Caracterização química, molecular e mecânica de um compósito odontológico nanoparticulado

Molecular, chemical and mechanical characterization of a nanofilled dental composite

Paulo Rogério Ferreira da Silva

Odontólogo, Mestre em Bioengenharia; CEO, Centro de Especialidades Odontológicas. Jales – SP [Brasil] paulorogeriosilv@ig.com.br

Rodrigo de Oliveira

Graduando em Engenharia Biomédica, Faculdade de Engenharia e Arquitetura - Univap. São José dos Campos - SP [Brasil] rodrigo.engbio@bol.com.br

Airton Abrahão Martin

Físico, Doutor em Ciências Físicas; Professor pesquisador – Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento, IP&D – Univap. São José dos Campos – SP [Brasil] amartin@univap.br

Ana Maria do Espírito Santo

Física, Doutor em Tecnologia Nuclear – Materiais; Professora pesquisadora – Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento, IP&D – Univap. São José dos Campos – SP [Brasil] amesanto@univap.br

Luís Eduardo Silva Soares

Odontólogo, Doutor em Engenharia Biomédica; Professor pesquisador – Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento, IP&D – Univap. São José dos Campos – SP [Brasil] lesoares@univap.br Este estudo caracterizou um compósito por Fluorescência de Raios-X por Energia Dispersiva (μΕD-XRF), espectroscopia FT-Raman e rugosidade superficial. Foram realizadas duas cavidades em cada espécime (n=10) restauradas com resina. Mapeamentos em linha, em área e análises pontuais foram realizados por μΕD-XRF. Ainda, foram feitas leituras pontuais por FT-Raman e em linha por rugosidade superficial. Observou-se, por μΕD-XRF, uma média e desvio padrão de: 20,76 % (1,11) de Si e 6,67 % (0,37) de Zr (linha); 23,18 % (0,96) de Si e 7,65 % (0,41) de Zr (pontual); 24,36 % (1,24) de Si e 6,75 % (1,00) de Zr (área). O mapeamento por área é mais indicado, pois a variabilidade dos dados amostrais é minimizada. A rugosidade média (Ra) foi de: 0,17 μm (0,03) (resina); 0,21 μm (0,06) (esmalte). Nos espectros Raman da resina foi possível identificar bandas em 1605 cm⁻¹ e em 1635 cm⁻¹.

Palavras-chave: Composição química. Compósito nanoparticulado. Espectroscopia FT-Raman. Fluorescência de Raios-X por energia dispersiva. Rugosidade superficial.

This study characterized a composite by energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry (μ ED-XRF), FT-Raman spectroscopy and surface roughness. Were performed two cavities on each tooth (n = 10) and restored with the resin. Line and area mappings and point measures were performed on the samples by μ ED-XRF. Point and line readings were also performed by FT-Raman and roughness respectively. We found an average by weight and standard deviation of: 20.76 % (1.11) of Si and 6.67 % (0.37) of Zr (line mappings); 23.18 % (0.96) of Si and 7.65 % (0.41) of Zr (point measuring); 24.36 % (1.24) of Si and 6.75 % (1.00) of Zr (area mappings). The area mapping reduces the variability of sample data. The average roughness (Ra) was: 0.17 μ m (0.03) (composite); 0.21 μ m (0.06) (enamel). The Raman spectra showed the bands of the composite at 1605 cm⁻¹ and 1635 cm⁻¹.

Key words: Chemical composition. Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry. FT-Raman spectroscopy. Nanocomposite. Surface roughness.

\$10.00 Per 10.00

1 Introdução

Hoje, há um grande interesse dos pacientes em relação à estética. Um sorriso harmonioso proporciona um equilíbrio da face. A alteração da cor dos dentes é um aspecto que pode levar as pessoas ao constrangimento, tornando-as apáticas ao convívio social (BARATIERI et al., 1996). Consequentemente, a odontologia estética representa um meio de satisfação e realização, tanto para o paciente quanto para o profissional.

Basicamente as resinas compostas são constituídas por partículas de carga inorgânica silanizada e uma matriz resinosa orgânica (BIS-GMA ou UDMA). Variações na proporção, qualidade e quantidade dos componentes garantem a diversificação do produto. Encontram-se disponíveis no mercado diversos tipos de compósitos: híbridos, microparticulados, nanoparticulados, condensáveis e fluídos. Essa diversidade no mercado dificulta a escolha do material para o profissional, mas por outro lado disponibiliza recursos para a realização de procedimentos restauradores cada vez mais naturais e dentro do padrão estético (BARATIERI et al., 2008).

As resinas compostas nanoparticuladas são o resultado de inovações e evoluções dos métodos de fabricação de resinas compostas. Devido a sua maior resistência abrasiva, lisura superficial e retenção do brilho em comparação com as resinas micro-híbridas permitem a sua utilização tanto na região anterior, quanto na região posterior. A incorporação de partículas muito pequenas (520 nm) em conjunto com aglomerados (0,6 a 1,4 µm) de nanopartículas de zircônia e sílica permite que esses compósitos comportem-se clinicamente tão bem quanto às resinas micro-híbridas quando utilizadas para restaurar dentes posteriores e substituam também as resinas microparticuladas em regiões anteriores, visto a sua alta

lisura, translucidez e capacidade de polimento superficial (BARATIERI et al., 2008).

Técnicas analíticas como a espectroscopia Raman, fluorescência de raios-X, e rugosidade de superfície são aplicadas para caracterização de resinas compostas odontológicas (SOARES et al., 2007; LOHBAUER et al., 2008; SCOUGALL-VILCHIS, 2009).

A análise por fluorescência de raios-X é um método analítico quali-quantitativo. Esta técnica baseia-se na medida das intensidades (número de fótons detectados por unidade de tempo) dos raios-X característicos emitidos pelos elementos que constituem a amostra. Os raios-X emitidos por tubos de raios-X ou por elétrons desacelerados, ou o uso de uma fonte radioativa de raios-gama, quando incidem sobre uma amostra, excitam os elementos constituintes de uma determinada amostra, os quais, por sua vez, emitem linhas espectrais com energias características do elemento cujas intensidades estão relacionadas com a concentração do elemento na amostra (BOUMANS, KLOCKENKAMPER, 1989).

A técnica de fluorescência de raios-X é uma ferramenta poderosa para análise elemental qualitativa e quantitativa de materiais através da medição dos raios-X característicos. A análise é não-destrutiva e pode ser utilizada com uma variedade de materiais sólidos, em pó ou líquidos (ASAKA et al., 2004).

Estudos recentes utilizaram a fluorescência de raios-X para estudar, por exemplo, o conteúdo químico da dentina após a irradiação com laser de Er:YAG (OLIVEIRA et al., 2008; SOARES et al., 2009), determinar a distribuição dos elementos cálcio e fósforo na interface entre materiais restauradores e dente (CARVALHO et al., 2009) e para determinar a composição elementar de resinas odontológicas (ASAKA et al., 2004; SCOUGALL-VILCHIS et al., 2009).

2 Objetivos

Este trabalho tem como objetivo caracterizar por análises de mapeamento de superfície e pontuais, os componentes químicos, as vibrações moleculares e a rugosidade superficial de um compósito odontológico nanoparticulado. As técnicas analíticas utilizadas foram a microespectrometria de Fluorescência de Raios-X por Energia Dispersiva (µED-XRF), a espectroscopia FT-Raman e a rugosidade superficial.

3 Metodologia

Neste estudo foram utilizados cinco dentes bovinos incisivos hígidos. Esta utilização e preparação das amostras seguiram os princípios éticos das diretrizes e normas regulamentadoras de pesquisas envolvendo animais, conforme resolução n°196/96, do Conselho Nacional de Saúde, sendo aprovado pela Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade do Vale do Paraíba, sob o n°A43/CEP/2008.

3.1 Preparação das amostras

Os dentes foram manipulados e limpos no Laboratório de Espectroscopia Vibracional Biomédica (IP&D, UNIVAP), sob adequada paramentação (luvas, máscara, gorro, avental e óculos de proteção), conforme as precauções universais e normas de biossegurança do Ministério da Saúde.

A limpeza dos dentes foi realizada com curetas periodontais (7/8 Duflex®), e estes foram polidos com pedra pomes (Asfer) e água, utilizandose escovas de Robinson (Viking® – KG Sorensen) em baixa rotação montada em um micro-motor (LB100-Beltec) sendo lavados em seguida com água destilada.

Para o processo de descontaminação, os dentes foram limpos e armazenados em solução

aquosa contendo Timol a 0,1 % em geladeira a uma temperatura de 9° C por uma semana. Os dentes foram retirados da geladeira e lavados em água corrente por 24 horas para remoção dos traços de Timol.

Inicialmente a porção radicular do incisivo bovino foi separada da porção coronária utilizando um disco diamantado montado em uma máquina de corte de precisão refrigerada com água (Isomet 1000 – BUEHLER®, Lake Bluff, IL, EUA) com velocidade de 450rpm e um contra-peso de 100 g (Figura 1 A-C).

A superfície vestibular do esmalte dos dentes bovinos foi desgastada com o auxílio de discos de lixa d'água nº 600 e nº 1200 refrigerados com água (AROTEC®, São Paulo, SP, Brasil) montados em uma politriz (MetaServ 2000, BUEHLER®, Lake Bluff, IL, EUA) (Figura 1D). O esmalte foi planificado com as lixas, sob refrigeração a água, para obtenção de uma superfície plana e paralela para receber o material restaurador e facilitar as análises na superfície.

Após este procedimento, em cada dente, foram realizados dois preparos cavitários com o auxílio de uma ponta diamantada esférica nº 1013 (KG Sorensen®, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 1E). Para padronizar a profundidade do preparo em 2,0 mm, a mesma ficou posicionada numa angulação de 90 °, penetrando a ponta ativa da broca com movimentos intermitentes, e com refrigeração constante. Estes preparos foram realizados em alta rotação (ExtraTorque 605C KaVo[®], Joinvile, SC, Brasil) em uma área entre a região cervical e a incisal delimitadas esquematicamente. Após a confecção dos preparos cavitários, os dentes foram restaurados utilizando o material restaurador Z350® (3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil) (Figura 1F). As especificações técnicas do material restaurador estão citadas na Tabela 1. Após toda a preparação das amostras as mesmas foram limpas em uma cuba ultrassônica por

5 minutos (Maxiclean 1450, Merse, Campinas, SP, Brasil).

Tabela 1: Especificações do material restaurador utilizado neste estudo

Material	Composição (% peso)
	Parte orgânica: Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA e pequenas quantidades de TEGDMA.
Resina nanoparticulada Z350® (3M ESPE)	Parte inorgânica: Nanopartículas não-aglomeradas de sílica com tamanho de 20 nm, e nanoaglomerados formados por partículas de zircônia/sílica (tamanho varia de 5 a 20 nm). O tamanho médio dos aglomerados varia de 0,6 a 1,4 micrômetros. A quantidade de partículas inorgânicas é de cerca de 78,5 % em peso ou 59,5 % em volume.

Bis-GMA: Bisfenol A-diglicidil éter dimetacrilato; Bis-EMA: Bisfenol A-polietileno glicol diéter dimetacrilato; UDMA – Uretano dimetacrilato; TEGDMA – Trietilenoglicol dimetacrilato.

Fonte: Os autores.

A resina composta (cor A3) foi inserida na cavidade com o auxílio de condensadores e espátulas. O material foi protegido por uma matriz de poliéster (Dentart® – Polidental, São Paulo, SP, Brasil) no momento da fotoativação. A fotoativação foi realizada por um aparelho de LED (LEDition®, Ivoclar Vivadent, Austrália). As especificações do aparelho LED estão listadas na Tabela 2. Após 24 horas de armazenagem em estufa a 37 °C em saliva artificial, as restaurações foram polidas da ma-

Tabela 2: Especificações técnicas do aparelho fotoativador

Parâmetros de polimerização	Aparelho LED LEDition®
Potência emitida	400 mW
Densidade de energia	10,2 J/cm ²
Comprimento de onda	430-490 nm
Diâmetro da ponteira	9,0 mm²
Tempo	20 segundos

Fonte: Os autores.

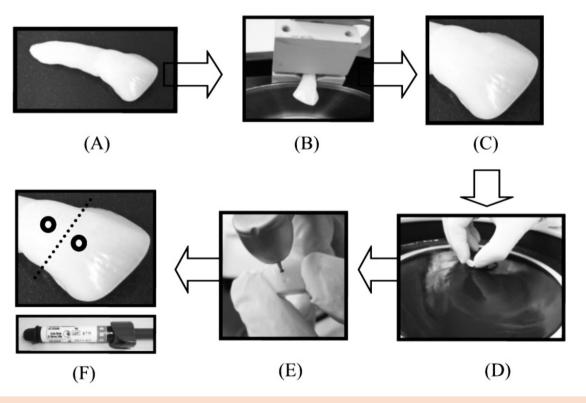


Figura 1: Sequência da preparação das amostras dos dentes bovinos Fonte: Os autores.

neira como foi realizado o polimento da superfície do esmalte. Em seguida, um último corte foi executado, separando a amostra ao meio, resultando em dois fragmentos (Figura 1F – linha tracejada).

3.2 Análise de superfície por microfluorescência de raios-X por energia dispersiva (µED-XRF)

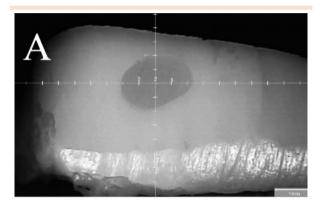
A superfície das amostras foi submetida à análise química por microfluorescência de Raios-X por energia dispersiva (μΕD-XRF) em um equipamento da marca Shimadzu, modelo μΕDX-1300. A superfície das amostras foi analisada longitudinalmente por dispersão de energia, tendo um tubo de Rh como fonte da radiação incidente, posicionado a 90 ° e acoplado a um sistema computadorizado. As amostras foram irradiadas com feixe de raios-X de raio de 50 μm.

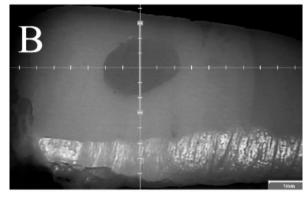
Para a execução das análises pontuais foram selecionados três pontos por amostra, sobre o material restaurador (Figura 2A). A tensão e a corrente do tubo foram ajustados em 40 kV e 100 mA, respectivamente, e o tempo de leitura foi estipulado em 100 s por ponto. O mapeamento sobre a superfície das 10 amostras de resina foi realizado em uma linha de 1 x 150 pontos, com passo de 20 µm para formar um perfil da concentração dos principais componentes do material restaurador (Figura 2B). O tempo de leitura foi estipulado em 50 s por ponto.

O mapeamento em área das amostras também foi realizado para verificar o perfil de distribuição dos componentes inorgânicos na superfície da resina (Figura 2C). O tempo de leitura foi estipulado em 5 s por ponto. Em todas as análises a contagem da radiação foi feita por um detector semicondutor de Si (Li), refrigerado por nitrogênio líquido.

Após a realização dos mapeamentos, os espectros correspondentes a cada amostra fo-

ram tratados por um processo de filtragem (*Smoothing*) com cinco pontos e em seguida os valores médios da concentração em peso dos componentes presentes em relação à distância da restauração foram tabulados. A média dos valores dos componentes também foi realizada. Para a análise pontual, os valores foram tabulados e a média dos três pontos foi efetuada.





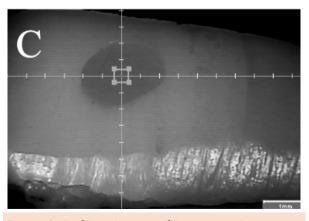


Figura 2: Análise de superfície por pontos (A), por mapeamento em linha (B) e por mapeamento em área (C)
Fonte: Os autores.

.....

3.3 Análise de superfície por espectroscopia FT-Raman

As medidas dos espectros da resina e do dente nas 10 amostras foram realizadas com o sistema de espectroscopia Raman com transformada de Fourier para avaliar as vibrações moleculares das amostras. Os espectros foram obtidos utilizandose um Espectrômetro FT-Raman (RFS 100/S – Bruker Inc., Karlsruhe, Alemanha). Para excitar o espectro, um laser de Nd:YAG contínuo com comprimento de onda em 1064,1 nm foi utilizado. A potência máxima incidente sobre a amostra foi de 250 mW e a resolução espectral foi de 4 cm-1. Para cada amostra, foi coletado um espectro na região de esmalte próximo da interface com a restauração e um espectro no centro do material restaurador.

3.4 Análise de superfície por rugosímetro

As amostras 10 amostras foram submetidas à análise rugosimétrica utilizando-se um Rugosímetro modelo TR200 (Time Group Inc., China). Foram realizadas medidas em esmalte e em resina. Como parâmetro de avaliação, o aparelho é capaz de obter medidas de Ra (Rugosidade média de uma superfície). Foi utilizado como condição, a norma ISO 1997, filtro GAUSS, "Cutoff" (λc) de 0,25 mm e uma variação de ±20 μm.

3.5 Análise estatística dos dados

A análise estatística dos dados obtidos por µED-XRF e rugosidade de superfície foi realizada no programa Instat® (GraphPad Software, Inc., San Diego, CA, EUA). Para a análise dos resultados obtidos por µED-XRF foi escolhido teste não paramétrico após a análise da distribuição dos dados feita pelo programa sendo optado então pelo teste de Kruskall-Wallis com o teste de comparações múltiplas de Dunn. Para a análise de rugosidade, a comparação estatística não pareada entre esmalte e resina foi feita pelo teste de Mann-Whitney.

4 Resultados e Discussão

Os elementos detectados por µED-XRF na resina de nanopartículas estão listados na Tabela 3. A Figura 3 mostra o gráfico com a média dos mapeamentos em linha na superfície das restaurações. Verificou-se uma predominância do elemento silício (Si) ao longo da superfície do material restaurador, enquanto que o elemento zircônio (Zr) está presente em menor proporção.

O teor dos elementos (% em peso) diminui nas margens da restauração devido à espessura do material neste local. Os resultados numéricos obtidos por mapeamento em linha (Tabela 3) confirmam as informações do fabricante que indica que a porção inorgânica do material (carga) é composta principalmente de nanopartículas não-aglomeradas de sílica.

Em nosso estudo encontramos uma média e desvio padrão de 20,76 % (1,11) de Si em peso e uma média de 6,67 % (0,37) de Zr em peso nas leituras por mapeamento em linha. Nas medidas de mapeamento por área foi encontrada uma média de 24,36 % (1,24) de Si em peso e uma média de 6,75 % (1,00) de Zr em peso Nas leituras pontuais os valores ficaram próximos, mas foram estatisticamente diferentes, onde foram encontradas uma média de 23,18 % (0,96) de Si em peso e uma média de 7,65 % (0,41) de Zr em peso (Tabela 3).

As leituras pontuais permitiram também a avaliação do componente oxigênio (Tabela 3). Toda composição dos monômeros orgânicos é representada pelo elemento oxigênio para a realização do balanço estequiométrico. O valor médio para o oxigênio ficou em 69,16 % (1,34).

A análise estatística revelou diferenças significativas entre as medidas pontuais, de mapeamento em linha e por área (Tabela 3). Para o elemento Si, não foram observadas diferenças estatísticas na porcentagem em peso entre as medidas por ponto e por área (p > 0,05). Já para o elemento Zr esta

ausência de diferença estatística se repetiu entre as medidas de linha e de área (p > 0,05). Diferenças estatísticas significantes foram verificadas dependendo do elemento estudado. Portanto, de acordo com o elemento predominante, como no caso o Si, a porcentagem em peso foi significativamente maior para o mapeamento em área comparado com o de linha (p<0,001). Este resultado é importante, pois se a resina estudada apresentar diferença na porcentagem dos elementos, o mapeamento em área apresenta maior cobertura de superfície e menor dispersão dos resultados amostrais.

A figura 4 mostra a distribuição das partículas de carga do material por superfície. Verificase uma superfície com diferente distribuição da carga, principalmente para o Si com variação de distribuição de carga entre 18,20 % e 30,46 %. Para o elemento Zr esta variação foi menor e ficou entre 7,42 % e 10,77 %.

Nossos resultados estão de acordo com estudos prévios que demonstraram que o Si é o componente inorgânico mais comum entre as resinas (SCOUGALL-VILCHIS et al., 2009). Asaka e colaboradores (2004) encontraram como principais componentes da resina Filtek Supreme (3M ESPE) o Si (61,8 %) e o Zr (20,8 %), entretanto não mencionam nenhum balanço estequiométrico com o elemento oxigênio. Scougall-Vilchis et al., (2009) também avaliaram a composição de partículas de duas resinas do mesmo fabricante e encontraram para a resina Filtek Supreme Si (22,76 %) e Zr (9,00 %). Estes mencionam ainda os elementos C (33,86 %) e O (34,38 %).

Estudos têm relatado que as partículas de carga de bário e estrôncio são liberadas mais facilmente do material restaurador do que a sílica e o quartzo durante o processo de degradação do material (ØYSAED, RUYTER, 1986). Assim, é importante balancear as propriedades ópticas e mecânicas das resinas com a incorporação de partículas de carga (ASAKA et al., 2004). A adição de partículas de

carga tem sido o principal objeto de estudo nas formulações de novas resinas (ASAKA et al., 2004).

Com a obtenção do espectro Raman (Figura 5), podem ser observadas as bandas características da resina composta em 1605 cm⁻¹ devido ao estiramento da ligação C=C (aromática) e em 1635 cm⁻¹, atribuídas às ligações C=C (Soares et al., 2007). Estas bandas não estão presentes no espectro do esmalte dental.

Através da análise de rugosidade de superfície para o parâmetro de rugosidade média (Ra), foi obtido um valor médio e desvio padrão de 0,17 μm (0,03) na resina e um valor de 0,21 μm (0,06) no esmalte, sem diferença estatística entre os mesmos (p = 0,19) (Tabela 3). Cili e colaboradores (2009) realizaram análise de rugosidade superficial da resina de nanopartícula Z350 (3M ESPE) também encontrando o valor médio de 0,17 μm para o parâmetro Ra, portanto, nossos resultados estão de acordo com a literatura.

A técnica de fluorescência de raios-X mostrou ser adequada para a determinação das partículas de carga presentes em compósitos odontológicos. Todas as técnicas analíticas são não invasivas e não necessitam de uma preparação específica das amostras, apenas uma planificação da superfície.

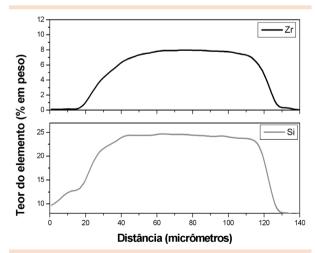


Figura 3: Gráfico médio resultante do mapeamento em linha (n=10) para cada elemento (Zr – zircônio; Si – silício)

Fonte: Os autores.

\$10.00 Per 12

Tabela 3: Representação dos resultados obtidos por µEDX e rugosidade e dos resultados estatísticos: (A) valor médio das porcentagens em peso dos elementos inorgânicos, presentes na resina composta, obtidos através de análise pontual, mapeamento em linha e em área por µEDX; (B) Rugosidade média (Ra) e desvio padrão do esmalte e da resina. São apresentados também os intervalos interquatílicos (Q1: primeiro quartil; Q3: terceiro quartil). Os resultados obtidos por EDX foram analisados estatisticamente pelo teste de Kruskall-Wallis com o teste de comparações múltiplas de Dunn. Os resultados da rugosidade foram analisados estatisticamente pelo teste de Mann-Whitney

(A)	Análise por µEDX					
	Si		Zr		0	
	(% peso)	Quartil	(% peso)	Quartil	(% peso)	Quartil
Dontuel	Pontual 23,18 (0,96)	Q1: 22,53	7.45 (0.41)	Q1: 7,52	69,16 (1,34)	Q1: 68,20
Poniudi		Q3: 23,88	7,65 (0,41)	Q3: 7,98		Q3: 69,90
Mara Linha	Maria Linkar 00.7/ (1.11)	Q1: 19,94	4 47 (0 27)	Q1: 6,38		-
Map. Linha 20,76 (1,11)	Q3: 21,20	6,67 (0,37)	Q3: 6,98	_	-	
Map. Área 24,36 (1,24)	Q1: 24,24	6.75 (1.00)	Q1: 5,99		-	
	24,30 (1,24)	Q3: 25,16	6,75 (1,00)	Q3: 7,44	_	-

Comparações		Valor de p	
Ponto vs. Linha	p < 0,05	p < 0,01	
Ponto vs. Área	p > 0,05	p < 0,05	
Linha vs. Área	p < 0,001	p > 0,05	

(B)	Análise por rugosidade de superfície		
Parâmetro	Esmalte	Restauração	Valor de p
Ra (µm)	0,21 (0,06)	0,17 (0,03)	0,19
Q1	0,17	0,16	
Q3	0,28	0,21	

Fonte: Os autores.

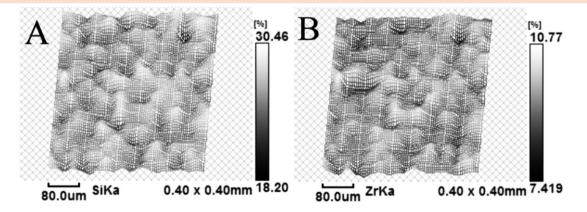


Figura 4: Mapeamento da superfície da restauração por µEDX para o componente Si – silício (A) e Zr - zircônio (B)

Fonte: Os autores.

5 Conclusões

As técnicas analíticas mostraram-se adequadas para a caracterização de compósitos de uma maneira não destrutiva, confirmando informações fornecidas pelo fabricante e não necessitando de preparação específica da amostra. Os resultados mostraram que o mapeamento por área é mais indicado que o mapeamento em linha e a análise pontual, pois reduz a dispersão dos dados amostrais.

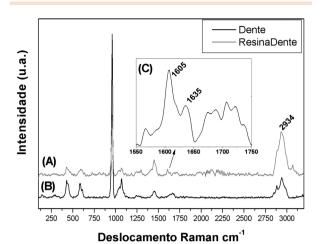


Figura 5: Espectro Raman da restauração de resina composta (A) e do esmalte dental (B). Detalhamento dos picos característicos da resina composta (C) (I^{1605cm-1} C=C (aromático), I^{1640cm-1} C=C)

Fonte: Os autores.

Agradecimentos

À FAPESP pela utilização dos equipamentos (Processos nº 01/14384-8; 05/50811-9; 07/07984-5).

Referências

ASAKA, Y. et al. EDX fluorescence analysis and SEM observations of resin composites. *J. Oral Sci.*, v. 46, n.3, p.143-148, 2004.

BARATIERI, L. N. et al. Soluções Clínicas: Fundamentos e Técnicas, 2008.

BARATIERI, L. N.; RITTER, A. V.; MONTEIRO JR, S. M; Clareamento Dental ao Alcance de todos. In: TODESCAN, F. F.; BOTINO, M. A. A. Atualização na clínica odontológica: a prática na clínica geral. APCD/ Artes Médicas. São Paulo, p.131-159, 1996.

BOUMANS, P., KLOCKENKÄMPER R., eds. - Total reflection X-ray fluorescence spectrometry. Proc. of the Second Workshop on TXRF, Dortmund, 26-27 May, 1988. *Spectrochim. Acta*, v.44B, p. 433, 1989.

CARVALHO, F.G. de et al. Mineral distribution and CLSM analysis of secondary caries inhibition by fluoride/MDPB-containing adhesive system after cariogenic challenges. *J. Dent.* v.37, n.4, p.307-314, 2009.

CILLI, R. et al. The role of surface sealants in the roughness of composites after a simulated toothbrushing test. *J. Dent.* v.37, p.970-977, 2009.

LOHBAUER, U.; MULLER, F. A., PETSCHELT, A. Influence of surface roughness on mechanical strength of resin composite versus glass ceramic materials. *Dent. Mater.* v.24, p.250–256, 2008.

OLIVEIRA, R. de et al. Avaliação dos componentes inorgânicos da dentina após condicionamento para procedimentos adesivos por fluorescência de raios-X. *Exacta*, São Paulo, v. 6, n. 1, p. 139-146, jan./jun. 2008.

ØYSAED, H.; RUYTER I. E. Water sorption and filler characteristics of composites for use in posterior teeth. *J. Dent. Res.*, v.65, p.1315-1318, 1986.

SCOUGALL-VILCHIS, R. J. Examination of composite resins with electron microscopy, microhardness tester and energy dispersive X-ray microanalyzer. *Dent. Mat. J.* v.28, n.1, p.102-112, 2009.

SOARES, L. E. S. et al. Effects of Er:YAG laser irradiation and manipulation treatments on dentin components, part 2: energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry study. *J. Biomed. Opt.* v.14, n.2, p.024002-1-024002-7, 2009.

SOARES, L. E. S.; LIPORONI, P. C. S.; MARTIN, A. A. The Effect of Soft-start Polymerization by Second Generation LEDs on the Degree of Conversion of Resin Composite. *Oper. Dent.* v.32, n.2, p.155-160, 2007.

Recebido em 18 nov. 2009 / aprovado em 8 abr. 2010

Para referenciar este texto

SILVA, P. R. F. da et al. Caracterização química, molecular e mecânica de um compósito odontológico nanoparticulado. *Exacta*, São Paulo, v. 8, n. 1, p. 55-63, 2010.