

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA – UNESP**  
**FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA**



**JOÃO PAULO MARTINS DE LIMA**

**ESTUDO DAS PARTÍCULAS INORGÂNICAS DE  
RESINAS COMPOSTAS – REVISÃO SISTEMÁTICA E  
CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MORFOLÓGICA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Dentística Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista, para obtenção do título de Mestre em Dentística Restauradora.

Orientador:

Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto

**Araraquara  
2008**

Lima, João Paulo Martins de.

Estudo das partículas inorgânicas de resinas compostas – revisão sistemática e caracterização química e morfológica / João Paulo Martins de Lima. – Araraquara: [s.n.], 2008.

98 f.; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto

1. Resinas compostas 2. Partículas inorgânicas 3. Microscopia eletrônica de varredura 4. Espectrometria por raios X 6. Revisão [tipo de publicação] I. Título

**JOÃO PAULO MARTINS DE LIMA**

**ESTUDO DAS PARTÍCULAS INORGÂNICAS DE RESINAS  
COMPOSTAS – REVISÃO SISTEMÁTICA E CARACTERIZAÇÃO  
QUÍMICA E MORFOLÓGICA**

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto

2º Examinador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

3º Examinador: Prof. Dr. Victor Humberto Orbegoso Florez

Araraquara, 24 de março de 2008.

## D A D O S C U R R I C U L A R E S

### JOÃO PAULO MARTINS DE LIMA

- Nascimento** 05 de abril de 1979
- Naturalidade** Mossoró – RN
- Filiação** José Maria de Lima (*in memoriam*)  
Rita Martins de Lima
- 1998/2003** Curso de Graduação, na Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN)
- 2002/2003** Aperfeiçoamento em Prótese Dentária, na Associação Brasileira de Odontologia – Secção Rio Grande do Norte (ABO/RN)
- 2004/2006** Especialização em Dentística Restauradora, na Associação Brasileira de Odontologia – Secção Rio Grande do Norte (ABO/RN)
- 2006/2008** Curso de Pós-Graduação em Dentística Restauradora, nível de Mestrado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP
- Associações** Conselho Regional de Odontologia do Rio Grande do Norte (CRO/RN)  
Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica (SBPqO)

# D E D I C A T Ó R I A

À minha mãe, **Rita Martins**, exemplo de toda dedicação e carinho, que soube superar todas as dificuldades, sem medir esforços, para orientar e iluminar meu caminho. Muito obrigado pela ajuda e torcida nos momentos em que mais precisei.

Aos meus irmãos, **Francisco Chagas de Lima Neto**, **José Maria de Lima Filho** e **Ana Rízia Martins de Lima**, pelo carinho, amizade e apoio.

Aos meus sobrinhos, **Maria Beatriz Menescal P. Lima**, **Rodrigo Menescal Lima** e **Marina Martins de Lima Cabral**, por sempre me proporcionarem momentos de muita alegria e descontração.

Vocês são exemplos fundamentais de apoio, união e incentivo para alcançar meus objetivos.

*Pensamos em generalidades,  
mas vivemos nos detalhes.*

*Alfred N. Whitehead,  
filósofo e matemático inglês.*

## A G R A D E C I M E N T O S

Eu posso afirmar, sem receio de qualquer juízo, que vivo um dos melhores, se não o melhor momento de minha vida. Toda a **formação** adquirida durante esses quase dois anos e meio morando em **Araraquara**, juntamente com a influência e a participação de todos as **amizades conquistadas e/ou sedimentadas** neste período, além das **Instituições** abaixo mencionadas, trouxeram transformações marcantes tanto na minha vida acadêmica/profissional, quanto pessoal. Vocês são, hoje, parte do que sou e serei. Considero todos os momentos ao longo dessa jornada e o aprendizado vivido desde o meio acadêmico até fora dele, como um grande privilégio.

Agradeço profundamente a **DEUS** pela oportunidade que me foi dada; e a cada um de vocês, **meus amigos**, os mais sinceros agradecimentos. E em especial a (o)...

**Faculdade de Odontologia de Araraquara**, representada pelo **Prof. Dr. José Cláudio Martins Segalla** (Diretor) e **Profa. Dra. Andréia Affonso B. Montandon** (Vice-diretora), pela acolhida e por permitir meu crescimento, proporcionando subsídios para o desenvolvimento da carreira de docente e da Odontologia brasileira.

Meu orientador **Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto**, pelos conhecimentos transmitidos, orientação e amizade nos momentos mais importantes da minha formação profissional.

**Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi**, pelo incentivo, disponibilidade e atenção, características sempre presentes em sua pessoa.

**Profª. Drª. Maria Salete M. Candido**, por toda competência, simplicidade e pelas valorosas orientações para minha formação de Mestre.

Meus colegas de turma **William Kabbach, Gislaine Cristina Padovani, Juliana Maria Capelloza Boaventura**, pela valorosa amizade. Vocês proporcionaram agradável convivência e desprendimento.

Meus amigos, contemporâneos do Curso de Pós-Graduação, **Simone, Priscila, Darlon, Renato, Adriano, Milko, Benícia, Esther, Rafael, Matheus, Fernando, Ubiracy, Desirré, Victor, Daniel, Cristiane, Anne, Kina, Martin e Patrícia**, pelo apoio, solidariedade e troca de conhecimentos.

Professores do Programa de Pós-Graduação em Dentística Restauradora, **Prof. Dr. José Roberto Cury Saad, Prof. Dr. Wellington Dinelli, Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Júnior, Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi, Profª. Drª. Maria Salete M. Candido e Prof. Dr. Sizenando de Toledo P. Neto**, pelos ensinamentos prestados e pela agradável convivência.

**Prof. Dr. Carlos Alberto dos S. Cruz, Prof. Dr. Gelson Luis Adabo, Prof. Dr. Carlos Alberto de Souza Costa, Profª. Drª. Alessandra Nara de Souza Rastelli, Profª. Drª. Cinara Maria Camparis e Prof. Dr. Victor Orbegoso** pelas inúmeras oportunidades, valorosos ensinamentos e conhecimentos transmitidos.

Seção de pós-graduação, **Mara, Rosângela e Alexandre** pelo profissionalismo e atenção.



Funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora, **Vanderlei, Adriana, Creusa, Marinho, Maria Aparecida e Cida**, pela colaboração e agradável convívio.

Funcionários da Biblioteca da Faculdade, **Adriano, Eliane, Silvia, Maria Inês, Odete, Maria Helena, Marley, Cristina e Ceres**, pela atenção e cuidado no suporte bibliográfico.

Coordenadoras do Curso de Especialização em Dentística Restauradora da ABO – Secção RN, **Profª. Iara Farias de Andrade e Profª. Drª. Cláudia Cristina Galvão Xavier**, pela força e amizade desde o início do Curso.

Meus amigos conquistados em Araraquara, **Leonardo, Marcilon, André, Luciana, Taíssa, José Augusto, Máira, Amanda e Erivan**. Apesar de nenhum de nós termos nascido aqui, escolhemos esta cidade para aprender e isso a torna muito especial. Obrigado pela companhia de todos vocês ao longo desses anos.

Meus **amigos e familiares do Rio Grande do Norte** que, mesmo distante, compreenderam a ausência e me apoiaram nesta jornada.

Família **Manzoli Leite (Amauri, Elza, Fábio e Rafael)**, pela acolhida em todo esse período vivido aqui em Araraquara, e pela verdadeira amizade em todos os momentos. Eu jamais esquecerei !!

Meus amigos, **Dr. Jonas Rodrigues e Dr. Breno Rebouças**, pela oportunidade de convívio, estímulo mútuo, e

especialmente pelas relações de amizade sadias que extrapolaram a Ciência.

**Engº Francisco Gláucio**, por todo o apoio e amizade com que me acolheu nesses últimos dois anos.

**Centro de Pesquisa em Óptica e Fotônica** e ao **Grupo de Óptica do Instituto de Física de São Carlos** da **Universidade de São Paulo**, pelos conhecimentos transmitidos.

**Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES**, pelo apoio financeiro para o desenvolvimento da minha formação como Docente.

**... MUITO, MUITO OBRIGADO !!!**

# P R E F Á C I O

Esta dissertação foi redigida no formato alternativo e dividida em 2 capítulos correspondentes a artigos de periódicos para publicação.

A revisão de literatura foi desenvolvida para o exame geral de qualificação e compreendeu o seguinte artigo:

**Capítulo 1** – Revisão sistemática da literatura sobre a influência das partículas de carga inorgânica nas propriedades físicas, químicas e mecânicas das resinas compostas, aceito para publicação no periódico Revista de Pós-Graduação, da Universidade de São Paulo.

Artigo científico decorrente do projeto de pesquisa desenvolvido durante o curso de Mestrado nesta Instituição:

**Capítulo 2** – Caracterização química e morfológica das partículas de carga inorgânica de diferentes resinas compostas, que será submetido ao periódico British Dental Journal.

# S U M Á R I O

Lista de Abreviaturas e Siglas.....	12
Resumo.....	13
Abstract.....	16
Introdução.....	20
Proposição.....	26
<i>Capítulo 1</i> .....	28
<i>Capítulo 2</i> .....	55
Referências.....	75
Anexos.....	77

**L I S T A D E**  
**A B R E V I A T U R A S E S I G L A S**

<b>EDS/EDX</b>	Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X por Energia Dispersiva
<b>EF-TEM</b>	Microscopia Eletrônica de Transmissão - Canhão de Emissão de Campo
<b>FEM</b>	Método do Elemento-finito
<b>FT-IR</b>	Espectroscopia do Infravermelho Transformada de Fourier
<b>ICP-MS</b>	Espectrometria de Massa com Fonte de Plasma Indutivamente Acoplado
<b>MEV EC</b>	Microscopia Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo
<b>OTMS</b>	Octil trimetoxi silano
<b>TEGDMA</b>	Trietilenoglicol Dimetacrilato
<b>TGA</b>	Análise Termogravimétrica
<b>UDMA</b>	Uretano Dimetacrilato
<b>XPS</b>	Espectroscopia Fotoeletrônica de Raios-X
<b>γ-MPS</b>	γ-metacriloxipropil trimetoxi silano (agente de união universal da matriz resinosa e partícula inorgânica)

Lima JPM. Estudo das partículas inorgânicas de resinas compostas – revisão sistemática e caracterização química e morfológica [dissertação mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2008.

## Resumo

Atualmente, vários novos materiais estéticos são lançados no mercado odontológico destinados especificamente à confecção de restaurações diretas. Embora tais compósitos apresentem bons resultados clínicos, o que garantem ser indicados nas regiões anterior e posterior, há a necessidade de comprovações adicionais para que se possam ser utilizados com segurança. As informações disponíveis de cada material recém introduzido ainda trazem dúvidas sobre sua real composição e sobre suas propriedades físicas e mecânicas, gerando confusão para o clínico, que pode estar ciente ou não de qual resina melhor atende às necessidades de cada paciente. O conhecimento dimensional do conteúdo inorgânico dos sistemas de resinas compostas ainda é o responsável pela classificação dos mesmos e parecem estimar sobre suas propriedades mecânicas. Assim, nos propusemos a (1) estudar através de ampla e profunda revisão sistemática da literatura, a influência das partículas inorgânicas nas propriedades físicas, químicas e mecânicas de resinas compostas e; (2) descrever a morfologia e a composição química das partículas inorgânica das resinas compostas atuais, como forma de dotar o clínico de um parâmetro de comparação entre os materiais restauradores resinosos, e de auxiliá-lo na indicação deste material mediante situação clínica. Na primeira etapa de nosso estudo, foram determinados os critérios de inclusão e exclusão, e estabelecida a estratégia de busca – palavras-chave e limites de assuntos, em várias combinações – dos estudos laboratoriais nas principais bases de dados eletrônicas (ISI – Web of Science, Medline, Biblioteca Cochrane, SciELO, Lilacs e Biblioteca Digital de Teses – Portal Capes), e outras fontes de informação. Do total de 138 resumos

localizados, somente 59 foram selecionados (maior parte localizada no Pubmed) por estarem de acordo com os critérios de inclusão pré-estabelecidos. Para o experimento laboratorial, utilizou-se as resinas compostas Amelogen<sup>®</sup> Plus, Charisma<sup>®</sup>, Concept Advanced, Durafill<sup>®</sup> VS, Esthet-X<sup>™</sup>, Fill Magic, Filtek<sup>™</sup> Supreme XT, Filtek<sup>™</sup> Z-350, Glacier, XRV Herculite, Master Fill, Opallis, Point 4, Vit-I-escence<sup>™</sup> e 4 Seasons<sup>®</sup>. Os corpos-de-prova foram confeccionados utilizando matriz metálica (4x1 mm). Em seguida foram encaminhados ao forno de fundição, onde sofreram incineração da fase orgânica a temperatura de 700 °C por 3 horas. O material inorgânico resultante permaneceu intacto e em forma de comprimido. As morfologias foram analisadas por microscópio eletrônico de varredura (MEV) em diversos aumentos e a análise química se deu através da espectroscopia por energia dispersiva (EDS). As fotomicrografias permitiram descrever e classificar a morfologia, o tamanho e distribuição das partículas inorgânicas em 5 categorias. Em diferentes concentrações, o principal componente de cada resina composta foi Si, seguido de Ba, Zr e Al. Com base nos resultados obtidos nesses estudos foi possível concluir que:

- As características das partículas inorgânicas nem sempre coincidem com as apresentadas pelos fabricantes e comprovadas pela literatura;
- As resinas compostas investigadas podem ser classificadas através da morfologia de suas partículas inorgânicas; porém, as características físicas e mecânicas devem ser consideradas como a melhor maneira de classificação das mesmas;
- A maior parte das investigações laboratoriais de resinas compostas é sobre propriedades mecânicas;
- Como amplamente descrito na literatura, partículas de carga inorgânicas exercem função de melhorar propriedades mecânicas, como: resistência à compressão, resistência à tração, módulo de elasticidade e resistência à abrasão, as quais são dependentes do

aumento da fração volumétrica, distribuição, formato e qualidade da união química na interface partícula/matriz resinosa;

- A microanálise (EDS) mostrou uma grande variedade de elementos químicos na composição dos diferentes tipos de partículas inorgânicas.

Palavras-chave: Resinas compostas; partículas inorgânicas; microscopia eletrônica de varredura; espectrometria por raios X; revisão [tipo de publicação].



Lima JPM. Study of inorganic particles of composite resins – systematic review and chemical and morphological characterization [dissertação mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2008.

#### Abstract

Currently, dozens of new aesthetic materials are launched on the dentistry market designed specifically to the confection of direct restorations. Although such composite show good clinical results, which guarantees be given in anterior and posterior regions, there is a need for additional evidence so that it can be used safely. The information available of each newly introduced material also brings questions about their real composition and on its physical and mechanical properties, creating confusion for the clinician, which may be or not aware of resin which best meets the necessities of each patient. The dimensional knowledge of the inorganic content of the composed resin systems also is responsible for the classification of the same ones and seems estimate on its mechanical properties. Thus, we proposed (1) to study through extensive and meticulous systematic review of literature, the influence of inorganic particles in the physical, chemical and mechanical properties of composite resins and; (2) to describe the morphology and chemical composition of the inorganic particles of current composite resins, as a way of giving the clinician with a parameter of comparison among the resinous restorative materials, and of assisting it in the indication of this material through of clinical situation. In the first stage of our study, the criteria of inclusion and exclusion had been determined, and established the strategy of search – keywords and limits of subjects, in some combinations – of the laboratory studies in the main electronic databases ((ISI – Web of Science, Medline, Biblioteca Cochrane, SciELO, Lilacs and Digital Library of Theses – Portal Capes), and others sources of information. Of the 138 abstracts located, only 59 were selected (most located on Pubmed) being in accordance with the pre-established criteria. For the laboratory study, the composite resins

Amelogen<sup>®</sup> Plus, Charisma<sup>®</sup>, Concept Advanced, Durafill<sup>®</sup> VS, Esthet-X<sup>™</sup>, Fill Magic, Filtek<sup>™</sup> Supreme XT, Filtek<sup>™</sup> Z-350, Glacier, XRV Herculite, Master Fill, Opallis, Point 4, Vit-l-escence<sup>™</sup> and 4 Seasons<sup>®</sup> were used. The samples were constructed using metal matrix (4x1 mm). Then were carried to oven, and the organic phase was eliminated by firing, gradually increasing the temperature from room temperature to 700 °C, in a period of 3 hours. The resulting inorganic material was intact and pill shaped. The morphologies were analyzed by scanning electron microscopy (SEM-several magnifications) and the chemical analysis by energy dispersive spectroscopy (EDS). The photomicrographs allowed describe and classify the morphology, size and distribution of inorganic particles in 5 categories. At different concentrations, the main component of each composite resin was Si, followed by Ba, Zr and Al, amongst others. Based on the results obtained in these studies was possible to conclude that:

- The characteristics of inorganic particles not always coincide with showed by manufacturers and proven by literature;
- The composite resins investigated can be classified by their morphology of inorganic particles, but the mechanical and physical characteristics should be considered as the best way to the same classification;
- Most of the research laboratory of composite resins is on mechanical properties;
- As widely reported in the literature, inorganic particles exert function of improving mechanical properties such as: resistance to compression, tensile strength, modulus of elasticity and resistance to abrasion, which are dependent on increasing the volume fraction, distribution, format and quality of the chemical union at the particle/matrix resin interface;
- The chemical analysis (EDS) showed a wide range of chemical elements in the composition of the different types of inorganic particles.

Keywords: Composite resins; inorganic particles; scanning electron microscopy; X-ray emission spectrometry; review [publication type].

# *INTRODUÇÃO*

---

As exigências inerentes ao tratamento restaurador em dentes anteriores e posteriores, induziram o surgimento de novos materiais que ainda trazem desafios. Com quase dois séculos de existência, o amálgama tem a sua longevidade atestada clinicamente através de sua durabilidade, simplicidade da técnica de uso, ótima relação custo-benefício, além de excelentes propriedades mecânicas. Apesar de provar possuir diversas outras vantagens, os conceitos estéticos atuais limitam muito a escolha deste material em dentes posteriores.

O cimento de silicato, que surgiu há quase 140 anos, fornecia características anti-cariogênicas, propriedade tão importante mesmo nos dias de hoje. Contudo, as falhas por alta solubilidade, perda da translucidez, rachaduras de superfície e baixas propriedades mecânicas, tornaram contra-indicado o uso deste material em restaurações extensas que envolviam áreas de maior esforço.

Seguido pelas resinas acrílicas, os materiais restauradores diretos evoluíram bastante graças à insolubilidade no meio oral, facilidade de manipulação, seu baixo custo, e pela técnica do condicionamento ácido dos tecidos dentais<sup>2</sup>. Todavia, apesar dos esforços, tal material ainda apresentava desvantagens, tal como a grande contração de polimerização, que mesmo associado à técnica do condicionamento ácido total do esmalte, ainda assim proporcionava altos índices de infiltração marginal. Na tentativa de minimizar esses efeitos adversos, incorporou-se pó de quartzo neste material, formando uma estrutura composta.

A composição estrutural das resinas compostas, baseado na idealizada por Bowen, 1960, é: (1) matriz orgânica – constituída por monômeros, inibidores de polimerização, modificadores de cor, e sistema iniciador/ativador; (2) carga de partícula inorgânica – que se encontram dispersas na matriz resinosa; (3) agente de união – o organossilano, que é comumente empregado e estabelece a união entre a matriz resinosa

(por grupamentos metacrilatos) com as partículas inorgânicas (através de grupos silânicos).

Devido ao bom desempenho nas propriedades mecânicas e da resistência ao desgaste, as resinas compostas atualmente são utilizadas em restaurações anteriores e posteriores. O conhecimento do conteúdo inorgânico (tamanho médio, quantidade e distribuição de partículas de carga inorgânicas encontradas dispersas na matriz resinosa) é responsável atualmente pela classificação dos sistemas de resina composta, e parecem estimar sobre as propriedades mecânicas das mesmas<sup>1,5</sup>. Em 1983, Lutz et al.<sup>6</sup>, em um trabalho que avaliavam e classificavam os sistemas de resinas compostas, chamam a atenção de que cada fase do material resinoso é um potencial indicador para sua classificação. Apesar do desenvolvimento da fase orgânica nas últimas décadas, as partículas inorgânicas são, por sua técnica de fabricação, composição química e, principalmente pelo tamanho médio, o principal item de classificação dos compósitos. As categorias propostas pelos autores foram: (1) macropartículas tradicionais, (2) micropartículas (sílica pirogênica) e, (3) complexos à base de micropartículas, subdivididas em complexos de lascas microparticuladas pré-polimerizados, complexos esféricos microparticulados à base de polímeros e, finalmente, complexos aglomerados microparticulados. Por fim, eles consideraram os compósitos híbridos como uma combinação de partículas tradicionais com microparticulados, indicados para região anterior com elevada exigência estética.

Da mesma maneira, Willems et al.<sup>12</sup>, em 1992, classificaram os compósitos de acordo com sua morfologia e características mecânicas. Eles lançaram mão do tamanho médio das partículas, distribuição na matriz resinosa, módulo de Young (elasticidade), rugosidade superficial, resistência à compressão e morfologia das partículas para fazer a classificação. Oitenta e nove compósitos, de 20 diferentes marcas

comerciais foram investigados e utilizou-se o método de centrifugação do incremento de cada resina com acetona, para evidenciar as partículas. Segundo os autores, compósitos que apresentam tamanho médio de partículas acima de 1  $\mu\text{m}$ , módulo de elasticidade acima de 19,72 MPa, percentual de carga acima de 62,1% em volume, dureza Vicker's acima de 106  $\text{Kg/mm}^2$ , são indicados para restaurações em cavidades posteriores, pois são comparáveis com as mesmas propriedades do esmalte e dentina.

A morfologia, por sua vez, também é um fator importante a ser investigado. Kaufman<sup>4</sup>, em 1994, descreveu a composição de uma resina recém-lançada à época (Z-100 3M/ESPE), encontrando partículas minerais de zircônio/sílica sintética. As partículas são moídas para produzir uma larga e contínua distribuição homogênea com tamanhos na faixa de 3,5  $\mu\text{m}$  a 0,01  $\mu\text{m}$ , permitindo formular material com alto conteúdo de carga inorgânica. Ele observou ainda, que a morfologia esférica das partículas também contribui para lubrificação inerente da pasta restauradora o que torna possível aumentar o conteúdo de carga sem sacrificar as características de manipulação e facilitar o polimento.

Suzuki et al.<sup>11</sup>, em 1995, concluíram que o tamanho e a forma das partículas são importantes fatores nas propriedades mecânicas e resistência ao desgaste dos materiais, sendo a distribuição de tensão, nas resinas com partículas esféricas mais uniformes devido à lisura superficial proporcionada por sua geometria.

Os efeitos do tamanho de partículas de carga, da concentração do iniciador e do tempo de exposição à luz sobre as propriedades mecânicas foram estudados por Kalliyanna, Yamuna<sup>3</sup>, em 1998. Resinas compostas com partículas de vidro radiopaco com 0,7  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$  e 1,4  $\mu\text{m}$ , em diferentes concentrações de iniciador (0,1% a 0,75%), tempo de irradiação (10, 30 e 50 segundos) e matriz resinosa (bis-GMA e

TEGDMA), mostraram em testes de dureza Vickers que aumento de fotoativação e de iniciador melhoram o grau de polimerização. Quanto ao tamanho das partículas, foi observado que as melhores propriedades foram encontradas nas resinas formuladas com partículas de carga com média de 0,7  $\mu\text{m}$  e 1,0  $\mu\text{m}$ .

A qualidade das partículas de carga, juntamente com a composição da fase orgânica, influencia a resistência à compressão das resinas compostas<sup>7</sup>. Nagem Filho et al.<sup>10</sup>, em 1993, revelam que a degradação hidrolítica pode ser influenciada pela forma irregular e pela composição das partículas de carga, que favoreceriam a formação e a propagação de trincas internas ou sofreriam solubilização. A utilização destes parâmetros ou de um único outro qualquer de avaliação destas desvantagens, é insuficiente e pode ser equivocada.

Um dos importantes avanços nos últimos anos, no campo de aplicação da nanotecnologia, é o desenvolvimento de compósitos dentais. Nanotecnologia é conhecida pela produção e manipulação de materiais e estruturas com variação média de tamanho de 0,1-1000 nanômetros enquanto o tamanho médio das partículas de carga mantém-se em torno de 8-30  $\mu\text{m}$  em compósitos híbridos e 0,7-3,6  $\mu\text{m}$  em compósitos microhíbridos; recentemente novas partículas de carga com tamanho variando em torno de 5-100 nanômetros têm sido desenvolvidas, sendo considerados os percussores dos compósitos nanométricos<sup>8,9</sup>.

Portanto, pelos estudos apresentados, verifica-se a necessidade de se conhecer as pesquisas atuais sobre a influência das partículas inorgânicas nas propriedades físicas, químicas e mecânicas de resinas compostas, especialmente frente aos novos materiais nanométricos. Além de que, as informações disponíveis de cada material recém introduzido ainda trazem dúvidas sobre sua real composição e sobre suas propriedades físicas e mecânicas, gerando confusão para o clínico, que



pode estar ciente ou não de qual resina melhor atende às necessidades de cada paciente.

# *PROPOSIÇÃO*

---

O objetivo geral desta dissertação é:

- a) Descrever a morfologia e distribuição das partículas de carga inorgânica de resinas compostas atuais, como forma de classificá-las;
- b) Realizar a microanálise dos componentes químicos das partículas de carga inorgânica de resinas compostas atuais.

Este trabalho é constituído de dois artigos científicos, descritos em capítulos, com os seguintes objetivos específicos:

- c) Revisão sistemática da literatura sobre a influência das partículas inorgânicas nas propriedades físicas, químicas e mecânicas das resinas compostas de diferentes classificações comerciais;
- d) Realizar a caracterização química e morfológica do conteúdo inorgânico de quinze resinas compostas de diferentes classificações comerciais.

# *CAPÍTULO 1*

---

Este capítulo foi submetido à Revista de Pós-Graduação da USP em outubro de 2007 e aceito em janeiro de 2008 (Anexo 3). Apresentamos aqui o artigo de acordo com as normas da referida revista, disponível no site: <http://www.fo.usp.br/revistas/rpg/index.html>.

**INFLUÊNCIA DAS PARTÍCULAS DE CARGA INORGÂNICA NAS PROPRIEDADES FÍSICAS, QUÍMICAS E MECÂNICAS DE RESINAS COMPOSTAS – REVISÃO SISTEMÁTICA**

**INFLUENCE OF INORGANIC PARTICLES IN THE PHYSICAL, CHEMICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF COMPOSITE RESINS – SYSTEMATIC REVIEW**

Autores:

*JOÃO PAULO MARTINS DE LIMA\*, MATHEUS COELHO BANDÉCA\*, RENATO SOUZA QUEIROZ\*, BEATRIZ HELENA DIAS PANARIELLO\*\*, SIZENANDO DE TOLEDO PORTO NETO\*\*\**

\* Alunos do curso de Pós-graduação em Dentística Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista (FOAr/UNESP);

\*\* Aluna de graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista (FOAr/UNESP);

\*\*\* Professor Adjunto do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista (FOAr/UNESP).

Endereço para correspondência:

Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto

Faculdade de Odontologia de Araraquara – Departamento de Odontologia Restauradora

Rua Humaitá, 1680 – Centro

CEP 14 801-903 Araraquara/SP

Fone: (16) 3301-6388 E-mail: [restaura@foar.unesp.br](mailto:restaura@foar.unesp.br)

## Resumo

O objetivo desta revisão sistemática foi avaliar trabalhos de pesquisa que investigaram a influência das partículas de carga inorgânica nas propriedades físicas, químicas e mecânicas de resinas compostas. Utilizou-se de fontes eletrônicas de catalogação bibliográfica e outras fontes de informação (comunicação pessoal, busca manual), a partir de 2000 até Outubro de 2007. Como estratégia de busca, empregamos os termos: resina composta *and* partícula inorgânica (descritores de assunto) *and* (1) opalescência *or* translucidez; (2) análise química; (3) desgaste *or* resistência à tração diametral *or* resistência à compressão *or* resistência à flexão *or* resistência à fadiga *or* dureza (limites de assunto). A maior parte dos trabalhos encontrados foi de investigações das propriedades mecânicas; seguidas das propriedades físicas e químicas. Como amplamente descrito na literatura, partículas de carga inorgânica exercem função de melhorar propriedades mecânicas, as quais dependem do aumento da fração volumétrica, distribuição, morfologia e qualidade da união química na interface partícula/matriz resinosa. Trabalhos que avaliaram o desempenho de resinas compostas comerciais ou experimentais com nanopartículas dão sustentação ao fato de que elas por si só ou combinadas com outros tamanhos, resultaram em melhores propriedades físicas e mecânicas. De acordo com esta revisão, estudos adicionais precisam ser realizados para comparar os efeitos das frações de nanopartículas na radiopacidade e translucidez das resinas compostas.

Decs: resinas compostas, propriedades físicas, propriedades químicas, partículas inorgânicas.

## Abstract

The aim of this systematic review was to evaluate the works of research that had investigated the influence of inorganic particles in the physical, chemical and mechanical properties of composites resins. Electronic sources of bibliographical research and other sources of information (personal communication, search manual), from 2000 until October of 2007, was developed. As search strategy, we use the terms – composites resins and filler (descriptors of subject) *and* (1) opalescent *or* translucent; (2) chemical analysis; (3) wear *or* diametral tensile strength *or* compressive strength *or* flexure strength *or* fatigue strength *or* hardness (limits of subject). Most of the works found were of investigation of the mechanical properties; followed of the physical and chemical properties. As widely described in literature, inorganic particles exert function to improve the mechanical properties, which depend on the increase of the volumetric fraction, distribution, morphology and the quality of the chemical union in the resinous matrix/inorganic particles interface. Works that had evaluated the commercial or experimental composites resins performance with nanofiller give sustentation to the fact that they by itself or agreed, had resulted in better physical and mechanical properties. In accordance with this review, more studies need to be made to compare the effect of the fractions of nanofillers in the radiopacity and translucent of composite resins.

Decs: composite resins, physical properties, chemical properties, inorganic particles.

## Introdução

Idealizada por Bowen<sup>16</sup> (1963) na década de 1960, a associação de partículas de sílica tratadas com vinil-silano à matriz resinosa bisfenol A-glicidil metacrilato (Bis-GMA), passou a vigorar como base das formulações das resinas compostas atuais. Persistem até hoje e são de grande valia as pesquisas em busca do material restaurador que alia: estética, propriedades mecânicas semelhante às estruturas dentais, baixa alteração dimensional durante a reação de presa, e alta resistência ao desgaste.

A carga inorgânica é basicamente constituída por partículas extremamente pequenas de quartzo, sílica coloidal, vidros de bário, estrôncio, flúor alumino-silicato, trifluoreto de itérbio, zircônia, dentre outros, produzidos por moagem ou fresagem; cuja principal função é melhorar características mecânicas das resinas compostas. Além disso, reduzir quantidade de matriz orgânica, minimizando assim suas principais desvantagens, como: contração de polimerização, alto coeficiente de expansão térmico linear (CETL) e sorção de água; são funções que se somam às características das partículas. Por isso, o objetivo da indústria odontológica é aumentar proporções desse componente que, além de melhorar aspecto mecânico da resina composta, como resistência à compressão, resistência à tração e módulo de elasticidade, bem como resistência à abrasão, reduz consideravelmente vários outros problemas apresentados pelo componente orgânico.

Em 1994, Crispin<sup>24</sup>, em um trabalho discorrendo sobre composição das resinas compostas, relatou que partículas inorgânicas tendem ser duras, inertes e



apresentam índice de refração e translucidez semelhantes à da estrutura dental. Por esta razão, entende que é importante conhecer nível do conteúdo de carga, assim como tamanho e composição das partículas.

Atualmente, tamanho médio, formato e distribuição das partículas de carga inorgânica, encontradas dispersas na matriz resinosa, são um dos métodos mais empregados de classificação das resinas compostas<sup>4,23,62</sup>. Assim, elas podem ser do tipo: *resinas macroparticuladas*, com tamanhos médios que variaram de 15  $\mu\text{m}$  a 30  $\mu\text{m}$  e volume em torno de 60 a 65% (estão em desuso); *resinas de partículas pequenas*, de tamanho médio entre 1 e 5  $\mu\text{m}$ , permite maior compactação (percentual de carga 66 - 77%), melhorando desta forma polimento, e diminuindo manchamento superficial, além de radiopacas; *resinas microparticuladas*, constituídas de tamanhos médios entre 0,04  $\mu\text{m}$  e 0,4  $\mu\text{m}$  (submicrométrico) e percentual de carga em torno de 30 a 45% em volume; *resinas híbridas*, aquelas que oferecem combinação das vantagens dos tipos anteriores com partículas de tamanhos médios entre 0,6  $\mu\text{m}$  e 5,0  $\mu\text{m}$  (associada com micropartículas, tem função de reforçar a matriz, aumentando a resistência e reduzindo coeficiente de expansão térmica linear, além de manter a lisura superficial).

Mais recentemente no mercado, com desenvolvimento da nanotecnologia, que permitiu produzir estruturas e materiais com dimensões entre 0,1 e 100 nanômetros (1 nanômetro equivale a 1000  $\mu\text{m}$ ), as *resinas nanoparticuladas* possuem carga inorgânica de sílica com tamanhos que variam entre 5 e 75 nm. O tratamento dado a estas partículas pode formar pequenos aglomerados que permitem inclusão de percentual de carga semelhante ao das resinas micro

híbridas (entre 60 e 66% em volume)<sup>62</sup>. Destarte, não tardou para que chegasse ao mercado *resinas nanohíbridas*, que tem mistura de nanopartículas com partículas maiores como aquelas apresentadas nas resinas microhíbridas, de tamanhos que variam entre 400 e 600 nm.

Propriedades mecânicas e ópticas das resinas compostas são afetadas pelas modificações no tamanho das partículas, morfologia e outros componentes<sup>45,60</sup>. Embora o sucesso das restaurações com resina composta dependa de fatores clínicos e da técnica de manipulação de cada operador, com passar dos anos resinas podem sofrer falhas adesivas, fraturas de coesão, alterações de cor, deterioração química ou mecânica, além de perda superficial e aquisição de manchamentos<sup>33</sup>. O tipo, o tamanho médio e a homogeneidade de distribuição das partículas inorgânicas na matriz resinosa são as principais características que se deve levar em consideração na avaliação de um material resinoso, pois exercem um importante papel nas propriedades mecânicas, tais como: resistência e módulo de flexão, resistência à tração diametral e resistência à fratura<sup>17,56,73,75</sup>. Falha na união entre partículas inorgânicas e matriz resinosa é um dos principais fatores para que ocorram tais deficiências.

Numerosas pesquisas laboratoriais são realizadas a fim de se investigar propriedades físicas e químicas e mecânicas das resinas compostas. Com objetivo de identificar comportamento das partículas de carga inorgânica nesses estudos e, ao mesmo tempo, compreender sua participação nos fenômenos físicos que regem desempenho clínico e estético dos materiais restauradores

(opalescência e translucidez), propusemos realizar revisão sistemática dos trabalhos pertinentes na literatura a esse respeito, nos últimos sete anos.

### **Material e método**

O desenvolvimento deste trabalho valeu-se da análise de resultados de vários trabalhos de investigação, a partir de revisão sistemática de estudos laboratoriais nos idiomas inglês e português. Para tanto, utilizamos as principais bases de dados eletrônicas (ISI – Web of Science, Medline, Biblioteca Cochrane, SciELO, Lilacs e Biblioteca digital de Teses – Portal Capes), além de outras fontes de informação (comunicação pessoal, busca manual – relatórios científicos e acervo da biblioteca local).

Devido ao desenvolvimento de novas técnicas (nanotecnologia) no tratamento das partículas nos últimos anos, restringimos o período de busca de 2000 a setembro de 2007, no sentido de equipararmos a quantidade de pesquisas relevantes na literatura abordando todos os tipos de resinas compostas atuais.

A Tabela 1 mostra a estratégia de busca utilizada com as palavras-chave e limites de assuntos, em várias combinações.

### **Critérios de inclusão e exclusão dos trabalhos selecionados**

Dois revisores examinaram todos os trabalhos laboratoriais selecionados e determinaram critérios de inclusão e exclusão (Tabelas 2 e 3). Dos estudos selecionados, foram extraídos e tabelados, individualmente, os dados pertinentes aos objetivos, materiais e os métodos de investigação, além dos resultados e conclusões. A avaliação desses itens proporcionou um novo conjunto associado de dados.

## **Resultados**

Levando-se em consideração a estratégia de busca utilizada neste estudo, foi encontrado o total de 138 resumos (119 eram artigos originais de pesquisa, 11 teses, 08 dissertações e nenhuma revisão sistemática). Localizados em todas as bases de dados utilizadas em nossa estratégia (maioria se deu no PubMed), somente 59 trabalhos foram selecionados por estarem de acordo com os critérios pré-estabelecidos.

Dos resumos selecionados, cinquenta foram publicados na língua inglesa e nove na língua portuguesa. O Quadro 1 apresenta a distribuição dos resumos selecionados quanto ao ano de publicação.

A Tabela 4 apresenta todos os trabalhos selecionados que investigaram o comportamento das partículas de carga inorgânica nas propriedades mecânicas, físicas e químicas de resinas compostas.

## **Discussão**

Através dessa revisão sistemática, podemos observar vários resultados no que diz respeito ao desgaste, às resistências à flexão, à tração diametral, à compressão e dureza. A estratégia utilizada, buscando trabalhos de pesquisas laboratoriais com resinas compostas comerciais ou experimentais, revela que são muitos os autores que encontraram resultados que concordam ou divergem entre si.

As resinas compostas têm mecanismos de desgaste diferentes que são influenciados em sua maioria pelo sistema de partículas de sua composição, pois a matriz resinosa na maioria deles não difere entre si. Desgaste é um processo natural que ocorre quando duas ou mais superfícies movem-se em contato uma

com a outra<sup>83</sup>, podendo ser diferenciado em: atrito, causada por partículas abrasivas; ou erosão, causada por fluxo de fluidos<sup>39,51</sup>.

Portanto, desgaste é um fenômeno que não é simplesmente categorizado pela classificação do material ou sistema de carga<sup>46</sup>; envolve ainda grau de polimerização, degradação hidrolítica e sorção de água. Nos estudos laboratoriais desta revisão, observamos que há a influência do tipo, tamanho, formato, distribuição e concentração (% em peso e em volume) das partículas na matriz resinosa, que são fatores importantes no desempenho das resinas compostas frente a essa propriedade mecânica<sup>20,50,68,70,78</sup>; assim como a qualidade de união da interface partícula/matriz resinosa<sup>32,47,57</sup>.

Alguns autores, contudo, em estudos simulando as condições de desgaste da cavidade oral, não encontraram diferenças significantes com relação ao tamanho, à distribuição, à concentração, às pequenas modificações na composição química das partículas<sup>58,88</sup>; ou até mesmo comparando resinas compostas com mesma classificação<sup>22,52,83</sup>. Segundo esses autores, o teste de desgaste depende de diferentes parâmetros, tais como: preparação dos corpos-de-prova, tipo de antagonista e carga utilizada.

Numerosos estudos têm descrito a correlação entre conteúdo de partículas e as propriedades dos compósitos, incluindo além do desgaste<sup>20,34,46,47,50,57,58,68,78,81,82,88</sup>, a resistência flexural<sup>2,42</sup>, resistência à compressão<sup>18,25,69,74</sup>, resistência à tração diametral<sup>48,55</sup>, resistência ao cisalhamento<sup>35</sup>, resistência à fratura<sup>15,44</sup>, dureza<sup>25,59,70</sup>, tensão de contração<sup>21,29</sup> e expansão térmica<sup>71</sup>.

O ISO (4049) ajustou em 80 MPa a força flexural mínima para que os compósitos poliméricos com carga e materiais restauradores sejam utilizados em restaurações que envolvem superfícies oclusais. No ensaio de flexão determina-se: limite de resistência à flexão, módulo de elasticidade, módulo de resiliência e variação da flecha com carga aplicada. Em Engenharia, esse ensaio é indicado para determinar as propriedades de materiais cerâmicos e metais com elevada dureza<sup>28</sup>.

Para resistência à flexão, Manhart et al.<sup>52</sup> (2000) sugerem que as partículas por si só, o seu percentual em volume e a interação com a matriz resinosa têm maior influência nos parâmetros de fratura das resinas compostas, que a estrutura da matriz resinosa.

Attar et al.<sup>8</sup> (2003) num estudo em que avaliaram a resistência à flexão, módulo de elasticidade e radiopacidade de nove compósitos de baixa viscosidade comparados a outros dois híbridos convencionais em 24 horas e 30 dias, concluíram que para a maioria dos materiais, a resistência à flexão foi significativamente mais baixa após um mês que em 24 horas. Para os ensaios testados, segundo os autores, houve interação entre material restaurador e tempo.

Debnath et al.<sup>26</sup> (2004) estudaram o quanto a efetividade adesiva entre os componentes da matriz resinosa e as partículas de carga (de vidro) aumentam as propriedades mecânicas das resinas compostas. Eles concluíram que o aumento na resistência de união entre a carga e a matriz não resulta em melhoras das propriedades mecânicas de compósitos reforçados por partículas, em contraste aos compósitos reforçados por fibras. As variações na resistência ao cisalhamento

interfacial de diferentes tratamentos da superfície do vidro não se correlaciona linearmente com módulo, resistência à flexão ou resistência à fratura de compósitos preparados com partículas tratadas igualmente.

Para Zandinejad et al.<sup>87</sup> (2006) que investigaram o efeito das partículas cerâmicas (contendo cristais de leucita) e sua porosidade nas propriedades mecânicas de um novo compósito experimental em comparação com as propriedades de um compósito contendo partículas de vidro convencional, a resistência flexural é uma das mais importantes propriedades dos materiais restauradores e pode ser conseguida pelas partículas mais fortes e mais porosas.

Assim, concluem esses autores, pesquisas que investigam a influência das partículas nas propriedades dos materiais dentários poderiam ser benéficas no desenvolvimento de materiais restauradores.

No mesmo ano, Tanimoto et al.<sup>76</sup> (2006) pesquisaram sobre a influência do tamanho da carga nas propriedades flexurais de compósitos, por testes laboratoriais validados por análise computacional. Os tamanhos das partículas variaram de 3,3 a 15,5  $\mu\text{m}$  e foram utilizados no índice fixado em 70% em massa. Simulação numérica com elemento finito tri-dimensional foi realizada para investigar a distribuição de tensão na resina composta durante o teste de resistência à flexão. Os autores concluíram que a resistência à flexão diminuiu com o aumento do tamanho das partículas, e que por outro lado, não houve diferença significativa no módulo de Young entre os compósitos. A análise por elemento finito indicou que a concentração de tensão cresceu com o aumento do

tamanho da partícula, de acordo com resultado experimental de resistência flexural.

Walker et al.<sup>79</sup> (2006) buscaram determinar se a elevada umidade relativa e temperatura, simulando ambiente intra-oral, afetariam adversamente as propriedades flexurais de compósitos indicados para dentes posteriores. Assim, seguindo a especificação nº 27 da ADA, confeccionaram corpos-de-prova simulando, durante preparo e polimerização dos mesmos, dois ambientes: laboratorial (47% de umidade relativa a 22° C) e condição intra-oral (90% de umidade relativa a 35° C). Utilizando teste de três pontos, os resultados indicaram que houve diferença significativa no módulo e resistência à flexão em função do material, porém esses resultados não foram influenciados negativamente pelas condições de confecção dos corpos-de-prova. Embora propriedades flexurais não diminuíssem com relação ao modo de confecção dos corpos-de-prova, os módulos flexurais de alguns dos compósitos aumentaram quando foram confeccionados na simulação das condições intra-orais. Desta forma, os autores concluem que a simulação desses fatores pode ser importante nos testes laboratoriais, desde que as propriedades resultantes possam melhor refletir as propriedades flexurais associadas com as restaurações estéticas realizadas clinicamente.

Rodrigues Junior et al.<sup>64</sup> (2007) buscaram avaliar se o conteúdo inorgânico exerce influência na resistência à flexão e no módulo de elasticidade de compósitos restauradores. O teste de flexão por três pontos foi realizado em resinas nanoparticuladas, universais híbridas e em microparticuladas. A avaliação do peso do conteúdo inorgânico foi determinada através da incineração do



conteúdo orgânico. Os autores concluíram que houve uma baixa, porém significativa, correlação entre as propriedades mecânicas avaliadas e o peso do conteúdo inorgânico. A resina microparticulada apresentou menor conteúdo inorgânico e propriedades mais baixas. Foram observados que a resina nanoparticulada apresentou valores intermediários e que os valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade foram estatisticamente diferentes entre os compósitos híbridos; e assim, concluíram que o conteúdo inorgânico interfere significativamente na resistência à flexão e no módulo de elasticidade das resinas testadas.

Também em 2007, Rodrigues Junior et al.<sup>63</sup> avaliaram resistência à flexão e módulo de Weibull de resinas microhíbridas e nanoparticuladas através do teste de curvatura de três e quatro pontos. Eles concluíram que os dois compósitos tiveram resistências equivalentes em ambos os métodos de testes. Apesar da diferença no tamanho médio das partículas entre os compósitos, a fração do volume de carga em ambos os materiais é igual, o que provavelmente foi a razão para médias iguais de valores de resistência à flexão e comportamento de fratura.

Para que as restaurações alcancem excelência estética, é fundamental que o profissional conheça características físicas e ópticas tanto dos dentes naturais como dos materiais restauradores, para que possa reproduzir com detalhes estruturas dentais perdidas. A cor do dente natural é determinada pela correlação entre esmalte e dentina com a luz durante os processos de refração e reflexão.

Assim, a morfologia e composição das estruturas dentais influenciam esta relação, especialmente no que se refere ao brilho. Relação semelhante ocorre

com os materiais restauradores estéticos, devendo, portanto, o profissional optar por materiais que tenham propriedades ópticas semelhantes às estruturas dentais.

A técnica restauradora ideal é aquela que associa resina micro-híbrida com microparticulada<sup>11,12</sup>. Enquanto resinas micro-híbridas são usadas para reproduzir dentina, conferindo maior resistência flexural à restauração, as resinas microparticuladas são utilizadas para substituir esmalte e suas características de translucidez, brilho e lisura superficial<sup>12,30</sup>.

O alto conteúdo inorgânico do esmalte dental confere qualidade de translucidez ímpar, possibilitando maior transmissão da luz para dentina subjacente, especialmente em regiões cervicais, onde esmalte é mais delgado. Encontramos no mercado odontológico infinidade de resinas compostas especiais para a reprodução do esmalte dental com diferentes graus de translucidez e coloração. O comportamento de translucidez desses materiais é tema de muitos trabalhos que avaliam esta propriedade física frente à ação do tempo<sup>61</sup>, fumo<sup>27</sup> e substâncias terapêuticas, como peróxido de hidrogênio<sup>9</sup> e clorexidine<sup>3</sup>.

Em 2002, Jardim et al.<sup>37</sup>, avaliaram comparativamente diferentes níveis de translucidez oferecidos atualmente pelas resinas microparticuladas em relação ao esmalte dental. Foram investigadas as resinas A110, Durafil (na cores A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub> e A<sub>3</sub>) e Vitaescence (TM, TY, TI, TS, TA e TG) e corpos-de-prova de esmalte. Os autores concluíram que a resina Vitaescence apresentou maior translucidez que todas as outras e até mesmo que o esmalte dental; e que translucidez do esmalte foi ligeiramente menor que translucidez dos materiais restauradores estudados.

Santos et al.<sup>67</sup> (2007) propuseram examinar características de transmitância da luz de duas resinas compostas (nanoparticulada e híbrida) em seis diferentes espessuras (0,15, 0,25, 0,30, 0,36, 0,47 e 0,75 mm). Além disso, investigaram a correlação da transmitância da luz com o conteúdo inorgânico e a profundidade de penetração de luz em função do comprimento de onda. Os autores concluíram que resina nanoparticulada mostrou maior ganho de transmitância para espessura fixa de amostra do que resina híbrida e que isto está relacionado ao tamanho da partícula inorgânica. A resina híbrida mostrou mais profunda penetração na região do mais baixo comprimento de onda, de 400 a 500 nm, que é próximo ao pico de absorção da canforoquinona.

O conceito que carga inorgânica com tamanho médio próximo a metade do comprimento de onda produz alta dispersão da luz é bem compreendido. Segundo alguns autores<sup>54</sup>, em comprimento de onda mais curto, resinas microparticuladas causam maiores dispersão de luz, enquanto resinas macroparticuladas causam esses efeitos somente nos comprimentos de onda mais longos.

Com o intuito de investigar o efeito do tamanho, forma e conteúdo das partículas de carga inorgânicas nas características de transmitância da luz, Arikawa et al.<sup>6</sup> (2007) utilizaram compósito experimental com proporção de 30% de Bis-GMA e 70% de TEGDMA. Quatro diferentes tipos de partículas de formas irregulares e esféricas foram usados nos índices de conteúdo que variaram em 20, 30 e 40% em volume. Segundo os autores, compósitos com partículas menores e de formato irregular mostraram mais alta transmitância e distribuição do ângulo de difusão da luz, quando comparados com compósitos contendo partículas esféricas

e mais largas. Houve correlação entre área de superfície específica das partículas e diferenças de cor dos materiais. Portanto, concluem que forma, tamanho e conteúdo em volume de partículas afetam significativamente características de transmitância da luz – incluindo características de difusão – e cor das resinas compostas.

Os trabalhos mostram que partículas de carga presentes nos compósitos são responsáveis por realizar transmissão e dispersão da luz, resultando em translucidez semelhante ou não ao esmalte dental. Mesmo quando partículas inorgânicas apresentam transparência própria, a opacidade pode ser produzida por luz dispersa que alcança valores máximos quando tamanho das partículas tem mesma dimensão que comprimento de onda da luz visível, que é em torno de 0,4 a 0,7  $\mu\text{m}$ .

Kim et al.<sup>40</sup>, também em 2007, avaliaram efeito das nanopartículas em compósito experimental na opacidade. Vidro de bário miniparticulados (1  $\mu\text{m}$ ; 69-76% em peso), micropartículas de sílica (0,04  $\mu\text{m}$ ; 0-6% em peso) e nanopartículas de sílica (7  $\mu\text{m}$ ; 0-7% em peso) foram utilizadas em treze corpos-de-prova diferentes. A opacidade foi medida em função do envelhecimento (1, 7, 14, 21, 28, 56 e 84 dias) com espectrômetro. Segundo os autores, compósitos que continham mais que 3% de nanopartículas tiveram significativamente mais baixas opacidades. Dos resultados do estudo, compósitos devem ter fração mais elevada de nanopartículas que de micro, a fim de se conseguir propriedades estéticas excelentes (elevada translucidez). Para manter propriedades apropriadas

(radiopacidade e translucidez) no compósito, fração de minipartículas e de nanopartículas deve ser controlada.

Resinas de micropartículas possuem cerca de 30 a 50% em peso de carga inorgânica, assim apresentam maior índice de translucidez pela maior quantidade de matriz resinosa comparados a outros materiais. Portanto, a diferença de translucidez encontrada nos trabalhos selecionados nesta revisão pode estar relacionada com a composição de cada compósito.

No último aspecto verificado em nosso estudo, observamos que são escassos trabalhos existentes na literatura a respeito das propriedades químicas de resinas compostas em que as partículas de carga exercem influência. A maior parte deles investiga processo de tratamento das partículas, a silanização – mecanismo de união da matriz resinosa/partículas – que não somente melhora propriedades físicas dos compósitos, como também sua resistência à degradação hidrolítica (propriedade crucial para a longevidade de restaurações com resina composta)<sup>38</sup>.

Para ser efetivo, quantidade de silano absorvido pelas partículas precisa ser ótima. Cobertura incompleta leva a inadequada união das partículas com a matriz de resina, contribuindo para dispersão não uniforme das partículas, o que gera aumento na viscosidade e diminuição das propriedades mecânicas dos compósitos. O silano em excesso, por sua vez, pode levar também à deterioração das propriedades mecânicas<sup>36</sup>.

Wilson et al.<sup>80</sup> (2005) investigaram o efeito da variação química da interface matriz/partículas em relação às propriedades críticas de nanocompósitos. As

nanopartículas de sílica foram silanizadas em três partes com dois tipos de silanos ( $\gamma$ -MPS e OTMS), enquanto mantinham quantidade total de silano constante na ordem de 10% em massa do total de massa das partículas (60% em massa) utilizadas na resina experimental. Os autores concluíram que a dupla sinalização se comportou como excelente co-carga na resina híbrida confeccionada e que a química da superfície conseguida com os silanos permitiram frações mais elevadas da fase inorgânica o que, conseqüentemente, pôde reduzir contração de polimerização comparada às resinas híbridas contendo somente partículas silanizadas com  $\gamma$ -MPS. Também, a dupla silanização teve o potencial de alterar propriedades interfaciais, como por exemplo: redução da sorção de água, devido ao aumento da hidrofobicidade derivada do hidrocarbono octil silano; e a possibilidade de redução da tensão de polimerização devido à maior flexibilidade do OTMS comparada ao  $\gamma$ -MPS.

Karmaker et al.<sup>38</sup> (2007) estudaram o efeito do tratamento silano das partículas de resina composta experimental. Em geral, segundo os autores, o tratamento aumentou a resistência flexural dos compósitos em relação às partículas não silanizadas. Entretanto, grau de resistência foi independente da concentração do silano.

Análise da composição química das partículas inorgânicas também foi alvo de investigação. Juntamente com tipo, tamanho e formato, composição química das partículas tem sido proposta como um dos métodos de classificação das resinas compostas.

Em 2004, Asaka et al.<sup>7</sup>, propuseram avaliar a composição das partículas de oito resinas compostas. Usando o método de EDX, os autores encontraram que silício foi principal componente das partículas, seguido pelo alumínio, bário, estrôncio, zinco e potássio. Embora esses elementos químicos tenham sido encontrados em maior prevalência, suas concentrações mudaram de acordo com o tipo de resina composta. Ao todo foram identificados 20 elementos químicos diferentes (silício, estrôncio, bário, zircônio, alumínio, potássio, itérbio, fósforo, titânio, rhódio, iodo, cério, rubídio, tungstênio, níquel, ouro, ítrio, cálcio, zinco e ferro) nas resinas compostas investigadas (Beautifil, Esthet-X, Point 4, Clearfil ST, Solare Solare P, InTen-S Filtek Supreme).

### **Conclusão**

1. Grande parte dos trabalhos encontrados nesta revisão foi de investigações das propriedades mecânicas; seguidas das propriedades físicas e químicas;
2. Partículas de carga inorgânicas exercem função de melhorar propriedades mecânicas, como: resistência à compressão, resistência à tração, módulo de elasticidade e resistência à abrasão; as quais são dependentes do aumento da fração volumétrica, distribuição, formato e qualidade da união química na interface partícula/matriz resinosa;
3. Trabalhos que avaliaram desempenho de resinas compostas comerciais ou experimentais com nanopartículas dão sustentação ao fato que elas por si só ou combinadas, resultaram em melhores propriedades físicas e mecânicas;
4. Com relação aos testes de desgaste, observou-se que diferentes resultados encontrados nos trabalhos estão diretamente relacionados aos preparos dos

corpos-de-prova e muitos são os experimentos que utilizaram resinas compostas experimentais;

5. Métodos de tratamento das partículas, seja descontaminação, ou processo de silanização simples ou duplo, melhoraram propriedades ópticas, mecânicas e resistência à hidrólise de resinas compostas comerciais ou experimentais;

6. A translucidez está intimamente relacionada às partículas inorgânicas. Elas devem apresentar o índice de refração próximo àquele das resinas, e também boa distribuição morfológica (formato e dispersão) na matriz resinosa;

7. Estudos adicionais precisam ser realizados para comparar os efeitos das frações de nanopartículas na radiopacidade e translucidez das resinas compostas.

## Referências

1. Adabo GL. Estudo do conteúdo de partículas inorgânicas, da contração de polimerização e da resistência à flexão de materiais restauradores estéticos diretos indicados para dentes posteriores [Tese de Livre-Docência]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2000.
2. Adabo GL, Cruz CAS, Fonseca RG, Vaz LG. The volumetric fraction of inorganic particles and the flexural strength of composites for posterior teeth. *J Dent.* 2003; 31(5): 353-9.
3. Addy M, Moran J, Griffiths AA, Wills-Wood NJ. Extrinsic tooth discoloration by metals and chlorhexidine I. Surface protein denaturation or dietary precipitation? *Br Dent J.* 1985; 159(9): 281-5.
4. Anusavice, KJ. *Phillips science of dental materials.* Philadelphia: Saunders; 1996. p. 273-300.
5. Anzai M, Ishikawa Y, Yoshihashi K, Hirose H, Nishiyama M. Syntheses of organic-inorganic hybrid fillers at the molecular level and their application to composite resin. *J Oral Sci.* 2002; 44(3-4): 147-54.
6. Arikawa H, Kanie T, Fujii K, Takahashi H, Ban S. Effect of filler properties in composite resins on light transmittance characteristics and color. *Dent Mater J.* 2007; 26(1): 38-44.
7. Asaka Y, Miyazaki M, Aboshi H, Yoshida T, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A. EDX fluorescence analysis and SEM observations of resin composites. *J Oral Sci.* 2004; 46(3): 143-8.
8. Attar N, Tam LE, McComb D. Flow, strength, stiffness and radiopacity of flowable resin composites. *J Can Dent Assoc.* 2003; 69(8): 516-21.



9. Attin T, Hanning C, Wiegand A, Attin R. Effect of bleaching on restorative materials and restorations – a systematic review. *Dent Mater.* 2004; 20(9): 852-61.
10. Balbinot CEA. Avaliação de propriedades mecânicas de resinas compostas nanoparticuladas. [Dissertação de Mestrado]. Porto Alegre: Faculdade de Odontologia da PUCRS; 2006.
11. Baratieri LN, Monteiro Junior S, Andrada MAC. Estética: restaurações adesivas diretas em dentes anteriores fraturados. São Paulo: Quintessence; 1995.
12. Baratieri LN, Araújo Junior EM, Monteiro Junior S, Vieira LCC. Caderno de dentística: restaurações adesivas diretas com resinas compostas em dentes anteriores. São Paulo: Santos; 2002.
13. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dent Mater.* 2007; 23(1): 51-9.
14. Bianchi EC, Aguiar PR, Poggi MR, Salgado MH, Freitas CA, Bianchi ARR. Estudo do desgaste abrasivo das resinas compostas disponíveis no mercado brasileiro. *Mater Res.* 2003; 6(2): 255-64.
15. Bonilla ED, Yashar M, Caputo AA. Fracture toughness of nine flowable resin composites. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(3): 261-7.
16. Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restoration. *J Am Dent Assoc.* 1963; 66: 57-64.
17. Braem M, Finger W, Van Doren VE, Lambrechts P, Vanherle G. Mechanical properties and filler fraction of dental composites. *Dent Mater.* 1989; 5(5): 346-8.
18. Brandão L, Adabo GL, Vaz LG, Saad JRC. Compressive strength and compressive fatigue limit of conventional and high viscosity posterior resin composites. *Braz Oral Res.* 2005; 19(4): 272-7.
19. Carvalho Junior OB. Avaliação 'in vitro' da dureza superficial, da contração de polimerização e da rugosidade de 29 resinas compostas. [Tese de Doutorado]. Bauru: Faculdade de Odontologia da USP; 2002.
20. Clelland NL, Pagnotto MP, Kerby RE, Seghi RR. Relative wear of flowable and highly filled composite. *J Prosthet Dent.* 2005; 93(2): 153-7.
21. Cobb DS, MacGregor KM, Vargas MA, Denehy GE. The physical properties of packable and conventional posterior resin-based composites: a comparison. *J Am Dent Assoc.* 2000; 131: 1610-5.
22. Cordeiro HJD, Antoniazzi RG, Machado EN, Nagem H Filho. Estudo comparativo in vitro da resistência ao desgaste de duas resinas compostas compactáveis. *RPG Rev Pós Grad.* 2001; 8(2):110-5.
23. Craig RG, Powers JM. Restorative dental materials. Ann Arbor: Mosby; 2004. p. 232-57.
24. Crispin, BJ. Contemporary esthetic dentistry: practice fundamentals. Tokyo: Quintessence; 1994. p. 60-71.
25. Cruz CAS. Estudo da dureza e da resistência à compressão de resinas compostas para dentes posteriores após a imersão em água destilada. Efeito da aplicação de selante superficial. [Tese de Livre-Docência]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2001.
26. Debnath S, Ranade R, Wunder SL, McCool J, Boberick K, Baran G. Interface effects on mechanical properties of particle-reinforced composites. *Dent Mater.* 2004; 20(7): 677-86.
27. Dinelli W, Candido MSM, Catirse ABCE. Efeito da fumaça de cigarro sobre a translucidez de materiais restauradores estéticos. *Rev Assoc Paul Cir Dent.* 1996; 50(2): 121-4.

28. Elias CN, Lopes HP. *Materiais dentários: ensaios mecânicos*. São Paulo: Santos; 2007.
29. Emami N, Sjö Dahl M, Söderholm K-JM. How filler properties, filler fraction, sample thickness and light source affect light attenuation in particles filled resin composites. *Dent Mater*. 2005; 21(8): 721-30.
30. Fahl Junior N, Denehy CE, Jackson RD. Protocol for predictable restoration of anterior teeth with composite resins. *Oral Health* 1998; 88(8): 15-22.
31. Frankenberger R, García-Godoy F, Lohbauer U, Petschelt A, Krämer N. Evaluation of resin composite materials. Part I: In vitro investigations. *Am J Dent*. 2005; 18(1): 23-7.
32. Göhring TN, Besek MJ, Schmidlin PR. Attritional wear and abrasive surface alterations of composite resin materials in vitro. *J Dent*. 2002; 30(2-3): 119-27.
33. Gregory WA, Pounder D, Bakus E. Bond strength of chemically dissimilar repaired composite resins. *J Prosthet Dent*. 1990; 64(6): 664-8.
34. Hu X, Marquis PM, Shortall AC. Influence of filler loading on the two-body wear of a dental composite. *J Oral Rehabil*. 2003; 30(7): 729-37.
35. Ikejima I, Nomoto R, McCabe JF. Shear punch strength and flexural strength of model composites with varying filler volume fraction, particle size and silanation. *Dent Mater*. 2003; 19(3): 206-11.
36. Ishida H, Koenig JL. The reinforcement mechanism of fiber-glass reinforced plastic under wet conditions. A review. *Polym Eng Sci*. 1978; 18: 128-45.
37. Jardim PS, Miranda CB, Candido MSM, Lima DM. Análise comparativa da translucidez do esmalte e de diferentes resinas compostas microparticuladas. *Cienc Odontol Bras*. 2002; 5(3): 18-24.
38. Karmaker A, Prasad A, Sarkar NK. Characterization of adsorbed silane on fillers used in dental composite restoratives and its effect on composite properties. *J Mater Sci Mater Med*. 2007; 18(6): 1157-62.
39. Kern M, Strub JR, Lü X-Y. Wear of composite resin veneering materials in a dual-axis chewing simulator. *J Oral Rehabil*. 1999; 26(5): 372-8.
40. Kim JJ, Moon HJ, Lim BS, Lee YK, Rhee SH, Yang HC. The effect of nanofiller on the opacity of experimental composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2007; 80(2): 332-8.
41. Kim K-H, Okuno O. Microfracture behaviour of composite resins containing irregular-shaped fillers. *J Oral Rehabil*. 2002; 29(12):1153-9.
42. Kim K-H, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent*. 2002; 87(6): 642-9.
43. Kim O, Shim WJ. Studies on the preparation and mechanical properties of esthetic polymeric dental restoratives using silane treatment silica microfiller via freeze-drying. *Pol Comp*. 2001; 22: 650-9.
44. Knoblock LA, Kerby RE, Seghi R, Berlin JS, Clelland N. Fracture toughness of packable and conventional composite materials. *J Prosthet Dent*. 2002; 88(3): 307-13.
45. Lee SB, Kim KN, Kim KM. The surface gloss and shear bonding strength of aesthetic composite resins according to filler sizes and filler types. *J Dent Res*. 2000; 79: 1268-74.
46. Lee YK, Lu H, Oguri M, Powers JM. Changes in gloss after simulated generalized wear of composite resins. *J Prosthet Dent*. 2005; 94(4): 370-6.
47. Lim B-S, Ferracane JL, Condon JR, Adey JD. Effect of filler fraction and filler surface treatment on wear of microfilled composites. *Dent Mater*. 2002; 18(1): 1-11.

48. Lin CT, Lee SY, Keh ES, Dong DR, Huang HM, Shih YH. Influence of silanization and filler fraction on aged dental composites. *J Oral Rehabil.* 2000; 27(11): 919-26.
49. Lohbauer U, Frankenberger R, Krämer N, Petschelt A. Strength and fatigue performance versus filler fraction of different types of direct dental restoratives. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; 76(1): 114-20.
50. Lu H, Lee YK, Oguri M, Powers JM. Properties of a dental resin composite with a spherical inorganic filler. *Oper Dent.* 2006; 31(6): 734-40.
51. Luo J, Lannutti JJ, Seghi RR. Effect of filler porosity on the abrasion resistance of nanoporous silica gel/polymer composites. *Dent Mater.* 1998; 14(1): 29-36.
52. Manhart J, Kunzelmann K-H, Chen HY, Hickel R. Mechanical properties of new composite restorative materials. *J Biomed Mater Res.* 2000; 53(4): 353-61.
53. Manhart J, Kunzelmann K-H, Chen HY, Hickel R. Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins. *Dent Mater.* 2000; 16(1): 33-40.
54. Massoti AS, Onório AB, Conceição EN, Spohr AH. UV-vis spectrophotometer direct transmittance analysis of composite resins. *Dent Mater.* 2007; 23(6):724-30.
55. Mitra S, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Assoc.* 2003; 134(10): 1382-90.
56. Miyazaki M, Oshida Y, Moore BK, Onose H. Effect of light exposure on fracture toughness and flexural strength of light-cured composites. *Dent Mater.* 1996; 12(6): 328-32.
57. Musanje L, Ferracane JL, Ferracane LL. Effects of resin formulation and nanofiller surface treatment on in vitro wear of experimental hybrid resin composite. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; 77(1): 120-5.
58. Nagarajan VS, Jahanmir S, Thompson VP. In vitro contact wear of dental composites. *Dent Mater.* 2004; 20(1):63-71.
59. Neves AD, Discacciati JAC, Oréfice RL, Jansen WC. Correlação entre o grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico em compósitos. *Pesqui Odontol Bras.* 2002; 16: 349-54.
60. Park C, Robertson RE. Mechanical properties of resin composites with filler particles aligned by an electric field. *Dent Mater.* 1998; 14(6): 385-93.
61. Pozzobon RT, Candido MSM, Rodrigues Junior AL. Análise da translucidez de materiais restauradores estéticos. Efeitos de agentes clareadores e tempo. *J Bras Clín Est Odontol.* 1999; 3: 44-52.
62. Reis A, Loguercio AD, Bittencourt DD, Góes MF. Resinas compostas. In: Reis A, Loguercio AD. *Materiais dentários restauradores diretos: dos fundamentos à aplicação clínica.* São Paulo: Santos; 2007. p. 137-80.
63. Rodrigues Junior SA, Ferracane JL, Bona AD. Flexural strength and Weibull analysis of a microhybrid and a nanofill composite evaluated by 3- and 4-point bending tests. *Dent Mater.* 2008; 24(3): 426-31.
64. Rodrigues Junior SA, Zanchi CH, Carvalho RV, Demarco FF. Flexural strength and modulus of elasticity of different types of resin-based composites. *Braz Oral Res.* 2007; 21(1): 16-21.
65. Rosa RS. Comparação da rugosidade após abrasão por escovação e da microdureza entre resinas compostas nanoparticuladas e microhíbridadas [Dissertação de Mestrado]. Porto Alegre: Faculdade de Odontologia da PUCRS; 2006.
66. Sabbach J, Ryelandt L, Bachérius L, Biebuyck J-J, Vreven J, Lambrechts P, Leloup G. Characterization of the inorganic fraction of resin composites. *J Oral Rehabil.* 2004; 31(11): 1090-101.

67. Dos Santos GB, Alto RV, Filho HR da Silva EM, Fellows CE. Light transmission on dental resin composites. *Dent Mater.* 2008; 24(5): 571-6.
68. Say EC, Civelek A, Nobecourt A, Ersoy M, Guleryuz C. Wear and microhardness of different resin composite materials. *Oper Dent.* 2003; 28(5): 628-34.
69. Schulze KA, Zaman AA, Söderholm KJ. Effect of filler fraction on strength, viscosity and porosity of experimental compomer materials. *J Dent.* 2003; 31(6): 373-82.
70. Schwart JI, Söderholm KJM. Effects of filler size, water, and alcohol on hardness and laboratory wear of dental composites. *Acta Odontol Scand.* 2004; 62(2): 102-6.
71. Söderholm KJ. Influence of silane treatment and filler fraction on thermal expansion of composite resins. *J Dent Res.* 1984; 63(11): 1321-6.
72. Söderholm K-JM, Yang MCK, Garcea I. Filler particle leachability of experimental dental composites. *Eur J Oral Sci.* 2000; 108(6): 555-60.
73. St Germain H, Swartz ML, Phillips RW, Moore BK, Roberts TA. Properties of microfilled composite resins as influenced by filler content. *J Dent Res.* 1985; 64(2): 155-60.
74. Suzuki S, Ori T, Saimi Y. Effects of filler composition on flexibility of microfilled resin composite. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2005; 74(1): 547-52.
75. Tanimoto Y, Kimiya N. Influence of particle size of fillers on frictional wear of dental composite resin. *Composite Interfaces.* 2004; 11: 15-24.
76. Tanimoto Y, Kitagawa T, Aida M, Nishiyama N. Experimental and computational approach for evaluating the mechanical characteristics of dental composite resins with various filler sizes. *Acta Biomater.* 2006; 2(6): 633-9.
77. Tanimoto Y, Nishiwaki J, Nemoto K, Ben G. Effect of filler content on bending properties of dental composites: Numerical simulation with the use of the finite-element method. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2004; 71(1): 188-95.
78. Turssi CP, Ferracane JL, Ferracane LL. Wear and fatigue behavior of nano-structured dental resin composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; 78(1): 196-203.
79. Walker MP, Haj-Ali R, Wang Y, Hunziker D, Williams KB. Influence of environmental conditions on dental composite flexural properties. *Dent Mater.* 2006; 22(11): 1002-7.
80. Wilson KS, Zhang K, Antonucci JM. Systematic variation of interfacial phase reactivity in dental nanocomposites. *Biomaterials.* 2005; 26(25): 5095-103.
81. Xu HHK, Quinn JB, Giuseppetti AA. Wear and mechanical properties of nano-silica-fused whisker composites. *J Dent Res.* 2004; 83(12): 930-5.
82. Yap AUJ, Tan CH, Chung SM. Wear behavior of new composite restoratives. *Oper Dent.* 2004; 29(3): 269-74.
83. Yap AUJ, Ong LF, Teoh SH, Hastings GW. Comparative wear ranking of dental restoratives with the BIOMAT wear simulator. *J Oral Rehabil.* 1999; 26(3): 228-35.
84. Yoshida K, Tanagawa M, Atsuta M. Effects of filler composition and surface treatment on the characteristics of opaque resin composites. *J Biomed Mater Res.* 2001; 58(5): 525-30.
85. Yoshida Y, Shirai K, Shintani H, Okazaki M, Suzuki K, Van Meerbeek B. Effect of presilanization filler decontamination on aesthetic and degradation resistance of resin composites. *Dent Mater J.* 2002; 21(4): 383-95.
86. Yoshida Y, Shirai K, Nakayama Y, Itoh M, Okazaki M, Shintani H et al. Improved filler-matrix coupling in resin composites. *J Dent Res.* 2002; 81(4):270-3.
87. Zandinejad AA, Atai M, Pahlevan A. The effect of ceramic and porous fillers on the mechanical properties of experimental dental composites. *Dent Mater.* 2006; 22(4): 382-7.

88. Zantner C, Kielbassa AM, Martus P, Kunzelmann KH. Sliding wear of 19 commercially available composites and compomers. Dent Mater. 2004; 20(3): 277-85.

Tabela 1. Descritores e limites de assunto para as propriedades físicas, químicas e mecânicas investigadas (respectivamente)

Descritores de Assunto	Limites de Assunto
Resinas compostas <b>and</b> partículas inorgânicas <b>and</b>	1. Opalescência <b>or</b> translucidez; 2. Análise química; 3. Desgaste <b>or</b> resistência à tração diametral <b>or</b> resistência à compressão <b>or</b> resistência à flexão <b>or</b> resistência à fadiga <b>or</b> dureza.

Tabela 2. Critérios de inclusão dos estudos selecionados

Artigos originais de pesquisa, revisões sistemáticas, teses e dissertações que apresentem\*:

1. Pelo menos um ensaio mecânico (desgaste, resistência à compressão, resistência à fadiga, resistência à flexão, resistência à tração diametral e teste de dureza) e/ou químico (análise química, silanização/descontaminação das partículas de carga inorgânica) e/ou físico (opacidade e translucidez)
2. Número de amostras superior a 5 (n=5) para propriedades mecânicas e físicas
3. Mais de um tipo de resina composta (híbrida, microhíbrida, microparticulada, nanoparticulada e 'compactável')
4. Partículas inorgânicas experimentais (desenvolvimento de novos materiais)
5. Análise química por EDS

\*A seleção se deu por: (1) palavras-chave presentes no DeCS; (2) título do trabalho; (3) resumo.

Tabela 3. Critérios de exclusão dos estudos selecionados

1. **Trabalhos que:**
  1. São resumos em anais de eventos científicos (congressos, jornadas, simpósios, reuniões, etc)
  2. Foram realizados apenas com 01 (uma) marca comercial de resina composta
  3. Envolveram somente avaliação clínica e/ou teste de resistência de união (adesividade)
  4. Envolveram propriedades reológicas (viscosidade, plasticidade e elasticidade)
  5. Investigaram a eficácia de novos tipos de partículas inorgânicas de funções específicas

Quadro 1. Artigos selecionados por ano de publicação

**Dados percentuais dos resumos selecionados**

■ 2000 ■ 2001 ■ 2002 ■ 2003 ■ 2004 ■ 2005 ■ 2006 ■ 2007

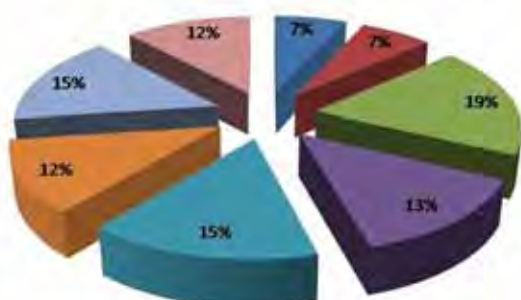


Tabela 4. Estudos comparativos de investigação do comportamento das partículas de carga inorgânica nas propriedades mecânicas, físicas e químicas das resinas compostas

1. Manhart, Kunzelmann, Chen, HICKEL <sup>53</sup> (2000)	21. Bonilla, Yashar, Caputo <sup>15</sup> (2003)	41. Lee, Lu, Oguri, Powers <sup>46</sup> (2005)
2. Söderholm, Yang, Garcea <sup>72</sup> (2000)	22. Ikejima, Nomoto, McCabe <sup>35</sup> (2003)	42. Brandão, Adabo, Vaz, Saad <sup>18</sup> (2005)
3. Cobb, MacGregor, Vargas, Denehy <sup>21</sup> (2000)	23. Adabo, Cruz, Fonseca, Vaz <sup>2</sup> (2003)	43. Suzuki, Ori, Saimi <sup>74</sup> (2005)
4. Adabo <sup>1</sup> (2000)	24. Attar, Tam, McComb <sup>8</sup> (2003)	44. Turssi, Ferracane, Ferracane <sup>78</sup> (2006)
5. Yoshida, Tanagawa, Atsuta <sup>84</sup> (2001)	25. Mitra, Wu, Holmes <sup>55</sup> (2003)	45. Zandinejad, Atai, Pahlevan <sup>87</sup> (2006)
6. Cruz <sup>25</sup> (2001)	26. Hu, Marquis, Shortall <sup>34</sup> (2003)	46. Tanimoto, Kitagawa, Aida, Nishiyama <sup>76</sup> (2006)
7. Cordeiro, Antoniazzi, Machado, Nagem Filho <sup>22</sup> (2001)	27. Say, Civelek, Nobecourt, Ersoy, Guleryuz <sup>68</sup> (2003)	47. Walker, Haj-Ali, Wang, Hunziker, Williams <sup>79</sup> (2006)
8. Kim, Shim <sup>43</sup> (2001)	28. Tanimoto, Nishiwaki, Nemoto, Ben <sup>77</sup> (2004)	48. Lohbauer, Frankenberger, Krämer, Petschelt <sup>49</sup> (2006)
9. Carvalho Junior <sup>19</sup> (2002)	29. Asaka, Miyazaki, Aboshi, Yoshida, Takamizawa, Kurokawa, Rikuta <sup>7</sup> (2004)	49. Musanje, Ferracane, Ferracane <sup>57</sup> (2006)
10. Yoshida, Shirai, Nakayama, Itoh, Okazaki, Shintani et al <sup>86</sup> (2002)	30. Nagarajan, Jahanmir, Thompson <sup>58</sup> (2004)	50. Lu, Lee, Oguri, Powers <sup>50</sup> (2006)
11. Göhring, Besek, Schimidlin <sup>32</sup> (2002)	31. Zantner, Kielbassa, Martus, Kunzelmann <sup>88</sup> (2004)	51. Rosa <sup>65</sup> (2006)
12. Neves, Discacciati, Oréface, Jansen <sup>59</sup> (2002)	32. Debnath, Ranade, Wunder, McCool, Boberick, Baran <sup>26</sup> (2004)	52. Balbinot <sup>10</sup> (2006)
13. Lim, Ferracane, Condon, Adey <sup>47</sup> (2002)	33. Xu, Quinn, Giuseppetti <sup>81</sup> (2004)	53. Rodrigues Junior, Zanchi, Carvalho, Demarco <sup>64</sup> (2007)
14. Jardim, Miranda, Candido, Lima <sup>37</sup> (2002)	34. Sabbach, Ryelandt, Bachérius, Biebuyck, Vreven, Lambrechts, Leloup <sup>66</sup> (2004)	54. Beun, Glorieux, Devaux, Vreven, Leloup <sup>13</sup> (2007)
15. Yoshida, Shirai, Shintani, Okazaki, Suzuki, Van Meerbeek <sup>85</sup> (2002)	35. Yap, Tan, Chung <sup>82</sup> (2004)	55. Karmaker, Prasad, Sarkar <sup>38</sup> (2007)
16. Anzai, Ishikawa, Yoshihashi, Hirose, Nishiyama <sup>5</sup> (2002)	36. Schwartz, Söderholm <sup>70</sup> (2004)	56. Kim, Moon, Lim, Lee, Rhee, Yang <sup>40</sup> (2007)
17. Kim, Ong, Okuno <sup>42</sup> (2002)	37. Frankenberger, García-Godoy, Lohbauer, Petschelt, Krämer <sup>31</sup> (2005)	57. Santos, Monte Alto, Sampaio Filho <sup>67</sup> (2007)
18. Kim, Okuno <sup>41</sup> (2002)	38. Clelland, Pagnotto, Kerby, Seghi <sup>20</sup> (2005)	58. Rodrigues Junior, Ferracane, Bona <sup>63</sup> (2007)
19. Knoblock, Kerby, Seghi, Berlin, Clelland <sup>44</sup> (2002)	39. Wilson, Zhang, Antonucci <sup>80</sup> (2005)	59. Arikawa, Kanie, Fujii, Takahashi, Ban <sup>6</sup> (2007)
20. Bianchi, Aguiar, Poggi, Salgado, Freitas, Bianchi <sup>14</sup> (2003)	40. Emami, Sjö Dahl, Söderholm <sup>29</sup> (2005)	

## *CAPÍTULO 2*

---

Este capítulo será submetido ao periódico British Dental Journal. O artigo será traduzido para língua inglesa e enviado via internet. Apresentamos aqui formatado com as normas da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Araraquara (FOAr-UNESP). As Figuras encontram-se na secção Anexo 1 (folha 77) e os resultados do EDS, no Anexo 2.

**CHEMICAL AND MORPHOLOGICAL CHARACTERIZATION OF THE  
INORGANIC CONTENT OF COMPOSITE RESIN**

**CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MORFOLÓGICA DO CONTEÚDO  
INORGÂNICO DE RESINAS COMPOSTAS**

*JOÃO PAULO MARTINS DE LIMA\*, MATHEUS COELHO BANDECA\*,  
ESTHER GOMES SAADE\*, SIZENANDO DE TOLEDO PORTO NETO\*\**

*\* Post-graduate students of Restorative Dentistry Department of  
Araraquara Dental School – Sao Paulo State University (UNESP);*

*\* Professor of Restorative Dentistry Department of Araraquara Dental  
School – Sao Paulo State University (UNESP).*

Author Correspondence:

Prof. DDS. Sizenando de Toledo Porto Neto

Araraquara Dental School – Restorative Dentistry Department

Humaitá St, 1680 – Downtown

14 801-903      Araraquara – Sao Paulo      Brazil

Fone/fax: +55 (16) 3301-6388 E-mail: [restaura@foar.unesp.br](mailto:restaura@foar.unesp.br)



## Resumo

**Objetivo:** O objetivo deste estudo foi analisar a morfologia e a composição química das partículas de carga inorgânica de diferentes resinas compostas. **Material e método:** Foram utilizadas 15 resinas compostas fotopolimerizáveis (Amelogen<sup>®</sup> Plus, Charisma<sup>®</sup>, Concept Advanced, Durafill<sup>®</sup> VS, Esthet-X<sup>™</sup>, Fill Magic, Filtek<sup>™</sup> Supreme XT, Filtek<sup>™</sup> Z-350, Glacier, XRV Herculite, Master Fill, Opallis, Point 4, Vit-I-escence<sup>™</sup> e 4 Seasons<sup>®</sup>). Incremento único de cada compósito foi inserido em uma matriz metálica (4x1 mm) e fotoativado por aparelho de luz halógena (40 s). Os corpos-de-prova foram encaminhados ao forno de fundição, onde a temperatura foi aumentando gradualmente até 700 °C por período de 3 h, permitindo completa eliminação da fase orgânica por incineração. Após este procedimento, o forno foi desligado e os corpos-de-prova resfriaram lentamente por 90 min. O material inorgânico resultante permaneceu intacto e em forma de comprimido. A morfologia foi analisada por microscópio eletrônico de varredura (MEV) em diversos aumentos e a análise química se deu através da espectroscopia por energia dispersiva (EDS). **Resultados:** As imagens permitiram classificar 3 corpos-de-prova de cada uma das 15 resinas compostas em 5 grupos de acordo com a morfologia e o tamanho das partículas inorgânicas. Em diferentes concentrações, o principal componente de cada resina composta foi Si, enquanto outros elementos detectados foram Ba, Zr e Al, dentre outros. **Conclusão:** As resinas compostas investigadas podem ser classificadas pela morfologia de suas partículas inorgânicas. As características das partículas inorgânicas nem sempre coincidem com as apresentadas pelos fabricantes e comprovadas pela literatura. A microanálise (EDS) mostrou uma grande variedade de elementos químicos na composição dos diferentes tipos de partículas inorgânicas. Provavelmente a melhor classificação para resinas compostas seja através das características mecânicas e físicas apresentadas pelos

materiais e não somente pelo tamanho de suas partículas, como é usada atualmente.

Palavras-chave: Resinas compostas; partículas inorgânicas; microscopia eletrônica de varredura; espectrometria por raios-X.

## Abstract

**Objective:** The purpose of this study was to analyze the morphology and the chemical composition of inorganic particles of different composite resins. **Methods:** Fifteen light-cured composite resins (Amelogen<sup>®</sup> Plus, Charisma<sup>®</sup>, Concept Advanced, Durafill<sup>®</sup> VS, Esthet-X<sup>™</sup>, Fill Magic, Filtek<sup>™</sup> Supreme XT, Filtek<sup>™</sup> Z-350, Glacier, XRV Herculite, Master Fill, Opallis, Point 4, Vit-I-escence<sup>™</sup> and 4 Seasons<sup>®</sup>) were used. Only one increment of each composite was inserted in a metallic mold (4x1 mm) and light-cured by halogen LCU (40 s). The samples were carried to oven, and the organic phase was eliminated by firing, gradually increasing the temperature from room temperature to 700 °C, in a period of 3 h. After this procedure, the oven was turned off and the sample was slowly cooled for 90 min. The resulting inorganic material was intact and pill shaped. The morphologies were analyzed by scanning electron microscopy (SEM-several magnifications) and the chemical analysis by energy dispersive spectroscopy (EDS). **Results:** The images had allowed classifying 3 specimens from each of 15 composite resins into 5 groups according to filler morphology and size, independent of the composite resin. At different concentrations, the main component of each composite resin was Si, while the other elements detected were Ba, Zr and Al, amongst others. **Conclusions:** The composite resins used may be classified by their filler morphology. The characteristics of inorganic particles not always coincide with showed by manufacturers and proven by literature. ED spectroscopy analysis showed a great variety in the composition of different types of particles. Probably the better classification for composite resins is realized from physical and mechanical characteristics showed by materials and not only from the size of its particles, as still it is used currently.

**Keywords:** Composite resins; inorganic particles; scanning electron microscopy; X-ray emission spectrometry.

## INTRODUÇÃO

O avanço tecnológico observado na indústria odontológica proporciona o surgimento de materiais resinosos com modificações em sua formulação, os quais objetivam melhoras nas propriedades físicas, químicas e mecânicas.

Desde a concepção das resinas compostas por Bowen, em 1962, os maiores avanços encontrados nas resinas compostas nos últimos anos se deram pelas melhorias da fase inorgânica. Os maiores investimentos e resultados ocorreram em tal fase, os quais geraram aumento da sua quantidade nas resinas compostas, ao mesmo tempo em que se desenvolveu maior qualidade, com as alterações no formato e tamanho. Nenhuma modificação fundamental ocorreu na matriz orgânica, permanecendo praticamente inalterada<sup>12</sup>.

Embora sejam observadas algumas pesquisas no desenvolvimento das matrizes orgânicas<sup>14,21</sup>, os principais fabricantes dos materiais resinosos ainda se concentram no uso dos tradicionais sistemas orgânicos, a maioria adicionando monômeros de Bis-GMA/TEGDMA ou combinações de Bis-GMA/UEDMA/TEGDMA na matriz orgânica<sup>7</sup>. Modificações na própria matriz orgânica, como o acréscimo de Bis-EMA, Bis-DMA, MMA e UDMA, que são considerados controladores da viscosidade, foram alcançadas.

O componente inorgânico das resinas compostas é basicamente constituído de partículas de vários materiais, como o vidro ou quartzo e sílica coloidal, produzidos por moagem ou fresagem. O conhecimento morfológico e dimensional desse componente é responsável pela principal classificação dos sistemas de resinas compostas e parecem estimar sobre suas propriedades mecânicas<sup>5,7,9</sup>.

Vários são os efeitos gerados a partir das variações dos formatos, das quantidades incorporadas à matriz resinosa, dos índices de concentração em massa e em volume, dos tamanhos e composições químicas das partículas de carga inorgânica nas propriedades inerentes

das resinas compostas, os quais estão correlacionados com: grau de polimerização, estabilidade de cor, dureza, resistência à compressão, além da radiopacidade e translucidez<sup>10</sup>.

Os compósitos utilizados atualmente apresentam diferentes tipos de partículas e face às exigências estéticas e mecânicas observadas diariamente nos procedimentos clínicos, o conhecimento das características morfológicas e químicas são informações importantes como forma de dotar o clínico de um parâmetro de comparação entre os materiais restauradores resinosos e de auxiliá-lo na indicação deste material, mediante situação clínica. Diante disso, os objetivos deste estudo foram: 1) determinar a composição química e descrever a morfologia das partículas inorgânicas das resinas compostas testadas, e 2) classificá-las como forma de se obter melhor compreensão para uma apropriada seleção clínica.

## MATERIAL E MÉTODO

Foram selecionadas 15 diferentes resinas compostas ativadas por luz e indicadas para restaurações diretas, listadas na Tabela 1 com: classificação comercial, composição inorgânica, percentual de carga e número de lote.

### *Obtenção dos corpos-de-prova*

Incremento único de cada resina composta foi inserido em matriz metálica medindo 4x1 mm (sem lisura da superfície de topo), e em seguida fotoativado com luz halógena (Optilight 600 – Gnatus) com tempo de exposição de 40 segundos, a fim de se conseguir corpos-de-prova mais homogêneos e em forma de comprimido.

Após esta etapa, os corpos-de-prova sofreram processo de queima da porção orgânica em forno convencional para fundição (PC 850L – Euro Control), com controle digital, lentamente, a partir da temperatura ambiente até atingir 700 °C, e assim permanecendo por 3 horas, com

finalidade de se evidenciar as partículas de carga inorgânica com a total pulverização do componente orgânico. Após esta etapa, os corpos-de-prova permaneceram por 90 minutos resfriando para que, em seqüência, pudessem ser transferidos ao dessecador por 1 hora, até o completo resfriamento.

O resíduo inorgânico obtido de cada um dos corpos-de-prova foi acondicionado em recipientes plásticos, previamente identificados, e armazenados em estufa a  $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 24 horas, até ser realizada a metalização – fina cobertura de ouro na superfície da amostra – antes de ser enviados ao microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo Philips XL 30 FEG (Figura A1).

#### *Fotomicrografias*

Foram tomadas imagens digitalizadas da superfície de cada um dos corpos-de-prova com aumentos que variaram entre 40.000 e 120.000 vezes. O processamento das imagens foi realizado pelo *software* do microcomputador servidor do aparelho de microscopia, operado com voltagem de 20 kV.

#### *Análise química (EDS)*

A análise química foi realizada através de microanálise por energia dispersiva (EDS) de cada uma das resinas compostas pela detecção dos raios-X emitidos pelos corpos-de-prova no momento da varredura. O resultado obtido foi processado pelo microcomputador servidor do MEV.

As análises do espectrômetro foram executadas no centro dos corpos-de-prova por uma janela de 1,0 mm, 150 segundos de *scans* e 40% de *dead time*. As informações do conteúdo químico foram automaticamente corrigidas pelo número atômico (Z), absorvância (A) e efeito da fluorescente (F) utilizando o método quantitativo de correção (de três a seis interações), para cada elemento químico encontrado.

## RESULTADO

### *Fotomicrografias*

As imagens fotomicrográficas representativas das resinas compostas investigadas são mostradas nas Figuras A2-A16. As imagens obtidas das partículas inorgânicas, para sua descrição, foram agrupadas observando características morfológicas semelhantes entre si (distribuição, tamanho e formato), sem se vincular à classificação apresentada pelos respectivos fabricantes.

O primeiro grupo de resinas (Figuras A2-A5) caracteriza-se por apresentar partículas inorgânicas esféricas regulares com distribuição bastante homogênea. Amelogen<sup>®</sup> Plus parece ser formado por agrupamento de partículas esferoidais, enquanto Durafill<sup>®</sup> VS apresenta-se com leve variação de forma e tamanho de suas partículas. Filtek<sup>™</sup> Supreme XT e Filtek<sup>™</sup> Z350, por sua vez, apresentam-se com aglomerados nanométricos, evidenciando partículas bem tratadas e uniformes.

Diferentes tamanhos, distribuição não uniforme e formatos irregulares e salientes, caracterizam as partículas inorgânicas das resinas do segundo grupo (Figuras A6-A9), formado por Esthet-X<sup>™</sup>, Charisma<sup>®</sup>, Vit-I-escence<sup>™</sup> e Master Fill. É possível observar partículas esferoidais de menor diâmetro preenchendo os espaços vazios deixados pelas partículas maiores nas resinas Charisma<sup>®</sup> e Vit-I-escence<sup>™</sup>. O mesmo é observado na resina Esthet-X<sup>™</sup>, porém com mais regularidade e com aglomerados nanométricos. Na resina Master Fill observa-se partículas melhor tratadas (uniformes).

Nas Figuras A10 e A11 observam-se partículas distribuídas de maneira uniforme, ainda que com tamanhos variados e formatos irregulares. Muitas delas, contudo, tem extremidades arredondadas com poucos espaços entre as mesmas. Nota-se que a resina Concept Advanced apresenta partículas menores de melhor tratamento, aparentemente aglomerados nanométricos. Apesar de serem dos

mesmos fabricantes e apresentarem partículas com características bastante semelhantes, a classificação comercial não é a mesma.

No quarto grupo reuniram-se resinas compostas com formatos irregulares diversos, em forma de “escamas”, com distribuição pouco uniforme (Figuras A12 e A13). Embora apresentem tamanhos variados, notam-se aglomerados de partículas menores rodeando as maiores. Na resina Glacier ainda se observa o melhor tratamento dos tais aglomerados, que na resina XRV Herculite.

Por fim, o quinto grupo (Figuras A14-A16) apresenta-se com partículas em formatos irregulares dispersos ainda que maneira homogênea (por não apresentarem grandes espaços vazios entre partículas), mas com tamanho ligeiramente variado. É possível verificar que o tratamento (extremidades arredondadas) e poucos espaços vazios entre as partículas caracterizam este grupo formado pelas resinas Point 4, Opallis e 4 Seasons®.

#### *Composição química das partículas inorgânicas*

Os elementos químicos detectados nas resinas compostas investigadas são apresentados em suas concentrações, isoladas do ouro (Au) e do oxigênio (O), na Tabela 2. Silício (Si), encontrado em todas as resinas investigadas, foi o principal elemento químico identificado nas partículas. Bário (Ba) e alumínio (Al) foram encontradas na maioria das resinas, com exceção da Durafill® VS, Filtek™ Supreme XT e Filtek™ Z350.

## DISCUSSÃO

A microanálise é um dos mais importantes instrumentos para a análise química de materiais orgânicos e inorgânicos. Através da identificação dos raios-X emitidos pela amostra, quando da interação com o feixe eletrônico, é possível determinar a composição de regiões com até 1 µm de diâmetro. A absorção de raios-X é o fator mais importante a ser considerado na quantificação da composição química de um sólido,



líquido ou pó, usando a microanálise. E esta é, assim, uma técnica não destrutiva que pode determinar quantidades de até 1-2% dos elementos presentes nas amostras<sup>1,13</sup>.

Normalmente os elementos em maior quantidade na amostra são identificados com elevada precisão. Porém, quando os mesmos estão presentes em quantidades pequenas ou apresentam somente traços, erros de interpretação podem ocorrer em consequência das interferências, artefatos e multiplicidade das raias espectrais para cada elemento. Na microanálise química por energia dispersiva (EDS), considera-se que acima de 10% em peso um elemento está presente em grande quantidade; entre 1% e 10%, em pequena quantidade e, menor que 1%, apenas traços<sup>13</sup>.

Hosoda et al.<sup>8</sup>, em 1990, em um dos primeiros trabalhos que propõem a mais utilizada classificação de resinas compostas até hoje – baseada no tamanho médio e distribuição das partículas inorgânicas – revelaram também a composição química das partículas inorgânicas através de EDS. Foram investigados 66 compósitos (auto e fotopolimerizados) por MEV e, baseado nas características de cada tipo de partícula, descreveram sua micro morfologia e as agruparam em cinco categorias: tradicional, microparticulada, submicroparticulada, híbrida e semi-híbrida. Junto com essas informações e indicações clínicas, propuseram um guia de seleção dos respectivos compósitos para o uso clínico. Desde então, observa-se que as partículas inorgânicas das resinas compostas são constituídas, principalmente, de dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ). Nossos resultados confirmam que até hoje, Si é o principal elemento químico constituinte das partículas inorgânicas.

A adição de novos tipos de partículas, modificações em seu tamanho e morfologia, tratamento superficial químico e físico para receber o agente de união silano e a melhor qualidade de fabricação, são alguns dos principais itens estudados no desenvolvimento dos novos materiais resinosos<sup>4</sup>.

Uma das características das resinas compostas, que pode auxiliar o clínico a distinguir uma restauração da dentina e esmalte, avalia espaços vazios subjacentes, melhora contornos e saliências das restaurações e permite diagnóstico de cárie secundária adjacente, é a radiopacidade. Por se constituírem de ampla variedade de tamanho e composição química de partículas inorgânicas, as resinas compostas apresentam diferenças significantes de componentes radiopacos de uma marca para outra<sup>23</sup>.

Os resultados por EDS das partículas inorgânicas das resinas investigadas revelaram grande variedade na composição dos diferentes tipos de partículas. Vidro de Ba é o radiopacificador mais comumente utilizado nas resinas compostas (pela capacidade de se tornar bem pequeno), mas outros componentes como SrO, ZrO<sub>2</sub>, Yb, são adicionados com este propósito<sup>1</sup>; embora os agentes radiopacos mais marcantes tenham Ba e Sr em sua composição. Além dessa característica, segundo Kim et al.<sup>10</sup>, sílica amorfa é adicionada para melhorar o manejo das resinas compostas, e itérbio, para melhorar o efeito estético. Das quinze resinas compostas investigadas (Tabela 2), somente Durafill<sup>®</sup> VS e Vit-I-escence<sup>™</sup> foram as que não apresentaram ou apresentaram pequena quantidade de Ba, ou outro elemento químico radiopacificador. As resinas Fill Magic Condensável e XRV Herculite foram as que apresentaram maiores índices de Ba, salientando ainda mais a indicação destes materiais para o segmento posterior, onde a radiopacidade é mais desejada no acompanhamento clínico de restaurações nessa região. Duas outras resinas, Filtek<sup>™</sup> Supreme XT e Filtek<sup>™</sup> Z350, no entanto, apresentaram alto índice de zircônio, que, segundo Khan et al.<sup>9</sup>, compósitos com óxido de zinco podem possuir limitada radiopacidade.

Apesar das vantagens dos compósitos apresentarem componentes radiopacificadores, como óxidos de bário e estrôncio, a incorporação de altas percentagens leva à degradação química causada pela hidrólise. Este fato chama a atenção, principalmente pelo desgaste superficial do

compósito que, segundo alguns trabalhos<sup>17,19</sup>, é provocado pela instabilidade das ligações químicas que geram perdas de partículas inorgânicas; embora não haja nenhuma evidência conclusiva provando que a degradação hidrolítica das partículas inorgânicas seja fator chave no processo de desgaste clínico dos compósitos<sup>18</sup>.

Quanto menor o tamanho da partícula, maior a área disponível para lixiviação dos líquidos (sob mesmo índice de concentração) e maior é a perda iônica de elementos como bário, sílica e estrôncio. Os compósitos nanoparticulados possuem a vantagem de preencher os espaços vazios entre as partículas maiores, diminuindo a quantidade de matriz orgânica. Porém, com maior área superficial disponível, pode haver a tendência de maior perda (lixívia, dissolução). Em nossa investigação, verificamos que todas as resinas compostas do grupo 2, além da Glacier e XRV Herculite possuem partículas nanométricas ou não rodeando as maiores. Há outros fatores, contudo, envolvidos na dissolução das partículas, como: temperatura do meio de imersão, tipo de agente aquoso, tempo total de imersão. Segundo Drummond et al.<sup>6</sup>, o mecanismo deste fracasso é atribuído à absorção de água pela matriz polimérica, seguido pela hidrólise do agente silano e lixiviação das partículas. Nas formulações dos compósitos atuais, sugere-se incorporar mais óxido de estrôncio que de bário nas partículas<sup>8</sup>, devido especialmente o óxido de bário ser tóxico pela dissolução de íons Ba<sup>(++)</sup><sup>11</sup>.

É importante balancear as propriedades ópticas e mecânicas das resinas compostas com a incorporação de partículas inorgânicas. Segundo Larson<sup>11</sup>, o grau de translucidez das resinas compostas depende da composição química de cada resina e da quantidade e qualidade das partículas inorgânicas. Para Bowen<sup>3</sup>, a translucidez da resina composta varia em função da capacidade de transmitância da luz pelos seus componentes, do número e tamanho de bolhas internas, do índice de refração dos componentes da matriz orgânica e, finalmente, do tamanho das partículas. Mesmo quando as partículas possuem

transparência própria, a opacidade, fenômeno que faz ressaltar os componentes de onda curta do espectro de luz, pode ser produzida por dispersão da luz, que alcança valores máximos quando o tamanho das partículas tem a mesma dimensão que o comprimento de onda da luz visível (aproximadamente de 0,4 a 0,7  $\mu\text{m}$ )<sup>24</sup>.

Em 2007, Santos et al.<sup>16</sup>, investigaram as características de transmitância da luz de resinas compostas (nanoparticulada e híbrida) em diferentes espessuras e verificaram se havia correlação da transmitância luminosa entre resina composta e o conteúdo de partículas. Utilizando materiais com a mesma matriz polimérica (BisGMA, BisEMA, UDMA e TEGDMA) e o mesmo tipo de partícula inorgânica, a discussão dos resultados foi baseado somente na influência do tamanho das partículas. Eles puderam concluir que o nanocompósito mostrou elevado ganho na transmitância de luz para uma espessura fixa de amostra que a híbrida. Segundo os autores, os achados estão correlacionados com o tamanho das partículas inorgânicas dos nanocompósitos. Em nossa investigação, as características morfológicas e de tamanho puderam agrupar as resinas compostas em 5 categorias. As resinas nanoparticuladas Filtek™ Supreme XT, Esthet-X™ e Concept Advanced, porém, não fizeram parte do mesmo grupo.

É grande a atenção dos pesquisadores no que diz respeito às propriedades de dureza, resistência ao desgaste e à compressão, além da estabilidade de cor e outras características importantes para a excelência estética e funcional das restaurações em dentes posteriores e anteriores. Segundo Sabbagh et al.<sup>15</sup>, o comportamento dos materiais depende fortemente do seu conteúdo inorgânico: percentual de carga, composição, dimensões e formas, bem como do grau de polimerização da matriz resinosa. Diversos estudos<sup>2,20,22,25</sup> avaliaram a influência do conteúdo inorgânico nas propriedades mecânicas de resinas compostas. Destes trabalhos, observa-se que compósitos com partículas pequenas foram mais resistentes ao desgaste simulado ou mostraram os mais altos

módulos de elasticidade; que a resistência à flexão diminuiu com o aumento do tamanho das partículas; ou que modificações da composição das cargas melhoraram propriedades mecânicas.

A inclusão de nanopartículas ou partículas de formato esférico nas resinas compostas permite que o material tenha maior índice de carga e, então, melhores propriedades físicas e mecânicas<sup>2</sup>. As imagens da MEV sugerem que cinco das quinze resinas investigadas (Opallis, Point 4, Durafill<sup>®</sup> VS, Filtek<sup>™</sup> Supreme XT e Z350) apresentam partículas inorgânicas com tamanhos médios abaixo de 0,5 µm; desta forma, o tamanho médio parece estimar melhores propriedades mecânicas e ópticas das mesmas. Porém, é controversa a indicação de qualquer um desses materiais para uma determinada situação clínica.

Podemos verificar, então, que se torna imprescindível uma nova classificação para resinas compostas que melhor faça estimar sobre a indicação de cada sistema mediante situação clínica, que não considere apenas o tamanho médio das partículas como parâmetro.

## CONCLUSÃO

Dentro das limitações desse estudo, os compósitos puderam ser classificados pela morfologia das partículas inorgânicas. As características descritas aqui, que permitiram agrupar as resinas compostas em 5 categorias nem sempre coincidiram com a classificação comercial apresentada pelos fabricantes.

O principal componente de cada resina composta foi Si, seguidos pelos elementos Ba, Al, Nb, Zr, Yb, Rb, Ca, S, Na, Sr. O resultado deste estudo caracteriza as resinas compostas comercialmente disponíveis pela morfologia e elementos químicos de suas partículas inorgânicas.

## AGRADECIMENTOS

Nós agradecemos o Laboratório de Caracterização Estrutural, do Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa, da Universidade

Federal de São Carlos – UFSCar (São Carlos/SP,Brasil) por ceder seus profissionais e equipamentos à pesquisa odontológica brasileira.

## REFERÊNCIAS

1. Asaka Y, Miyazaki M, Aboshi H, Yoshida T, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A. EDX fluorescence analysis and SEM observations of resin composites. *J Oral Sci.* 2004; 46: 143-8.
2. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dent Mater.* 2007; 23: 51-9
3. Bowen RL, Cleek GW. A new series of x-ray-opaque reinforcing fillers for composite materials. *J Dent Res.* 1972; 51: 177-82
4. Bowen RL. Effect of particle shape and size distribution in a reinforced polymer. *J Am Dent Assoc.* 1964; 69: 481-95.
5. Chung KH, Greener EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composites resins. *J Oral Rehabil.* 1990; 17:487-94.
6. Drummond JL, Andronova K, Al-Turki LI, Slaughter LD. Leaching and mechanical properties characterization of dental composites. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2004; 71B: 172-80.
7. García AH, Lozano MAM, Vila JC, Escibano AB, Galve PF. Composite resins. A review of the materials and clinical indications. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 2006; 11: E215-20.
8. Hosoda H, Yamada T, Inokoshi S. SEM and elemental analysis of composite resins. *J Prosthet Dent.* 1990; 64: 669-76.
9. Khan AM, Suzuki H, Nomura Y, Taira M, Wakasa K, Shintani H, Yamaki M. Characterization of inorganic fillers in visible-light-cured composites resins. *J Oral Rehabil.* 1992; 19:361-70.
10. Kim K-H, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent.* 2002; 87: 642-9.
11. Larson TD. Techniques for achieving realistic color distribution in large composite resin restorations. *J Am Dent Assoc.* 1986; 112: 669-72.

12. Lu H, Lee YK, Oguri M, Powers JM. Properties of a dental resin composite with a spherical inorganic filler. *Oper Dent*. 2006; 31: 734-40.
13. Maliska AN. *Microscopia eletrônica de varredura*. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina; 2004 [citado em 2008 Fev 15]. Disponível em: [http://www.materiais.ufsc.br/lcm/web-MEV/MEV\\_Apostila.pdf](http://www.materiais.ufsc.br/lcm/web-MEV/MEV_Apostila.pdf)
14. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci*. 1997; 105: 97-116.
15. Sabbagh J, Ryelandt L, Bachérius L, Biebuyck J-J, Vreven J, Lambrechts P, Leloup G. Characterization of the inorganic fraction of resin composites. *J Oral Rehabil*. 2004; 31: 1090-101.
16. Santos GB, Monte Alto RV, Sampaio HR Filho. Light transmission on dental resin composites. *Dent Mater*. 2007. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com>
17. Söderholm K-JM. Leaking of fillers in dental composites. *J Dent Res*. 1983; 62: 126-30.
18. Söderholm K-JM, Yang MCK, Garcea I. Filler particle leachability of experimental dental composites. *Eur J Oral Sci*. 2000; 108: 555-60.
19. Söderholm K-JM, Zignan M, Ragan M, Fischschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res*. 1984; 63: 1248-54.
20. Suzuki S, Ori T, Saimi Y. Effects of filler composition on flexibility of microfilled resin composite. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005; 74: 547-52.
21. Tanaka J, Hashinamoto T, Stansbury JW, Antonucci JM, Suzuki K. Polymer properties on resins composed of UDMA and methacrylates with the carboxyl group. *Dent Mater J*. 2001; 20: 206-15.
22. Tanimoto Y, Kitagawa T, Aida M, Nishiyama N. Experimental and computational approach for evaluating the mechanical characteristics of dental composite resins with various filler sizes. *Acta Biomater*. 2006; 2: 633-9
23. Toyooka H, Taira M, Wakasa K, Yamaki M, Fujita M. Radiopacity of 12 visible-light-cured dental composite resins. *J Oral Rehabil*. 1993; 20: 615-22.
24. Vanini ET AL. Light and color in anterior composite restorations. *Pract Periodont Aesthet Dent*. 1996; 8: 673-82.

25. Zantner C, Kielbassa AM, Martus P, Kunzelmann K-H. Sliding wear of 19 commercially available composites and compomers. Dent Mater. 2004; 20: 277-85.



**Tabela 1** – Especificações gerais das resinas compostas utilizadas. Informações fornecidas pelos fabricantes

<b>Marca Comercial/ Fabricante</b>	<b>Classificação</b>	<b>Composição Inorgânica</b>	<b>Percentual de Carga</b>	<b>Lote Nº</b>
Amelogen <sup>®</sup> Plus/ Ultradent Products, Inc.	Microhíbrida	Vidro de boro-alumino-silicato de bário.	61% em volume e 76% em massa.	B2N2D
Charisma <sup>®</sup> / Heraeus Kulzer.	Microhíbrida	Vidro de bário-alumínio fluoretado, dióxido de silício.	Não consta.	010073
Concept Advanced/ Vigodent.	Nanoparticulada	Silicato de bário e alumínio.	77,5% em massa.	121/07
Durafil <sup>®</sup> VS/ Heraeus Kulzer.	Microparticulada	Dióxido de silício e partículas pré-polimerizadas.	43% em volume e 54% em massa.	010143
Esthet – X <sup>TM</sup> / Dentsply.	Microhíbrida ou nanohíbrida	Combinação de vidro de borossilicato de flúor alumínio e bário silanizados, sílica coloidal e sílica nanométrica.	83% em volume e 77% em massa.	0410065
Fill Magic Condensável/ Vigodent.	“Compactável”	Vidro de flúor, vidro de bário e sílica coloidal.	81% em massa.	003 06
Filtek <sup>TM</sup> Supreme XT/ 3M-ESPE.	Nanoparticulada	Matriz de zircônia/sílica, e incorporação de silício não aglomerado/ não agregado.	59,5% em volume e 72,5% em massa.	7EA
Filtek <sup>TM</sup> Z350/ 3M-ESPE.	Microhíbrida	Agregados de matriz de zircônio/sílica, com partículas nanométricas de sílica.	84,5% em volume e 78,5% em massa.	7FF
Glacier/ SDI.	Híbrida “condensável”	Vidro de estrôncio e sílica amorfa.	62% em volume e 77% em massa.	040947
XRV Herculite/ Kerr Corporation.	Microhíbrida	Vidro de borossilicato de alumínio, sílica coloidal.	59% em volume e 79% em massa.	422534
Master Fill/ Biodinâmica.	Microhíbrida	Vidro de bário, boro e alumínio, silicato de silício e dióxido de silício e de titânio e óxido de ferro.	79% em volume.	15707
Opallis/ FGM.	Microhíbrida ou nanohíbrida	Vidro de bário-alumínio silicato silanizados e nanopartículas de dióxido de silício.	57% em volume e 78% em massa para cores de esmalte.	071106
Point 4/ Kerr Corporation.	Microhíbrida	Sal sódico, buzoato, dióxido de sílica, óxido de zinco.	57% em volume e 76% em massa.	451842
Vit-I-escence <sup>IM</sup> / Ultradent Products, Inc.	Microhíbrida ou nanohíbrida	Vidro de estrôncio-boro-alumino-silicato.	58% em volume e 75% em massa.	B2JFW

4 Seasons®/ Ivoclar Vivadent Ltda.	Microhíbrida ou nanohíbrida	Vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de Ba-Al, dióxido de silício disperso e óxidos mistos esferoidais.	55-58% em volume e 75- 77% em massa.	J22564
------------------------------------------	--------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--------------------------------------------	--------

**Tabela 2** – Composição química da fase inorgânica das resinas compostas investigadas isolados Au e O. Valores nos parênteses indicam a % em massa da composição das partículas

Resina composta	>50%	20-50%	5-20%	5%>
Amelogen® Plus	–	Si (38,82), Ba (36,76)	Al (19,28), Nb (5,14)	–
Charisma®	Si (51,27)	Ba (38,13)	Al (7,36)	Nb (3,24)
Concept Advanced	–	Si (48,83), Ba (33,73)	Yb (9,75), Al (7,69)	–
Durafill® VS	Si (93,04)	–	Rb* (5,73)	Ca (1,23)
Esthet-X™	–	Ba (44,05), Si (41,11)	Al (7,11)	Nb (4,75), S (1,56), Na (1,42)
Fill Magic Condensável	Si (51,96)	Ba (39,17)	Al (8,88)	–
Filtek™ Supreme XT	Si (52,50)	Zr (39,73)	–	Rb (7,77)
Filtek™ Z350	Si (55,16)	Zr (38,31)	–	Rb* (6,53)
Glacier	Si (56,05)	Sr (22,71)	Al (7,97), Nb (7,59)	Zr* (3,96), Ca (1,72)
XRV Herculite	Si (54,45)	Ba (45,55)	–	–
Master Fill	Si (53,34)	Ba (34,32)	Al (8,31)	Nb (4,03)
Opallis	Si (50,43)	Ba (35,55)	Al (9,20)	Nb (4,82)
Point 4	–	Si (48,50), Ba (33,74)	Al (7,58), Nb (5,79)	Zr (4,39)
Vit-I-escence™	Si (70,20)	–	Nb (13,76), Al (11,34)	Ba (4,70)
4 Seasons®	–	Si (46,61), Ba (38,80)	Nb (6,21), Al (8,37)	–

\* Elementos químicos que se encontram dentro da faixa de erro do EDS.

# *REFERÊNCIAS*

---

## Referências\*

1. Chung KH, Greener EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composites resins. *J Oral Rehabil.* 1990; 17:487-94.
2. Craig RG, Powers JM. Restorative dental materials. Ann Arbor: Mosby; 2004.
3. Kalliyana KV, Yamuna V. Effect of initiator concentration, exposure time and particle size of filler upon the mechanical properties of a light-curing radiopaque dental composite. *J Oral Rehabil.* 1998; 25: 747-51.
4. Kaufman G. A new resin composite restorative incorporating synthetic filler technology and optimized particle size distribution. *Esthet Dent Update.* 1994; 5: 10-2.
5. Khan AM, Suzuki H, Taira M, Nomura Y, Wakasa K, Shintani H, et al. Characterization of inorganic fillers in visible-light-cured composites resins. *J Oral Rehabil.* 1992; 19:361-70.
6. Lutz F, Phillips RW. A classification and evaluation of composite resin systems. *J Prosthet Dent.* 1983; 50: 480-8.
7. Manhart J, Kunzelmann KH, Chen HY, Hickel R. Mechanical properties of new composite restorative materials. *J Biomed Mater Res.* 2000; 53: 353-61.
8. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. Uma aplicação da nanotecnologia no avanço dos materiais odontológicos. *J Am Dent Assoc. (Edição Brasileira)* 2003; 6: 351-8.
9. Moszner N, Klapdohr S. Nanotechnology for dental composites. *Int J Nanotechnol.* 2004; 1:130-56.
10. Nagem Filho H, Castaneda JC, Maia HP. Degradação de resinas compostas. *Rev Bras Odontol.* 1993; 1: 43-5.
11. Suzuki S, Leinfelder KF, Kawai K, Tsuchitani Y. Effect of particle variation on wear rates of posterior composites. *Am J Dent.* 1995; 8: 173-8.
12. Willems G, Lambrechts P, Braem M, Vanherle G. A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. *Dent Mater.* 1992; 8: 310-9.

---

\* De acordo com o estilo Vancouver. Disponível no *site*:  
[http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

*ANEXOS*

---

## A N E X O 1

As Figuras e legendas abaixo estão listadas em seqüência, de acordo como aparecem no Capítulo 2. A seguir encontram-se os resultados das análises químicas por EDS.



Figura A1 – *Microscópio eletrônico de varredura modelo Philips XL 30 FEG com EDS.*

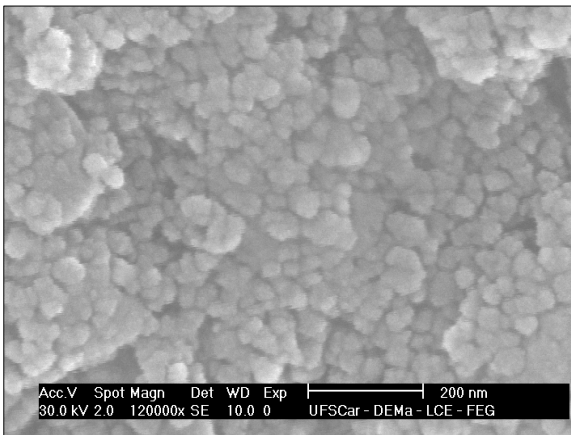


Figura A2 – *Resina composta Amelogen® Plus em 120.000x de aumento (escala de 200 nm).*

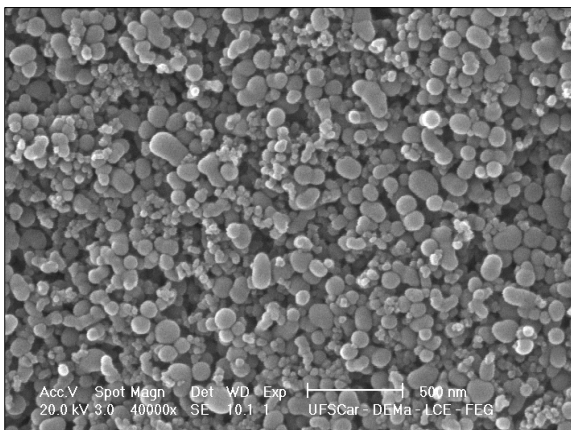


Figura A3 – *Resina composta Durafill® VS em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).*

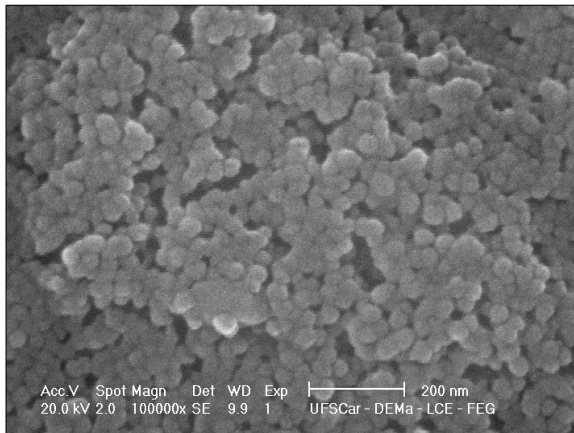


Figura A4 – Resina composta Filtek™ Supreme XT em 100.000x de aumento (escala de 200 nm).

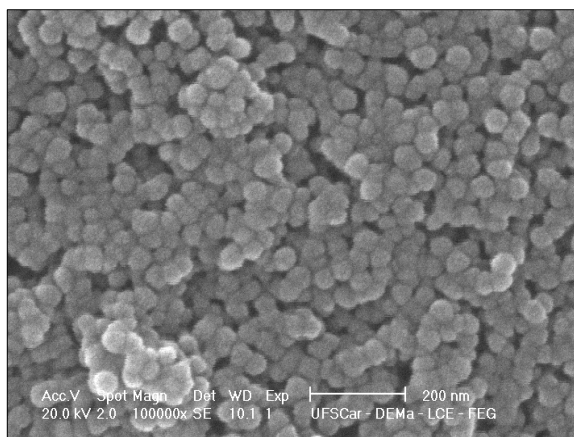


Figura A5 – Resina composta Filtek™ Z350 em 100.000x de aumento (escala de 200 nm).

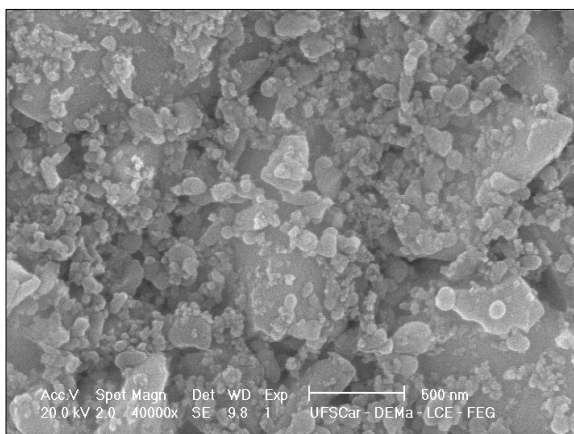


Figura A6 – Resina composta Charisma® em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).

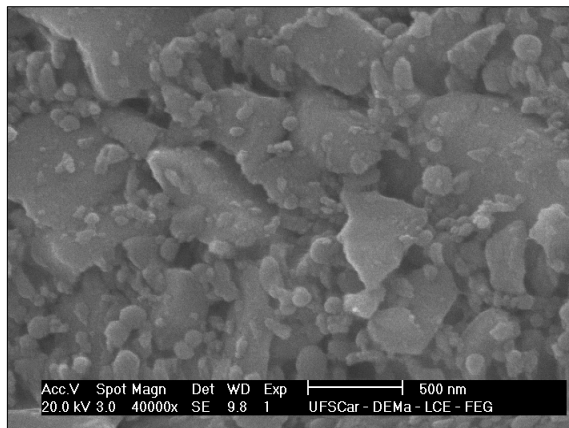


Figura A7 – Resina composta Vit-I-escence<sup>TM</sup> em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).



Figura A8 – Resina composta Esthet-X<sup>TM</sup> em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).

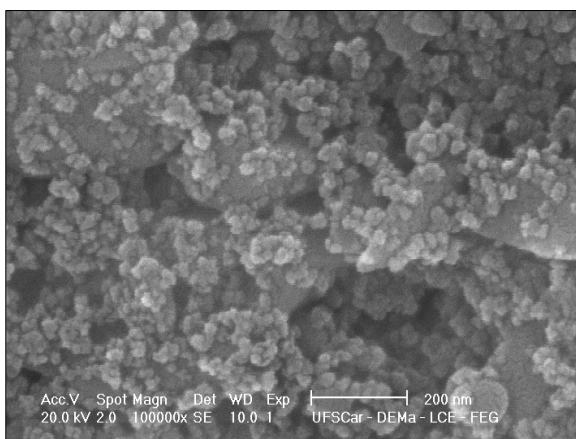


Figura A9 – Resina composta Master Fill em 100.000x de aumento (escala de 200 nm).



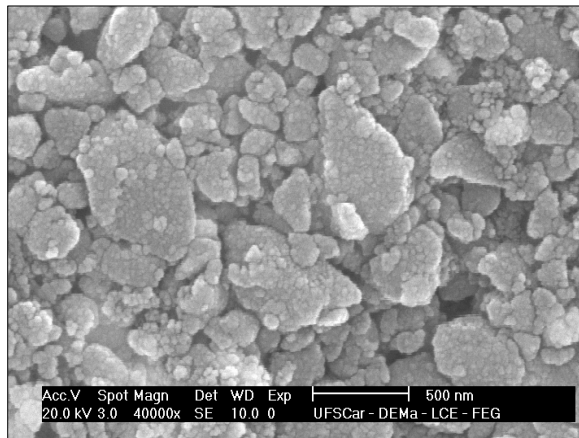


Figura A10 – Resina composta *Concept Advanced* em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).

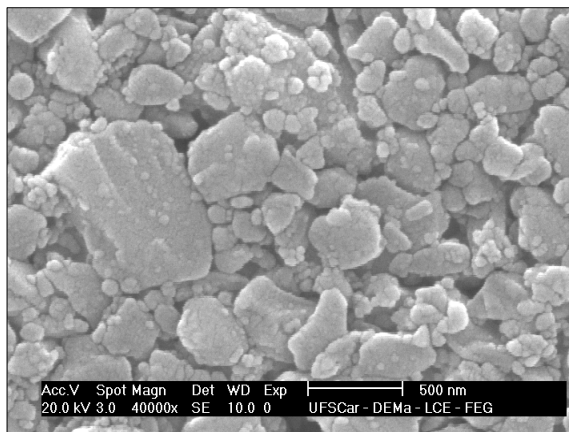


Figura A11 – Resina composta *Fill Magic Condensável* em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).

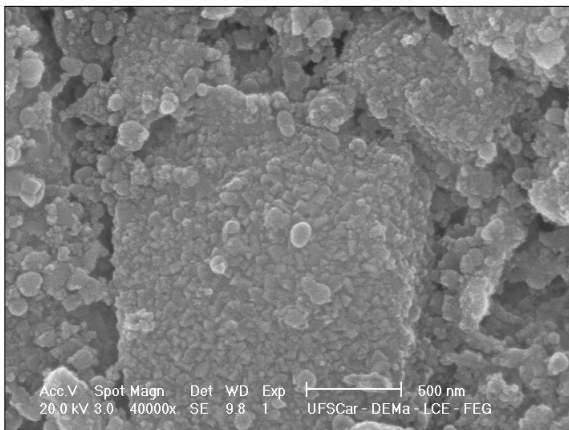


Figura A12 – Resina composta *Glacier* em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).

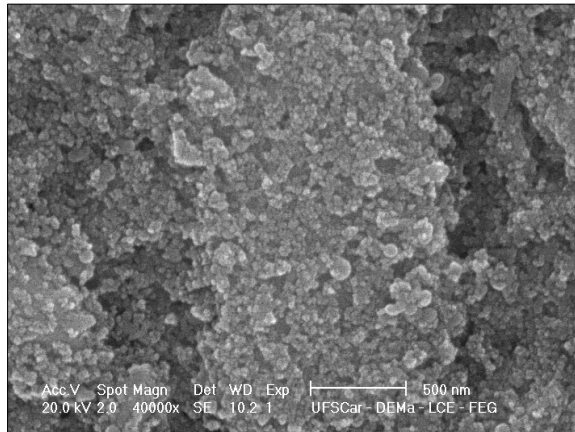


Figura A13 – Resina composta XR V Herculite em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).

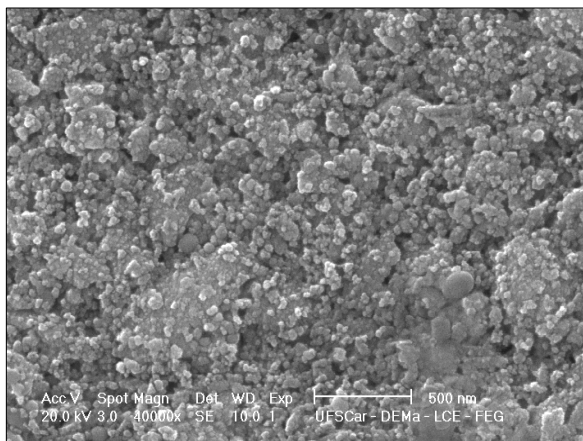


Figura A14 – Resina composta Opallis em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).

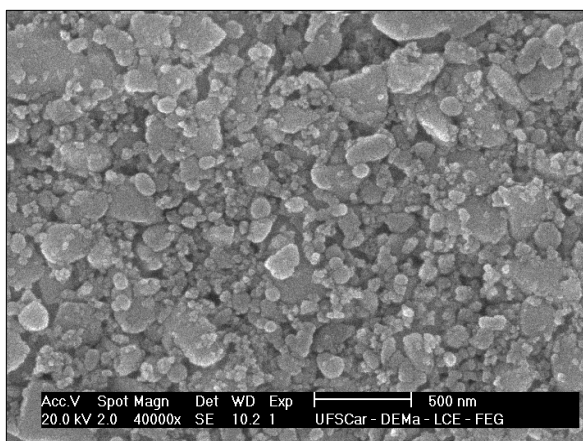


Figura A15 – Resina composta Point 4 em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).

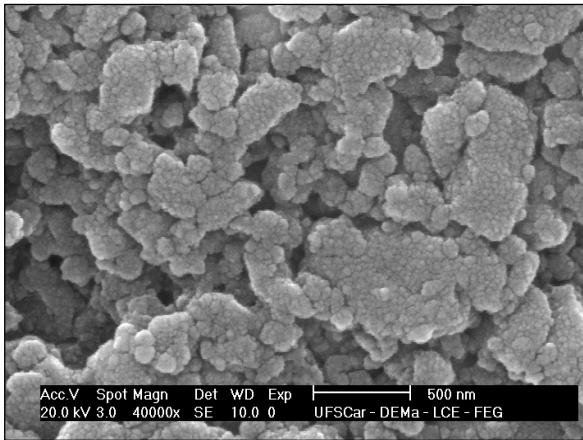


Figura A16 – *Resina composta 4 Seasons® em 40.000x de aumento (escala de 500 nm).*

## A N E X O 2

### **Amelogen® Plus**

---

SEMQuant results. Listed at 09:01:08 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.5 136.13    33350  
 Total spectrum counts = 26462  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 141 eV

Geometry (degrees):

Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation            = 35.00

Azimuth               = 0.00

Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :

Al K                    Al2O3 23/11/93  
 Si K                    Quartz 01/12/93  
 Nb L                    Nb 01/12/93  
 Ba L                    BaF2 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Al K	ED	9.474	0.418	0.17896	0.00790
Si K	ED	17.522	0.509	0.37481	0.01088
Nb L	ED	1.743	0.523	0.01743	0.00523
Ba L	ED	19.656	1.061	0.25094	0.01355

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Al K	ED	0.758	0.94	19.28	0.87	29.52
Si K	ED	0.696	1.01	38.82	1.24	57.13
Nb L	ED	0.523	0.99	5.14	1.47	2.29
Ba L	ED	0.824	0.99	36.76	1.47	11.06
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

**Charisma®**

SEMQuant results. Listed at 08:56:32 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.60    33528  
 Total spectrum counts = 32905  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 138 eV

Geometry (degrees):

Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation            = 35.00

Azimuth                = 0.00

Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :

Al K                    Al2O3 23/11/93  
 Si K                    Quartz 01/12/93  
 Nb L                    Nb 01/12/93  
 Ba L                    BaF2 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Al K	ED	4.189	0.356	0.07912	0.00672
Si K	ED	30.057	0.610	0.64294	0.01304
Nb L	ED	1.258	0.473	0.01258	0.00473
Ba L	ED	23.845	1.147	0.30441	0.01464

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Al K	ED	0.747	0.94	7.36	0.61	11.31
Si K	ED	0.770	1.01	51.27	1.28	75.73
Nb L	ED	0.510	0.99	3.24	1.18	1.45
Ba L	ED	0.821	0.99	38.13	1.31	11.52
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

**Concept Advanced**

SEMQuant results. Listed at 09:32:24 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.6 135.03    34462  
 Total spectrum counts = 22745  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 140 eV

Geometry (degrees):

Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation            = 35.00

Azimuth                = 0.00

Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :

Al K                    Al2O3 23/11/93  
 Si K                    Quartz 01/12/93  
 Ba L                    BaF2 01/12/93  
 Yb L                    YbF3 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Al K	ED	3.363	0.468	0.06352	0.00883
Si K	ED	19.421	0.590	0.41542	0.01262
Ba L	ED	15.408	0.953	0.19671	0.01217
Yb L	ED	4.466	1.232	0.05937	0.01637

Elmt	Spect. Type	Inten. Corrn.	Std Corrn.	Element %	Sigma %	Atomic %
Al K	ED	0.789	0.94	7.69	1.03	12.26
Si K	ED	0.718	1.01	48.83	1.90	74.76
Ba L	ED	0.824	0.99	33.73	1.77	10.56
Yb L	ED	0.827	1.00	9.75	2.44	2.42
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

**Durafill® VS**

SEMQuant results. Listed at 09:07:12 PM on 12/11/2007  
 Operator: dsm  
 Client: All ISIS Users  
 Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)  
 Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.2 134.30    33853  
 Total spectrum counts = 34301  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 139 eV

Geometry (degrees):  
 Tilt                    = 0.00  
 ED geometry (degrees):  
 Elevation              = 35.00  
 Azimuth                = 0.00  
 Entry angle            = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 2 iterations).  
 Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

## Standards :

Si K            Quartz 01/12/93  
 Ca K            Wollas 23/11/93  
 Rb L            Not defined

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Si K	ED	61.925	1.592	1.32460	0.03405
Ca K	ED	0.579	0.218	0.01688	0.00635
Rb L	ED	2.991*	2.371	0.02991*	0.02371

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Si K	ED	1.188	1.01	93.04	4.25	97.13
Ca K	ED	0.838	0.99	1.23	0.46	0.90
Rb L	ED	0.932	0.99	5.73*	4.28	1.96*
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

**Esthet - X**

SEMQuant results. Listed at 10:39:54 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 134.35    34561  
 Total spectrum counts = 28724  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 139 eV

Geometry (degrees):

Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation            = 35.00

Azimuth              = 0.00

Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :

Na K            Albite 02/12/93

Al K            Al2O3 23/11/93

Si K            Quartz 01/12/93

S K            FeS2 01/12/93

Nb L            Nb 01/12/93

Ba L            BaF2 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Na K	ED	0.842	0.290	0.09904	0.03406
Al K	ED	3.562	0.325	0.06728	0.00614
Si K	ED	21.717	0.536	0.46453	0.01146
S K	ED	0.780	0.282	0.01460	0.00528
Nb L	ED	1.827	0.576	0.01827	0.00576
Ba L	ED	26.444	1.174	0.33759	0.01499

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Na K	ED	0.833	0.89	1.42	0.48	2.79
Al K	ED	0.703	0.94	7.11	0.63	11.93
Si K	ED	0.742	1.01	41.11	1.24	66.24
S K	ED	0.702	1.00	1.56	0.56	2.20
Nb L	ED	0.540	0.99	4.75	1.43	2.31
Ba L	ED	0.842	0.99	44.05	1.42	14.52
Total				100.00		100.00

\* = &lt;2 Sigma



**Fill Magic Condensável**

SEMQuant results. Listed at 09:25:56 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.6 135.50    33684  
 Total spectrum counts = 30800  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 140 eV

Geometry (degrees):

Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation            = 35.00

Azimuth              = 0.00

Entry angle         = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :

Al K            Al2O3 23/11/93  
 Si K            Quartz 01/12/93  
 Ba L            BaF2 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Al K	ED	4.847	0.358	0.09155	0.00676
Si K	ED	28.780	0.596	0.61562	0.01276
Ba L	ED	23.690	1.146	0.30243	0.01463

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Al K	ED	0.742	0.94	8.88	0.63	13.35
Si K	ED	0.753	1.01	51.96	1.16	75.08
Ba L	ED	0.822	0.99	39.17	1.25	11.57
Total				100.00		100.00

\* = &lt;2 Sigma

**Filtek™ Supreme XT**

---

SEMQuant results. Listed at 09:57:56 PM on 12/11/2007  
 Operator: dsm  
 Client: All ISIS Users  
 Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)  
 Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 135.77    34517  
 Total spectrum counts = 26522  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 140 eV

Geometry (degrees):  
 Tilt                    = 0.00  
 ED geometry (degrees):  
 Elevation              = 35.00  
 Azimuth                = 0.00  
 Entry angle            = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).  
 Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :  
 Si K            Quartz 01/12/93  
 Rb L            Not defined  
 Zr L            Zr 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Si K	ED	36.009	1.335	0.77024	0.02855
Rb L	ED	4.147	1.963	0.04147	0.01963
Zr L	ED	12.753	0.797	0.12753	0.00797

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Si K	ED	1.146	1.01	52.50	2.51	78.02
Rb L	ED	0.892	0.99	7.77	3.40	3.80
Zr L	ED	0.536	0.99	39.73	2.23	18.18
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

**Filtek™ Z350**

SEMQuant results. Listed at 09:51:29 PM on 12/11/2007  
 Operator: dsm  
 Client: All ISIS Users  
 Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)  
 Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:       7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.4 133.82    34537  
 Total spectrum counts = 25055  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 138 eV

Geometry (degrees):  
 Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):  
 Elevation            = 35.00  
 Azimuth              = 0.00  
 Entry angle         = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).  
 Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :  
 Si K            Quartz 01/12/93  
 Rb L            Not defined  
 Zr L            Zr 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Si K	ED	33.979	1.272	0.72682	0.02721
Rb L	ED	3.129*	1.872	0.03129*	0.01872
Zr L	ED	10.883	0.771	0.10883	0.00771

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Si K	ED	1.146	1.01	55.16	2.78	79.83
Rb L	ED	0.892	0.99	6.53*	3.66	3.10*
Zr L	ED	0.528	0.99	38.31	2.38	17.07
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

**Glacier**

SEMQuant results. Listed at 10:44:39 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002

Livetime = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.5 134.48    34321  
 Total spectrum counts = 30596  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 139 eV

Geometry (degrees):

Tilt = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation = 35.00

Azimuth = 0.00

Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :

Al K      Al2O3 23/11/93  
 Si K      Quartz 01/12/93  
 Ca K      Wollas 23/11/93  
 Sr L      SrF2 01/12/93  
 Zr L      Zr 01/12/93  
 Nb L      Nb 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Al K	ED	5.481	0.395	0.10354	0.00746
Si K	ED	34.674	0.745	0.74169	0.01594
Ca K	ED	0.876	0.253	0.02554	0.00738
Sr L	ED	13.165	1.273	0.18874	0.01824
Zr L	ED	1.009*	0.676	0.01009*	0.00676
Nb L	ED	2.114	0.595	0.02114	0.00595

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Al K	ED	1.156	0.94	7.97	0.63	10.87
Si K	ED	1.041	1.01	56.05	2.37	73.41
Ca K	ED	0.857	0.99	1.72	0.49	1.58
Sr L	ED	0.975	0.99	22.71	1.89	9.54
Zr L	ED	0.429	0.99	3.96*	2.55	1.60*
Nb L	ED	0.469	0.99	7.59	1.99	3.01
Total				100.00		100.00

\* = &lt;2 Sigma

**XRV Herculite**

SEMQuant results. Listed at 09:12:38 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.   Area  
 Strobe:                -8.3 133.77   33797  
 Calib. element:       7464.5 190.96   11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.   Area  
 Strobe:                -8.5 135.34   33732  
 Total spectrum counts = 32648  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 140 eV

Geometry (degrees):  
 Tilt                = 0.00

ED geometry (degrees):  
 Elevation        = 35.00  
 Azimuth          = 0.00  
 Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).  
 Analysed all elements and normalised results.

3 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52, 9.66 keV

Standards :  
 Si K            Quartz 01/12/93  
 Ba L            BaF2 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Si K	ED	29.237	0.609	0.62539	0.01302
Ba L	ED	25.962	1.193	0.33145	0.01522

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Si K	ED	0.789	1.01	54.45	1.25	85.39
Ba L	ED	0.838	0.99	45.55	1.25	14.61
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

**Master Fill**

SEMQuant results. Listed at 10:05:32 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.4 135.76    34556  
 Total spectrum counts = 28268  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 140 eV

Geometry (degrees):

Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation            = 35.00

Azimuth                = 0.00

Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

3 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52, 11.04 keV

Standards :

Al K                    Al2O3 23/11/93  
 Si K                    Quartz 01/12/93  
 Nb L                    Nb 01/12/93  
 Ba L                    BaF2 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Al K	ED	4.410	0.349	0.08330	0.00659
Si K	ED	28.581	0.599	0.61135	0.01282
Nb L	ED	1.395	0.442	0.01395	0.00442
Ba L	ED	19.097	1.045	0.24380	0.01334

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Al K	ED	0.774	0.94	8.31	0.64	12.31
Si K	ED	0.781	1.01	53.34	1.37	75.96
Nb L	ED	0.504	0.99	4.03	1.23	1.74
Ba L	ED	0.811	0.99	34.32	1.38	9.99
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

**Opallis**

SEMQuant results. Listed at 09:49:13 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.6 134.65    34413  
 Total spectrum counts = 26278  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 139 eV

Geometry (degrees):

Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation            = 35.00

Azimuth                = 0.00

Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :

Al K                    Al2O3 23/11/93  
 Si K                    Quartz 01/12/93  
 Nb L                    Nb 01/12/93  
 Ba L                    BaF2 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Al K	ED	4.553	0.337	0.08600	0.00636
Si K	ED	25.093	0.562	0.53675	0.01202
Nb L	ED	1.595	0.474	0.01595	0.00474
Ba L	ED	18.772	1.018	0.23966	0.01299

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Al K	ED	0.764	0.94	9.20	0.66	13.93
Si K	ED	0.769	1.01	50.43	1.38	73.37
Nb L	ED	0.511	0.99	4.82	1.37	2.12
Ba L	ED	0.816	0.99	35.55	1.42	10.58
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

**Point 4**

SEMQuant results. Listed at 10:50:26 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.   Area  
 Strobe:                -8.3 133.77   33797  
 Calib. element:       7464.5 190.96   11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.   Area  
 Strobe:                -8.3 134.38   34488  
 Total spectrum counts = 33160  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 139 eV

Geometry (degrees):

Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation            = 35.00

Azimuth               = 0.00

Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :

Al K            Al2O3 23/11/93  
 Si K            Quartz 01/12/93  
 Zr L            Zr 01/12/93  
 Nb L            Nb 01/12/93  
 Ba L            BaF2 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Al K	ED	4.998	0.367	0.09440	0.00694
Si K	ED	32.664	0.637	0.69870	0.01362
Zr L	ED	1.817	0.552	0.01817	0.00552
Nb L	ED	2.598	0.532	0.02598	0.00532
Ba L	ED	23.376	1.119	0.29843	0.01429

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Al K	ED	0.776	0.94	7.58	0.55	11.89
Si K	ED	0.793	1.01	48.50	1.29	73.05
Zr L	ED	0.487	0.99	4.39	1.28	2.04
Nb L	ED	0.529	0.99	5.79	1.13	2.63
Ba L	ED	0.815	0.99	33.74	1.28	10.39
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma



**Vit-1-escence™**

SEMQuant results. Listed at 10:33:40 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy    Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy    Resn.    Area  
 Strobe:                -8.6 133.77    34585  
 Total spectrum counts = 28789  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 138 eV

Geometry (degrees):

Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation            = 35.00

Azimuth                = 0.00

Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :

Al K                    Al2O3 23/11/93  
 Si K                    Quartz 01/12/93  
 Nb L                    Nb 01/12/93  
 Ba L                    BaF2 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Al K	ED	6.471	0.391	0.12224	0.00738
Si K	ED	34.680	0.708	0.74181	0.01515
Nb L	ED	3.399	0.468	0.03399	0.00468
Ba L	ED	1.811	0.533	0.02312	0.00680

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Al K	ED	1.097	0.94	11.34	0.68	13.55
Si K	ED	0.950	1.01	70.20	1.77	80.57
Nb L	ED	0.475	0.99	13.76	1.66	4.77
Ba L	ED	0.740	0.99	4.70	1.32	1.10
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

**4 Seasons®**

SEMQuant results. Listed at 09:21:15 PM on 12/11/2007

Operator: dsm

Client: All ISIS Users

Job: Demonstration data SiLi detector (Linescanning)

Spectrum label:

Calibration data:      Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.3 133.77    33797  
 Calib. element:        7464.5 190.96    11568  
 Gain factor = 50.002  
 Livetime        = 100.0 seconds

Sample data:            Energy   Resn.    Area  
 Strobe:                -8.4 134.62    33452  
 Total spectrum counts = 20201  
 Livetime                = 100.0 seconds

System resolution = 139 eV

Geometry (degrees):

Tilt                    = 0.00

ED geometry (degrees):

Elevation            = 35.00

Azimuth                = 0.00

Entry angle = 0.00

Accelerating voltage = 20.00 kV

Quantitative method: ZAF ( 3 iterations).

Analysed all elements and normalised results.

2 peaks possibly omitted: 0.00, 0.52 keV

Standards :

Al K                    Al2O3 23/11/93  
 Si K                    Quartz 01/12/93  
 Nb L                    Nb 01/12/93  
 Ba L                    BaF2 01/12/93

Elmt	Spect. Type	Apparent Conc.	Stat. Sigma	k Ratio	k Ratio Sigma
Al K	ED	2.935	0.278	0.05543	0.00524
Si K	ED	16.756	0.465	0.35842	0.00995
Nb L	ED	1.541	0.464	0.01541	0.00464
Ba L	ED	15.156	0.928	0.19348	0.01185

Elmt	Spect. Type	Inten. Corr.	Std Corr.	Element %	Sigma %	Atomic %
Al K	ED	0.742	0.94	8.37	0.78	13.37
Si K	ED	0.761	1.01	46.61	1.61	71.56
Nb L	ED	0.525	0.99	6.21	1.76	2.88
Ba L	ED	0.827	0.99	38.80	1.73	12.18
Total				100.00		100.00

\* = <2 Sigma

A N E X O 3

Correio eletrônico confirmando a aceitação do artigo “Influência das Partículas de Carga Inorgânica nas Propriedades Físicas, Químicas e Mecânicas de Resinas Compostas – Revisão Sistemática” na Revista de Pós-Graduação – RPG, da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

