



UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

PEDRO IVO DE CARVALHO

INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO MONOMÉRICA E DA PRESENÇA DE SAL
DIFENIL-IODÔNIO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE RESINAS
EXPERIMENTAIS REFORÇADAS COM FIBRAS DE VIDRO

GOIÂNIA
2017

TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAR AS TESES E DISSERTAÇÕES ELETRÔNICAS NA BIBLIOTECA DIGITAL DA UFG

Na qualidade de titular dos direitos de autor, autorizo a Universidade Federal de Goiás (UFG) a disponibilizar, gratuitamente, por meio da Biblioteca Digital de Teses e Dissertações (BDTD/UFG), regulamentada pela Resolução CEPEC nº 832/2007, sem ressarcimento dos direitos autorais, de acordo com a Lei nº 9610/98, o documento conforme permissões assinaladas abaixo, para fins de leitura, impressão e/ou *download*, a título de divulgação da produção científica brasileira, a partir desta data.

1. Identificação do material bibliográfico: ☒ **Dissertação** ☐ **Tese**

2. Identificação da Tese ou Dissertação

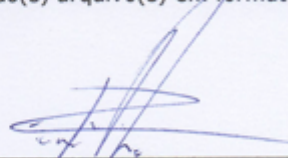
Nome completo do autor: Pedro Ivo de Carvalho

Título do trabalho: INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO MONOMÉRICA E DA PRESENÇA DE SAL DIFENIL-IODÔNIO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE RESINAS EXPERIMENTAIS REFORÇADAS COM FIBRAS DE VIDRO

3. Informações de acesso ao documento:

Concorda com a liberação total do documento ☒ SIM ☐ NÃO¹

Havendo concordância com a disponibilização eletrônica, torna-se imprescindível o envio do(s) arquivo(s) em formato digital PDF da tese ou dissertação.



Assinatura do (a) autor (a)

Data: 28 / 04 / 17

¹ Neste caso o documento será embargado por até um ano a partir da data de defesa. A extensão deste prazo suscita justificativa junto à coordenação do curso. Os dados do documento não serão disponibilizados durante o período de embargo.

PEDRO IVO DE CARVALHO

INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO MONOMÉRICA E DA PRESENÇA DE SAL
DIFENIL-IODÔNIO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE RESINAS
EXPERIMENTAIS REFORÇADAS COM FIBRAS DE VIDRO

Trabalho para Defesa de Mestrado apresentado ao
Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade
de Odontologia da Universidade Federal de Goiás, como
parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em
Odontologia, área de concentração Clínica Odontológica.

Linha de Pesquisa: Avaliação do desempenho de
materiais odontológicos.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca

Co-orientador: Prof. Dr. Murilo de Souza Menezes

GOIÂNIA
2017

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do
Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UFG.

Carvalho, Pedro Ivo
INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO MONOMÉRICA E DA PRESENÇA
DE SAL DIFENIL-IODÔNIO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE
RESINAS EXPERIMENTAIS REFORÇADAS COM FIBRAS DE VIDRO
[manuscrito] / Pedro Ivo Carvalho. - 2017.
XLIII, 43 f.: il.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca; co-orientador Dr.
Murilo de Sousa Menezes.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Goiás,
Faculdade de Odontologia (FO), Programa de Pós-Graduação em
Odontologia, Goiânia, 2017.

Bibliografia.

Inclui siglas, fotografias, gráfico, tabelas.

1. Resina composta. 2. fibra de vidro. 3. Resistência Flexural. I.
Fonseca, Rodrigo Borges, orient. II. Título.

CDU 61+57

Ministério da Educação
Universidade Federal de Goiás
Faculdade de Odontologia
Programa de Pós-Graduação em Odontologia



Ata de Defesa de Dissertação número 171

Aos trinta e um dias do mês de março de 2017, às 08:30 horas, reuniu-se no auditório da Faculdade de Odontologia, a Comissão Julgadora infranomeada para proceder ao julgamento da Defesa de Dissertação de **Pedro Ivo de Carvalho** intitulada "Influência de Bis-Tegdma e Bis-GMA e da presença de sal difenil-Iodônio nas propriedades mecânicas de uma resina experimental reforçada com fibras de vidro", como parte de requisitos necessários à obtenção do título de **Mestre**, área de concentração **Clinica Odontológica**. Inicialmente, Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca apresentou a Comissão Examinadora da qual é presidente, e concedeu a palavra ao candidato, para exposição de sua dissertação em trinta minutos. A seguir, o senhor presidente concedeu a palavra aos examinadores, os quais passaram a arguir o candidato conforme os termos regimentais. Finalizada a arguição, a Comissão expressou seu julgamento conforme abaixo:

Comissão Examinadora

Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca - Presidente
Prof. Dr. Lawrence Gonzaga Lopes - Membro
Profa. Dra. Adriano Fonseca de Lima - Membro

Aprovado/Reprovado

Aprovado
Aprovado
Aprovado

Em face do resultado obtido, a Comissão Examinadora considerou o candidato Pedro Ivo de Carvalho

(X) Aprovado – O candidato deverá fazer as modificações eventualmente sugeridas e apresentar a versão definitiva à Coordenadoria do Programa em no máximo trinta (30) dias após a defesa (artigo 57 da Resolução CEPEC 1136/2013 que regulamenta este Programa).
() Reprovado – O candidato () poderá () não poderá submeter-se a outra defesa em um prazo de dias (mínimo 30, máximo 90 dias) (artigo 55, parágrafo 2º, Resolução CEPEC 1136/2013).

Alteração de título da dissertação? () Não (X) Sim,

para INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO MONOMÉRIA E DA PRESENÇA DE SAL DIFENIL- IODÔNIO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA RESINA EXPERIMENTAL REFORÇADA COM FIBRA DE VIDRO

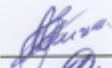
Outras observações da Comissão Examinadora (se necessário):

Nada mais havendo a tratar eu, Gláucia Terra e Silva, secretária do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, lavrei a presente ata que segue assinada pelos membros da Comissão Examinadora, pela candidata e por mim.

Comissão Examinadora

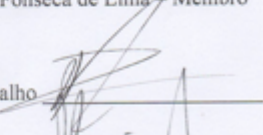
Assinatura

Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca – Presidente
Prof. Dr. Lawrence Gonzaga Lopes – Membro
Prof. Dr. Adriano Fonseca de Lima – Membro

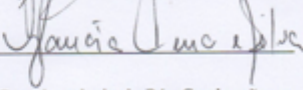




Candidato

Pedro Ivo de Carvalho 

Secretária

Gláucia Terra e Silva 

Ata homologada em reunião da Coordenadoria de Pós-Graduação em ____/____/____
Assinatura da Coordenadora do Programa:

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho, primeiramente, a Deus por sempre me direcionar em todos os momentos, por ser minha força, caminho, amparo. Tudo por Ele e para Ele.

Aos meus pais Wandelely Kenedy de Carvalho, por ser meu exemplo como pessoa e como profissional, por ter me ajudado em todos os sentidos para eu estar aqui. A minha mãe Mália Coelho Kenedy de Carvalho por ter me impulsionado sempre, mesmo em momentos difíceis ela esteve presente.

Ao meu irmão Marco Aurélio de Carvalho por sempre me impulsionar nessa profissão que amamos.

Aos meus queridos amigos que estiveram presente comigo sempre.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha família, por sempre apoiar as minhas decisões na minha vida acadêmica e profissional. Vocês são a base para o meu sucesso. Amo vocês!

Ao meu orientador, professor Rodrigo Borges Fonseca, agradeço por sua disponibilidade, incentivo, dedicação, ensino, confiança e colaboração em todas as etapas deste trabalho.

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás, docentes, técnicos-administrativos e discentes por me acolher desde a graduação até o mestrado. São 7 anos de muitas histórias, alegrias, ensinamentos e dedicação nessa casa.

Ao Programa de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás e todo o corpo docente.

Ao Conselho Nacional de Pesquisas(CNPq), pela concessão da bolsa de mestrado.

À equipe de Dentística da UFG, por sempre poder me ensinar cada vez mais sobre essa Especialidade.

À doutoranda Letícia Nunes por sempre se predispor a me ajudar e ensinar a pesquisar. Ao *Fibergroup* por estar comprometido a esse projeto, e por compartilhar os ensinamentos.

Aos queridos companheiros do Programa de Pós-Graduação pela verdadeira amizade que criamos, pelos momentos vivenciados com muito bom humor, alegrias e risadas.

RESUMO

A busca pelo desenvolvimento de novos compósitos reforçados com fibra de vidro para a confecção de pinos intrarradiculares com melhores propriedades mecânicas tem sido a base de várias pesquisas atuais. O incremento fibras de vidro silanizadas nas resinas promove melhora nos valores de resistência à flexão, resistência à fratura e resistência compressiva. Tendo em vista que os monômeros da matriz resinosa, o sistema fotoiniciador e a interação com as fibras de vidro interferem na qualidade do compósito e no grau de conversão polimérica, o presente trabalho teve como objetivo avaliar as propriedades mecânicas de um compósito experimental reforçado por fibra de vidro composto por 30% de matriz orgânica, 47,5% de partícula de carga e 22,5% de fibras de vidro curta(3mm), variando proporções de monômeros Bis-EMA, Bis-GMA e TEGDMA e o efeito do sal de difenil-iodônio (DFI) em um sistema fotoiniciador à base de canforoquinona. Dez grupos foram criados (n=10) utilizando uma resina experimental a base de metacrilato, tendo como fatores em estudo: 1. Diferentes matrizes de acordo com as proporções dos monômeros Bis-GMA, TEGDMA e Bis-EMA e 2. O sistema fotoiniciador: sem sal DFI (SD) ou com sal DFI (CD). As amostras foram preparadas para os testes resistência flexural (RF) e resistência à tração diametral (RTD). Análise estatística mostrou que para RF (Mpa) houve significância na interação entre os fatores em estudo ($p=0,047$). Os melhores resultados foram encontrados para os grupos: Grupo 10 ($267,815\pm45,05$)^c, seguido por Grupo 9 ($242,440\pm44,83$)^{bc}. Para RTD somente a presença do sal DFI demonstrou significância estatística ($p=0,001$). Em MPa foram observados os maiores resultados: Grupo 10, ($35,36\pm2,61$)^b; Grupo 8, ($35,07\pm6,89$)^b. A adição do sal DFI no compósito aumentou significativamente resultados para resistência flexural e resistência à tração diametral, enquanto que a presença de Bis-EMA foi significante para melhores resultados somente em resistência flexural.

Palavras-chave: fibra de vidro, resistência flexural, compósito reforçado por fibras

INFLUENCE OF MONOMERIC COMPOSITION AND PRESENCE OF DIPHENYL-IODONIUM SALT IN THE MECHANICAL PROPERTIES OF EXPERIMENTAL RESINES WITH GLASS FIBERS

ABSTRACT

Several researches aim to discover a best development of new glass-fiber-reinforced composite resins for the manufacture of intraradicular posts with better mechanical properties has been the aim of several researches lately. The reinforcement of composite resin with glass fibers can improve the mechanical properties, such as flexural strength, fracture resistance and compressive strength. Considering that the resin matrix monomers, the photoinitiator system and the interaction with the glass fibers interfere in the homogenization of the composite and in the degree of polymer conversion, the present work had as **Objective:** To evaluate the influence of different proportions of the monomers Bis-EMA / Bis-GMA / TEGDMA and photoactivator systems based on DFI and camphorquinone on the mechanical properties of a experimental fiberglass reinforced composite resin. **Methodology:** Ten groups were created ($n = 10$) using an experimental resin based on methacrylate, having as study factors: 1. Different matrices according to the proportions of monomers Bis-GMA (BG), TEGDMA (TE) and Bis-EMA (BE): And 2. The photoinitiator system: without DFI (SD) salt or DFI (CD) salt. The samples were prepared for the flexural strength (RF) and diametral tensile strength (RTD) tests. Statistical analysis showed that for RF (Mpa) there was significance in the interaction between the factors under study ($p = 0.047$). The highest result occurred for Group 10 (267.815 ± 45.05) c, followed by Group 9 (242.440 ± 44.83) bc; Group 8 (241.05 ± 44.83) b Group 3 (236.152 ± 26.42) abc. The lowest result occurred in Group 9 (192.450 ± 12.60) a, followed by Group 7 (202.35 ± 28.36) ab; Group 6 ($207,240 \pm 30,07$) ab; Group 2 (209.530 ± 23.16) ab; Group 5 ($216,760 \pm 30,14$); And Group 1 ($218,880 \pm 41,49$). For RTD only the presence of DFI salt showed statistical significance ($p = 0.001$). The addition of the DFI salt in the composite significantly increased results for flexural strength and diametral tensile strength, while the increase of Bis-EMA was significant for better flexural strength results.

Keywords: Composite reinforced with fiber, glass fiber, flexural strength, degree of conversion.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

PPGO	Programa de Pós-Graduação em Odontologia
Sal DFI	Sal Difeniliodônio
BisGMA	bisfenol glicidil metacrilato
BisEMA	Ethoxylated bisphenol-A dimethacrylate
TEGDMA	Triethylene glycol dimethacrylate
GC	Grau de Conversão
RF	Resistência Flexural
RTD	Resistencia a Tração diametral

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	CONCEITOS GERAIS E REVISÃO DA LITERATURA	17
3	OBJETIVOS	20
4	MATERIAL E MÉTODOS	22
5	RESULTADOS	31
6	DISCUSSÃO	34
7	CONCLUSÃO	34
8	REFERÊNCIAS	39

1 INTRODUÇÃO

A crescente procura por um melhor material restaurador intra-radicular tem levado ao desenvolvimento de compósitos reforçados com fibra que possuem propriedades mecânicas cada vez mais semelhantes à estrutura dental (1,2). Biomecanicamente, os compósitos constituídos por fibras associadas a resina composta, apresentam as vantagens de promover distribuição de tensões mais uniformes na estrutura dental (3,4), possibilitando, juntamente com uso de pinos de fibra de vidro, a redução de fraturas catastróficas em dentes tratados endodonticamente, embora não haja aumento da resistência à fratura comparando ao dente hígido (4). Apesar do efeito de reforço da estrutura dental ser controverso, o uso dos pinos de fibra possibilita a redução do risco de falhas, sendo o fator preponderante a quantidade de estrutura remanescente (5). Apesar de os pinos de fibra serem caracterizados pelas propriedades mecânicas próximas à estrutura dental (6), sua resistência coesiva inferior aos pinos metálicos pode resultar em maiores chances de fratura do pino (4).

Diferentemente de materiais de composição única, os compósitos permitem que suas propriedades sejam manipuladas de acordo com o uso requerido, criando nos compósitos reforçados por fibra, por exemplo, a possibilidade de alterações na posição, orientação e quantidade de fibras inseridas. Entretanto, a eficácia do reforço com fibra de vidro é dependente de muitas variáveis, incluindo o comprimento (7,8,9), a arquitetura (10), o diâmetro das fibras (9,11), a quantidade de fibras na matriz (9), localização e posição das fibras (11,12), bem como a adesão com a matriz (12,13,14).

Muitas tentativas têm sido feitas para desenvolver um pino com características apropriadas, que funcione como uma estrutura homogênea e biomecanicamente compatível com dentes tratados endodonticamente (1,15,16). Os pinos de fibra são constituídos por dois componentes principais: as fibras de reforço e a matriz polimérica, que geralmente são resinas epóxicas (17). Entretanto, a matriz polimérica das resinas epóxicas é altamente reticulada e, devido ao elevado grau de conversão, torna-se um material pouco reativo ao cimento resinoso e estrutura dentária (17). Por outro lado, pinos com matriz à base de resina de metacrilato apresentam uma boa reatividade com cimento resinoso e composição dentária (1); contudo, estes pinos ainda são escassos no mercado, necessitando de pesquisas para o desenvolvimento de novos materiais.

Em 2007, Garoushi et al. (18) analisaram as propriedades mecânicas (resistência flexural e resistência à compressão) de um material experimental reforçado por fibras de vidro picotadas (3mm), com 22,5% em volume de peso, em 22,5% matriz de metacrilato fotopolimerizável (Bis-Gma, TEGDMA e Polimetilmetacrilato) e 55% de partículas inorgânicas de sílica silanizadas, observando melhora significativa nas propriedades mecânicas em comparação a uma resina composta comercial. Já em 2009, Garoushi et al. (9) utilizaram a mesma composição do compósito descrita acima para construção de pinos intrarradiculares personalizados, resultando em aumento significativo de resistência mecânica em comparação com pinos de fibra convencionais. Em 2015, Fonseca et al., concluiu que o aumento do teor de fibras de até 30% (% em peso) em uma resina com BisGMA / TEGDMA e diminuindo partículas de carga para 47,5% aumentou sua resistência à flexão e resistência à tração diametral comparado quando comparado a proporção de 22.5% de fibras proposta por Garoushi, Lassila e Vallitu em 2007.

O Bis-GMA e o TEGDMA são os monômeros mais aplicados nas formulações dos compósitos odontológicos (20). Todavia, existem outros que também são utilizados, como o uretano dimetacrilato (UDMA) e o bisfenol-A dimetacrilato etoxilado (Bis-EMA). Sabe-se que o Bis-EMA, diferentemente do Bis-GMA, não apresenta os grupos hidroxila-pendentes que formam pontes de hidrogênio entre as moléculas. Sua viscosidade é menor quando comparado ao Bis-GMA, e ambos mantêm alto peso molecular: Bis-GMA (540 g/mol) e Bis-EMA (512 g/mol) . Entende-se que quanto menor a viscosidade da matriz orgânica, maior a possibilidade de incorporarem-se partículas de carga inorgânica e fibras de vidro e consequentemente melhora na interação com as fibras, sendo essas diretamente responsáveis por aumentar a resistência do material (21). Sugere-se que a incorporação do monômero Bis-EMA, em diferentes proporções, ao compósito experimental relatado por Fonseca et al, 2016 possa diminuir a viscosidade do mesmo, aumentando a interação das fibras e matriz orgânica e, consequentemente, melhorando suas propriedades mecânicas.

Complementar a essa modificação, estudos demonstram que para se obter a melhora das propriedades mecânicas de compósitos é preciso aumentar a reatividade do material utilizando sistemas fotoiniciadores mais efetivos, o que poderia apresentar efeito benéfico na polimerização do compósito. Neste intuito, o uso de um sal de iodônio tem mostrado bons resultados em sistemas adesivos (22).

Sais de diariliodônio, com um complexo haleto metálico como contra-íon, são eficientes co-iniciadores de reação de polimerização catiônica. A baixa energia de ligação

entre carbono e iodo (entre 26 e 27 kcal/mol) permite, quando exposto à luz, a decomposição do iodônio excitado em um radical-cátion ariliodo, um radical aril reativo e um ânion (23). Embora a fotoativação de sais de iodônio se proceda com exposição em faixa de luz abaixo de 300nm, o estudo de Ogliari et al. 2007 (22) mostrou que a utilização conjunta com canforoquinona, que absorve luz entre 400nm e 500nm (24), pode promover a decomposição desses sais, permitindo que o mesmo atue na geração de radicais livres e, consequentemente, no aumento da reatividade de polimerização. A transferência de elétrons pela fotoativação envolve a absorção da luz pela CQ e formação de espécies excitadas [CQ]*. O radical fenil livre é efetivo na iniciação da reação de polimerização de metacrilatos, e os radicais gerados na propagação da polimerização promovem clivagem da ligação carbono-iodo, liberando outro radical fenil, funcionando como um co-iniciador e proporcionando aumento da reatividade do sistema obtido. (25).

Em 2013, Gonçalves avaliou a influência de diferentes proporções do sal DFI como sistema fotoiniciador em cimentos resinosos (26). A adição do sal à matriz resinosa foi capaz de gerar cimentos experimentais mais reativos; a concentração 0,5 mol% apresentou melhora nas propriedades estudadas sem, contudo, aumentar a tensão de contração de polimerização.

Neste intuito e baseado nas informações emitidas, seria relevante avaliar a influência da incorporação do difeniliodônio hexafluorofosfato juntamente com diferentes proporções de matrizes monoméricas nas propriedades mecânicas de compósitos experimentais reforçados por fibra de vidro.

2 CONCEITOS GERAIS E REVISÃO DA LITERATURA

As matrizes resinosas de forma geral apresentam como composição a mistura de diferentes monômeros e sistema(s) fotoiniciador(es). Podem-se variar os tipos de monômeros (Bis-GMA, TEGDMA, Bis-EMA, UDMA, etc.), suas proporções na mistura e os fotoiniciadores. Uma vasta gama de monômeros e co-monômeros utilizados para elaboração dessas matrizes estão disponíveis; porém, estudos que investigam a variação das proporções dos monômeros são escassos. A combinação de monômeros e sistemas fotoiniciadores, pode resultar no desenvolvimento de um compósito com módulo de elasticidade mais compatível com estrutura dental remanescente (43,46,47).

A maioria dos compósitos utilizam Bis-GMA, peso molecular (PM) = 512 g mol, tal como o monômero de base da matriz de resina. Como resultado da sua elevada viscosidade (600-1,000 Pa·s), o uso de diluentes co-monômeros torna-se necessário para permitir a incorporação partículas inorgânicas (27,28).

O co-monômero mais utilizado é o dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA). Seu baixo peso molecular (PM) (286 g mol) e baixa viscosidade ($\eta = 0,05$ Pa·s) reduzem a viscosidade da mistura e aumentando significativamente o grau de conversão do polímero (29, 30). No entanto, o aumento do grau de conversão provocado pelo TEGDMA induz ao um aumento da contração de polimerização do compósito (30,31). Por esta razão, os monômeros de baixa viscosidade e elevado PM, tais como acrilato de bisfenol-A etoxilado dimetacrilato (Bis-EMA: PM = 540 g mol) 1; $\eta = 3$ Pa·s), estão presentes em várias formulações comerciais, parcialmente ou totalmente substituindo o TEGDMA (31,32).

A proporção de Bis-EMA no comportamento mecânico dos compósitos de resina não foi extensivamente investigada. Sideridou et al, (2003), demonstrou que resinas contendo Bis-GMA e Bis-EMA em concentrações de 50:50 ou 30:70% em peso mostraram um GC (Grau de conversão) significativamente mais baixo (aproximadamente 25% mais baixo) e módulo de elasticidade (até 34% mais baixo) em comparação com Bis-GMA:TEGDMA em proporções semelhantes (39, 40). Outro estudo verificou que a substituição total de Bis-GMA por Bis-EMA em compósitos com TEGDMA resultou em maior conversão, mas nenhuma melhoria foi observada em relação a resistência flexural e tração diametral (41).

O desempenho mecânico dos compósitos resinosos está estreitamente relacionado com a sua formulação (33,34). De um modo geral, as características moleculares dos co-

monômeros envolvidos irá determinar a hidrofiliicidade, a mobilidade e parâmetros cinéticos, a qual, por sua vez influenciarão o GC (31, 35, 36). No entanto, o efeito da composição do monômero na resistência flexural de um material é controversa, pois a adição de monômeros com baixo grau de conversão(Bis-GMA) não necessariamente altera a dureza e a resistência a flexão do material (33).

A cadeia de polimerização das resinas dentais possui uma taxa considerável de monômeros com conversão incompleta, principalmente os que são à base de dimetacrilatos. Sendo assim a reação de polimerização depende de fatores como: o tipo de monômero, matriz inorgânica, sistema de iniciação e o tipo de fotoiniciação (37). A reação desse processo é auto-limitante e provoca o aumento de viscosidade, resultando em uma grande diminuição da mobilidade das espécies reativas imposta por uma rápida formação polimérica, bem reticulada (38).

Gonçalves F. et al, 2013 (46) demonstraram em seu estudo que a melhor relação entre o aumento da conversão e alta resistência flexural(RF) foi obtida com matriz de resina contendo até 50% em mol de Bis-GMA : TEGDMA ou ambos TEGDMA e Bis-EMA em concentrações equimolares. A substituição total de TEGDMA por Bis-EMA afetou negativamente o GC e a RF do compósito.

Em relação ao sistema de ativação de polimerização dos compósitos, os sais difeniliodônio são eficientes co-iniciadores catiônicos. Possuem baixa energia na ligação C-I, sobre exposição a Luz. Entretanto, estes fotoiniciadores são ativados abaixo de um comprimento de ondas de 300nm. Foi demonstrado que a combinação de um sal de ônio e canforoquinona pode promover a decomposição do sal, resultando em um radical livre de dimetacrilato(22,43). O uso de sal DFI como co-iniciador é interessante principalmente em região onde a luz da fotopolimerização é atenuada, como facetas cerâmicas ou regiões de difícil acesso como cimentação de pinos intrarradiculares(44,45,46) .

Loguercio A. D 2013 (63) definiu o sal de difeniliodônio como um sal de natureza iônica e, como tal, que pode aumentar a compatibilidade entre monómeros anfifílicos (isto é, possuindo características hidrofílicas e hidrofóbicas) e iniciadores, especialmente na presença de água. Este sal é normalmente associado à formação de um sistema CQ-amina, um fotoiniciador de três componentes.

Estudos anteriores mostraram que a adição de sal de difeniliodônio no sistema canforquinona-amina acelera a taxa de polimerização e melhora o grau final de conversão, a temperatura do vidro de transição e a densidade de reticulação bem como algumas outras

propriedades mecânicas em um adesivo, a polimerização ocorre em um ambiente húmido(64).

Gonçalves LN, 2013(26) demonstrou que a utilização de um compósito com 3 componentes do sistema iniciador incluindo um sal de iodônio em cimentos de resina à base de metacrilato, pode melhorar a reatividade e propriedades mecânicas dos materiais, sem aumentar dramaticamente a tensão de polimerização. O uso de 0,5% DFI mostrou o melhor equilíbrio de aumentar a cinética de polimerização e a geração de um polímero com propriedades físicas adequadas, sem aumentar drasticamente a RF(26). A utilização de DFI permite a formação de polímeros mais resistentes à degradação da água, mesmo com a presença de altas concentrações de TEGDMA(42).

As resinas compostas são testadas em laboratório objetivando propriedades mecânicas, tais como tenacidade à fratura, resistência à compressão, resistência flexural, resistência ao desgaste e resistência à tração diametral(56). Tais propriedades podem sofrer mudanças dependendo da proporção dos diferentes monômeros que compõe, pelo tamanho das partículas de carga e pela sua distribuição(57). Assim, uma redução no tamanho e aumento no volume de líquidos são diretamente proporcional ao aumento da resistência à compressão e à dureza da superfície. Uma maior quantidade de partículas de carga na resinas compostas reduz o encolhimento mas também aumenta o módulo elástico, o que reduz a capacidade de escoação, levando a uma pior adaptação e mais tarde a um estresse intrínseco mais elevado, falha adesiva e menor resistência de ligação entre material e Estrutura dentária(58).

Atualmente, o ISO 4049 é o melhor método de teste de triagem para resinas compostas dentárias. Este padrão de ensaio ISO exige uma amostra de feixe de 25/ 2/ 2 mm para o teste de flexão de três pontos. Devido às grandes dimensões dos espécimes, é necessário múltiplas fotopolimerizações para polimerizar os materiais, o que pode levar à falta de homogeneidade dos espécimes (58). Além disso, é tecnicamente difícil preparar amostras sem falhas neste comprimento. Quaisquer vazios ou irregularidades presentes nos materiais resultariam em distribuição de tensão irregular dentro dos espécimes, o que influenciará a força observada. 58

Teste de flexão de três pontos, o método de teste biaxial tem maior vantagem na avaliação de materiais reparadores frágeis devido ao menor volume e dimensões da amostra.

A literatura relata uma correlação positiva entre a resistência à compressão e a resistência à tração diametral. Em ambos os tipos de ensaios, os espécimes são submetidos a uma carga de compressão aplicada em diferentes planos, e a fratura ocorre como resultado de estresses de cisalhamento complexos e até dentro do material(58).

O teste de resistência à tração diametral foi desenvolvido para investigar materiais frágeis com pouca ou nenhuma deformação plástica. Neste ensaio, um espécimen cilíndrico é submetido a uma carga compressiva no plano diametral, que é perpendicular ao eixo longitudinal(59).

Os compósitos resinosos são adequados para o reparo da estrutura dentária danificada ou deteriorada pois, além de uma aparência estética, eles podem ser facilmente adaptados a uma ampla variedade de cavidades e diferentes colorações ao ser incorporado ao dente. Embora as resinas líquidas possam ser convertidas em polímeros reticulados sólidos por simples exposição à luz visível, o processo de polimerização envolvendo monómeros de dimetacrilato convencionais utilizados em compósitos dentários é bastante complexo e os polímeros finais apresentam muitas vezes problemas. Clinicamente, existem preocupações levantadas se os materiais compósitos fotopolimerizáveis forem sub-ativados através de níveis de irradiação ou tempos de exposição incorretos, bem como qualquer potencial incompatibilidade entre um sistema fotoiniciador e a qualidade de saída espectral da luz utilizada (60-62). A composição, cor, geometria da cavidade e a espessura da camada de resina também afetam a eficiência na qual um dado material pode ser fotopolimerizado. Se forem alcançados níveis de conversão inadequados na polimerização, as propriedades mecânicas e o desempenho do material pode ser comprometidos. Com a fotoativação incompleta, o monómero residual e o iniciador tornam-se um problema para a biocompatibilidade e a estabilidade da cor também pode diminuir. No entanto, se a conversão é maximizada, então problemas como contração de polimerização e fragilidade do corpo dentário tornam-se mais críticos (62).

Há um amplo consenso de que a diminuição de volume que acompanha a polimerização de compósitos dentários é uma das principais deficiências que complica o uso desta classe muito versátil de materiais restauradores e, possivelmente, limita as expectativas de vida útil. O encolhimento em massa em polimerizações de adição de vinilo é um resultado inevitável da formação de novas ligações covalentes que aproximam as unidades de monómero e reduzem a sua mobilidade como parte de uma estrutura polimérica prolongada. Ao contrário de muitas outras aplicações de polímeros onde a real tensão de contração é de preocupação predominante, o principal problema associado com o encolhimento em restaurações compostas dentárias é o estresse de retração que é desenvolvido durante a polimerização (61). Quando o encolhimento de polimerização inerente é frustrado por adesão

interfacial suficiente entre o polímero de revelação e um substrato não compatível livremente, como é o caso com restaurações dentárias ligadas quimicamente, o stress é transportado para o substrato. Se o nível de tensão desenvolvido exceder a resistência adesiva ou coesiva de qualquer componente do sistema, pode resultar uma falha mecânica.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivos Gerais

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de diferentes proporções dos monômeros Bis-EMA/Bis-GMA/TEGDMA e da inserção de sistema fotoiniciadores a base de Sal DFI em propriedades mecânicas de um compósito reforçado por fibra de vidro.

3.2 Objetivos Específicos

Avaliar a influência de diferentes composições monoméricas e da presença do sal DFI na resistência flexural de resinas experimentais reforçadas com fibra de vidro

Avaliar a influência de diferentes composições monoméricas e da presença do sal DFI na resistência à tração diametral de resinas experimentais reforçadas com fibra de vidro

4 MATERIAL E MÉTODOS

Este estudo classifica-se com um estudo laboratorial *in vitro*, tendo como fatores em estudo: diferentes proporções de monômeros metacrilatos e o sistema fotoiniciador (com sal DFI/sem sal DFI). Esta pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Biomecânica da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás. Os materiais utilizados estão listados na tabela 1.

Quadro 1. Materiais utilizados no estudo

Componente	Empresa
Agente de união (Silano)	Angelus (Lindóia, SP, Brasil)
BIS-GMA: 2,2-bis[4-(2 - hidróxi-3-metilacriloxipropoxi)fenil]-propano)	Esstech (Essington, PA, EUA)
TEGDMA: dimetacrilato de trietilenoglicol	Esstech(Essington, PA, EUA)
BIS-EMA: bisfenol-A dimetacrilato etoxilado	Esstech(Essington, PA, EUA)
Canforoquinona(Tipo II)	Sigma-Aldrich(St. Louis, MO, EUA)
Sal de hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI)	Sigma-Aldrich(St. Louis, MO, EUA)
1.1.1.1 N-etacrilato de dimetilaminoetila	Sigma-Aldrich(St. Louis, MO, EUA)
Hidroxitolueno butilado	Sigma-Aldrich(St. Louis, MO, EUA)

Silica Coloidal	Owers (Ribeirão Claro, SP, Brazil)
Silicone por condensação	Nova DFL(Taquara, RJ, Brasil)
Resina de poliestireno	Cristal(Campinas, SP, Brasil)

4.1 CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO EXPERIMENTAL

O compósito base utilizado neste estudo teve sua composição baseada em estudos prévios, sendo: 22,5% de resina, 30% de fibra de vidro curta silanizada (3mm), e 47,5% de partículas de carga (52).

4.1.1 Composição da resina experimental (Compósito)

O compósito criado tem como composição a associação dos monômeros 2,2-bis[4-(2 - hidróxi-3-metilacriloxipropoxi)fenil]-propano) (Bis-GMA), dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA) e bisfenol-A dimetacrilato etoxilado (Bis-EMA), de acordo com a Tabela 2. Como sistema fotoiniciador contém: a) 1 mol% de canforoquinona, 0.5 mol% hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI) (Sigma-Aldrich), 2 mol% de metacrilato de dimetilaminoetil (DMAEMA, Sigma-Aldrich) e 0,1 mol% de hidroxitolueno butilado (BHT, Sigma-Aldrich); ou b) 1 mol% de canforoquinona, 2 mol% de metacrilato de dimetilaminoetil (DMAEMA - Sigma-Aldrich) e 0,1 mol% de hidroxitolueno butilado (BHT, Sigma-Aldrich).

A mistura de fibras nos metacrilatos e a incorporação de partículas de carga (Esstech, EUA) foi efetuada manualmente após pesagem dos mesmos de acordo com a proporção. As fibras de vidro utilizadas no estudo apresentaram corte industrial no comprimento de 3 mm e foram submetidas a um tratamento de superfície com um agente de união silano (Angelus) antes da incorporação na resina, de acordo com Fonseca et al, 2016 (19). As fibras foram completamente molhadas pelo silano na proporção de 8 gramas de fibra para 5 ml de silano e armazenadas à temperatura ambiente durante 24 horas. Depois disso, elas foram incorporadas manualmente para a formação da resina (52).

4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS SISTEMAS FOTOINICIADORES

4.2.1 Fotoiniciadores

Foram associados 2 tipos de sistemas fotoiniciadores às diferentes matrizes poliméricas. São eles:

Sistema Fotoiniciador 1, sem DFI (SD): 1 mol% de canforoquinona, 2 mol% de metacrilato de dimetilaminoetil (DMAEMA,) e 0,1 mol% de hidroxitolueno butilado (BHT).

Sistema Fotoiniciador 2, com DFI (CD): 1 mol% de canforoquinona, 2 mol% de metacrilato de dimetilaminoetil (DMAEMA), 0.5 mol% hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI)(26), e 0,1 mol% de hidroxitolueno butilado (BHT).

4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS MATRIZES POLIMÉRICAS

Quadro 2. Composição da Matriz polimérica

	Bis-GMA (BG)	Bis-EMA (BE)	TEGDMA (TEG)
Matriz A: BG40-BE-0-TEG60	40%	0%	60%
Matriz B: BG20-BE50-TEG30	20%	50%	30%
Matriz C: BG30-BE20-TEG50	30%	20%	50%
Matriz D: BG0-BE60-TEG40	0%	60%	40%
Matriz E: BG33-BE33-TEG33	33%	33%	33%

Tabela de composição da matriz polimérica

Para o correto controle da quantidade de componentes do sistemas fotoiniciadores foi tomado como base o peso molar da matriz controle (matriz A), como padrão para o peso molar das demais matrizes de acordo com o grupo controle.

4.4 GRUPOS EXPERIMENTAIS

Após a manipulação da matrizes resinosas e seus respectivos sistemas fotoiniciadores os compósitos experimentais foram criados de acordo com o Quadro 3.

Quadro 3. Grupos Experimentais

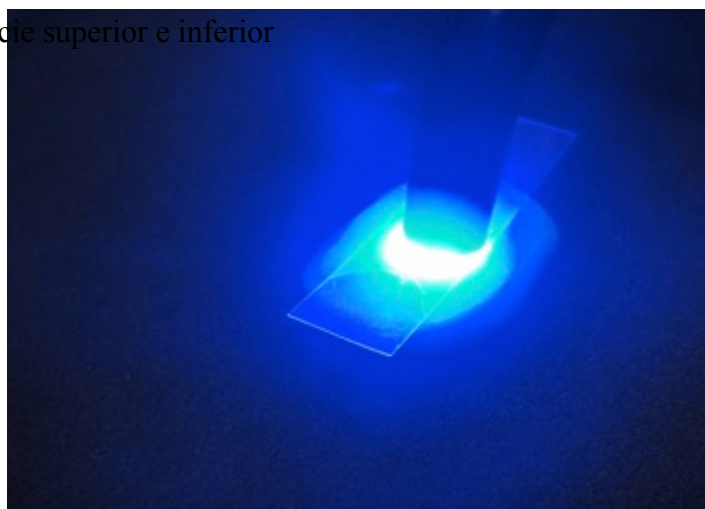
Grupos		Composição
Grupo 1	1.1.1.1.1.1.1	Matriz A+ Fotoiniciador 1(22,5%)+ P.Carga(47,5%) + Fibras(30%)
	1.1.1.1.1.1.2	Matriz B+ Fotoiniciador 1(22,5%)+ P.Carga(47,5%) + Fibras(30%)
Grupo 3		1.1.1.1.1.1.3 Matriz C+ Fotoiniciador 1(22,5%)+ P.Carga(47,5%) + Fibras(30%)
Grupo 4		Matriz D+ Fotoiniciador 1(22,5%)+ P.Carga(47,5%) + Fibras(30%)
Grupo 5		Matriz E+ Fotoiniciador 1(22,5%)+ P.Carga(47,5%) + Fibras(30%)
Grupo 6		Matriz A+ Fotoiniciador 2(22,5%)+ P.Carga(47,5%) + Fibras(30%)
Grupo 7		Matriz E+ Fotoiniciador 2(22,5%)+ P.Carga(47,5%) +

Fibras(30%)	
1.1.1.1.1.1.4 grupo 8	Matriz C+ Fotoiniciador 2(22,5%)+ P.Carga(47,5%) + Fibras(30%)
Grupo 9 Matriz D+ Fotoiniciador 2(22,5%)+ P.Carga(47,5%) + Fibras(30%)	
1.1.1.1.1.1.5 grupo 10	Matriz E+ Fotoiniciador 2(22,5%)+ P.Carga(47,5%) + Fibras(30%)

4.5 CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS

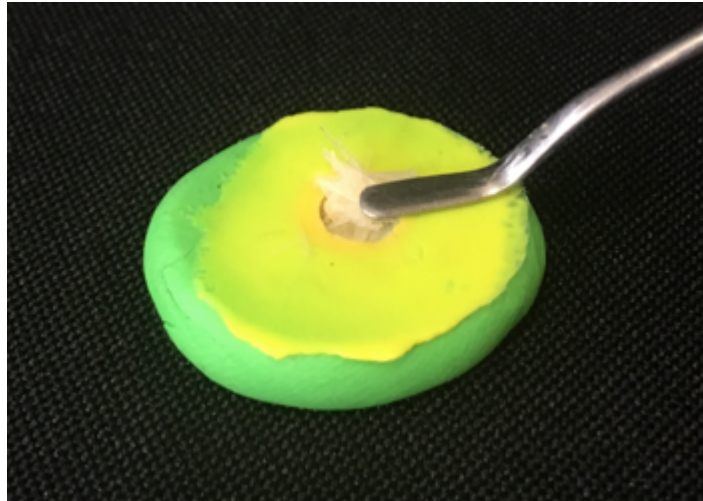
4.5.1 Confeção das amostras para teste de resistência à tração diametral

Um molde de silicone foi construído a partir de um padrão de alumínio a fim de permitir a confecção padronizada das amostras nas dimensões de 3,0mm ($\pm 1,0$) de altura x 6,0mm ($\pm 1,0$) de diâmetro, estando de acordo com a especificação da ADA n.27(54). O compósito foi inserido no molde e sobreposto com tira de poliéster. E fotopolimerizado pelo aparelho (LED Curing light; Foshan COXO Mediacal Instrument Co. China) a 1000 mW/cm² por 40s na superfície superior e inferior



Autoria própria

Figura 1: Confeção da amostra para RTD



Autoria própria

Figura 2: Fotopolimerização da amostra para RTD

Após a confecção das amostras as mesmas foram polidas com lixas de carvão de silício nas granulações 600, 1000 e 1200, em Lixadeira (TECLAGO, Vargem Grande Paulista, São Paulo) com água corrente, por 10 segundos em cada face. Posteriormente foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas para início dos testes.

4.5.2 Confeção das amostras para teste de resistência flexural

Um molde de silicone foi construído a partir de um padrão de alumínio nas dimensões de 25 mm x 2 mm x 2 mm, estando de acordo com a norma ISO 4049(55). O compósito foi inserido no molde e sobreposto com tira de poliéster. Em seguida fotopolimerizado pelo aparelho (LED Curing light; Foshan COXO Medical Instrument Co. China) a 1000 mW/cm² por 40s na superfície superior e inferior em cada terço da amostra, totalizando 120s em toda amostra.

Após a confecção das amostras, as mesmas foram polidas com lixas de carvão de silício nas granulações 600, 1000 e 1200, em Lixadeira (TECLAGO, VARGEM GRANDE

PAULISTA, SÃO PAULO) com água corrente, por 10 segundos em cada face. Posteriormente foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas para início dos testes.(Figura 5b)

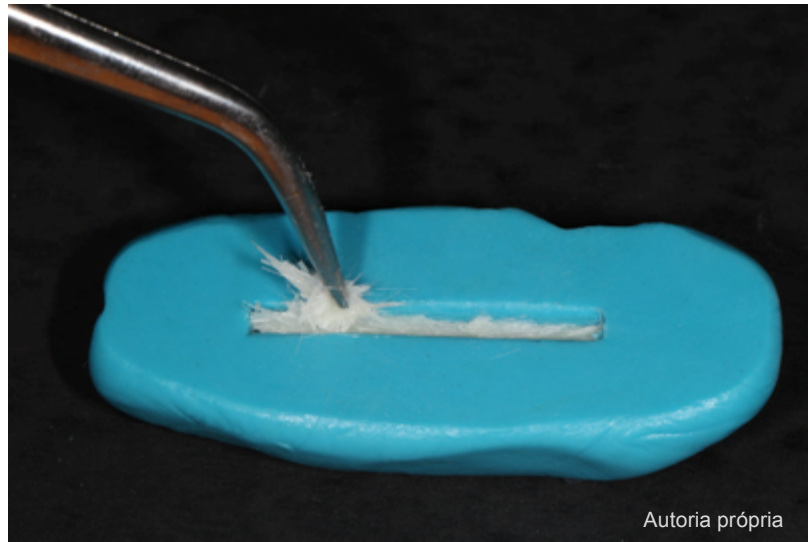


Figura 4: Confecção de amostras para tração diametral

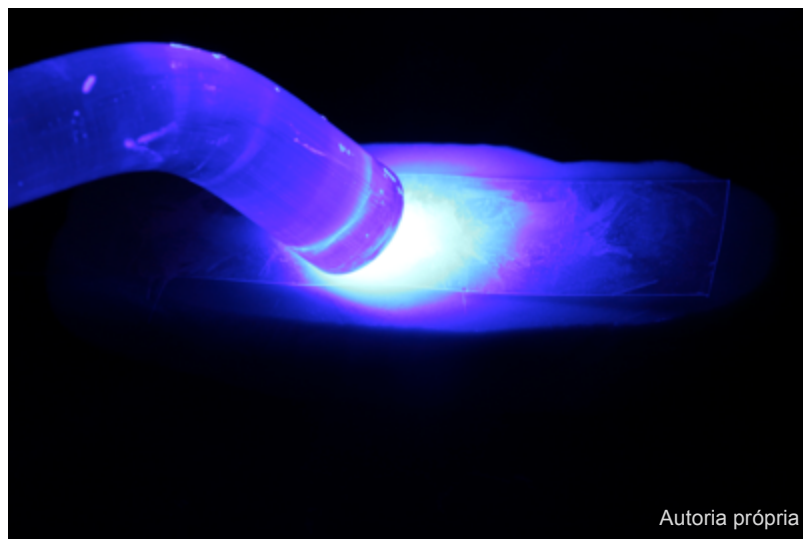


Figura 5: Fotopolimerização da amostra para RF

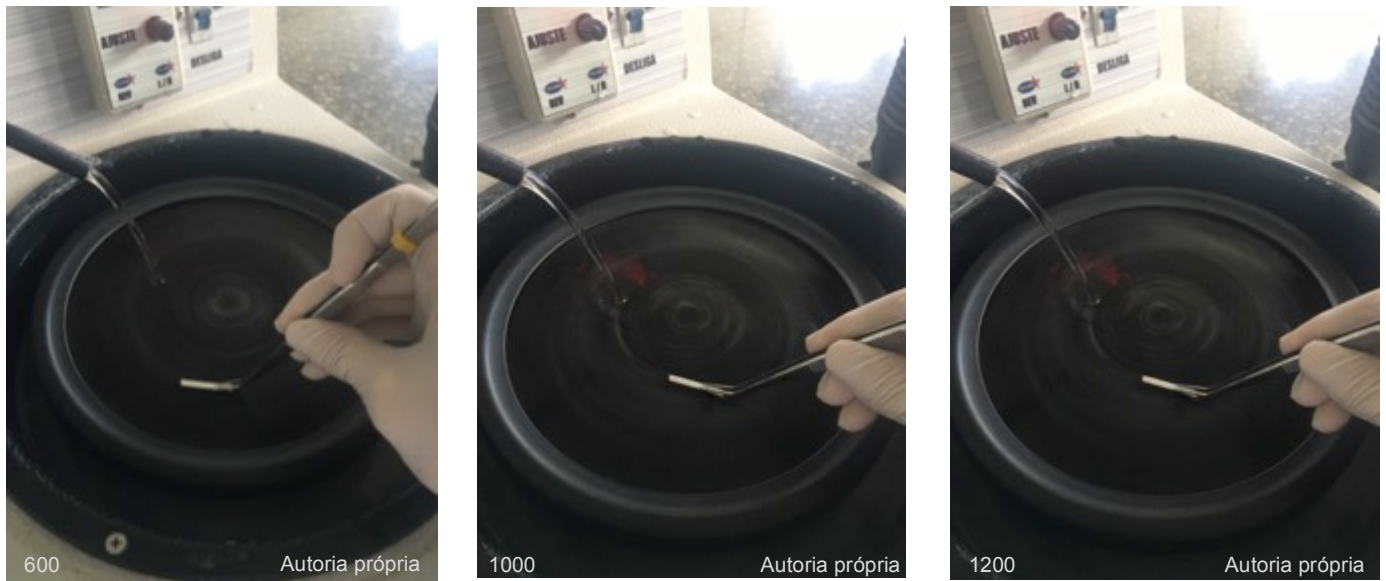


Figura 5b: Lixa e acabamento das amostras para RF

4.6 TESTES MECÂNICOS

4.6.1 Teste de resistência à tração diametral

As amostras foram posicionadas em máquina de ensaio universal (Instron 5965). Uma carga compressiva a velocidade constante de 0,5mm/min foi aplicada na superfície diametral das amostras até sua ruptura, sendo a carga máxima registrada em Newtons(N). A resistência a tração diametral de cada amostra foi obtida, em MPa, de acordo com a seguinte fórmula: $f = 2F/\pi dL$, onde “f” é a resistência à tração por compressão diametral, “F” é carga máxima obtida no ensaio (kg), “d” é o diâmetro do corpo-de-prova (6,0mm) e “L” a altura (3,0mm).

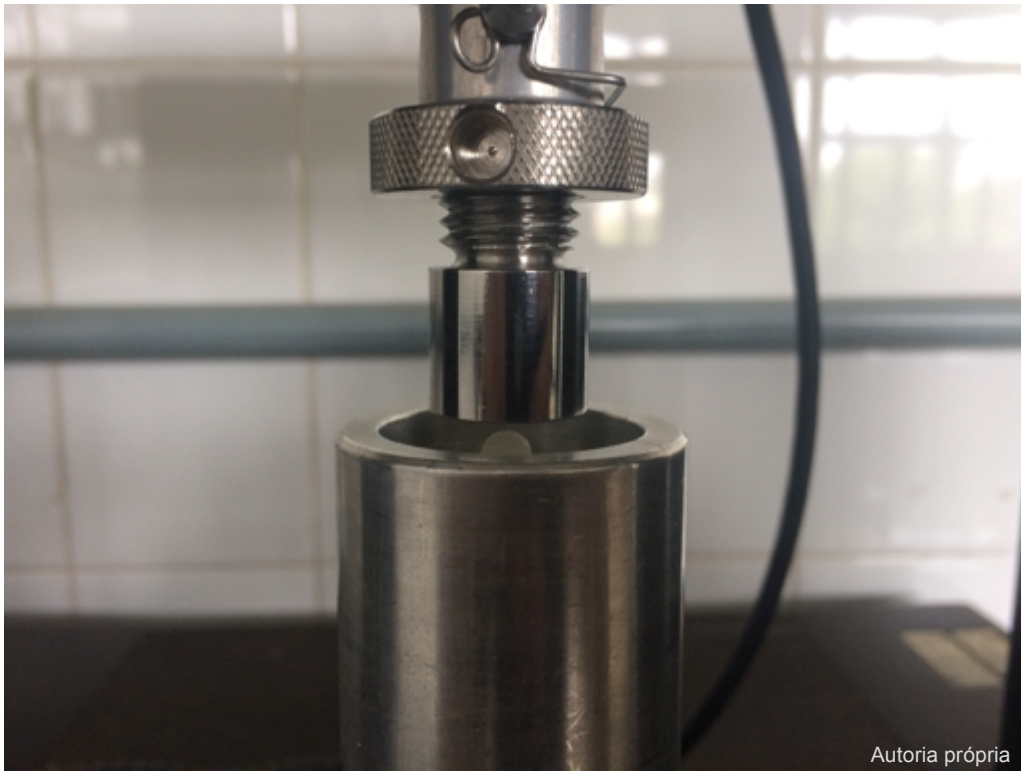
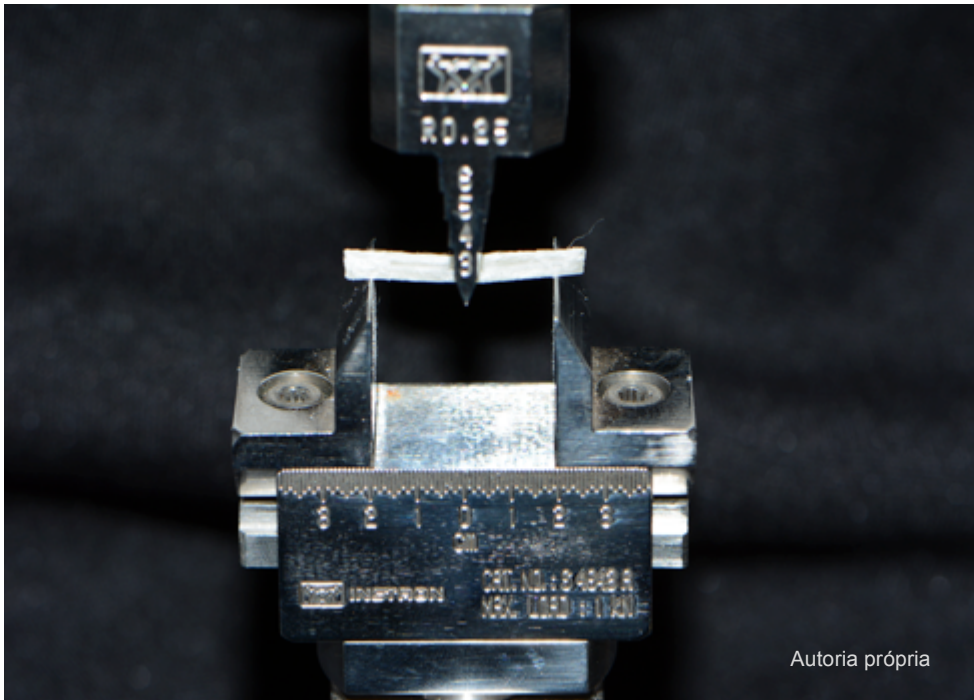


Figura 6: Teste de Resistência a Tração diametral

4.6.2 Teste de resistência flexural

As amostras foram posicionadas em máquina de ensaios universais (Instron 5965) sobre dois pontos com 20 mm de distância entre si e equidistantes do centro. Foi definido um ponto central de aplicação de carga. Foi aplicada uma carga a velocidade constante de 0,5mm/min e a carga máxima à fratura registrada em N. A resistência flexural (RF) de cada amostra foi obtida, em MPa, de acordo com a seguinte fórmula: $RF = 3 \cdot P \cdot L / 2 \cdot w \cdot b^2$, onde “P” é a carga máxima, “L” é a distância entre os apoios (20mm), “w” é a espessura da amostra (2,0mm) e “b” a altura (1mm), “F” é a força aplicada em uma porção reta linear do gráfico tensão-deformação, “d” é a correspondente deformação originada por esta força.



Autoria própria

Figura 7: Teste de resistência flexural

4.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Uma análise fatorial por modelo linear geral (5x2) foi realizada, buscando verificar a interação entre os fatores em estudo. Posteriormente, os dados foram avaliados quanto à normalidade de distribuição por meio do teste de Kolmogorov-Smirnov sendo, posteriormente, submetidos à análise estatística por meio dos testes One-Way ANOVA e Tukey HSD para múltiplas comparações e Teste T para comparações entre grupos. Todos os testes foram executados com nível de significância em 5%.

5 RESULTADOS

Análise estatística mostrou interação significativa entre os fatores sob estudo para resistência flexural (RF) ($p < 0.05$) (Fig. 1). Em MPa o resultado estatisticamente mais alto foi o Grupo 10 ($267,815 \pm 45,05$)^c, seguido por e Grupo 9 ($242,440 \pm 44,83$)^{bc}; Grupo 8 ($241,05 \pm 44,83$)^b, Grupo 3 ($236,152 \pm 26,42$)^{abc}. O menor resultado ocorreu em Grupo 4 ($192,450 \pm 12,60$)^a, seguido por Grupo 2 ($202,35 \pm 28,36$)^{ab}; Grupo 1 ($207,240 \pm 30,07$)^{ab}; Grupo 5 ($209,530 \pm 23,16$)^{ab}; Grupo 7 ($216,760 \pm 30,14$); e Grupo 6 ($218,880 \pm 41,49$). Foi realizado o teste T comparando cada matriz com e sem o sal DFI. O fator “Sal DFI” foi estatisticamente significativo ($p < 0,05$), sendo que o Teste T demonstrou diferença estatística entre: Grupo 4 e Grupo 9 ($p = 0.06$) e Grupo 5 e Grupo 10 ($p = 0.08$), o que significa que para as matrizes destes grupos a adição do Sal DFI ampliou a RF. O fator “matriz resinosa” também apresentou significância estatística ($p = 0,002$),

Para resistência à tração diametral, a análise fatorial mostrou que somente o fator da adição do sal DFI foi significativo ($p < 0.001$). Foi realizado o teste T para verificar a influencia ou não do sal para cada matriz. Para todas as matrizes a adição do sal foi estatisticamente significativa: Em MPa foram observados os seguintes valores e significância:

(Grupo 10, $35,36 \pm 2,61$ ^b; Grupo 5, $26,96 \pm 4,39$ ^a) **$p = 0.00$** ;

(Grupo 6, $34,89 \pm 2,92$ ^b; Grupo 1, $28,86 \pm 4,25$ ^a) **$p = 0.00$** ;

(Grupo 7, $35,07 \pm 6,89$ ^b; Grupo 2, $28,25 \pm 2,57$ ^a) **$p = 0.023$** ;

(Grupo 8, $33,13 \pm 3,28$ ^b; Grupo 3, $28,33 \pm 5,17$ ^a) **$p = 0.022$** ;

(Grupo 9, $33,19 \pm 3,74$ ^b; Grupo 4, $25,48 \pm 2,39$ ^a). **$p = 0.00$** .

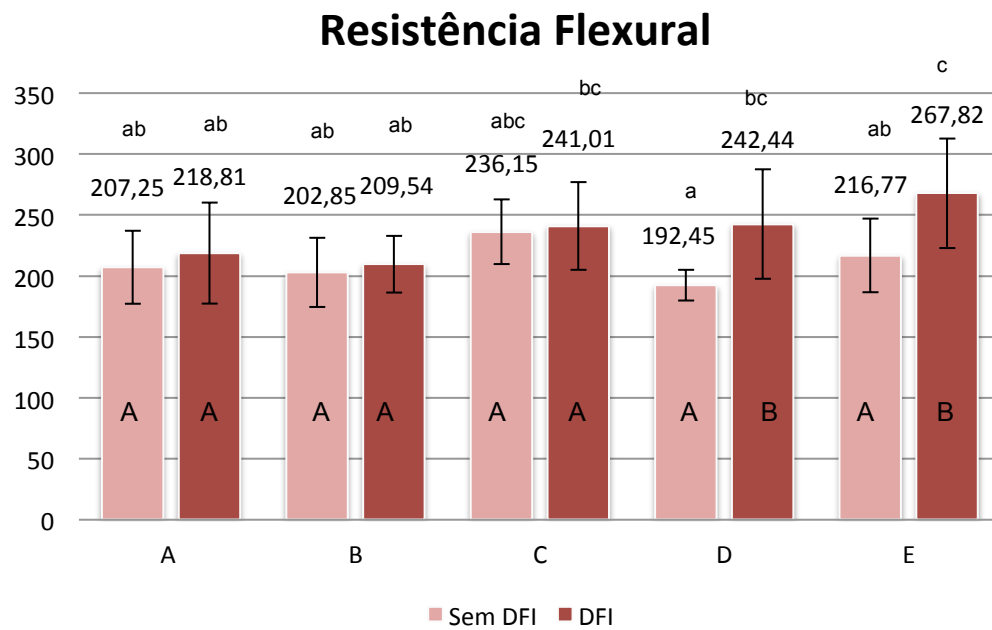


Fig. 1- Resistência flexural (média e desvio padrão, MPa). Letras minúsculas: comparação estatística por ANOVA e Tukey. Letras maiúsculas: comparação estatística entre matrizes por teste T.

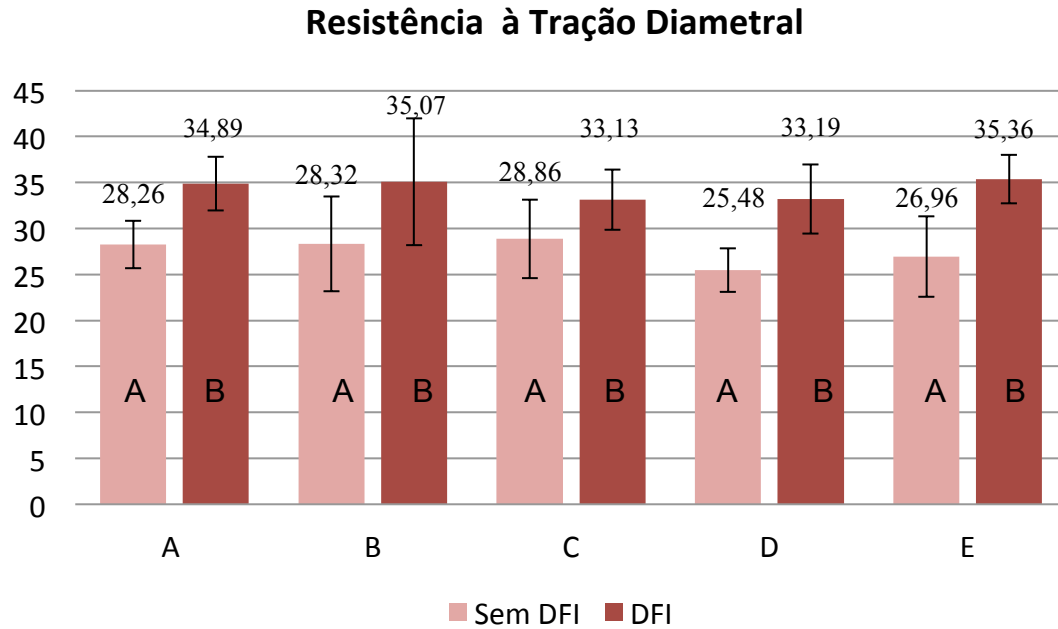


Fig. 2- Resistência a tração diametral (média e desvio padrão, MPa). Letras maiúscula; Comparação estatística por Teste T

6 DISCUSSÃO

Muitos estudos relatam o uso de fibras de vidro como reforço em resinas odontológicas. Entretanto o comportamento mecânico desses compósitos depende de algumas variáveis como por exemplo; monômeros de matriz resinosa e fotoiniciadores (9). Este estudo avaliou a influência de diferentes proporções dos monômeros Bis-EMA/Bis-GMA/TEGDMA e sistemas fotoiniciadores a base de canforoquinona contendo ou não Sal DFI em propriedades mecânicas de um compósito reforçado por fibra de vidro. Trata-se da continuidade de um estudo (26), onde busca-se desenvolver um material para pinos intrarradiculares com melhores propriedades mecânicas do que os disponíveis no mercado.

A hipótese inicial era que a adição do sal DFI e a incorporação do Bis-Ema na matriz aumentaria os valores de resistência flexural e resistência à tração diametral do compósito. Além disso, ao adicionar diferentes proporções de BisEMA, provocar-se-ia a diminuição da viscosidade do compósito, favorecendo o manuseio do material e melhorando a interação com fibras de vidro.

A proporção ideal de resina experimental utilizada nesse estudo foi a mesma de Fonseca, 2015 de: 22,5% de resina, 30% de fibra de vidro curta silanizada (3mm), e 47,5% de partículas de carga (19).

Nesse estudo, em relação a RF, os resultados sofreram influência da interação dos fatores (matrizes monoméricas e presença do sal DFI). Para todas matrizes em que houve adição do Sal, melhores resultados para RF foram obtidos; porém, estatisticamente somente as matrizes D($p=0.006$) e E($p=0.008$) foram significantes.

Kim et al, 2004 (47) relata que os sistemas iniciadores de três componentes a base de Sal DFI são muito versáteis e atraentes para uma variedade de aplicações e que têm sido relatados consistentemente para induzir taxas de polimerização mais elevadas a intensidades de luz mais baixas do que o iniciador de dois componentes correspondente. Além disso, os sistemas de três componentes são extremamente flexíveis uma vez que uma grande variedade de radiação pode ser utilizada para produzir radicais livres, catiônicos ou controlados sequencialmente. O aumento da cinética ocorre devido à reação entre DFI e canforoquinona no estado triplex, do radical amino gerado pela canforoquinona no estado exciplex que reage quebrando a ligação C-I e gerando dois radicais fenil ativos (Canforoquinona-DFI e amina-DFI) que posteriormente podem reagir com aminas residuais gerando outros radicais livres.

Gonçalves LS. et al (2013) (26) demonstraram que o uso de 0,5%mol de sal DFI apresentou o melhor desempenho, aumentando a cinética de polimerização e a gerando um polímero com propriedades físicas adequadas, sem aumentar drasticamente a RF. Este estudo corrobora em parte com os resultados de Gonçalves, pois, para o teste de Resistência Flexural, houve diferença estatística para duas das cinco matrizes quando comparadas para a presença ou não do sal DFI: matriz D($p=0.006$) e matriz E($p=0.008$).

O teste de resistência à tração diametral foi desenvolvido para investigar materiais frágeis com pouca ou nenhuma deformação plástica. Para este ensaio, uma amostra cilíndrica é submetido a uma carga compressiva no plano diametral, que é perpendicular ao eixo longitudinal.(65). Clinicamente, as restaurações compostas são submetidas a forças de massagem complexas com uma quantidade considerável de tensões de flexão. A resistência à flexão de um material é a tensão máxima que pode resistir antes da falha quando submetida à carga de flexão. As propriedades de flexão requeridas são altamente dependentes das aplicações clínicas. Para restaurações sujeitas a grandes tensões mastigatórias, é desejada uma elevada resistência à flexão.(65)

Existe uma estreita relação entre resistência à fadiga, dureza, módulo elástico, resistência à compressão e resistência à tração diametral dos materiais. Um material restaurador com alta resistência à compressão, força flexural e resistência à tração diametral pode ser aplicado utilizado clinicamente e deve resistir às forças mastigatórias.(66). O teste de resistência flexural emprega espécimes de barra retangular submetidos a flexão de três ou quatro pontos, produzindo tensões de tração na superfície inferior da amostra e tensões de compressão na superfície superior, onde a carga é aplicada.(65) Esses métodos têm sido recomendados para testar a resistência dos compósitos.(54,55)

Ozturk, *et al* (2005) (48) define que o teste de resistência flexural pode ser usado como indicador indireto do grau de conversão de compósitos. Sendo assim, a melhora dos resultados de resistência flexural dos compósitos nesse estudo, reflete que de maneira indireta, houve também uma melhora do grau de conversão do compósito (50). O aumento no grau de conversão, por si somente, já é um fator importante na confecção e cimentação de pinos intrarradiculares, pois proporciona uma melhor qualidade do polímero formado(40).

Sugere-se que os maiores resultados de resistência flexural para as matrizes D e E podem ser explicados devido a viscosidade final da matriz. A matriz D, não possui em sua composição BisGma, o que diminui drasticamente sua viscosidade. A matriz E possui uma baixa porcentagem de monômeros Bis-GMA, o que a torna uma matriz resinosa mais

fluida(menos viscosa). Essa diminuição de viscosidade das duas matrizes pode promover uma melhor interação com o sal DFI, levando a um melhor grau de conversão e consequentemente uma maior resistência flexural.

O Bis-GMA isoladamente, por ser muito viscoso, dificulta a interação entre as moléculas e a reação de polimerização(31). Em contrapartida, o TEGDMA possui baixa viscosidade, proporcionando uma ótima interação entre as moléculas, resultando em um bom grau de conversão, mas por ser fluido ele também proporciona alta tensão de polimerização(20,27). Os monômeros de baixa viscosidade e elevado peso molecular, tais como acrilato de bisfenol-A etoxilado dimetacrilato (BisEMA: PM = 540 g mol) 1; g = 3 PaEs), estão presentes em várias formulações comerciais, parcialmente ou totalmente substituindo o TEGDMA e o Bis-GMA. O BisEMA é um co-monômero de viscosidade intermediária e alto peso molecular. Isso permite que um maior equilíbrio para misturas monoméricas, tanto para o grau de conversão quanto para tensão de contração(46). No estudo de Gonsalves F. 2008(53) obteve-se valores semelhantes entre grupos com 33% de BisEMA(2.0Gpa) comparados àqueles que não tiveram o mesmo monômero em sua composição(2.1Gpa). Isso mostra um comportamento equivalente dos monômeros ao submete-se a RF.

Para o teste de resistência a tração diametral, não houve interação entre os fatores estudados, mas foi significativa a adição do Sal DFI pois todas as matrizes com o sal apresentaram resultados significativamente maiores do que as que não tinham o sal em sua composição. Tais resultados confirmam que a adição do sal pode promover um aumento as ligações cruzadas do polímero levando a uma melhor qualidade do material, resultando em melhores propriedades mecânicas (26). Essa melhora também pode ser resultado de uma maior densidade de ligações cruzadas no polímero, influenciando as propriedades do material (50). Esse teste é utilizado para mensurar a tensão de tracionamento de materiais elásticos e frágeis (51). Materiais restauradores que apresentam valores expressivos para tensão de tração diametral, tensão de compressão, e resistência flexural tendem ao sucesso clínico, ao apresentar alta resistência às forças mastigatórias(50).

Este estudo permitiu também avaliar também a influência das diferentes matrizes monoméricas (A, B, C, D, E) sobre a propriedades mecânicas dos compósitos. Tais matrizes com diferentes proporções de monômeros BisGma, BisEma e TEGDMA, geraram resultados estatisticamente relevantes (matrizes C e E) comprovando que a adição da co-monômeros(BisEMA) com viscosidade menor em uma matriz monomérica influenciam para

uma boa reação de polimerização(46) e consequentemente aumentando de forma significativa os valores de RF do material.

O estudo de Fonseca et al (2016)(51), avaliou o efeito da proporção de fibra de vidro e partículas de carga na resistência à flexão e resistência à tração diametral de um compósito experimental reforçado com fibras de vidros a base de BisGMA e TEGDMA, demonstrando que ao se obter uma matriz resinosa mais fluida, melhor é a interação com as fibras de vidro. Para o compósito confeccionado nesse estudo utilizou-se a mesma proporção de partículas de carga (47,5%) e fibras de vidro (30%) de Fonseca et al, 2016, mas a adição do BisEMA proporcionou diferentes resultados em relação às propriedades mecânicas aferidas, com tendência de melhores resultados possivelmente ligados à maior interação da matriz com as fibras.

Gonçalves F. et al (2009) relatou em seu estudo que a adição de BisEMA em uma composição monomérica resultou em uma alta resistência flexural, semelhantes àqueles com TEGDMA e BisGMA (46). Os grupos que obtiveram os melhores resultados para resistência flexural foram: Grupo 9 e Grupo 10. Isso demonstra que a incorporação de BisEma nessas matrizes em diferentes proporções (Matriz D: 60%), (Matriz E: 33%), proporcionou um bom desempenho quando comparados aos grupos que não tem o monômero como parte de sua composição.

Para este estudo, a adição de 0,5%mol do sal DFI como co-iniciador aumentou a capacidade de resistência a carga dos compósitos reforçados por fibra de vidro. A incorporação de Bis-EMA mostrou-se também efetiva uma vez que maiores resultados de resistência flexural comparados àqueles que não tiveram tal monômero em sua composição. Baseados nesses resultados, sugere-se mais estudos para avaliar a influência do Sal DFI para os tipos de monômeros utilizados na matriz resinosa. Além disso, torna-se necessário mais estudos para investigar o nível de interação do Bis-EMA com as fibras de vidro, por permitir uma compósito menos viscoso.

7 CONCLUSÕES

Considerando a metodologia adotada e de acordo com os resultados obtidos é possível concluir que a adição de 0,5 mol% de sal DFI resultou em uma melhora significativa em todos grupos para resistência a tração diametral e que, a adição do monômero Bis-EMA, na matriz resinosa, gerou maiores resultados para resistência flexural em alguns grupos contendo Sal DFI em um compósito experimental reforçado por fibras de vidro.

8 REFERÊNCIAS*

1. Bell A-M Le, Lassila LVJ, Kangasniemi I, Vallittu PK. Bonding of fibre-reinforced composite post to root canal dentin. *J. Dent.* 2005 Aug;33(7):533–9.
 2. Zicari F, Coutinho E, Scotti R, Van Meerbeek B, Naert I. Mechanical properties and micro-morphology of fiber posts. *Dent. Mater.* 2013 Apr;29(4):e45–52.
 3. Magne P, Perakis N, Belser UC, Krejci I. Stress distribution of inlay-anchored adhesive fixed partial dentures: a finite element analysis of the influence of restorative materials and abutment preparation design. *J. Prosthet. Dent.* 2002 May;87(5):516–27.
 4. Santos-Filho PCF, Castro CG, Silva GR, Campos RE, Soares CJ. Effects of post system and length on the strain and fracture resistance of root filled bovine teeth. *Int. Endod. J.* 2008 Jun;41(6):493–501.
 5. Ferrari M, Cagidiaco MC, Grandini S, De Sanctis M, Goracci C. Post placement affects survival of endodontically treated premolars. *J. Dent. Res.* 2007 Aug;86(8):729–34.
 6. Coelho CS de M, Biffi JCG, Silva GR da, Abrahão A, Campos RE, Soares CJ. Finite element analysis of weakened roots restored with composite resin and posts. *Dent. Mater. J.* 2009 Nov;28(6):671–8.
 7. Dyer SR, Lassila LVJ, Jokinen M, Vallittu PK. Effect of fiber position and orientation on fracture load of fiber-reinforced composite. *Dent. Mater.* 2004 Dec;20(10):947–55.
 8. Callaghan DJ, Vaziri A, Nayeib-Hashemi H. Effect of fiber volume fraction and length on the wear characteristics of glass fiber-reinforced dental composites. *Dent. Mater.* 2006 Jan;22(1):84–93.
 9. Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LVJ. Continuous and short fiber reinforced composite in root post-core system of severely damaged incisors. *Open Dent. J.* 2009 Mar 18;3:36–41.
 10. Karbhari VM, Strassler H. Effect of fiber architecture on flexural characteristics and fracture of fiber-reinforced dental composites. *Dent. Mater.* 2007 Aug;23(8):960–8.
 11. Dyer SR, Lassila LVJ, Jokinen M, Vallittu PK. Effect of cross-sectional design on the modulus of elasticity and toughness of fiber-reinforced composite materials. *J. Prosthet. Dent.* 2005 Sep;94(3):219–26.
-

12. Lassila LVJ, Vallittu PK. The effect of fiber position and polymerization condition on the flexural properties of fiber-reinforced composite. *J. Contemp. Dent. Pract.* 2004 May 15;5(2):14–26.
13. Ellakwa AE, Shortall AC, Marquis PM. Influence of fiber type and wetting agent on the flexural properties of an indirect fiber reinforced composite. *J. Prosthet. Dent.* 2002 Nov;88(5):485–90.
14. Drummond JL, Bapna MS. Static and cyclic loading of fiber-reinforced dental resin. *Dent. Mater.* 2003 May;19(3):226–31.
15. Plotino G, Grande NM, Bedini R, Pameijer CH, Somma F. Flexural properties of endodontic posts and human root dentin. *Dent. Mater.* 2007 Sep;23(9):1129–35.
16. McLaren JD, McLaren CI, Yaman P, Bin-Shuwaish MS, Dennison JD, McDonald NJ. The effect of post type and length on the fracture resistance of endodontically treated teeth. *J. Prosthet. Dent.* 2009 Mar;101(3):174–82.
17. Chieruzzi M, Pagano S, Pennacchi M, Lombardo G, D’Errico P, Kenny JM. Compressive and flexural behaviour of fibre reinforced endodontic posts. *J. Dent.* 2012 Nov;40(11):968–78.
18. Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LVJ. Short glass fiber reinforced restorative composite resin with semi-inter penetrating polymer network matrix. *Dent. Mater.* 2007 Nov;23(11):1356–62.
19. Fonseca RB, Silva De Paula M, Favarão IN, Vessoni A, Kasuya B, Nunes De Almeida L, et al. Reinforcement of Dental Methacrylate with Glass Fiber after Heated Silane Application.
20. Schneider LFJ, Cavalcante LM, Silikas N. Shrinkage Stresses Generated during Resin-Composite Applications: A Review. *J. Dent. Biomech.* 2010 Jan;2010.
21. Wilson KS, Antonucci JM. Interphase structure-property relationships in thermoset dimethacrylate nanocomposites. *Dent. Mater.* 2006 Nov;22(11):995–1001.
22. Ogliari FA, Ely C, Petzhold CL, Demarco FF, Piva E. Onium salt improves the polymerization kinetics in an experimental dental adhesive resin. *J. Dent.* 2007 Jul;35(7):583–7.
23. Crivello J V., Lam JHW. Diaryliodonium Salts. A New Class of Photoinitiators for Cationic Polymerization. *Macromolecules.* 1977 Nov;10(6):1307–15.
24. Watts DC, Cash AJ. Analysis of optical transmission by 400-500 nm visible light into aesthetic dental biomaterials. *J. Dent.* 1994 Apr;22(2):112–7.
25. Hua Y, Jiang F, Crivello J V. Photosensitized Onium-Salt-Induced Cationic Polymerization with Hydroxymethylated Polynuclear Aromatic Hydrocarbons. *Chem. Mater.* 2002 May;14(5):2369–77.

26. Gonçalves LS, Moraes RR, Ogliari F a, Boaro L, Braga RR, Consani S. Improved polymerization efficiency of methacrylate-based cements containing an iodonium salt. *Dent. Mater.* 2013 Dec;29(12):1251–5.
27. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci* 1997; 105: 97–116.
28. Dickens S, Stansbury J, Choi K, Floyd C. Photopolymerization kinetics of methacrylate dental resins. *Macromolecules* 2003; 36: 6043–6053.
29. Rueggeberg FA. From vulcanite to vinyl, A History of resins in restorative dentistry. *J Prosthet Dent* 2002; 87: 364–379.
30. Atai M, Watts DC. A new kinetic model for the photopolymerization shrinkage-strain of dental composites and resin- monomers. *Dent Mater* 2006; 22: 785–791.
31. Floyd CJ, Dickens SH. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dent Mater* 2006; 22: 1143–1149.
32. Dewaele M, Truffier-Boutry D, Devaux J, Leloup G. Volume contraction in photocured dental resins: the shrinkage– conversion relationship revisited. *Dent Mater* 2006; 22: 359–365
33. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater* 1998; 14: 51–56.8.
34. Cook WD, Moopnar M. Influence of chemical structure on the fracture behaviour of dimethacrylate composite resins. *Biomaterials* 1990; 11: 272–276
35. Asmussen E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. *Scand J Dent Res* 1982; 90: 490–496.
36. Lemon MT, Jones MS, Stansbury JW. Hydrogen bonding interactions in methacrylate monomers and polymers. *J Biomed Mater Res A* 2007; 83: 734–746.1
37. Peutzfeldt A, Asmussen E. Determinants of in vitro gap formation of resin composites. *J Dent* 2004; 32: 109–115. 19. Charton C, Falk V, Marchal P, Pla F, Colon P. Influence.
38. Watts DC. Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerised networks. *Dent Mater* 2005;21:27–35
39. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate- based dental resins. *Biomaterials* 2002; 23: 1819–1829.
40. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of. Water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimeth- acrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2003; 24:

655–665.

41. Stansbury JW. Synthesis and evaluation of novel multifunctional oligomers for dentistry. *J Dent Res* 1992; 71: 434–437.
42. Crivello JV, Lam JH. Diaryliodonium salts – new class of photo-initiators for cationic polymerization. *Macromolecules* 1977;10:1307–15.
43. Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Murchison CF. Contraction force rate of polymer composites is linearly correlated with irradiance. *Dent Mater* 2004;20:402–7.
44. Stansbury JW. Dimethacrylate network formation and polymer property evolution as determined by the selection of monomers and curing conditions. *Dent Mater* 2012;28:13–22.
45. Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J. Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. *Dent Mater* 2005;21:56–67.
46. Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci* 2009; 117: 442–446. Ó 2009 The Authors. Journal compilation Ó 2009 Eur J Oral Sci.
47. Kim D, Scranton A. The role of diphenyl iodonium salt (DPI) in three- component photoinitiator systems containing methylene blue (MB) and an electron donor. *J Polym Sci Part A, Polym Chem* 2004;42:5863–71.
48. Ozturk N, Usumez A, Usumez S, Ozturk B. Degree of conversion and surface hardness of resin cement cured with different curing units. *Quintessence Int* 2005;36:771-777
49. Della Bona A, Benetti P, Borba M, cecchetti D. Flexural and diametral tensile strength of composite resins. *Braz Oral Res* 2008;22:84-9.
50. Santos GB, Medeiros IS, Fellows CE, Muench A, Braga RR. Composite depth of cure obtained with QTH and LED units assessed by microhardness and micro- Raman spectroscopy. *Oper Dent* 2007;32:79-83.
51. Huang SH, Lin LS, Fok AS, Lin CP. Diametral compression test with composite disk for dentin bond strength measurent-finite elemento analysis. *Dent Mater* 2012;28: 1098-104
52. Fonseca RB, Almeida LN, Mendes GA, Kasuya AV, Favarão IN, de Paula MS. Effect of short glass fiber/filler particle proportion on flexural and diametral tensile strength of a novel fiber-reinforced composite. *J Prosthodont Res*. 2016 Jan;60(1):47-53. Epub 2015 Nov 14
53. Gonçalves FS, Pfeifer CS, Ferracane JL, Braga RR. Contraction Stress Determinants in Dimethacrylate Composites. *J Dent Res* 87(4):367-371, 2008
54. American Nacional Standart institute. Specification no. 27. Resin-based filling materials. 1993

55. Internacional Organization for Standardization. Specification no. 4049. Dentistry polymer based filling 2000
56. Atai M, Nekoomanesh M, Hashemi SA, Amani S. Physical and mechanical properties of an experimental dental composite based on a new monomer. *Dent Mater.* 2004;20(7):663-8.
57. Bonilla ED, Mardirossian G, Caputo AA. Fracture tough- ness of posterior resin composites. *Quintessence Int.* 2001; 32(3):206-10.
58. Sabbagh J, Ryelandt L, Bachérius L, Biebuyck JJ, Vreven J, Lambrechts P *et al.* Characterization of the inorganic fraction of resin composites. *J Oral Rehabil.* 2004;31(11):1090-101.
59. Palin WM, Fleming GJ, Burke JF, Marquis PM, Randall RC. The reliability in flexural strength testing of a novel dental composite. *J Dent.* 2003;31(8):549-57.
60. Monomer functionality and polymer network formation. *Macromolecules*, 34 (2001), pp. 4642–4649
61. M.E. Cohen, D.L. Leonard, D.G. Charlton, H.W. Roberts, J.C. Ragain Statistical estimation of resin composite polymerization sufficiency using microhardness. *Dent Mater*, 20 (2004), pp. 158–166
62. Stansbury J.W, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y. Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. *Dent Mater*, 21(2005), pp. 56–67
63. Loguercio A.D, Stanislawczuk R. Mittelstadt F.G. Effects of diphenyliodonium salt addition on the adhesive and mechanical properties of an experimental adhesive. *Journal of dentistry*, 41 (2013) pp 653–658
64. Park J, Ye Q, Topp EM, Misra A, Kieweg SL, Spencer P. Effect of photoinitiator system and water content on dynamic mechanical properties of a light-cured bisGMA/HEMA dental resin. *Journal of Biomedical Materials Research Part A* 2010;93:1245–51.
65. Anusavice KJ. *Phillips: science of dental materials*. 11th ed. St. Louis: W B Saunders; 2003.
66. Cohen BI, Volovich Y, Musikant BL, Deutsch AS. Comparison of the flexural strength of six reinforced restorative materials. *Gen Dent.* 2001;49(5):484-8.

