços tecnológicos tornaram-se possíveis com a cura (reticulação) por luz destes compósitos, passando a ser curados diretamente na cavidade oral. Os primeiros compósitos comercializados a utilizar luz para a geração de espécies iniciadoras empregavam radiação ultravioleta (UV), que emite energia luminosa em uma faixa de ondas que oscila entre 320 e 365 nm e tem como iniciador o peróxido de benzoíla^[1]. Atualmente, os compósitos restauradores são polimerizados por luz visível, dentro da faixa azul do espectro e geralmente utilizam a canforoquinona como iniciador, cujo perfil de absorção aproximado é 470 nm. A fonte de luz visível convencionalmente utilizada na área odontológica é a lâmpada halógena. Ambas, halógena e UV, apresentam emissão de energia acima do necessário, com conseqüente liberação de calor e aquecimento dos tecidos dentais. Os diodos emissores de luz (LEDs), ao contrário, não emitem calor e o grau de conversão independe da espessura do compósito. O modo de ativação (luz contínua e não contínua) dos compósitos fotossensíveis também pode influir na densidade do polímero final e tem sido estudado por diversos autores^[10,11].

Na década de 1980, os sistemas de cura direta, intra-oral, foram modificados para cura indireta, em laboratórios de prótese, com o objetivo de minimizar ou eliminar os problemas associados à técnica direta, uma vez que permitem a manipulação e cura do material em condições ideais e controladas de luz, temperatura, umidade, pressão e tempo. Esperava-se, com isso, um aumento no grau de conversão dos monômeros, além da redução na contração durante polimerização e dos seus efeitos sobre o conjunto dente-restauração.

A literatura especializada tem mostrado que os compósitos odontológicos, indicados tanto para a técnica direta quanto para a técnica indireta, têm evoluído ao longo dos anos e melhorado suas propriedades físicas e mecânicas. Entretanto, os resultados de diversos estudos são contraditórios e algumas deficiências inerentes aos sistemas de materiais compósitos ainda não foram superadas^[12-14].

No presente estudo, as técnicas de caracterização utilizadas para conhecer os polímeros e as partículas de carga que compõem os compósitos odontológicos, são a análise térmica e a microscopia eletrônica de varredura. A caracterização de materiais por análise térmica permite medir mudanças de uma propriedade física ou química de uma substância ou material em função da temperatura ou tempo, enquanto a substância é submetida a uma programação controlada de temperatura. Dentre as vantagens desta técnica de caracterização está a obtenção de uma grande variedade de resultados em um único gráfico. A análise é feita com pouca quantidade de material e não é necessário um preparo prévio das amostras. As técnicas

mais utilizadas de análise térmica são a termogravimetria (TG); a termogravimetria derivada (DTG) e a análise térmica diferencial (DTA). A TG é uma técnica usada para medir variações de massa (perda ou ganho) sofridas pela amostra, resultante de uma transformação física ou química, em função da temperatura ou do tempo. Com o objetivo de esclarecer cada passo da TG, a técnica de DTG apresenta picos relacionados a cada etapa de variação de massa, permitindo uma melhor precisão no intervalo de temperatura. A DTA, por sua vez, registra os efeitos térmicos das transformações com ou sem variação de massa, pela diferença de temperatura entre a amostra que está sendo analisada e uma amostra de referência. As transições podem ser exotérmicas ou endotérmicas, dependendo da liberação ou absorção de calor pela amostra em relação à referência, respectivamente^[15,16].

Na odontologia, a microscopia eletrônica de varredura (SEM) é freqüentemente usada para o exame de superfície dos espécimes, uma vez que revela diferentes domínios em materiais com mais de uma fase, possibilitando a observação da microestrutura e topografia do interior do material na superfície de fratura^[7].

Assim, o objetivo deste trabalho é a utilização da análise térmica e da microscopia eletrônica de varredura como uma metodologia rápida e confiável de avaliação de propriedades versus o desempenho desses compósitos de uso direto e indireto na odontologia.

Materiais e Métodos

As características dos compósitos comerciais empregados neste estudo e fornecidas pelos fabricantes encontram-se na Tabela 1. Foram empregados compósitos de uso direto e indireto. De cada marca comercial foram selecionados compósitos para restauração de dois diferentes tipos de tecidos dentais: a dentina (D) e o esmalte (E). Os compósitos odontológicos comerciais são adquiridos acondicionados em bisnagas ou seringas plásticas em função da sua maior ou menor viscosidade, podendo classificar-se em baixa, média e alta viscosidade^[8].

Neste estudo foram utilizados materiais de alta viscosidade (em pasta) como RES, EST, FOR e SIG E e materiais de baixa viscosidade, como o SIN e SIG D.

Todos os materiais empregados nesta investigação são fotossensíveis. Para a cura dos compósitos diretos EST e FOR foi utilizado um único aparelho, o SmartLite (Dentsply-USA). Para polimerização dos compósitos indiretos optou-se por utilizar diferentes equipamentos, segundo a indicação de cada fabricante dos compósitos (Tabela 2).

Para a cura, os compósitos foram colocados sobre uma placa de vidro em apenas um incremento. Dois espaçadores de vidro em forma de lâmina medindo 20 x 50 mm e 2 mm de espessura foram posicionados lateralmente à amostra e nova placa de vidro foi adaptada sobre o conjunto. Uma carga de 0,5 kgf foi aplicada durante 60 segundos, para permitir a acomodação do material e garantir uma espessura regular das amostras. Após a cura, as amostras foram mantidas em am-

Tabela 1. Características dos compósitos estudados.

| | Marca/fabricante | Tipo | Viscosidade | Matriz | Partículas de carga | Classificação |
|-----------|--|---------------------------|-------------|--|--|---|
| Indiretos | Signum, Heraeus/ KulzerAlemanha | SIG D | Alta | Éster multi-fun- cional do ácido metacrílico | 74% em peso, SiO ₂ nanoparticu- lado, e SiO ₂ pré-polimerizado e particulado | Micro partícula |
| | | SIG E | Baixa | | 64% em peso, SiO ₂ nano-particu- lado, vidro de silicato Ba-Al-B | Nano-híbrida |
| | Sinfony, 3M-ESPE/USA | SIN D SIN E | Baixa | UDMA | 40% em peso vidro de boro-sili- cato de Sr e Al (0,5-0,7 µm.), 5% ionômero de vidro, 5% sílica piro- gênica (0,06 µm) | Híbrida |
| | Epicord, Kuraray/ Japão | EPR D EPR E | Alta | Metacrilato multi- funcional | Micropartículas inorgânicas | Híbrida |
| | Resilab, Wilcos do Brasil/Brasil | RES E RES D | Alta | Bis-GMA BisEMA/UDMA TEGDMA | 88% SiO ₂ , quartzo, silicato de Ba-Al, dióxido de silicato (0,05 mm) | Híbrida |
| Diretos | 4Seasons, Ivoclar Vivadent Liechtenstein | FOR D FOR E | Alta | Bis-GMA UDMA TEGDMA | 75-77% Vidros de Ba e fluorsili- cato de Ba-Al, trifluoreto de Itérbio, SiO ₂ (0,04 a 3 µm, média 0,6 µm) | Micro híbrida |
| | | EsthetX, Dentsply/ USA | EST D EST E | Alta | Bis-GMA UDMA/BisEMA TEGDMA | Vidros de borossilicato de F, Al e Ba (1 µm) e sílica coloidal da (0,04 µm) |

Tabela 2. Condições de cura das amostras.

| Tipo | Comprimento de onda (nm) | Pressão | Tempo (segundos) | Luz | Ativação por luz | Equipamento de cura |
|------|--------------------------|-------------|------------------|--------------|------------------|-------------------------------|
| SIG | 470 | Atmosférica | 180 | Xenon | Não contínua | Heraeus/Kulzer, Alemanha |
| SIN | 400-500 | Vácuo | 180 | Fluorescente | Contínua | Visio Beta Vario 3M/ESPE, USA |
| EPR | 320-400 | Atmosférica | 180 | Ultravioleta | Não contínua | Kota Lux, Brasil |
| RES | 320-400 | Atmosférica | 180 | Ultravioleta | Não contínua | Power Lux, EDG, Brasil |
| FOR | 460 | Atmosférica | 20 | Diodo | Contínua | SmartLite Dentsply, USA |
| EST | | | | | | |

biente seco e protegidas da ação da luz. As amostras obtidas por este processo apresentaram uma superfície plana e lisa e foram modificadas para cada técnica de caracterização.

Para análise térmica, 5 a 6 mg de compósito curado e não curado foram pesados em balança de precisão acoplada ao próprio equipamento. As amostras curadas foram trituradas em pequenos fragmentos antes da pesagem. Cada uma das seis marcas comerciais foi submetida a três técnicas de análise térmica: termogravimetria (TG); termogravimetria derivada (DTG) e análise térmica diferencial (DTA).

As amostras preparadas para SEM foram curadas segundo a descrição acima e fraturadas transversalmente. A superfície fraturada foi metalizada com ouro na espessura aproximada de 2,5 nm. As amostras foram analisadas em diferentes aumentos.

O comportamento térmico dos compósitos antes e após a cura foi observado em um equipamento TA Instruments, modelo SDT 2960, sob uma razão de aquecimento de 10 °C/min, em atmosfera de nitrogênio (120 mL.min⁻¹), de 30 a 800 °C. As micrografias dos compósitos foram obtidas em um equipamento Scanning Electron Microscope, JEOL, modelo JSM 5610 LV.

Resultados e Discussão

Termogravimetria (TG) e termogravimetria derivada (DTG)

A sobreposição das curvas termogravimétricas (TG) dos compósitos curados de aplicação indireta e direta mostrou dois estágios de decomposição relativos à provável evaporação de solventes e à perda de massa de pelo menos dois diferentes polímeros usados nas formulações (Figura 1). As curvas de TG das diferentes marcas comerciais mostraram um padrão de decomposição significativamente diferenciado, principalmente nos aspectos da temperatura inicial de decomposição e na porcentagem de resíduo a 800 °C.

A primeira inflexão na curva de TG de uma substância ou material define sua temperatura inicial de decomposição (Ti) e o início da sua decomposição térmica. A Ti avalia a estabilidade térmica de um material. Do ponto de vista da estabilidade térmica, um compósito com uma maior temperatura inicial de decomposição apresenta menor potencial de degradação. Este dado pode influir no comportamento do material quando instalado no dente, na forma de restauração dentária. Materiais poliméricos com uma maior temperatura inicial de

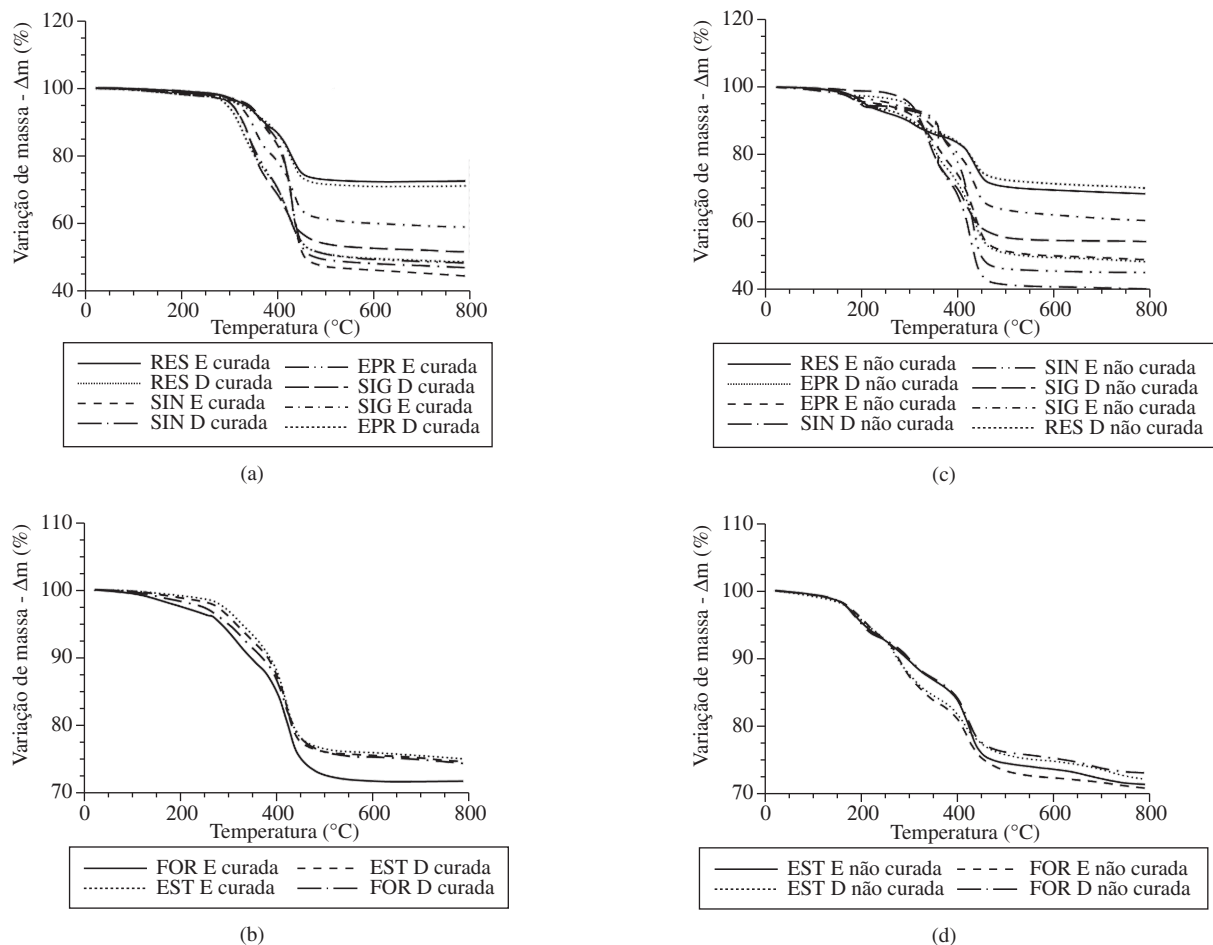


Figura 1. Sobreposição das curvas de TG dos compósitos comerciais. a) compósitos curados indiretos; b) compósitos curados diretos; c) compósitos não curados indiretos; e d) compósitos não curados diretos.

decomposição podem apresentar um melhor desempenho clínico, já que apresentam maior estabilidade.

Comparando-se os valores da temperatura inicial de decomposição das amostras de dentina (D) e esmalte (E) para uma mesma marca comercial, não se observou uma diferença significativa (Tabela 3). Entretanto, comparando-se os resultados entre as diferentes marcas comerciais, as amostras SIN apresentaram a maior temperatura inicial de decomposição. Diversos fatores podem contribuir para este resultado, dentre eles, a composição química do polímero presente na amostra e a baixa viscosidade deste compósito.

De acordo com o fabricante, a matriz polimérica presente na formulação do SIN é o dimetacrilato de uretano (UDMA), enquanto que em todas as outras amostras empregou-se o Bis-GMA. Ambos, o UDMA e o Bis-GMA, apresentam o grupamento funcional metacrilato nas extremidades da cadeia polimérica. Entretanto, apenas o Bis-GMA apresenta o anel aromático e a hidroxila, responsáveis pela rigidez e a elevada viscosidade da cadeia polimérica, respectivamente^[17]. Materiais com uma cadeia mais flexível e baixa viscosidade, como é o caso do UDMA, também apresentam maior grau de conversão monomérica, podendo justificar o aumento na estabilidade térmica das amostras do compósito SIN.

A TG forneceu um resíduo a 800 °C, de considerável importância no comportamento térmico dos compósitos estudados e sugere a presença de compostos inorgânicos. Durante a cura dos compósitos, as partículas inorgânicas funcionam como uma barreira física entre a fonte de luz e a matriz polimérica, impedindo sua cura completa. Os menores valores de Ti foram atribuídos aos materiais de restauração de uso direto, que apresentaram uma maior porcentagem de resíduo. As amostras curadas de SIN apresentaram a menor porcentagem de resíduo e os maiores valores de Ti.

A porcentagem de partículas inorgânicas em um compósito também é importante na clínica odontológica. Os materiais de uso direto apresentaram uma quantidade de resíduo significativamente superior aos de uso indireto, com exceção das amostras de Res, o único material de uso indireto que apresentou uma elevada porcentagem de resíduo.

Os compósitos odontológicos devem resistir às forças desenvolvidas durante a mastigação e a quantidade de partículas inorgânicas de um compósito está diretamente relacionada às suas propriedades mecânicas e à sua aplicabilidade clínica. Uma diferença importante entre os compósitos de cura indireta e direta está no seu processo de cura. Acredita-se que este processo, realizado em condição extra-oral, assegure

Tabela 3. TG e DTG das amostras de compósitos odontológicos.

| Amostras | TG | | DTG | | | |
|----------|---------|-------------|----------------------------|---------|-----------------------|-----|
| | Ti (°C) | Resíduo (%) | Picos de decomposição (°C) | | | |
| | | | Amostras não curadas | | Amostras curadas (°C) | |
| EPR D | 270 | 48 | 160 | 325 | 430 | - |
| EPR E | 250 | 50 | 180 | 340 | 420 | - |
| SIG D | 250 | 52 | 160 | 340 | 420 | 155 |
| SIG E | 270 | 61 | 170 | 370 | 430 | - |
| SIN D | 310 | 46 | 180 | 350 | 430 | - |
| SIN E | 300 | 45 | 190 | 370 | 430 | - |
| RES D | 270 | 72 | 190 | 300 | 440 | 155 |
| RES E | 270 | 75 | 200 | 300 | 440 | 150 |
| EST D | 250 | 75 | 190 | 300 | 420 | - |
| EST E | 250 | 75 | 190 | 300 | 420 | - |
| FOR D | 240 | 74 | 200 | 280/310 | 420 | 160 |
| FOR E | 260 | 72 | 200 | 280 | 420 | 160 |

uma maior conversão do polímero, melhorando substancialmente suas propriedades físicas e mecânicas.

O que se observa neste estudo é, em parte, contraditório ao anunciado pela indústria dos compósitos odontológicos. Ou seja, por um lado são oferecidos materiais com cura indireta visando melhorar o produto final e, contraditoriamente, subtrai-se uma quantidade significativa de carga inorgânica

que, já se sabe, vai reduzir suas propriedades e, finalmente, a aplicabilidade clínica do produto.

As curvas de termogravimetria derivada (DTG) das amostras são apresentadas na Figura 2 e mostraram picos de decomposição compatíveis com as curvas de TG. Os picos estão relacionados a cada etapa de variação de massa e indicam a temperatura onde a velocidade de decomposição é máxima.

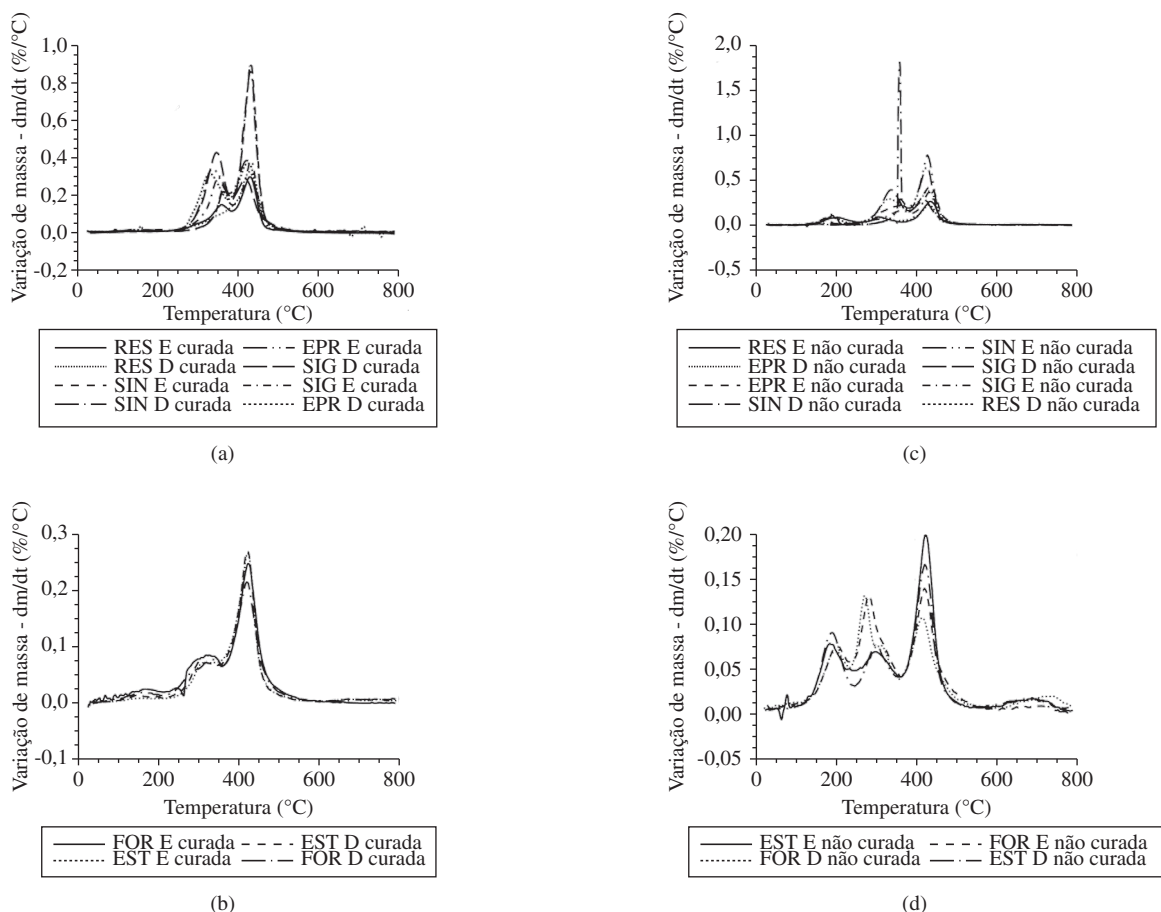


Figura 2. Sobreposição das curvas de DTG de compósitos comerciais. a) compósitos curados indiretos; b) compósitos curados diretos; c) compósitos não curados indiretos; e d) compósitos não curados diretos.

As amostras não curadas apresentaram um estágio de degradação de massa na faixa de temperatura de 160 a 200 °C, que pode corresponder à cura térmica do polímero (Tabela 3). Alguns compósitos curados também apresentaram este pico, indicando que a cura não se deu completamente por luz visível, ou seja, o polímero não obteve o grau de conversão máxima e que parte do monômero não curado se converteu durante a análise, por cura térmica. Os compósitos curados que apresentaram cura térmica foram: SIG D, RES D, RES E, FOR D e FOR E.

Os dois principais picos de decomposição (DTG) ocorreram na faixa de temperatura de 300 e 400 °C. A maior perda de massa ocorreu no segundo pico de decomposição. Considerando-se as diferenças encontradas no perfil das curvas e a semelhança nos valores de temperatura de velocidade máxima de decomposição nas análises de DTG, pode-se sugerir a presença de aditivos. Por outro lado, pode-se ainda sugerir que o grau de conversão dos polímeros pode influenciar no processo de decomposição térmica das amostras em função da presença de monômeros residuais^[2,18]. Os compósitos fo-

ram curados em diferentes equipamentos, segundo as indicações dos fabricantes. As amostras de SIN, por exemplo, foram curadas em vácuo, enquanto outras foram curadas em pressão atmosférica. As amostras FOR e EST foram curadas com luz contínua, enquanto as outras foram curadas com luz não contínua, intermitente.

Análise térmica diferencial (DTA)

A Figura 3 mostra as curvas sobrepostas de DTA dos compósitos curados indiretos e diretos onde se podem observar transições térmicas com eventos endotérmicos e exotérmicos. As curvas do compósito RES E e D (Figura 3a) apresentaram diferenças em relação ao perfil da curva dos compósitos indiretos, assemelhando-se aos diretos. Na Figura 3c o evento exotérmico na faixa de temperatura de 160 a 200 °C das amostras não curadas sugere a ocorrência de cura térmica. Nos materiais de uso direto o evento não foi observado, conforme esperado (Figura 3d). Nos polímeros odontológicos curados por temperatura (indiretos), a decomposição do iniciador (peróxido de benzoíla) ocorre entre as

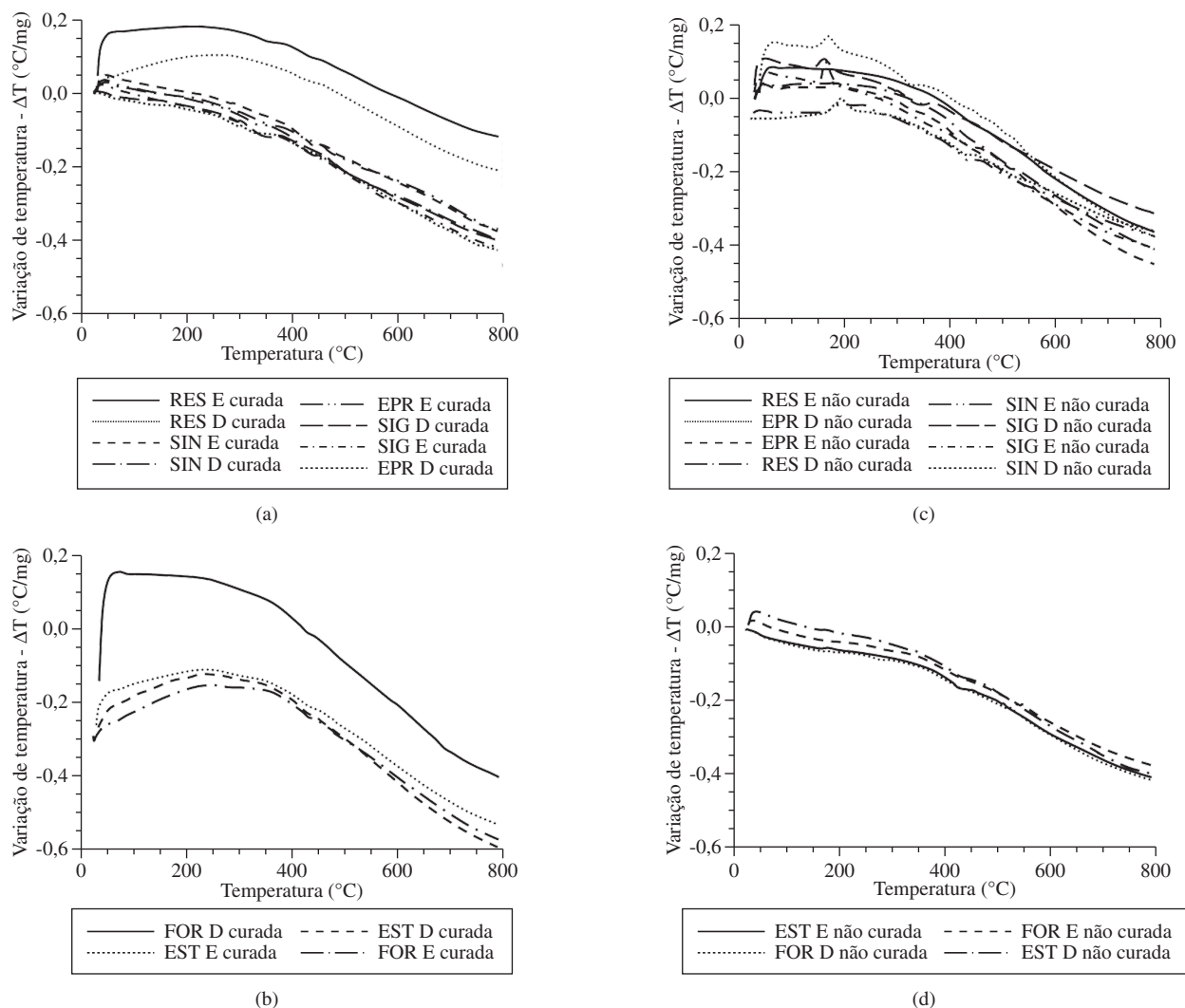


Figura 3. Sobreposição das curvas de DTA dos compósitos comerciais. a) compósitos curados indiretos; b) compósitos curados diretos; c) compósitos não curados indiretos; e d) compósitos não curados diretos.

temperaturas de 50 a 100 °C, gerando radicais livres. Os materiais de cura direta na cavidade oral não devem conter este tipo de iniciador, já que a temperatura necessária para sua ativação é muito levada para a cavidade oral. Por outro lado, os compósitos de cura extra-oral, isto é, curados em laboratórios, podem suportar tal aquecimento. Alguns compósitos curados apresentaram o evento indicando que a cura não se deu completamente por luz visível, ou seja, o polímero não obteve o grau de conversão máxima. Resultado semelhante foi encontrado na DTG.

Microscopia eletrônica de varredura (SEM)

As amostras analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM) exibiram uma variedade de informações sobre as partículas de carga. A topografia superficial das amostras fraturadas mostrou partículas de carga muitas vezes sem contorno nítido e revestidas por polímero. Outras vezes, as partículas de carga se deslocaram no momento da fratura e o que se pôde visualizar foi a escultura da mesma na matriz polimérica.

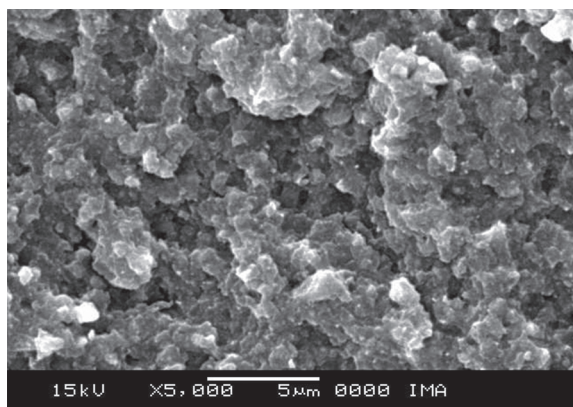
As micrografias das amostras de esmalte (E) de dentina (D) dos materiais analisados não apresentaram diferença significativa, exceto as amostras de SIG E e D (Figura 4a, b). O fabricante informou que se trata de dois compósitos diferentes: o SIG E é um material microhíbrido, enquanto que o SIG D é composto de micropartículas heterogêneas (pré-

polimerizadas) produzidas a partir de sílica submicrométrica (0,04 μm), conforme Tabela 1. Nas micrografias, observaram-se partículas de carga menores do que 1 μm na amostra de SIG E, enquanto que na amostra de SIG D, as partículas de carga não foram visualizadas em função do seu pequeno diâmetro e da baixa resolução.

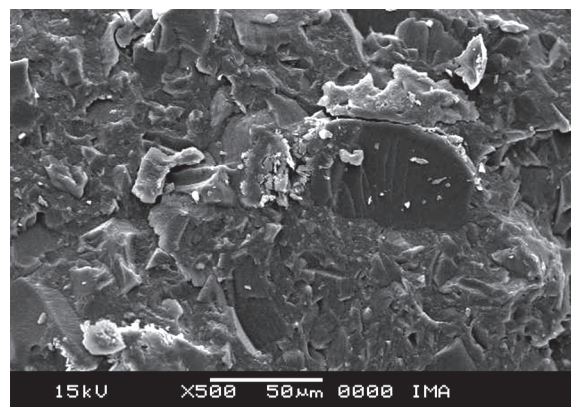
O aspecto diferenciado das amostras de SIG esmalte (E) e dentina (D), analisadas por SEM, sugerem uma estratégia de produção do fabricante para melhorar as propriedades mecânicas destes compósitos. Materiais microhíbridos geralmente apresentam propriedades mecânicas superiores às dos materiais de micropartículas heterogêneas^[1,19].

As amostras de EPR, na Figura 4c, d, analisadas com um aumento de 500x, mostraram uma massa heterogênea de onde se destacam partículas de formato irregular, com uma ampla faixa de tamanhos (aproximadamente 5 a 50 μm) imersa na matriz polimérica. Analisadas com maior aumento (2000x) estas partículas mostraram ângulos agudos, encontrando-se separadas da matriz polimérica, o que sugere ausência de silanização das mesmas. As micrografias das amostras de EST, RES, FOR e SIN (Figura 5) mostraram semelhança quando analisadas com um aumento de 2000x, assim como as amostras de SIG E.

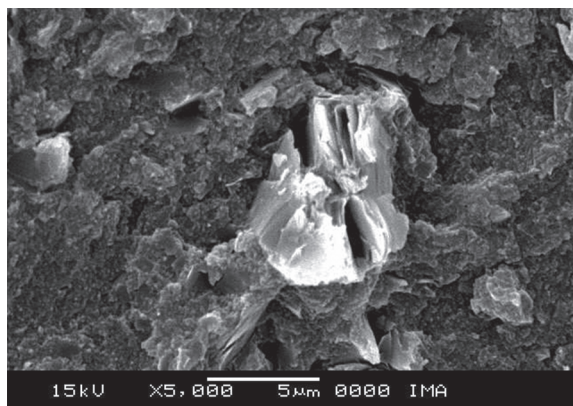
Com partículas de diâmetro menor do que 1 μm e com uma pequena variação de tamanhos, os compósitos EST, RES, FOR e SIN podem ser classificados como microhíbridos.



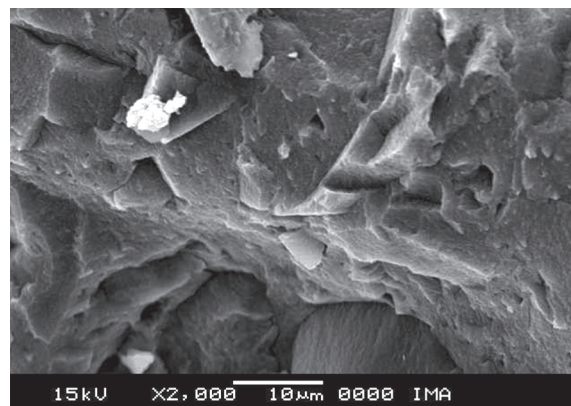
(a)



(c)



(b)



(d)

Figura 4. Micrografias dos compósitos comerciais. a) compósito SIG E; b) compósito SIG D; c) compósito EPR D; e d) compósito EPR E.

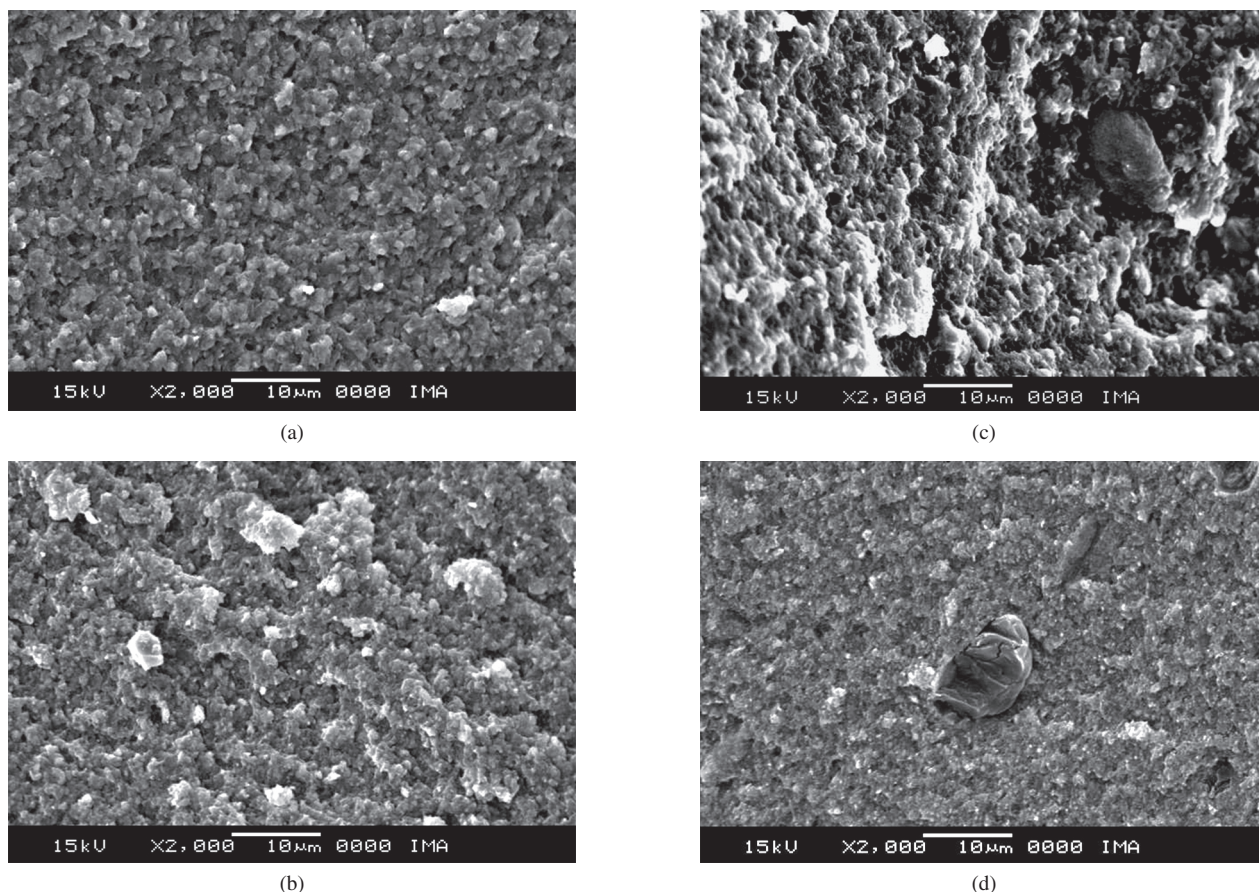


Figura 5. Micrografia dos compósitos comerciais, aumento de 2000x. a) compósito EST D; b) compósito RES; c) compósito FOR D; e d) compósito SIN E.

dos, enquanto que no grupo dos compósitos EPR D e E foi possível visualizar partículas de carga maiores do que $1\ \mu\text{m}$ e com ampla variação de tamanhos, típica de compósitos híbridos. E, finalmente, o compósito SIG D, com partículas pré-polymerizadas conforme informou o fabricante, é um compósito de micropartículas heterogêneas.

Conclusão

Os compósitos odontológicos fotossensíveis curados e não curados foram caracterizados por análise térmica e face às inferências observadas na discussão, pode-se concluir que:

- Os compósitos de cura indireta, isto é, curados em equipamentos de uso extra-oral, mostraram maior estabilidade térmica quando comparados aos compósitos curados em equipamentos de uso intra-oral, ou seja, diretos;
- A presença de resíduos a $800\ ^\circ\text{C}$ sugere compostos inorgânicos. A porcentagem de resíduos nos compósitos de uso direto mostrou-se significativamente superior à dos compósitos de uso indireto;
- Os compósitos com maior porcentagem de resíduos apresentaram os menores valores de temperatura inicial de decomposição; e

- Os compósitos para restauração de esmalte e dentina apresentaram resultados similares, nos itens estabilidade térmica e quantidade de carga, exceto para as amostras de SIG E e SIG D.

Os compósitos curados analisados por microscopia eletrônica de varredura (SEM) mostraram:

- Partículas de carga menores do que $1\ \mu\text{m}$ e com uma pequena variação de tamanhos para EST, RES, FOR, SIN e SIG E, típica de compósitos microhíbridos;
- Os compósitos EPR D e E mostraram partículas de carga maiores do que $1\ \mu\text{m}$ e com ampla variação de tamanhos típica de compósitos híbridos; e
- As micrografias do compósito SIG D sugerem ser um compósito de micropartículas heterogêneas.

Referências Bibliográficas

1. Anusavice, K. J. - "Phillip - Materiais Dentários", Elsevier, Rio de Janeiro (2005).
2. Almeida, C. C.; Cedrola, S. M. L. & Mothé, C. G. - "Evaluation of Dental Composites By Thermal Analysis", in: Anais do 14th International Congress on Thermal Analysis and Calorimetry, São Pedro - SP, set (2008).

3. Papadogiannis, D. Y.; Lakes, R. S. & Papadogiannis, Y. - Disponível em: www.intl.elsevierhealth.com, (2007). Acesso em 20 de junho de 2007.
4. Abouelatta, O. B. & Abdel-Samad, A. A. - J. Mater. Proc. Tech., **168**, p.431 (2005).
5. Vaidyanathan, T. K.; Vaidyanathan, J. & Cherian, Z. - Dent. Mater., **19**, p.46 (2003).
6. Klapdohr, S. & Moszner, N. - Chem. Mont., **136**, p.21 (2005).
7. Wilson, K. S.; Zhang, K. & Antonucci, M. J. - Biom., **26**, p.5095 (2005).
8. Fraga, R. C. - “Dentística - Bases Biológicas”, MDSI Ed., Rio de Janeiro (2003).
9. Taylor, D. F.; Kalachandra, S. & Sankarapadian, J.E. - Biom., **19**, p.197 (1978).
10. Cunha L. G.; Alonso, R.C.B. & Pfeifer, C. S. C. - J. Dent., **35**, p.318 (2007).
11. Charton, C.; Colon, P. & Pla, F. - Dent. Mater., **23**, p.911 (2007).
12. Gouveia, C. V. D.; Couto, C. F. & Moraes, C. M. - Rev. Odon. Ciên., **22**, p.138 (2007).
13. Al-Darwish, M.; Hurley, R. K. & Drummond, J. L. - J. Prost. Dent., **97**, p.266 (2007).
14. Mesquita, R. V.; Axmann, D. & Geis-Gerstorfer, J. - Dent. Mater., **22**, p.258 (2006).
15. Mothé, C. G. & Azevedo, A. D. - “Análise Térmica de Materiais”, iEditora, São Paulo (2002).
16. Yamaki, S. B.; Pedroso, A. G. & Atvars, T. D. Z. - Disponível em: WWW.scielo.br/scielo.php (2001). Acesso em 26 de maio 2008.
17. Daronch, M. - “Avaliação *in vitro* e *in vivo* da resina composta pré-aquecida em relação à cinética de polimerização”, Tese de doutorado, Universidade Federal de São Paulo, Brasil (2005).
18. Neves, A. D.; Discacciati, J. A. C. & Oréfice, R. L. - Disponível em: www.interscience.wiley.com, (2004). Acesso em 27 de setembro de 2007.
19. McCabe, J. F. & Walls, A. W. G. - “Materiais Dentários Diretos. Princípios Básicos à Aplicação Clínica”, Santos Ed, São Paulo (2006).

Enviado: 05/06/08
Reenviado: 12/11/08
Aceito: 01/12/08