

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

Faculdade de Odontologia de Araraquara



Fernanda Ferreira Jassé

**Influência da composição de resinas compostas
no grau de conversão e degradação hidrolítica**

Araraquara

2010



Fernanda Ferreira Jassé

Influência da composição de resinas compostas no grau de conversão e degradação hidrolítica

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

Orientador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

Co-orientadora: Profa. Dra. Alessandra Nara de Souza Rastelli

Araraquara

2010

FERNANDA FERREIRA JASSÉ

**INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO DE RESINAS COMPOSTAS NO GRAU DE
CONVERSÃO E DEGRADAÇÃO HIDROLÍTICA**

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

Presidente e Orientador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

2º Examinador: Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade

3º Examinador: Prof. Dr. Rafael Leonardo Xediek Consani

Araraquara, 03 de agosto de 2010.

Dados Curriculares

Fernanda Ferreira Jassé

Data de nascimento: 18/03/1984

Naturalidade: Belém-PA

Filiação: Roberto da Rocha Jassé

Cleva Fernanda Ferreira Jassé

2002/2006: Graduação em Odontologia – Universidade Federal do Pará

2007/2009: Especialização em Prótese Dentária – Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

2008/2008: Curso de atualização em Estética e Cosmética – APCD Araraquara

2008/2010: Mestrado em Ciências Odontológicas, área de concentração Dentística Restauradora - Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

Dedicatória

A Deus, pelo dom da Vida, e com especial devoção a Nossa Senhora de Nazaré, que sempre ouve as minhas preces.

Aos meus pais, Roberto e Cleva, pelo apoio incondicional e incansáveis esforços para que eu alcance os meus objetivos. Serei sempre grata! Amo muito vocês!

Ao meu irmão Ricardo, pelo amor e carinho.

À minha sobrinha Maria Clara, que chegou para iluminar nossas vidas.

Às minhas queridas avós Carmem e Terezinha, pela eterna torcida.

Ao meu namorado Hilário, por todo amor e dedicação.

À minha grande amiga Josi, pelo apoio e incentivo constante nessa caminhada.

Enfim, a todos que sempre torceram por mim!

Dedico este trabalho.

Agradecimentos Especiais

Ao Prof. Dr. José Roberto Cury Saad, pela orientação, apoio e incentivo durante esses dois anos de convivência. Meus sinceros agradecimentos!

À Prof^a Dr^a Alessandra Nara de Souza Rastelli, co-orientadora deste trabalho, minha gratidão e respeito.

Aos Professores Drs. Osmir B. de Oliveira Júnior, Marcelo Ferrarezi de Andrade e Edson Alves de Campos pelos ensinamentos, oportunidades, acolhimento e confiança.

Às amigas da turma de mestrado Taís, Marília e Mayra. Foi muito bom ter conhecido vocês nessa caminhada.

À Andiará, pela amizade, colaboração e paciência.

Ao Carlos, pela inestimável contribuição neste trabalho.

Aos demais amigos e colegas da pós-graduação: Jú, Fabi, Jana, Carol, Rafael, Matheus, Esther, Fernando, Victor, William, Fábio e Renato pelos momentos compartilhados.

À Silvinha, pessoa querida a quem tive o grande prazer de conhecer e acabou se tornando amiga e conselheira. E aos demais amigos da Prótese. Obrigada por tudo!

Aos funcionários da Dentística: D. Cida, Marinho, Wanderley, Conceição e Neli. De forma especial agradeço à Creuza por todo carinho e atenção. Todos vocês foram importantes no dia-a-dia do curso!

À Mara, que foi sempre incansável diante das dúvidas, problemas e solicitações; e aos demais funcionários da seção de pós-graduação: Rosângela, Flávia e Alexandre. Obrigada pela paciência!

Agradecimentos

À Universidade Estadual Paulista e à Faculdade de Odontologia de Araraquara, representadas pelo Digníssimo Reitor Herman Jacobus Cornelis Voorwald e pelo Digníssimo Diretor José Cláudio Martins Segalla.

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, representado pela Prof^a Dr^a Josimeri Hebling e pelo Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Júnior.

A todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas pelos conhecimentos e experiência compartilhados.

Aos funcionários da biblioteca Adriano, Maria Inês, Sílvia, Eliane, Ceres, Cristina, Marley, Maria Aparecida e Odete, pela receptividade, orientação e disponibilidade.

Ao Prof. Dr. Romeu Magnani, pela realização da análise estatística e pelas sugestões apresentadas a esse trabalho.

Ao Instituto de Física da Universidade de São Carlos, pelo suporte laboratorial. Em especial ao Prof. Dr. Vanderley Salvador Bagnato.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo auxílio financeiro concedido durante todo o curso.

A todos aqueles que de alguma forma colaboraram com a realização deste trabalho.

O meu muito obrigado a todos!

SUMÁRIO

Resumo	9
Abstract.....	12
1 INTRODUÇÃO	15
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	22
3 PROPOSIÇÃO	52
4 MATERIAL E MÉTODO.....	54
5 RESULTADO.....	68
6 DISCUSSÃO.....	74
7 CONCLUSÃO	83
8 REFERÊNCIAS	85
9 APÊNDICE.....	98



Resumo

Jassé FF. Influência da composição de resinas compostas no grau de conversão e degradação hidrolítica [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2010.

Resumo

Numerosos tipos e marcas comerciais de resinas compostas são constantemente introduzidos no mercado odontológico, em função de modificações na composição, tipo, formato e quantidade das partículas inorgânicas, assim como na porção orgânica. Sempre, com a finalidade de proporcionar propriedades mecânicas e estéticas superiores aos materiais, aumentando dessa forma sua longevidade. Assim, o propósito neste estudo foi avaliar o grau de conversão (GC) pelo método FT-IR e a degradação hidrolítica por meio do teste de dureza Vickers (dV), de duas resinas compostas (uma nanoparticulada e uma micro-híbrida). Para isso, oito espécimes (4 mm de diâmetro x 2 mm de espessura, ISO 4049) de cada material foram confeccionados para cada teste. As resinas compostas foram inseridas em única porção na matriz metálica e fotoativadas com aparelho LED (Celalux, Voco[®], 776 mW/cm²), por 40 segundos. Dezesesseis leituras de dV (8 no topo e 8 na base) foram realizadas para cada espécime em durômetro digital MMT-3 (Buehler Lake Bluff, Illinois USA), utilizando carga de 50 gf aplicada durante 30 segundos, em intervalos de tempo pré-

determinados: imediatamente após fotoativação (controle), 24, 48, 72 horas, 7, 14, 21, 30 dias e 6 meses. Logo após a fotoativação foi feita a medida da dureza inicial e os espécimes foram então imersos em saliva artificial a 37°C. Para o GC (%), os espécimes foram triturados, prensados com KBr e analisados em espectrofotômetro FT-IR (Nexus-470). Os resultados foram submetidos à análise estatística e permitiram concluir que: não foi observada diferença entre as resinas quanto ao grau de conversão; a proporção entre as medidas de dureza de topo e base foi semelhante para os dois materiais, tendo sido mantida ao longo de todo o tempo experimental; a resina Z-250 apresentou os maiores valores de dureza tanto na superfície de topo quanto na de base, durante todo o período de avaliação; os materiais testados não mostraram evidências da ocorrência de degradação hidrolítica significativa em um período de seis meses de armazenamento em saliva artificial.

Palavras-chave: Resinas compostas; Testes de Dureza; Espectroscopia Infravermelho Transformada de Fourier.



Abstract

Jassé FF. Influence of composites composition on the degree of conversion and hydrolytic degradation [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2010.

Abstract

Numerous types and brands of composite resins are constantly introduced into the dental market, due to changes in the composition, type, shape and quantity of inorganic particles as well as the organic portion. Always with the aim of providing superior mechanical and aesthetic properties to materials, thereby increasing their longevity. Thus, the purpose of this study was to evaluate the degree of conversion (DC) and hydrolytic degradation through the Vickers hardness test (hV) of two composites (a nanofilled and a micro-hybrid). For this, eight specimens (4 mm diameter x 2 mm thick, ISO 4049) of each material were prepared for each test. The composites were inserted into single increment in the metallic matrix and photoactivated with a LED unit (Celalux, Voco ®, 776 mW / cm²) for 40 seconds. Sixteen hV readings (8 on each top and bottom surfaces) were performed for each specimen in MMT-3 digital hardness tester (Buehler Lake Bluff, Illinois USA), using load of 50 gf applied for 30 seconds, at predetermined intervals: immediately after polymerization (control), 24, 48, 72 hours, 7, 14, 21, 30 days and 6 months. After curing, initial hardness measurements were performed and the

specimens were immersed in artificial saliva at 37 °C. For the DC (%), the specimens were ground, pressed with KBr and analyzed by FT-IR spectrophotometer (Nexus-470). The results were subjected to statistical analysis and concluded that: there was no difference between the resins for degree of conversion; the ratio between top and bottom hardness values was similar for both materials and was maintained throughout the experimental period; the composite resin Z-250 showed the highest hardness values in both the top surface as the bottom throughout the evaluation period. The materials tested showed no evidence of hydrolytic degradation in a significant way, in a six-month storage-time in artificial saliva.

Keywords: Composite Resins; Hardness Tests; Spectroscopy, Fourier Transform Infrared.



Introdução

1 Introdução

Os materiais resinosos polimerizados por luz visível se tornaram quase que universais como materiais restauradores dentais na prática odontológica moderna^{3,39}. Esta popularização se deve principalmente ao fato destes materiais permitirem um tempo de trabalho controlado diretamente pelo operador, apresentarem opções de cores levando a excelentes resultados estéticos e possuírem propriedades mecânicas satisfatórias^{43,45}.

Hoje, uma ampla variedade de materiais restauradores desse tipo está disponível comercialmente para a escolha pelo clínico, quando este se vê confrontado com a necessidade de restaurar a estrutura dental^{11,71}.

Dentre os materiais restauradores, as resinas compostas são as que mais têm se destacado, pois seu aprimoramento constante vem ampliando suas indicações. Sendo, hoje, cada vez mais comum seu uso tanto em dentes anteriores quanto nos posteriores⁶⁸. As resinas compostas foram classificadas de acordo com o tamanho de suas partículas de carga como: híbrida, microhíbrida e microparticulada. Mais recentemente, com a introdução da nanotecnologia na Odontologia, uma nova classe de resinas compostas, os chamados nanocompósitos, encontram-se disponíveis para

Introdução

uso clínico. Um típico composto nanoparticulado possui um sistema de partículas de carga que combina partículas de sílica nanométricas com um tamanho de partícula primária de 20 ou 75 nm e nanoaglomerados de zircônia-sílica, com 0,6-1,4 µm em diâmetro. Seu teor carga representa 59,5% em volume, que fica próximo a vários compósitos híbridos e microhíbridos⁶⁵.

Os compósitos odontológicos, em geral, são constituídos basicamente por cargas minerais dispersas em uma matriz resinosa orgânica e um sistema foto-iniciador⁵. A matriz resinosa consiste de um monômero multifuncional de cadeia longa, que quando se polimeriza resulta em uma rede tridimensional de ligações cruzadas, chamada polímero. O monômero Bisfenol A-glicidil metacrilato (Bis-GMA) é o mais utilizado na formulação dos compósitos em Odontologia e se caracteriza por uma molécula longa e rígida com duplas ligações de carbono reativas em ambas as extremidades^{13,47}. A extensão da reação na qual o monômero é transformado em polímero é identificada pelo grau de conversão, correspondendo à medida da porcentagem de duplas ligações entre carbonos do monômero que se convertem em ligações simples decorrente do processo de polimerização⁴⁷.

Desde a introdução dos compostos resinosos foto-ativados, a qualidade da polimerização e suas conseqüências, tornaram-se uma das grandes preocupações dos pesquisadores, considerando que a adequada

Introdução

polimerização dos materiais resinosos é um fator fundamental para a obtenção de boas propriedades físicas e melhor desempenho clínico das restaurações^{3,43}.

O grau de conversão é um co-determinante das propriedades das resinas restauradoras⁶⁵, visto que diversos trabalhos têm demonstrado que muitas das propriedades físicas e químicas das resinas compostas, como dureza, desgaste, resistência compressiva e de tensões, resistência à flexão, estabilidade dimensional, solubilidade, reações de descoloração e degradação, dependem do grau de polimerização dos seus componentes orgânicos^{16,33}. Outros estudos encontraram ainda, que a liberação de monômeros não reagidos que permanecem no material^{3,61} pode estimular o crescimento de bactérias em torno da restauração³⁰ e promover reações alérgicas em alguns pacientes¹⁴.

Os compósitos tipicamente usados em consultórios odontológicos são compostos por pelo menos dois monômeros dimetacrilato. Os compósitos curados com base em monômeros com alto peso molecular, como o Bis-GMA ou UEDMA, apresentam um número considerável de duplas ligações remanescentes^{44,62}. A conversão limitada encontrada em muitas redes poliméricas ocorre devido à restrição da mobilidade da terminação do radical da cadeia, metacrilatos pendentos e monômeros impostos a encadeamentos cruzados de alta densidade²⁹. Em geral, os

Introdução

compósitos dentais fotoativados alcançam um grau de conversão variando de 43 a 75%, basicamente dependendo da composição do compósito, da intensidade de irradiação e do tempo de exposição^{29,44}. Mais especificamente, são fatores que interferem no grau de conversão: a matriz resinosa, concentração de diluentes, concentração de fotoiniciador e amina, tonalidade e translucidez do material, formato e quantidade das partículas inorgânicas, índices refrativos da matriz e das partículas inorgânicas. E ainda relacionados à fotoativação, podemos citar o comprimento de onda e a intensidade da fonte de luz, o tempo de irradiação e a distância entre a fonte de luz e a superfície da resina^{3,22,38,43,65}.

As reações de degradação dos materiais resinosos, relacionadas ao grau de conversão, também são relevantes. A deterioração desses materiais, ao longo do tempo, tem sido atribuída a reações químicas e são naturalmente aceleradas pelo calor⁵⁸. No ambiente bucal, relatos de degradação de restaurações em resina composta, localizadas em áreas não expostas a forças abrasivas e de compressão sugerem a ocorrência dessa degradação química. A água está diretamente relacionada à deterioração da matriz orgânica dos materiais resinosos, considerando que a sorção deste líquido resulta num processo de difusão na matriz, podendo causar sua degradação e resultar em propriedades mecânicas inferiores⁷⁷. Dentre essas propriedades, a dureza dos polímeros pode ser comprometida pela

Introdução

degradação hidrolítica dos monômeros metacrilatos em altas temperaturas⁵⁸. Desta forma, substâncias como a saliva, bebidas e alimentos podem resultar em efeitos deletérios às restaurações com materiais resinosos⁴⁶, uma vez que constituem fontes intermitentes ou contínuas de degradação química⁷⁷. Söderholm et al.⁶⁷ (1984) discutiram o processo de degradação hidrolítica das resinas compostas e relacionaram o fenômeno à presença de fendas e rachaduras na matriz e ao deslocamento das partículas de carga.

A espectroscopia no infravermelho oferece aproximação direta na avaliação da profundidade de cura dos compósitos fotoativados, por determinar diretamente a quantidade de monômero que é convertido durante o processo de polimerização. A técnica determina o grau de conversão baseada na absorção de radiação no intervalo de frequência do infravermelho, devido às vibrações moleculares dos grupos funcionais contidos nas cadeias poliméricas^{3,32,70}. O uso deste método direto, aliado à prática de mensuração de propriedades mecânicas como meio de avaliar indiretamente o grau de polimerização destes materiais tem se mostrado eficaz na caracterização de seu comportamento em meio bucal⁴⁰. O ensaio de dureza tem sido considerado como indicador indireto adequado do grau de polimerização dos compostos resinosos e método capaz de prever o desempenho clínico desses materiais⁷⁴, como nos casos de avaliação da degradação em saliva artificial.

Introdução

Buscando conhecer melhor o comportamento de materiais amplamente utilizados na clínica odontológica, com vistas à obtenção de melhores resultados clínicos e otimização dos procedimentos restauradores, neste estudo a proposta foi avaliar a influência da composição de duas resinas compostas nos seus graus de conversão. Bem como a influência da armazenagem destes materiais em saliva artificial, em diferentes períodos, na sua dureza Vickers, como meio de predizer seu comportamento quanto à degradação hidrolítica.



Revisão da Literatura

2 Revisão da Literatura

Alguns conceitos relacionados à composição das resinas compostas são fundamentais para a compreensão e discussão dos resultados obtidos nesse estudo. Por essa razão, o primeiro tópico dessa revisão tem como objetivo discorrer sobre tal fundamento.

Na seqüência, serão apresentados trabalhos, os quais estão diretamente relacionados à proposição ou metodologia desenvolvida, ou são relevantes por oferecerem suporte científico aos resultados e discussão do presente estudo.

2.1 Composição das resinas compostas

Em 1963, grande revolução ocorreu no campo da dentística restauradora quando Raphael L. Bowen, após várias pesquisas, juntou a resina epóxica com a resina acrílica, obtendo o Bis-GMA (Bisphenol glicidil metacrilato), um reagente longo e multifuncional, que deu origem à parte orgânica da resina. Com a adição de partículas de quartzo silanizadas a este novo material resinoso obteve-se melhoria das suas propriedades físicas e mecânicas, criando-se, assim, a resina composta. A maioria dos compósitos comercializados atualmente possui sua composição baseada na clássica pesquisa de Bowen^{4,8,13}.

Revisão da Literatura

A eleição das resinas sintéticas como materiais restauradores se deu devido a vantagens como sua insolubilidade em saliva ou em outros fluidos presentes na cavidade bucal, sua coloração estética, seu baixo custo e fácil manipulação. Entretanto, as primeiras resinas produzidas apresentaram sucesso parcial, devido principalmente ao elevado índice de contração de polimerização e ao seu alto coeficiente de expansão térmica, fatores estes, que resultam em deficiências clínicas tais como, infiltração marginal e uma inadequada resistência ao desgaste sob atrição mastigatória. Com o passar dos anos, muitos progressos tecnológicos foram alcançados, conduzindo à melhoria das propriedades físicas e mecânicas das resinas, ampliando assim sua aplicação clínica e laboratorial⁴.

As resinas compostas de uso odontológico são constituídas, geralmente, de três componentes principais: a matriz resinosa, as partículas inorgânicas e o agente de união. A matriz de resina, por sua vez, é composta por um sistema de monômero, um sistema iniciador (geralmente as canforoquinonas) para polimerização dos radicais livres, e estabilizadores (hidroquinonas) que objetivam maximizar a estabilidade de armazenamento das resinas não-curadas e a estabilidade química da resina curada. As partículas inorgânicas são constituídas de fragmentos de materiais como vidro, quartzo e/ou sílica fundida, que dão uma maior resistência à resina além de diminuir a contração no processo de polimerização. Já o agente de união, usualmente um silano-organo, tem como função reforçar a ligação da

Revisão da Literatura

partícula com a matriz resinosa. Além dos componentes principais, também estão presentes os pigmentos, os quais são corantes minerais que dão as diferentes tonalidades às resinas, e um agente radiopacificador que geralmente é o dióxido de titânio^{43,47}.

O componente resinoso de um compósito dental polimerizado é a matriz polimérica. Um polímero é uma grande molécula, constituída por uniões repetitivas de várias pequenas unidades chamadas monômeros. Os utilizados na Odontologia são geralmente líquidos, sendo que durante o processo de polimerização eles se convertem em sólidos. A extensão na qual o monômero é transformado em polímero é chamada de grau de conversão⁴⁷.

A maioria dos compósitos dentais possuem monômeros que são diacrilatos aromáticos ou alifáticos. O Bis-GMA, o uretano dimetacrilato (UEDMA) e o TEGDMA são os dimetacrilatos mais comumente usados nas resinas compostas⁴.

O monômero Bis-GMA, ou resina de Bowen, é o monômero mais usado na odontologia e caracteriza-se por uma molécula longa e rígida com duplas ligações de carbono reativas nas extremidades. O extenso comprimento da cadeia molecular diminui a contração de polimerização e a estrutura aromática no centro da molécula confere rigidez à massa resultante. Sua alta viscosidade torna necessária a associação com monômeros de menor peso molecular (diluentes) para possibilitar a

Revisão da Literatura

incorporação dos iniciadores, inibidores e partículas de carga. Um dos monômeros mais usados como diluente do Bis-GMA é o TEGDMA (trietilenoglicoldimetacrilato), uma molécula linear relativamente flexível, que como o Bis-GMA possui ligações insaturadas de carbono nas duas extremidades. Entretanto, seu baixo peso molecular apresenta o inconveniente de aumentar a contração de polimerização da mistura. O TEGDMA funciona não somente como um diluente, mas também como um agente de ligação cruzada, melhorando grandemente a polimerização do monômero e as propriedades físicas da resina. A proporção de cada um dos monômeros em uma formulação resinosa é crítica às propriedades do compósito^{4,41}.

Diferentes combinações entre monômeros e diluentes são encontradas nas resinas compostas disponíveis comercialmente. Como exemplo, o UDMA é um monômero com peso molecular próximo ao Bis-GMA, porém com baixa viscosidade e pode ser utilizado sem a necessidade de se adicionar um diluente. A cadeia alifática de alto peso molecular produz baixa contração de polimerização, além de ser altamente flexível devido à ausência de anéis aromáticos⁴³.

Normalmente os compósitos ativados por luz visível contêm como iniciadores da reação de fotopolimerização a dicetona canforoquinona e um agente redutor, como uma amina terciária para produzir íons radicais, após a irradiação controlada por luz visível, para iniciar a polimerização. A

Revisão da Literatura

canforoquinona é ativada por luz com comprimentos de onda que variam entre 400-500 nm, na região do espectro visível¹⁹.

Diferentemente das resinas compostas autopolimerizáveis que se polimerizam de maneira uniforme, desde que a mistura seja correta, a polimerização das resinas fotopolimerizáveis somente se efetiva onde houver uma incidência de luz capaz de ativar a canforquinona. A luz visível é absorvida, dispersada e conseqüentemente atenuada durante a sua passagem através do material. Portanto, superfícies mais próximas à fonte de irradiação de luz podem se apresentar mais eficientemente polimerizadas do que aquelas mais profundas⁵³.

Para fins de investigação e aplicações clínicas, as resinas compostas são tradicionalmente classificadas em função do tamanho das partículas de preenchimento como: macroparticuladas (com partículas que variam de 8 - 12 μm), de micropartículas (0,04 – 0,4 μm) e híbridas (associação de macro e micropartículas). No entanto, uma nova classificação passou a incluir as nanoparticuladas (20 – 75 ηm), microhíbridas (com partículas menores que 1 μm) e nanohíbridas (associação das microhíbridas com as nanopartículas)^{9,43}.

A composição é um dos fatores determinantes das propriedades mecânicas da resina, sendo que o tamanho e a quantidade de carga presente no material são os aspectos de maior influência³⁷.

2.2 Grau de Conversão

O grau de conversão alcançado pelas unidades fotoativadas é um importante fator a ser considerado no processo de cura das resinas compostas. O grau de conversão é a medida da porcentagem de duplas ligações entre carbonos (C=C) que foi quebrada durante o processo de polimerização da resina. Em outras palavras, um grau de conversão de 50 a 60%, o qual é típico dos compósitos à base de Bis-GMA, significa que houve a conversão desta porcentagem de monômero em polímero. Entretanto, isto não implica que 40 a 50% das moléculas de monômero são deixadas na resina, porque um dos dois grupos de metacrilato por molécula de dimetacrilato pode ter reagido e sido covalentemente ligado à estrutura do polímero^{4,26}.

Asmussen⁶, em 1982, realizou uma pesquisa com o propósito de determinar os fatores que afetam a quantidade de duplas ligações carbônicas remanescentes nas resinas compostas. Por meio do método FTIR, o autor comparou resinas compostas quimicamente ativadas e fotoativadas, experimentais e comerciais. As marcas comerciais avaliadas foram: Adaptic e Miradapt (Johnson & Johnson), Concise e Silar (3M), Finesse (LD Caulk), Prestige Plus (Lee Farm) e Profile (S.S. White). De acordo com o autor, a quantidade de duplas ligações remanescentes mostrou estar relacionada à composição da matriz orgânica da resina composta, ou seja, ao teor de amina (ativador), do inibidor e do iniciador. Nas

Revisão da Literatura

resinas comerciais, 23 a 43% das duplas ligações não se converteram, sendo essa mesma quantidade observada para as resinas experimentais. O autor observou maior quantidade de duplas ligações remanescentes nas resinas compostas quimicamente ativadas do que nas fotoativadas. Verificou também que, quando um teor constante de amina, peróxido e inibidor foi mantido e, ao mesmo tempo, elevou-se o teor do monômero diluente, a quantidade de duplas ligações remanescentes diminuiu.

Já no ano de 1986, Ferracane, Greener²³ propuseram-se a elucidar a relação entre o grau de conversão e as propriedades mecânicas das resinas compostas. Propriedades como resistência à compressão, dureza, resistência flexural e resistência à tensão diametral. Foram utilizadas resinas compostas com BIS-GMA/TEGDMA fotoativadas e quimicamente ativadas, variando a concentração de diluente, o tipo de amina e a concentração do inibidor. Após a polimerização, as resinas ficaram armazenadas em água, a 37°C, por 24 horas. O grau de conversão, determinado pela técnica do FTIR, variou entre 60,1 e 73,4%, para todas as resinas. Os autores observaram que as propriedades mecânicas citadas apresentaram melhores resultados sempre que o grau de conversão atingiu o máximo, revelando-se, porém, dependentes também de outras variáveis e não apenas da presença de monômeros não reativos. Concluíram, portanto, que: 1) o grau de conversão foi maior nas resinas compostas com alta concentração de diluente e baixa concentração de inibidor; 2) a presença de aminas mais reativas, como a

Revisão da Literatura

DMAPE, promovendo o aumento do grau de conversão, permitiu a melhoria das propriedades mecânicas; 3) as propriedades mecânicas das resinas compostas são fortemente afetadas pelo grau de conversão.

Também empregando o método FTIR, Chung, Greener¹⁵ (1988) estudaram o grau de conversão de sete marcas comerciais de resinas compostas fotoativadas e indicadas para dentes posteriores. O grau de conversão alcançou entre 43,5 e 73,8%. Os autores notaram que as resinas compostas com diferentes estruturas moleculares apresentaram graus de conversão equivalentes. Desta forma, concluíram que outros parâmetros, tais como a concentração do iniciador e do diluente, são determinantes no grau de conversão.

Com o intuito de alcançar restaurações adequadas clinicamente em resina, Conti et al.¹⁷ (2005) realizaram uma pesquisa para determinar a efetividade da polimerização. A fotoativação da resina Esthet-X (Dentsply) foi realizada com aparelhos de plasma de Xenônio, lâmpada halógena e LED. O grau de conversão da resina foi determinado por meio das espectroscopias por infravermelho médio e próximo, e Raman, pelas técnicas de transmitância e refletância difusa (DRIFT). Os autores observaram que a conversão da resina foi influenciada pela natureza da fonte de luz, pela distância da superfície irradiada, tempo de exposição e profundidade. Valores elevados de grau de conversão foram obtidos com todas as lâmpadas, porém foram quase constantes com a profundidade apenas para

Revisão da Literatura

a unidade de LED. A microdureza e a análise térmica diferencial mostraram concordância satisfatória com os dados de grau de conversão.

A relação entre grau de conversão, solubilidade e sorção salivar de uma resina composta híbrida (Filtek™ P60) e outra de nanopartículas (Filtek™ Supreme), bem como a influência do modo de fotoativação sobre essas propriedades, foram avaliadas no estudo realizado por Silva et al.⁶³ (2008). Os modos de fotoativação testados foram: convencional (850 mW/cm² por 20 segundos) e *soft-start* (100 – 1000 mW/cm² por 10 segundos + 1000 mW/cm² por 10 segundos). O grau de conversão foi avaliado por meio da espectroscopia FT-Raman. A solubilidade e sorção salivar foram mensuradas após imersão dos corpos-de-prova em saliva artificial por 7 dias. Os dados obtidos a partir dos testes demonstraram que os graus de conversão variaram de 52,52% (compósito nanoparticulado) a 57,15% (compósito híbrido), e foram influenciados pelos modos de fotoativação, sendo o modo convencional superior ao *soft-start*. Os fenômenos de sorção e solubilidade da resina nanoparticulada foram maiores do que para a resina híbrida, e também foram influenciados pela fotoativação, de modo que o *soft-start* maximizou a ocorrência dos fenômenos. Foi encontrada correlação entre grau de conversão e solubilidade, assim como entre solubilidade e sorção salivar. Estes achados sugerem que os compósitos de nanopartículas podem apresentar maior degradação no ambiente oral do que os híbridos, e que o

Revisão da Literatura

modo de fotoativação *soft-start* pode aumentar a solubilidade das resinas compostas.

O objetivo no estudo desenvolvido por Silva et al.⁶⁵ (2008) foi analisar a influência do modo de fotopolimerização sobre o grau de conversão e propriedades mecânicas de duas resinas compostas, sendo uma híbrida (Filtek™ P60) e uma nanoparticulada (Filtek™ Supreme). Os compósitos foram fotoativados por três modos: convencional (650 mW/cm² por 30 segundos), alta intensidade (1000 mW/cm² por 20 segundos) e gradual (100 – 1000 mW/cm² por 10 segundos + 1000 mW/cm² por 10 segundos). O grau de conversão foi mensurado por meio da espectroscopia FT-Raman. A resistência e o módulo flexurais foram obtidos a partir de espécimes em forma de barra submetidos ao teste de flexão de três pontos. A microdureza foi avaliada pela indentação Knoop. Os resultados mostraram que para o grau de conversão o modo de fotoativação de alta intensidade foi superior aos demais, seguido pelo convencional, bem com a resina híbrida mostrou-se superior à nanoparticulada. No que diz respeito à dureza Knoop, esta propriedade foi significativamente influenciada pelo modo de fotoativação, demonstrando superioridade do modo de alta intensidade. A resina híbrida apresentou resistência e módulo flexurais maiores do que a nanoparticulada, enquanto para o teste de dureza não foi encontrada diferença entre elas. Os resultados do estudo sugerem que os compósitos nanoparticulados podem

Revisão da Literatura

apresentar menor grau de conversão e propriedades mecânicas reduzidas quando comparados com os compósitos híbridos.

Rastelli et al.⁵¹ (2008), avaliaram as mudanças no grau de conversão e na temperatura da resina composta microhíbrida Filtek™ Z-250 (3M/ESPE) quando fotoativada com laser de argônio e LED (light-emitting diode) com diferentes densidades de potência. Para a técnica da pastilha de KBr, a resina composta foi acomodada em uma matriz metálica (2mm de espessura, 4mm de diâmetro) e fotoativada das seguintes maneiras: com laser de argônio contínuo e com uma unidade fotoativadora à base de LEDs com densidades de potência de 100, 400, 700 e 1000 mW/cm² por 20 segundos. As mensurações para o grau de conversão foram feitas em espectrofotômetro FTIR, para que então fosse determinada a porcentagem de duplas ligações carbônicas (%C=C) a partir da taxa de intensidade de absorvância de C=C alifáticas (pico em 1638 cm⁻¹) contra um padrão interno antes e após a cura do espécime, que são as ligações C-C aromáticas (pico em 1608 cm⁻¹). Para as aferições das mudanças de temperatura, os espécimes foram confeccionados de modo idêntico ao citado anteriormente e, então, um termopar foi acoplado ao multímetro permitindo as leituras de temperatura. De acordo com os resultados do estudo, os valores de grau de conversão variaram entre 35,0 e 50,0% (100 a 1000 mW/cm²) para o laser de argônio e de 41,0 a 49% (100 a 1000 mW/cm²) para o LED. Para a temperatura, os valores variaram de 1,1 a 13,1°C (100 a 1000 mW/cm²) para

Revisão da Literatura

o laser de argônio e de 1,9 a 15°C (100 a 1000 mW/cm²) para o LED. A partir destas análises, os autores concluíram que as densidades de potência apresentaram efeito significativo tanto sobre o grau de conversão quanto nas alterações de temperatura para ambas as unidades fotoativadoras.

Em outro estudo com a resina Z-250, Rastelli et al.⁵² (2008) avaliaram o efeito de diferentes densidades de potência e tempos de irradiação sobre o grau de conversão e aumento da temperatura da resina no processo de fotoativação. As variáveis em análise foram os tempos de irradiação de 5, 10 e 20 segundos, e as densidades de potência variando entre 50 e 1000 mW/cm². Os graus de conversão foram obtidos por meio da espectroscopia (FTIR) de pastilhas de KBr associado à resina em teste, de modo que a partir destas medidas espectrofotométricas foram determinadas as porcentagens de duplas ligações carbônicas não reagidas. As leituras de temperatura foram realizadas utilizando-se um termopar acoplado a um multímetro. Ambas as variáveis apresentaram efeito significativo no grau de conversão e aumento de temperatura da resina microhíbrida.

A pesquisa desenvolvida por Costa et al.¹⁸ (2009) objetivou avaliar a influência de diferentes fontes de luz e métodos de fotoativação no grau de conversão e na contração de polimerização da resina composta de nanopartículas Filtek™ Supreme XT (3M/ESPE). Duas unidades fotoativadoras, sendo uma lâmpada halógena e a outra um diodo emissor de luz (LED), e dois diferentes métodos de fotoativação (contínuo e gradual)

Revisão da Literatura

foram investigados. As forças de contração de polimerização foram registradas em uma máquina de ensaios mecânicos, a partir de um período que iniciou juntamente com a fotoativação até dois minutos após a mensuração, tendo sido feitas dez repetições para cada grupo. Para obtenção do grau de conversão, cinco espécimes de cada grupo experimental foram confeccionados, triturados e prensados com brometo de potássio para análise em espectroscópio FTIR. Independentemente da fonte de luz utilizada, observou-se diferenças significantes entre os métodos de fotoativação para o teste de contração de polimerização, sendo que o método contínuo forneceu os maiores valores de contração. Para o grau de conversão, os valores médios variaram de 46,21 ($\pm 3,03$) a 49,35% ($\pm 2,28$) para a lâmpada halógena utilizada pelos métodos contínuo e gradual, respectivamente; enquanto para o LED os valores foram de 52,32 ($\pm 0,67$) a 52,30% ($\pm 1,14$) para os métodos contínuo e gradual, respectivamente. Desta forma, a lâmpada halógena forneceu, com diferença estatística, os menores valores de grau de conversão, independentemente do método de fotoativação empregado. Em conclusão, os autores sugeriram que o grau de conversão foi influenciado pelas unidades fotoativadoras e que o método gradual de fotoativação com a unidade de LED seria suficiente para assegurar adequado grau de conversão e mínima contração de polimerização.

Revisão da Literatura

A elevação de temperatura e o grau de conversão na polimerização de um nanocompósito (Filtek™ Supreme) e de um compósito híbrido convencional (TetricCeram™) foram avaliados por Atai, Motevasselian⁷ (2009). Diferentes aparelhos e modos de fotoativação foram utilizados na cura das resinas: uma unidade à base de lâmpada halógena de alta intensidade em dois diferentes modos (contínuo e rampa), uma unidade à base de lâmpada halógena de baixa intensidade e uma unidade à base de LEDs. O aumento total de temperatura, a reação exotérmica de polimerização e o aumento na temperatura induzido pela irradiação foram determinados por meio da utilização de um termopar e um termômetro digital, e o grau de conversão foi mensurado usando a espectroscopia FTIR. Os resultados revelaram que a resina Filtek™ Supreme apresentou menor aumento de temperatura e grau de conversão em comparação à resina híbrida. Também foi observado que a unidade de LED induziu aumento considerável da temperatura total e de irradiação sem nenhuma melhoria no grau de conversão. O modo de fotoativação em rampa mostrou menor aumento de temperatura e ponto de gel da resina prolongado, sendo, portanto, considerado mais efetivo do que o modo contínuo da lâmpada halógena e que o LED. Os autores colocaram, ainda, que apesar das afirmações de que as unidades de LED exibem menor aumento de temperatura durante a fotopolimerização, o estudo por eles realizado não

Revisão da Literatura

mostrou vantagens destas unidades sobre as convencionais à base de lâmpada halógena.

Saade et al.⁵⁷, em 2010, avaliaram o efeito do pré-aquecimento de uma resina composta polimerizada com diferentes unidades fotoativadoras sobre o grau de conversão da mesma. Corpos-de-prova da resina Tetric Ceram[®] (Ivoclar/Vivadent) foram obtidos a partir da resina pré-aquecida às temperaturas de 37, 54 e 60°C e fotoativada com um aparelho de lâmpada halógena e outro de LEDs por 40 segundos. Os corpos-de-prova foram então triturados, prensados com KBr e analisados em espectroscópio FTIR. O estudo não encontrou evidências de que a unidade fotoativadora e a temperatura influenciaram o grau de conversão da resina analisada.

2.3 Degradação

Söderholm et al.⁶⁷, em 1984, investigaram a solubilidade das partículas de resinas compostas após imersão em água. A análise pela espectrofotometria de absorção atômica foi empregada para evidenciar a solubilidade de quatro resinas compostas, após o armazenamento em água, verificando a concentração de silício, estrôncio e bário que se dissolveu das partículas. Para essa avaliação, foram utilizados os seguintes materiais: P-10 (3M), Profile (S.S. White), Class II (Den-Mat) e Isopast (Vivadent). Os corpos-de-prova foram submetidos à imersão em água a 60°C por 30 dias. Para análise das partículas, utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura, com

Revisão da Literatura

análise de energia dispersiva por raio-X. Os resultados confirmaram que a dissolução do silício das diferentes resinas compostas na água é fortemente dependente da composição da partícula. Indicaram também, que as resinas compostas com quartzo e sílica coloidal são menos solúveis do que as resinas com partículas de estrôncio e/ou vidro de bário. Uma correlação entre infiltração e formação de fendas na matriz pareceu existir para todas as resinas estudadas, com exceção da microparticulada. Essas fendas foram explicadas como sendo um resultado da pressão osmótica criada na interface matriz-carga devido à degradação hidrolítica das partículas de carga.

Söderholm et al.⁶⁶ (1996) propuseram-se a determinar como a seleção da matriz de resina composta e também a composição e silanização das partículas são afetadas pelo armazenamento em saliva artificial e em água destilada. Os autores confeccionaram corpos-de-prova de resinas experimentais e os dividiram em duas partes, conforme o tipo de matriz, Bis-GMA/TEGDMA ou UDMA/TEGDMA. Partículas de sílica ou de vidro de bário foram incorporadas à matriz e submetidas à silanização, seguida por secagem a 60°C por 24 horas. Metade das partículas silanizadas recebeu ainda tratamento a vácuo, por uma hora, a 110°C. Uma parte dos corpos-de-prova foi armazenada em água destilada e a outra em saliva artificial. A cada 30 dias, durante um ano, as soluções de armazenamento eram trocadas. As soluções antigas foram analisadas pelo método ICP-AES de espectroscopia,

Revisão da Literatura

a fim de se verificar a concentração de silício, bário e alumínio. Essa análise revelou que as partículas de bário solubilizaram mais do que as partículas de quartzo. Revelou ainda, que a dissolução das partículas foi significativamente maior em saliva artificial do que em água destilada. Os autores comentaram que a solução de armazenamento, a composição das partículas e o tempo de imersão exerceram fortes efeitos na dissolução. Segundo eles, os resultados obtidos permitiram inferir que a degradação das partículas ocorre mais rapidamente em meio bucal do que em água. Essa dissolução das partículas na saliva artificial reforçou a hipótese de que um mecanismo de alteração de íons ocorre na superfície das resinas compostas.

Considerando que a presença de um componente resinoso nos cimentos de ionômero de vidro modificados por resina resulta em considerável sorção de água, e que este fenômeno pode afetar a dureza superficial dos materiais, Kanchanasita et al.³⁵ (1998) investigaram o efeito da armazenagem a longo prazo em soluções aquosas sobre a dureza de superfície de desses materiais. A micro-dureza de quatro cimentos de ionômero de vidro modificados por resina, armazenados em água destilada ou em saliva artificial, foi mensurada por meio de um microdurômetro Wallace em intervalos de tempo regulares até 360 dias. Houve um aumento substancial na dureza durante o primeiro dia de armazenagem quando os materiais testados foram mantidos em água destilada. Todos eles, com exceção do material liner/base, alcançaram sua dureza máxima dentro de

Revisão da Literatura

sete dias e a mantiveram por até um ano. Os cimentos de ionômero de vidro armazenados em saliva artificial mostraram-se relativamente menos duros e apresentaram diminuição da dureza superficial com o tempo. Os autores concluíram que a reação de endurecimento pós-polimerização superou o efeito plastificante da água quando os materiais foram armazenados em água destilada. Porém, constataram que a alta e progressiva absorção de água dos espécimes imersos em saliva artificial resultaram em diminuição da sua dureza superficial.

Okada et al.⁴⁶, em 2001, investigaram o efeito da saliva usada como solução de armazenamento e a duração do efeito de imersão sobre as durezas superficiais dos materiais Fuji IX_{GP} (cimento de ionômero de vidro), Dyract (resina composta modificada por poliácido), Z-100 (resina composta) e Estio LC (resina composta). Os materiais foram manipulados de acordo com as instruções dos fabricantes e imersos em água destilada ou em saliva parotídea humana. Os valores de dureza Vickers foram determinados após 1, 7, 20 e 40 dias da confecção dos corpos-de-prova. Para análise da composição química de superfície e do perfil de profundidade os métodos de caracterização utilizados foram a espectroscopia fotoelétrica de raio-X (XPS) e a microanálise por sonda eletrônica (MASE), respectivamente. Apenas o cimento de ionômero de vidro teve sua dureza Vickers aumentada com o tempo em ambas as condições de armazenamento (água destilada e saliva). A taxa de aumento foi superior para a armazenagem em saliva do que para a

Revisão da Literatura

água destilada. Após 40 dias de imersão em saliva o valor de dureza do Fuji IX_{GP} aumentou em 39%. Para os materiais Dyract, Estio LC e Z-100, os aumentos de dureza após armazenamento em saliva foram de 22%, 16% e 3%, respectivamente, comparado a um dia de armazenagem em água destilada. Os picos de Ca e P causados pela saliva foram detectados pelas análises XPS e MASE, porém estes picos não existiram na resina composta e na resina composta modificada por poliácido pela análise MASE. Os autores observaram também não haver diferença nos valores de dureza Vickers para a frequência da troca de saliva, seja diária ou semanal. Concluíram, portanto, que para todos os materiais testados, a dureza após o armazenamento em saliva por mais de um dia mostrou maior aumento do que para a água destilada, porém esse aumento continuou além do primeiro dia apenas no caso do cimento de ionômero de vidro.

Também em 2001, Yap et al.⁷⁷ avaliaram os efeitos de diferentes meios químicos sobre a dureza superficial de quatro resinas compostas restauradoras, bem como a relação entre a dureza e a espessura da camada de degradação. Os materiais investigados foram: Silux (3M/ESPE), Z-100 (3M/ESPE), Ariston (Vivadent Schaan) e Surefil (Dentsply-Caulk). Foram confeccionados 36 espécimes para cada resina, os quais, logo após a polimerização, foram armazenados em saliva artificial a 37°C por 24 horas. Os espécimes de cada resina foram então divididos aleatoriamente em seis grupos e submetidos ao teste de microdureza, para então serem

Revisão da Literatura

armazenados nos seguintes meios químicos por uma semana a 37°C: saliva artificial, água destilada, ácido cítrico, ácido láctico, heptano e uma solução de etanol-água (75-25%). Após o condicionamento, os espécimes foram novamente submetidos ao teste de dureza e seccionados. As alterações de dureza foram computadas e a espessura da camada de degradação foi medida por meio de um sistema de análise computacional de imagens. Não foram observadas diferenças nas alterações de dureza entre os diferentes meios químicos para a resina Surefil. A resina Z-100 foi o material mais susceptível ao efeito de amolecimento provocado pela água e apresentou as maiores mudanças nos valores de dureza para todas as combinações material/meio. Os autores concluíram que os efeitos do meio sobre a dureza mostraram-se material-dependente, e que existe uma correlação positiva significativa, porém fraca, entre as mudanças na dureza e a espessura da camada degradada.

Uma revisão com o objetivo de analisar a influência de diferentes pHs do meio de imersão sobre a degradação das propriedades de materiais resinosos, foi elaborada por Prakki et al.⁵⁰, em 2005. A partir da busca e análise de estudos laboratoriais publicados a respeito do assunto, os autores concluíram que meios com pH ligeiramente baixos são os de escolha para melhor mimetizar as condições in vivo, porém o efeito parece ser de ação lenta. Acrescentaram que, caso o propósito seja acelerar a hidrólise do compósito e produzir rápido dano microestrutural para se avaliar a

Revisão da Literatura

performance mecânica in vitro do material, alternativas adequadas seriam o uso de meios altamente alcalinos (pH=13,0) ou com pH muito baixo (pH<2,0).

Mayworm et al.⁴², em 2008, realizaram um estudo com o objetivo de comparar a resistência ao desgaste e a dureza de dois compósitos dentais nanohíbridos, e ainda, avaliar a influência do armazenamento em saliva artificial sobre essas propriedades. O grau de conversão dos materiais também foi obtido. As resinas compostas avaliadas foram: Esthet-X[®] (Dentsply) e Filtek[™] Supreme (3M/ESPE). Os autores observaram que a resina Esthet-X[®] apresentou uma taxa de desgaste duas vezes menor que a Filtek[™] Supreme, e que após a armazenagem em saliva artificial a resistência ao desgaste aumentou para ambos os materiais. Os valores de microdureza Vickers das resinas variaram entre 52 e 64 unidades Vickers, sendo que o compósito Esthet-X[®] apresentou os maiores valores. Após a imersão em saliva houve uma queda na microdureza dos dois materiais testados. Os autores relataram que o armazenamento em saliva artificial aumenta a resistência ao desgaste dos materiais, sugerindo que a matriz resinosa de ambas as resinas sofreu uma cura posterior à inicial devido ao tempo e temperatura de armazenagem, e que a absorção de saliva ocorre apenas na superfície dos compósitos. Acrescentaram ainda, que este efeito foi confirmado pela comparação da dureza Vickers antes e após o tratamento em saliva e pela análise do grau de conversão em FTIR. Desta forma,

Revisão da Literatura

concluíram que a microdureza de superfície dos compósitos diminuiu após a armazenagem em saliva artificial, enquanto a microdureza da massa central aumenta.

A degradação superficial de resinas compostas provocada por medicamentos ácidos e ciclagem de pH foi investigada por Valinoti et al.⁷³ (2008). Foram avaliadas três resinas microhíbridas (TPH, Concept e Opallis) e uma de nanopartículas (Filtek™ Supreme). Após preparados e avaliados em perfilômetro quanto à rugosidade superficial, os espécimes de cada grupo de resina foram submetidos a um regime de ciclagem de pH e imersão em medicamentos ácidos (Claritin® e Dimetapp®) por 12 dias, período após o qual os espécimes foram novamente submetidos à perfilometria. Dois espécimes de cada material foram analisados em microscopia eletrônica de varredura (MEV) antes e após a ciclagem de pH. Aumentos significantes na rugosidade foram observados apenas para a TPH no grupo controle (imerso em água deionizada) e para TPH e Supreme imersas em Claritin®. As análises em MEV mostraram que as quatro resinas compostas sofreram erosão e degradação superficial após serem submetidas às condições experimentais. Pôde ser concluído que, apesar da rugosidade ter sido levemente afetada, a ciclagem de pH e os medicamentos ácidos causaram degradação superficial nas resinas compostas avaliadas. Além disso, os autores acrescentaram que resinas com partículas de carga maiores

Revisão da Literatura

parecem ser mais susceptíveis à degradação quando submetidas aos desafios ácidos.

Guimarães et al.²⁸ (2008) investigaram a interferência do tempo de polimerização na absorção de água por diferentes resinas compostas, considerando que, quando absorvida, a água pode alterar as propriedades mecânicas do material. As resinas multiuso Filtek™ Z-250, compactável Filtek™ P60 e de micropartículas Filtek™ A110 foram utilizadas na confecção de corpos-de-prova, variando os tempos de fotoativação (o indicado pelo fabricante, a metade e o dobro do tempo preconizado). A quantidade de água absorvida pelos corpos-de-prova foi medida pela variação da massa dos mesmos, que foram pesados imediatamente após sua confecção, a cada 24 horas por 10 dias, e após 15 e 30 dias. A resina de micropartículas teve o melhor comportamento perante a mudança no tempo de fotoativação, enquanto que a resina de multiuso foi a que mais absorveu água quando o tempo foi alterado para menos, fato este, que os autores sugeriram ter ocorrido devido ao tipo, à quantidade e à distribuição da carga inorgânica, que provavelmente não permitiu a reflexão da luz por toda espessura do incremento no tempo de 10 segundos. Concluíram, portanto, que o tempo de fotoativação sugerido pelo fabricante deve ser respeitado para assegurar a manutenção das propriedades desses materiais, independentemente do tipo de resina utilizado.

Revisão da Literatura

A sorção de água e solubilidade de três resinas compostas com diferentes conteúdos de carga foram mensuradas por Berger et al.⁹ (2009). Adicionalmente, os autores analisaram em microscopia eletrônica de varredura (MEV) o tamanho, formato, tipo e outras características das partículas inorgânicas dos materiais em estudo. Os compósitos selecionados foram: Filtek™ Supreme – nanoparticulada (3M/ESPE), Esthet-X – miniparticulada (Dentsply/Caulk) e Renamel – microparticulada (Cosmedent Inc.). Após ter sido alcançada massa constante dos espécimes de cada resina, estes foram armazenados em água por sete dias, e a massa de cada um foi mensurada. Após secagem, as massas foram novamente determinadas. Partindo dessas medidas a sorção de água e a solubilidade foram calculadas. As partículas de carga foram observadas em MEV após a remoção da matriz resinosa por solventes orgânicos. Os valores de sorção não foram estatisticamente diferentes entre as resinas, entretanto, os de solubilidade foram mais baixos para a Filtek™ Supreme, ou seja, a resina de nanopartículas apresentou comportamento superior quanto à solubilidade quando comparada às de mini e micropartículas.

O objetivo no estudo desenvolvido por Santos et al.⁵⁹ (2010) foi avaliar a influência de unidades fotoativadoras e meios de imersão na morfologia superficial e química da resina composta de nanopartículas Filtek™ Supreme XT (3M/ESPE), por meio de microanálise (EDX) e microscopia eletrônica de varredura (SEM). Foram utilizadas as unidades fotoativadoras com diferentes

Revisão da Literatura

densidades de potência e modos de aplicação XL 3000 (480 mW/cm²), Jet Lite 4000 Plus (1230 mW/cm²) e Ultralume Led 5 (790 mW/cm²); e os meios de imersão foram saliva artificial, Coca-Cola[®], chá e café, totalizando 12 grupos experimentais. Os espécimes confeccionados foram imersos nas respectivas soluções por cinco minutos, três vezes ao dia, durante 60 dias e armazenados em saliva artificial a 37°C ± 1°C, entre os períodos de imersão. Por meio de análises químicas e topográficas qualitativas, os autores observaram que os grupos imersos em saliva artificial apresentaram uma pequena degradação homogênea da matriz, que promoveu a exposição das partículas de carga, e a deposição de cálcio na superfície do material. Quanto ao café, ocorreu uma degradação química moderada com perda de partículas de carga e deposição de íons. Para o chá, uma degradação superficial ocorreu em áreas específicas com deposição de cálcio, carbono, potássio e fósforo. Para a Coca-Cola[®], uma degradação excessiva da matriz foi observada, bem como perda de partículas com deposição de cálcio, sódio e potássio. Concluíram assim, que as unidades fotoativadoras não influenciam na morfologia superficial do compósito testado, ocorrendo o inverso para as bebidas utilizadas como meio de imersão, sendo a Coca-Cola[®] a que mais afetou a superfície do material.

No estudo realizado por Silva et al.⁶⁴ (2010) foi investigada a cinética de difusão de uma resina composta de nanopartículas (Filtek[™] Z-350) e outra híbrida (Filtek[™] P60) imersas em água destilada, saliva artificial e ácido

Revisão da Literatura

lático. Foram calculadas a sorção e a solubilidade, bem como o coeficiente de difusão. O grau de conversão foi avaliado em espectroscopia FTIR e a ação dos meios de imersão na superfície das resinas foi avaliada em microscopia eletrônica de varredura (MEV). A resina Z-350 imersa em ácido lático apresentou a maior sorção. Quanto à solubilidade, os maiores valores foram observados para a Z-350 imersa em ácido lático, seguida pela P60 também em ácido lático. Os outros grupos não apresentaram diferenças significativas entre si. Os coeficientes de difusão de ambas as resinas imersas em ácido lático e o da Z-350 imersa em saliva artificial foram significativamente maiores. O grau de conversão não foi significativo nos resultados e a análise em MEV mostrou que o efeito do ácido lático sobre as resinas foi mais deletério do que os outros meios de imersão. A partir desses achados, os autores sugeriram que o comportamento das resinas compostas quando imersas em fluidos semelhantes aos presentes no meio oral, como saliva artificial e ácidos produzidos pela placa dental humana, também são cruciais para a compreensão da degradação no ambiente bucal.

2.4 Dureza

Com a proposta de avaliar a microdureza de diferentes resinas compostas de uso direto e indireto, Souza et al.⁶⁹ (2009) confeccionaram, a partir de uma matriz metálica (diâmetro: 5,0mm; espessura: 2,0mm), 70 amostras (n=10) de três resinas de uso direto: Filtek™ Z-250 (3M

Revisão da Literatura

ESPE/EUA), W3D (Wilcos/Brasil) e Esthetic-X (Dentsply/EUA); e quatro de uso indireto: Resilab Master (Wilcos/Brasil), Vita VM LC (Vita Zahnfabrik/Alemanha), Vita Zeta (Vita Zahnfabrik/Alemanha) e Sinfony (3M ESPE/EUA). As amostras das resinas diretas foram confeccionadas utilizando a técnica incremental, onde cada incremento foi fotoativado durante 40 segundos, enquanto as de resinas indiretas foram fotoativadas segundo as recomendações dos fabricantes. Todas as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C durante 24 horas, para então serem realizadas as mensurações de microdureza com carga de 50 kgf por 15 segundos. A partir dos resultados, os autores verificaram que os valores de microdureza das resinas compostas diretas analisadas não diferiram estatisticamente entre si ($p > 0,05$). O mesmo não se pôde estabelecer para as resinas indiretas, já que a Sinfony diferiu da Resilab ($p < 0,05$). Concluíram que apenas a resina composta direta Z-250 apresentou valores de microdureza Vickers superior às demais resinas indiretas.

Em 2009, Rodrigues et al.⁵⁵ realizaram um estudo com o objetivo de avaliar o efeito de três diferentes resinas compostas no processo de polimerização por meio do teste de dureza Vickers (dV). Para isso, os autores prepararam espécimes retangulares (7mm x 4mm x 3mm) utilizando as seguintes resinas: P-60 (3M/ESPE), Herculite XRV (Kerr) e Durafill (Heraeus-Kulzer). Os espécimes foram polimerizados utilizando-se uma unidade de fotoativação à base de LEDs azuis pelos tempos de irradiação de

Revisão da Literatura

20 e 40 segundos. O teste de dV foi executado 24 horas após a fotoativação até a profundidade padronizada de 3mm. Os resultados do experimento mostraram que os valores de dV diminuíram com o aumento da profundidade para as diferentes resinas compostas, de modo que do 1º em relação ao 2º milímetro os valores de dureza diminuíram entre 4 e 60%, e quando a mensuração foi realizada na profundidade de cura de 3mm, a queda nos valores foi maior que 90% em relação ao 1º milímetro. Também foi observado que os valores médios de dV para a Durafill foram menores do que os observados para a P-60 e para a Herculite XRV nos tempos de fotoativação de 20 e 40 segundos. Concluíram, portanto, que o processo de polimerização foi grandemente afetado pela composição das resinas compostas.

O trabalho desenvolvido por Saade et al.⁵⁶ (2009) investigou a influência do pré-aquecimento e de diferentes unidades de fotoativação sobre a dureza Vickers de uma resina composta microhíbrida. Os espécimes de resina foram confeccionados variando-se as temperaturas pré-polimerização (37, 54 e 60°C) e os aparelhos usados na fotoativação, sendo um à base de luz halógena convencional e outro de LEDs azuis. O teste de dureza Vickers foi realizado nas superfícies de topo e base dos espécimes. De acordo com as interações entre fonte de luz e temperaturas de pré-aquecimento da resina composta, apenas a fonte de luz polimerizadora exerceu influência sobre os valores médios iniciais de dureza Vickers. Foi

Revisão da Literatura

apresentada como conclusão do estudo, que o pré-aquecimento da resina não exerceu influência nos valores médios de dureza Vickers, enquanto a unidade fotoativadora à base de LEDs azuis apresentou cura mais homogênea, considerando-se as superfícies de topo e base, do que o aparelho à base de luz halógena.



Proposição

3 Proposição

3.1 Geral

Avaliar a influência da composição de resinas compostas no grau de conversão e degradação hidrolítica.

3.2 Específicas

Avaliar a influência das características das partículas de carga de duas resinas compostas, uma nanoparticulada (Filtek™ Supreme XT) e outra micro-híbrida (Filtek™ Z-250) sobre:

- a. A degradação hidrolítica, por meio do ensaio de dureza Vickers, após imersão em saliva artificial por 24, 48 e 72 horas, 7, 14, 21 e 30 dias e 6 meses;
- b. O grau de conversão, pelo método da espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FT-IR).



Material e Método

4 Material e Método

4.1 Materiais utilizados

Para a realização do presente estudo foram utilizadas duas resinas compostas restauradoras para dentes anteriores e posteriores (S-XT e Z-250), comercialmente disponíveis. Ambos os materiais apresentam o mesmo sistema de matriz orgânica, o qual é constituído por Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA e pequenas quantidades de TEGDMA. As resinas compostas utilizadas no estudo estão especificadas na Tabela 1.

4.2 Aparelho fotoativador utilizado

Foi utilizado aparelho LED Celalux[®] (Voco, Alemanha) com intensidade de luz de 776 mW/cm², potência de 290 mW e ponta ativa com 8 mm de diâmetro (Figura 1). A potência óptica desse aparelho foi medida utilizando potenciômetro (Fieldsmaster, Coherent Commercial Products Division, model number FM, set nº WX65, part number 33-0506 made in USA) e a irradiância foi calculada por meio da seguinte fórmula:

Tabela 1- Resinas compostas.

NOME COMERCIAL	SIGLA	FABRICANTE	COR	TIPO	MATRIZ ORGÂNICA	CARGA INORGÂNICA	VOLUME DE CARGA	LOTE
Filtek™ Supreme XT	S-XT	3M ESPE (St. Paul, MN, USA).	A2E	Resina composta universal nanoparticulada	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA	Combinação de aglomerados de partículas de zircônia/silica agregadas, com tamanho médio de 0,6 a 1,4 microns e tamanho das partículas primárias de 5 a 20 nm, e partículas de sílica não agregadas com tamanho de 20 nm.	59,5%	6BW
Filtek™ Z-250	Z-250	3M ESPE (St. Paul, MN, USA).	A2	Resina composta universal microhíbrida	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA	Partículas de zircônia/silica com tamanhos variáveis entre 0,01e 3,5 µm (tamanho médio: 0,6 µm)	60%	8FF

$$I = P/A$$

Onde P= potência mW (milliwatts); A= área da ponta de luz em cm²
(centímetro quadrado).



FIGURA 1- Aparelho LED utilizado na fotoativação dos espécimes (Celalux[®], Voco, Alemanha).

4.3 Confeção dos espécimes

Os espécimes foram confeccionados a partir de uma matriz (Figura 2) de aço inox com orifício central (4 mm de diâmetro x 2 mm de espessura - ISO 4049) posicionada em uma placa de vidro lisa de 10 mm de espessura, sendo fixada a ela uma tira de poliéster para promover a lisura da superfície de base dos espécimes. As resinas compostas foram levadas à matriz com o auxílio de uma espátula de inserção nº1 em único incremento.

Material e Método

Após a inserção dos materiais, foi posicionada outra tira de poliéster na superfície dos mesmos, sobre a qual foi posicionada uma lâmina de vidro de 0,5 mm de espessura, e um peso de 1 kg em cima com um orifício central. O conjunto tira de poliéster/lâmina de vidro/peso foi utilizado para melhor compactar e escoar os materiais, além de padronizar a lisura de superfície dos espécimes. A ponta do aparelho fotoativador foi posicionada através do orifício do peso no centro do espécime, em sua face superior (topo) sobre a lâmina de vidro, permanecendo à distância de 0,55 mm do material a ser fotoativado (Figura 3). A proteção das resinas pela lâmina de vidro também teve a função de minimizar o efeito da inibição da polimerização superficial pelo oxigênio³⁵. O aparelho fotoativador foi ativado durante 40s. Após a fotoativação os espécimes estavam prontos para o início dos experimentos (Figura 4).

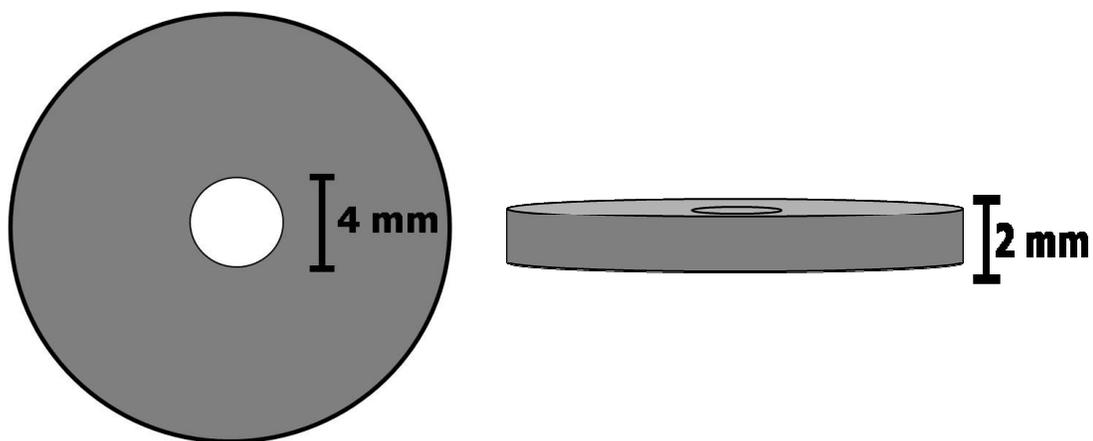


FIGURA 2- Dimensões da matriz metálica usada na confecção dos espécimes.

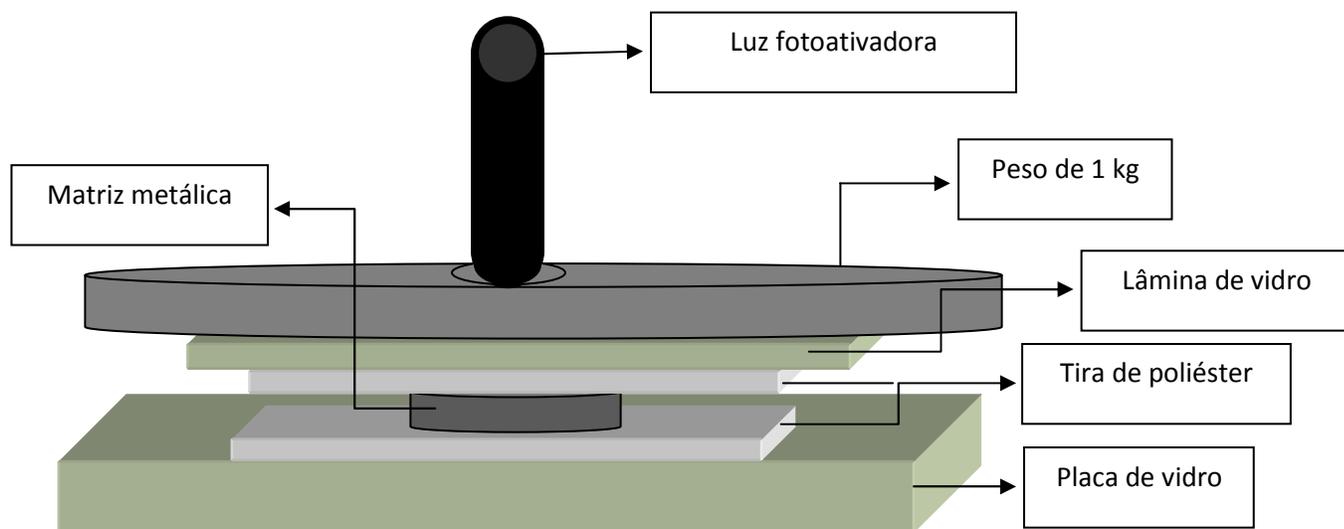


FIGURA 3- Esquema para a confecção dos espécimes.



FIGURA 4- Espécime confeccionado.

4.4 Divisão dos grupos experimentais

Os grupos foram definidos de acordo com os materiais testados. De modo que foram confeccionados 16 espécimes (n=8) para cada um dos testes, totalizando 32 espécimes (Tabela 2).

Tabela 2- Grupos experimentais

Grupo	Material	n
I	Filtek™ Supreme XT	8
II	Filtek™ Z-250	8

4.5 Avaliação da degradação hidrolítica

Com o auxílio de régua milimetrada e uma lâmina de bisturi n. 15 foram traçadas duas retas no topo e na base, dividindo os espécimes em quadrantes (Figura 5). Imediatamente após a polimerização foram acoplados em uma base de aço inox (Figura 6) e encaixados ao durômetro digital MMT-3 (Buehler Lake Bluff, Illinois USA) e submetidos ao teste de dureza Vickers (Figura 7) para avaliação da condição inicial dos espécimes (controle). A

Material e Método

carga selecionada foi de 50gf por 30s²⁰ e oito indentações (duas em cada quadrante) foram realizadas nas superfícies de topo (exposta à fonte de luz) e na base (oposta à fonte de luz) de cada espécime (Figura 8). Após a análise inicial, os espécimes foram imersos em saliva artificial (Saliva Sintética, Magistral Pharma – Tabela 3) e mantidos em estufa a 37°C, para que então fossem realizados ensaios de dureza após 24, 48 e 72 horas, 7, 14, 21 e 30 dias e 6 meses, em imersão. Antes de cada avaliação, os espécimes foram lavados por um minuto em água corrente e em seguida secos com folhas de filtro de papel absorvente. A saliva artificial foi trocada semanalmente.

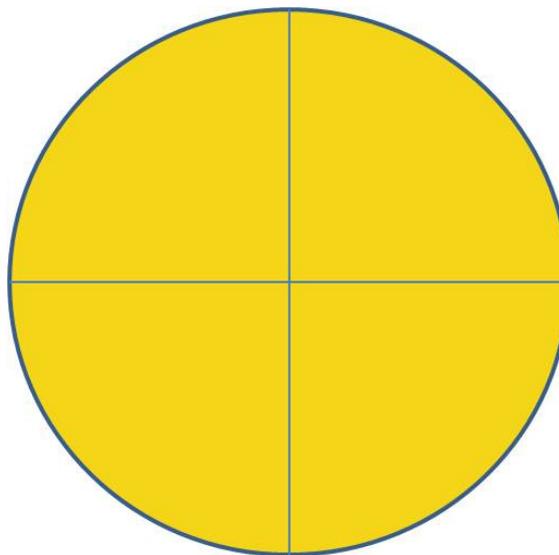
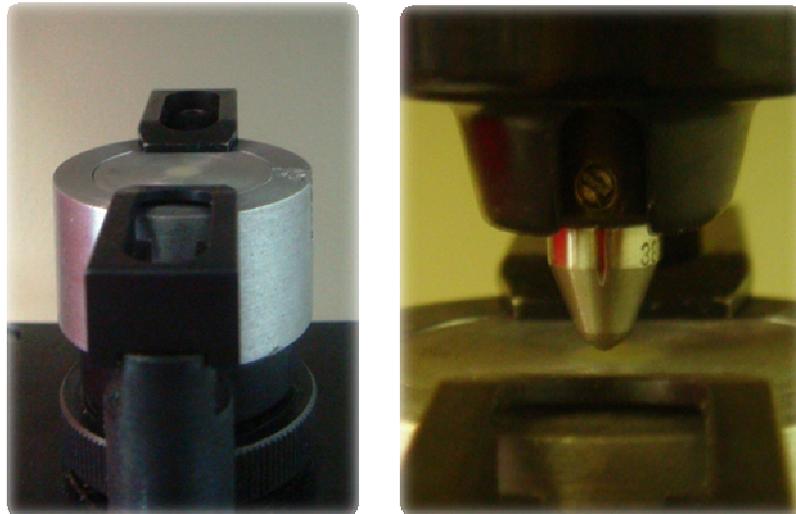


FIGURA 5- Esquema representando a divisão dos espécimes em quatro quadrantes.



FIGURAS 6 e 7- Base de aço inox e espécime posicionado na plataforma de leitura do durômetro digital, evidenciando o momento da indentação.

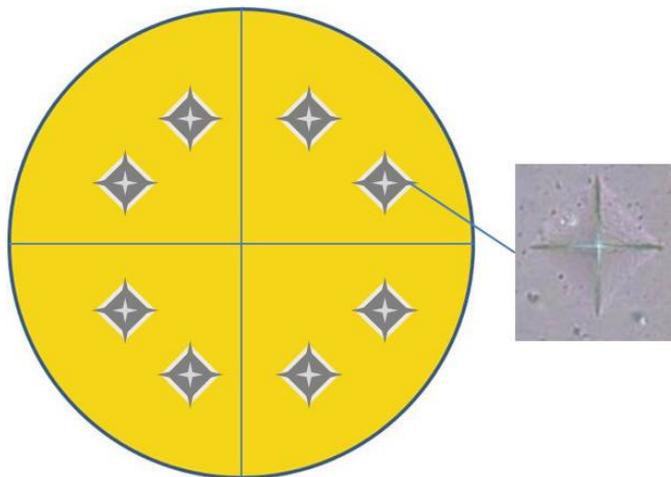


FIGURA 8- Esquema representando a distribuição das indentações no espécime.

Tabela 3- Composição da saliva artificial.

Substância	Concentração
Cloreto de Potássio	6,250g
Cloreto de Sódio	8,650g
Cloreto de Magnésio	0,558g
Cloreto de Cálcio	1,662g
Fosfato de Potássio	8,035g
Fosfato Ácido de Potássio	3,260g
Sorbitol 70%	427,4g
Fluoreto de Sódio	0,043g
Benzoato de Sódio	10,0g
Água Destilada qsp	2000ml

4.6 Avaliação do grau de conversão

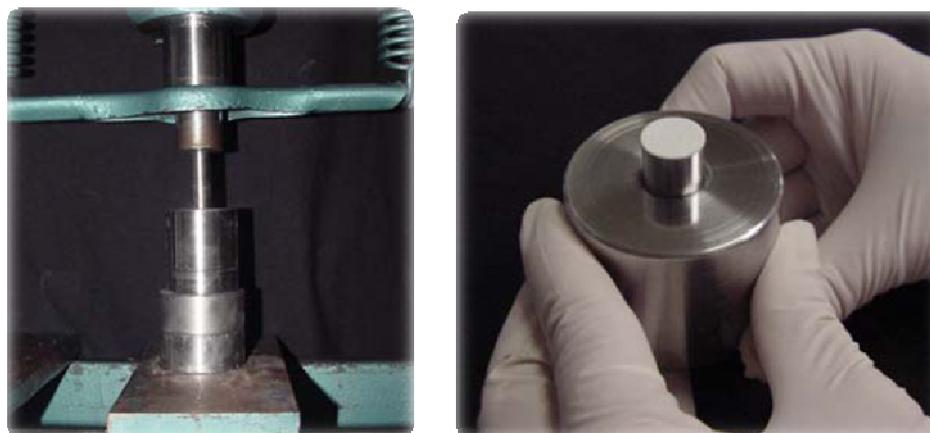
Os espécimes foram armazenados em recipientes ao abrigo da luz devidamente identificados, de acordo com o tipo de resina, em estufa à temperatura de 37°C. Vinte e quatro horas após a confecção dos espécimes, estes foram triturados em grau e pistilo de ágata até a obtenção de um fino pó (Figura 9). Em balança de precisão (Mettler Toledo – número de série: AB 204) foram pesados 5 mg do pó do material resinoso. A quantidade de 5 mg foi misturada à substância translúcida brometo de potássio (KBr - Merk), na

Material e Método

proporção de 100 mg. Após homogeneização, o pó obtido foi colocado em pastilhador metálico (Figura 10), e em seguida levado à prensa (Figura 11) com pressão de 8 toneladas durante 1 minuto para obtenção de uma pastilha (Figura 12) a qual foi avaliada em espectrofotômetro no infravermelho (FT-IR). Foram também confeccionados oito espécimes de cada resina não curada, triturando-se uma pequena porção dos espécimes com 100mg de KBr para posterior avaliação.



FIGURAS 9 e 10- Trituração do espécime em grau e pistilo de ágata e pastilhador metálico.



FIGURAS 11 e 12- Pastilhador metálico levado à prensa e pastilha obtida.

Material e Método

Para a obtenção dos espectros na região do infravermelho, foi empregado um espectrofotômetro FT-IR (Nexus-470, Figura 13) equipado com detector TGS na faixa de $4000 - 300 \text{ cm}^{-1}$, utilizando acessório de refletância difusa operando com 32 scans, resolução de 4 cm^{-1} acoplado a microcomputador servidor. Os espectros foram obtidos pela técnica de transmissão observando-se os picos de absorbância (Figura 14).



FIGURA 13- Espectrofotômetro FT-IR (Nexus-470).

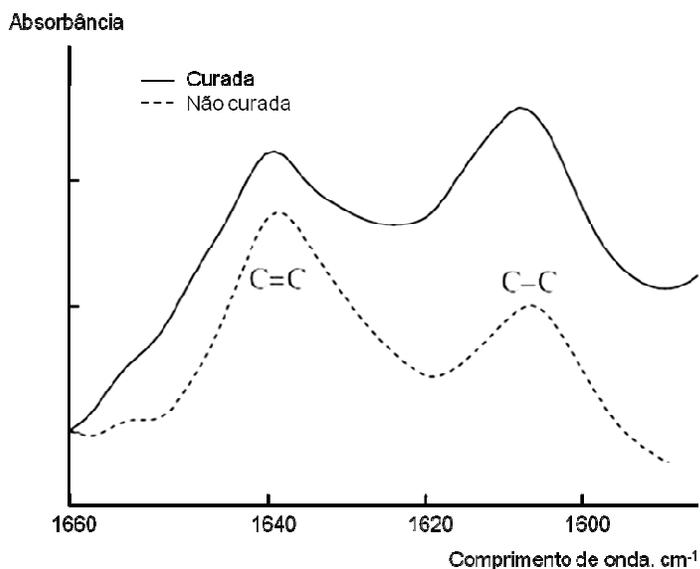


FIGURA 14- Espectro típico de resina composta curada e não curada.

Após a obtenção dos picos de absorvância, o percentual de duplas ligações carbônicas não convertidas (%C=C) foi determinado pela taxa de intensidade de absorção entre ligações C=C em 1.637cm^{-1} e ligações C-C em 1.610cm^{-1} , antes e após a polimerização. O grau de conversão (GC) correspondente foi calculado pela fórmula:

$$GC(\%) = 1 - \frac{\left(\frac{1637\text{cm}^{-1}}{1610\text{cm}^{-1}}\right)_{\text{curada}}}{\left(\frac{1637\text{cm}^{-1}}{1610\text{cm}^{-1}}\right)_{\text{não-curada}}}$$

4.7 Análise dos resultados

A avaliação de dureza Vickers entre os grupos experimentais definidos pelo tipo de resina e tempo de armazenamento em saliva foi realizada por análises de variância de medidas repetidas. As condições de normalidade dos resíduos e de esfericidade para a aplicação desta análise, avaliadas respectivamente pelos testes de Shapiro-Wilk e de Mauchley, foram atendidas pelo menos aproximadamente. Quando necessário, a análise de variância foi complementada pelo teste de comparações múltiplas de Tukey. Essas análises foram aplicadas relativamente à dureza na superfície de topo, dureza na superfície de base e na avaliação da relação entre a dureza da base e do topo.

O teste t de Student para dados independentes foi empregado na comparação das resinas quanto ao grau de conversão. Neste caso, as condições de normalidade dos resíduos e de homogeneidade de variâncias ficaram comprovadas pelos testes de Shapiro-Wilk e Levene, respectivamente. Adotou-se em todos os testes estatísticos o nível de significância de 5% para a tomada de decisão.



Resultado

5 Resultado

5.1 Dureza Vickers

Na Tabela 4 são dadas as médias e desvios padrão de dureza Vickers dos grupos experimentais com 8 espécimes, formados pela combinação de resinas e período de armazenamento em saliva. Quanto às durezas tanto de topo como de base, as análises de variância indicaram diferença significativa entre as médias das duas resinas, seja qual for o período de armazenamento em saliva ($p < 0,001$). Esse resultado fica evidenciado pela Tabela 4, onde os desvios padrão mostram boa precisão e as médias de dureza da resina Z-250 são todas maiores do que as médias da resina S-XT. Essas mesmas análises indicaram interação significativa entre resina e período de armazenamento. Para estudar essas interações, considerando que não há dúvida quanto uma resina ter apresentado dureza maior do que a outra, foram realizadas análises de variância separadas para cada resina. Todas sugeriram diferença significativa entre os períodos, cujas médias de dureza foram comparadas pelo teste de Tukey. O resultado dessas comparações ao nível de 5% é mostrado na Tabela 4, onde letras iguais indicam os períodos em que as médias de dureza não foram significativamente diferentes (Apêndice).

Resultado

Quanto à relação de dureza da superfície de base e de topo (Tabela 5), as médias estão próximas de 1, indicando pouca alteração da dureza em direção à base. A análise de variância indicou somente diferença significativa entre os períodos. O resultado da aplicação do teste de Tukey é mostrado na Tabela 5, sugerindo novamente algumas diferenças significativas (Apêndice).

Tabela 4 – Médias (M) e desvios padrão (DP) de dureza Vickers nas superfícies de topo e base dos corpos de prova das resinas em estudo (períodos com letras iguais não apresentaram diferença significativa quanto à média de dureza)

Superfície	Resina		Armazenamento em saliva (dias)									
			0	1	2	3	7	14	21	30	180	
Topo (T) ⁺	S-XT	M	34,6	33,2	34,4	32,7	34,0	34,5	34,7	34,5	34,6	
		DP	1,1 _c	1,1 _{ab}	1,3 _c	1,2 _a	1,0 _{bc}	1,0 _c	1,1 _c	1,0 _c	1,5 _c	
	Z-250	M	41,8	41,7	40,7	40,7	41,0	40,9	41,7	40,9	41,1	
		DP	0,8 _a	1,0 _a	1,1 _a	0,9 _a	0,8 _a	0,9 _a	0,7 _a	0,9 _a	1,2 _a	
	Base (B) ⁺	S-XT	M	33,7	31,5	33,4	31,1	32,0	32,8	33,5	33,3	33,3
			DP	1,2 _c	1,2 _a	1,5 _c	1,4 _a	1,4 _{ab}	1,3 _{bc}	1,2 _c	1,2 _c	2,0 _c
Z-250		M	41,1	39,8	39,3	38,1	39,2	38,7	40,1	39,7	38,9	
		DP	1,1 _c	1,1 _{bc}	1,2 _{ab}	0,9 _a	1,0 _{ab}	1,2 _{ab}	0,8 _{bc}	1,0 _b	0,9 _{ab}	

+ Média de Z-250 significativamente maior do que de S-XT ($p < 0,001$)

Resultado

Tabela 5 - Médias (M) e desvios padrão (DP) da relação entre dureza da base e do topo (períodos com letras iguais não apresentaram diferença significativa quanto à relação entre a dureza da base e do topo)

Superfície	Resina		Armazenamento em saliva (dias)									
			0	1	2	3	7	14	21	30	180	
B/T ⁺⁺	S-XT	M	0,97	0,95	0,96	0,94	0,95	0,94	0,97	0,97	0,96	
		DP	0,03 _b	0,02 _a	0,02 _{ab}	0,02 _a	0,02 _a	0,02 _a	0,02 _{ab}	0,02 _{ab}	0,03 _{ab}	
	Z-250	M	0,98	0,95	0,96	0,94	0,96	0,95	0,96	0,97	0,95	
		DP	0,03 _b	0,02 _a	0,01 _{ab}	0,02 _a	0,02 _a	0,02 _a	0,01 _{ab}	0,02 _{ab}	0,03 _{ab}	

⁺⁺ Não há diferença significativa entre as resinas quanto à B/T ($p > 0,05$)

O Gráfico da Figura 15 permite uma boa visualização da variação não uniforme inicial sofrida pela resina S-XT, seguida pela estabilização das médias a partir do sétimo dia de avaliação. Já a resina Z-250 (Figura 16), mostrou uma maior estabilidade da dureza superficial no topo ao longo de todo o período experimental, enquanto que sua base apresentou maior variação, com alteração significativa da dureza ao final dos 180 dias quando comparada à dureza inicial.

Resultado

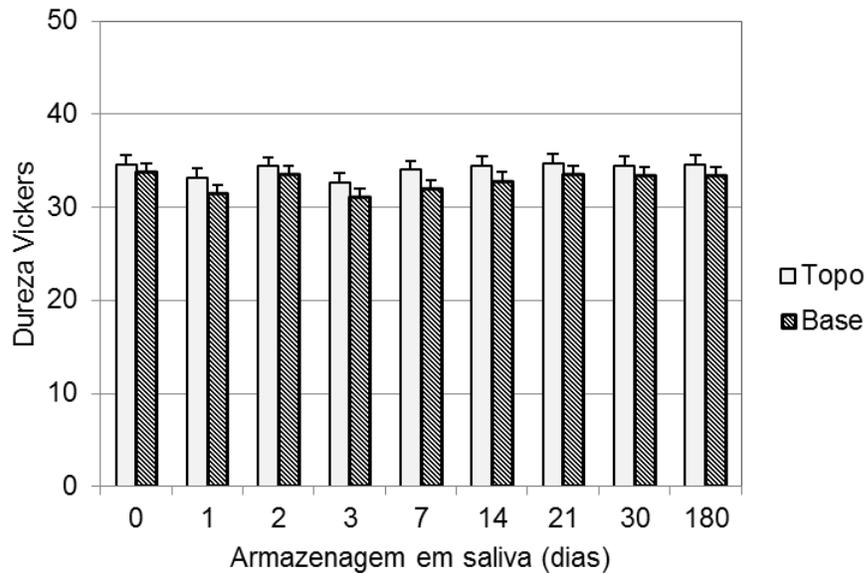


FIGURA 15 – Médias de dureza Vickers da resina S-XT nas superfícies de topo (T) e base (B) ao longo dos períodos de armazenamento em saliva.

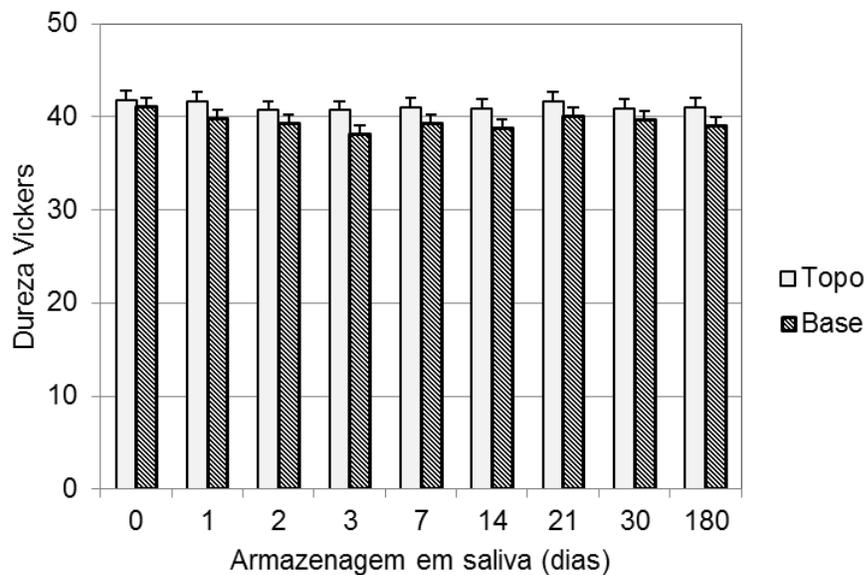


FIGURA 16 – Médias de dureza Vickers da resina Z-250 nas superfícies de topo (T) e base (B) ao longo dos períodos de armazenamento em saliva.

Resultado

5.2 Grau de conversão

Na Tabela 6 são mostradas as médias e desvios padrão dos graus de conversão relativos às resinas Filtek Supreme XT e Filtek Z-250. O teste t de Student não identificou diferença significativa entre as médias de grau de conversão ao nível de significância de 5% ($p= 0,252$).

Tabela 6 – Médias e desvios padrão do grau de conversão alcançado pelas resinas S-XT e Z-250

Resina	Média(%)	Desvio padrão(%)
Filtek Supreme	55,1	2,6
Filtek Z-250	57,1	3,7



Discussão

6 Discussão

Desde a criação das primeiras resinas compostas¹³, muitos esforços têm sido feitos no sentido de melhorar o desempenho clínico desse material restaurador estético. Pesquisas direcionadas a esse propósito têm focado no desenvolvimento da matriz polimérica^{27,48,49,60,75} e nas características das partículas de carga inorgânica, como tipo, tratamento e teor^{9,10,72}. Apesar de ambas as fases da resina, orgânica e inorgânica, serem capazes de influenciar no comportamento do material, a quantidade e características das partículas de carga são os fatores mais importantes relacionados à melhoria das propriedades mecânicas das resinas compostas^{37,57,65,69,72}. Nesse sentido, o estudo de Kim et al.³⁷ mostrou que a resistência à flexão, o módulo flexural, a dureza e a resistência à fratura de resinas foram significativamente influenciadas pela morfologia e teor das partículas de carga.

Atualmente, diversos tipos de resinas compostas estão disponíveis comercialmente para reposição dos tecidos dentários naturais. Dentre elas, os nanocompósitos são os mais recentes em termos de materiais restauradores indicados tanto para dentes anteriores quanto para posteriores. De acordo com o fabricante de um típico nanocompósito

Discussão

disponível no mercado, o produto apresenta propriedades físicas similares às dos compósitos híbridos e microhíbridos¹, o que foi confirmado por trabalhos publicados na literatura pertinente ao assunto^{10,54}. No presente estudo, as resinas Filtek™ Supreme XT (nanoparticulada) e Filtek™ Z-250 (microhíbrida) foram comparadas quanto ao seu grau de conversão e padrão de degradação, de modo que todos os achados acerca das propriedades avaliadas foram discutidos levando-se em consideração apenas a influência das partículas de carga, já que segundo o fabricante (3M/ESPE), as duas resinas possuem a mesma composição no que diz respeito à matriz polimérica.

Na obtenção de melhorias nas propriedades físicas e também na performance clínica das resinas compostas, adequada polimerização ou alto grau de conversão são fundamentais. Assim, polimerização inadequada acarreta propriedades físicas inferiores, solubilidade no meio oral e maior susceptibilidade à microinfiltração, tendo como conseqüências cáries recorrentes e irritação pulpar^{17,23,49,51,52,55,57,65}. O grau de conversão é definido como a porcentagem de ligações C=C alifáticas reagidas dos monômeros dimetacrilato presentes na matriz polimérica da resina, e a extensão desta resposta está diretamente associada ao sucesso clínico das restaurações com ela executada²⁴. Idealmente, os compósitos odontológicos deveriam ter todo o seu monômero convertido em polímero durante a reação

Discussão

de polimerização^{51,62}. Entretanto, os monômeros dimetacrilato usados nos materiais restauradores exibem considerável insaturação residual ao término da reação, sendo a conversão final, sob condições clínicas, tipicamente entre 43 e 75%^{18,22,29,44,62}. Esses valores estão de acordo com os graus de conversão observados neste trabalho, que mostraram média de 55,1% (resina de nanopartículas) e 57,1% (microhíbrida), os quais estão em concordância com os valores obtidos em outros estudos que também usaram a espectroscopia FT-IR para avaliar o grau de conversão de resinas compostas^{18,57,64}.

Dentre os fatores determinantes do grau de conversão das resinas compostas, estão: a composição química do material, o tempo de fotoativação, a densidade de potência e a distância da ponteira da unidade fotoativadora^{7,17,29,44,57}. Neste estudo, as variáveis relacionadas à fotoativação foram padronizadas, para que as possíveis diferenças entre materiais pudessem ser atribuídas apenas às diferenças de composição entre eles. Desta forma, é provável que a matriz polimérica semelhante das duas resinas tenha determinado graus de conversão equivalentes para ambas, sendo a diferença nos valores de dureza entre elas dada devido às características das partículas de carga. Visto que estudos prévios encontraram correlação entre o grau de conversão e algumas propriedades mecânicas^{16,23,24}, este achado foi inesperado, já que nitidamente os graus de

Discussão

conversão similares encontrados para as resinas não acompanham as diferenças de dureza entre elas. Esses achados concordam com os de Silva et al.⁶⁵ (2008).

A profundidade de cura dos espécimes foi indiretamente avaliada pela proporção entre as durezas superficiais iniciais da base e do topo⁵⁶. Nesta pesquisa, a relação topo/base foi semelhante e próxima de 1 para os dois materiais. Este dado indica polimerização homogênea tanto da resina microhíbrida quanto da nanoparticulada nos 2 mm de espessura do espécime. Proporção média entre base e topo de 0,92 foi considerada adequada no estudo de Keogh et al.³⁶ (2004). Neste trabalho, a relação base/topo foi superior a 0,92 para as duas resinas. Resultados similares foram obtidos em estudo anterior que mostrou que os valores médios de dureza Vickers de uma resina composta microhíbrida nas superfícies de topo e base foram muito próximos quando a fotoativação foi realizada com LED⁵⁶. Segundo Fujita et al.²⁵ (2005), se a quantidade de luz que atinge a base da resina composta for alta, a profundidade de cura também será. Desta forma, podemos supor que as resinas testadas nesta pesquisa permitem adequada transmissão da luz até a base de um incremento de 2mm de espessura.

Restaurações de resinas compostas subpolimerizadas, além de demonstrarem propriedades físicas, químicas, biológicas e estéticas pioradas, também são mais susceptíveis à degradação hidrolítica. O

Discussão

fenômeno da degradação hidrolítica acontece principalmente pelo acúmulo de água na interface carga/matriz, sendo que a principal causa de hidrólise de uma resina é a pressão osmótica gerada na ligação silânica⁶⁷, já que a água em contato com as superfícies das partículas de sílica pode romper essas ligações silânicas^{9,63} e a hidrólise induzir ao deslocamento das partículas¹². A água pode participar ativamente na clivagem das ligações poliméricas, como também servir de meio para a ação de enzimas²⁸. Segundo Feilzer et al.²¹, a absorção da água teria efeito benéfico por provocar o relaxamento do estresse gerado pela contração de polimerização, entretanto, outro estudo afirma que esta absorção é insuficiente para provocar expansão linear que compense a contração de polimerização, trazendo mais prejuízos do que benefícios, já que pode comprometer as propriedades mecânicas do material³¹.

A resistência à degradação no ambiente bucal é essencial para a longevidade das restaurações em resina composta⁶³. A saliva é um líquido de composição complexa, que envolve componentes orgânicos e inorgânicos e microorganismos, de modo que os compósitos restauradores dentais devem ser capazes de resistir às alterações que esse meio possa produzir⁴². Neste estudo, foi selecionada a saliva artificial como meio de imersão para avaliação da degradação hidrolítica das resinas a uma temperatura de 37°C, com o propósito de simular o efeito da umidade da cavidade bucal, dos

Discussão

componentes inorgânicos da saliva e da temperatura sobre a dureza dos materiais estudados.

Diversos autores estudaram os efeitos de fluidos como saliva artificial e água destilada sobre as propriedades mecânicas de materiais resinosos^{35,46,66,67}. Söderholm et al.^{66,67} detectaram partículas desprendidas de compósitos armazenados tanto em saliva artificial como em água destilada. Além disso, um estudo que avaliou a microdureza de materiais resinosos ao longo de um ano, demonstrou que o excesso de água atua como plastificante desses materiais³⁵. Esse efeito plastificante, em geral, não foi observado sobre as resinas avaliadas nesta pesquisa, sob imersão em saliva artificial por seis meses. O que contradiz a afirmação de alguns autores^{34,63}, segundo os quais a grande relação área de superfície/volume procedente das partículas de sílica dos compósitos de nanopartículas pode aumentar sua absorção de água, levando à degradação da interface carga/matriz e provável redução em algumas propriedades mecânicas. Corroborando, porém, com os achados de Okada et al.⁴⁶, que avaliaram materiais resinosos imersos em saliva humana por um período de 40 dias, quanto à dureza Vickers.

Santos et al.⁵⁹ (2010) observaram por meio da MEV que espécimes da resina Filtek™ Supreme XT imersos em saliva artificial por 60 dias apresentaram pequena e homogênea degradação da matriz orgânica,

Discussão

levando à exposição das partículas de carga. Nesse mesmo estudo foi observada a deposição de cálcio nas áreas degradadas da matriz na superfície dos espécimes, o que foi atribuído ao contato freqüente dos espécimes com a saliva artificial. O balanço entre esses fenômenos de degradação da matriz e deposição de cálcio pode ter sido responsável pela pequena variação nos valores de dureza ao longo do período experimental adotado neste estudo.

A dureza de um material resinoso é uma propriedade que influencia diretamente sua longevidade clínica. Por definição, é a capacidade de um material resistir à penetração por ponta dura, sendo diretamente proporcional à sua resistência mecânica e resistência ao desgaste^{69,77}. Por estes motivos, utilizamos medidas de dureza Vickers como meio de analisar o comportamento das resinas ao longo do tempo quanto à degradação em saliva artificial, com o intuito de melhor compreender o comportamento clínico de compósitos universais amplamente utilizados em Odontologia.

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 4, ocorreram algumas diferenças estatisticamente significantes ao longo dos 180 dias de avaliação, especialmente para a superfície de base da resina Z-250. Entretanto, é válido ressaltar que essas diferenças podem não ter interpretação prática importante, já que se trata de médias diferindo em cerca

Discussão

de apenas duas unidades Vickers, proporcionalmente pequenas em relação à média.

Como não foram observadas quedas relevantes nos valores de dureza ao longo do tempo, e esta propriedade mecânica possui relação direta com a longevidade dos materiais resinosos^{9,35,46} e inversa à degradação deles, podemos inferir que as resinas compostas Filtek™ Z-250 e Filtek™ Supreme XT apresentaram estabilidade hidrolítica em período de seis meses e apresentaram padrão de comportamento semelhante ao longo do tempo para ambas as superfícies avaliadas (topo e base), respeitando suas durezas iniciais já reconhecidamente distintas. A diferença encontrada nos valores de dureza entre as resinas testadas contradiz a afirmação do fabricante de que os compósitos nanoparticulados apresentam propriedades físicas equivalentes aos híbridos e microhíbridos. Porém, são necessários mais estudos no intuito de avaliar se essas diferenças são importantes clinicamente a ponto de interferir nas demais propriedades mecânicas dos materiais restauradores, bem como compreender os efeitos dos fenômenos hidrolíticos sobre os eles.



Conclusão

7 Conclusão

Com base na proposição e metodologia empregada e de acordo com os resultados obtidos, é lícito afirmar que:

- As características das partículas de carga não determinaram diferenças entre as resinas compostas testadas quanto ao grau de conversão;
- As diferentes matrizes inorgânicas das resinas compostas microhíbrida e nanoparticulada determinaram diferenças nos valores de dureza entre elas, evidenciando superioridade da resina microhíbrida;
- Os materiais testados não mostraram evidência da ocorrência de degradação hidrolítica significativa, no período de seis meses de armazenamento em saliva artificial.



Referências

8 Referências*

1. 3M/ESPE. Filtek™ Supreme XT Universal Restorative System – technical product profile. 2005. Disponível em: http://solutions.3m.com.br/wps/portal/3M/pt_BR/3M-ESPE/dental-professionals/resources/perfis-tecnicos/
2. 3M/ESPE. Filtek™ Z-250 Restaurador Universal para Dentes Anteriores e Posteriores – Perfil Técnico do Produto 2005. Disponível em: http://solutions.3m.com.br/wps/portal/3M/pt_BR/3M-ESPE/dental-professionals/resources/perfis-tecnicos/
3. Amirouche-Korichia A, Mouzalib M, Watts DC. Effects of monomer ratios and highly radiopaque fillers on degree of conversion and shrinkage-strain of dental resin composites. *Dent Mater.* 2009; 25: 1411-8.
4. Anusavice KJ. *Phyllips materiais dentários*. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1998. 10 ed. 412 p.
5. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater.* 1998; 14: 51-6.

* De acordo com o estilo Vancouver. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Referências

6. Asmussen E. Factors affecting the quantity of remaining Double bonds in restorative resin polymers. *Scand J Dent Res.* 1982; 90: 490-6.
7. Atai M, Motevasselian F. Temperature rise and degree of photopolymerization conversion of nanocomposites and conventional dental composites. *Clin Oral Invest.* 2009; 13:309–16.
8. Baratieri LN, Monteiro Jr. S, Vieira LCC, Poletto LTA. Restaurações com resinas compostas. In: Baratieri LN, organizador. *Dentística: procedimentos preventivos e restauradores.* São Paulo: Quintessence; 1993. Cap. 7, p. 201-55.
9. Berger SB, Palialol ARM, Cavalli V, Giannini M. Characterization of water sorption, solubility and filler particles of light-cured composite resins. *Braz Dent J.* 2009; 20: 314-8.
10. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dent Mater.* 2007; 23:51-9.
11. Blank JT. Scientifically based rationale and protocol for use of modern indirect resin inlays and onlays. *J Esthet Dent.* 2000; 12: 195-208.
12. Bowen RL, Reed LE. Semiporous reinforcing fillers for composite resins: I. Preparation of provisional glass formulations. *J Dent Res.* 1976; 55: 738-47.
13. Bowen RL. Properties of silica reinforced polymer of dental restorations. *J Am Dent Assoc.* 1963; 1: 57-64.

Referências

14. Carmichael AJ, Gibson JJ, Walls AW. Allergic contact dermatitis to bisphenol-A-glycidyl dimethacrylate (Bis-GMA) dental resin associated with sensitivity to epoxy resin. *Br Dent J.* 1997; 183: 297-8.
15. Chung K, Greener EH. Degree of conversion of seven visible light-cured posterior composites. *J Oral Rehabil.* 1988;15:555-60.
16. Chung KH, Greener HE. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. *J Oral Rehabil.* 1990;17: 487-94.
17. Conti C, Giorgini E, Landi L, Putignano A, Giorgio Tosi. Spectroscopic and mechanical properties of dental resin composites cured with different light sources. *J Mol Struct.* 2005; 744-7: 641-6.
18. Costa SXS, Martins LM, Francisconi PAS, Bagnato VS, Saad JRC, Rastellia ANS, et al. Influence of different light sources and photo-activation methods on degree of conversion and polymerization shrinkage of a nanocomposite resin. *Laser Phys.* 2009; 19: 2210-8.
19. Council on Dental Materials, Instruments, and Equipment. Visible light-cured composites and activating units. *J Am Dent Assoc.* 1985; 110: 100-3.
20. Elias CN, Lopes HP. *Materiais dentários: ensaios mecânicos.* São Paulo: Santos; 2007. 180 p.

Referências

21. Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. J Dent Res. 1990; 69: 36-9.
22. Ferracane JL, Greener EH. Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins - methods comparison. J Dent Res. 1984; 8: 1093-5.
23. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. J Biomed Mater Res. 1986; 20:121-31.
24. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. Dent Mater. 1985;1: 11-4.
25. Fujita K, Nishiyama N, Nemoto K, Okada T, Ikemi T. Effect of base monomer's refractive index on curing depth and polymerization conversion of photo-cured resin composites. Dent Mater J. 2005; 24: 403-8.
26. Genestra M, Souza MR, Almeida RP, Machado T, Flores D, Vasconcelos P, et al. Aspectos bioquímicos e biofísicos da utilização de resinas fotopolimerizáveis. Rev Cons Reg Odontol Pernambuco. 2000; 3: 71-9.

Referências

27. 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: 442-6.
28. Guimarães FBR, Gomes HR, Fonseca RS, Barros LM, Marinho VA, Freitas ABDA. Influence of polymerization time of different composites on water sorption. *Rev odonto ciênc.* 2008; 23: 67-71.
29. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. The effect of filler and silane content on conversion of resin-based composite. *Dent Mater.* 2003; 19: 327-33.
30. Hansel C, Leyhausen G, Mai UE, Geurtsen W. Effects of various resin composite (co) monomers and extracts on two caries-associated microorganisms in vitro. *J Dent Res.* 1998; 77: 60-7.
31. Hirasawa T, Hirano S, Hirabayashi S, Harashima I, Aizawa M. Initial dimension change of composites in dry and wet conditions. *J Dent Res.* 1983; 62: 28-31.
32. Imazato S, McCabe JF, Tarumi H, Ehara A, Ebisu S. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. *Dent Mater.* 2001; 17: 178-83.

Referências

33. Imazato S, Tarumi H, Kobayashi K, Hiraguri H, Oda K, Tsuchitani Y. Relationship between the degree of conversion and internal discoloration of light-activated composite. *Dent Mater J*. 1995; 14: 23-30.
34. Kalachandra S, Wilson TW. Water sorption and mechanical properties of light-cured proprietary composite tooth restorative materials. *Biomaterials*. 1992; 13: 105-9.
35. Kanchanasavita W, Anstice HM, Pearson GJ. Long-term surface microhardness of resin-modified glass ionomers. *J Dent*. 1998; 26: 707-12.
36. Keogh P, Ray NJ, Lynch CD, Burke FM, Hannigan A. Surface microhardness of a resin composite exposed to a "first-generation" LED curing lamp, in vitro. *Eur J Prosthodont Restor Dent*. 2004; 12: 177-80.
37. Kim KH, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent*. 2002; 87: 642-9.
38. Kim S, Jang J. The measurement of degree of conversion for BisGMA/silica composites by FT-IR spectroscopy. *Polym Test*. 1996; 15: 559-71.
39. Lloret PR, Turbino ML, Kawano Y, Aguilera FS, Osorio R, Toledano M. Flexural properties, microleakage, and degree of conversion of a resin polymerized with conventional light and argon laser. *Quintessence Int*. 2008; 39: 581-6.

Referências

40. Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dent Mater.* 2001; 17: 504-11.
41. Mano EB, Mendes LC. *Introdução a polímeros*. 2ª ed. São Paulo: Edgar Blücher; 1999. p.118.
42. Mayworm CD, Camargo Jr. SS, Bastian FL. Influence of artificial saliva on abrasive wear and microhardness of dental composites filled with nanoparticles. *J Dent.* 2008; 36: 703-10.
43. Menegazzo LM. *Estudo do grau de conversão e dureza em compósitos odontológicos fotopolimerizáveis*. [Dissertação de mestrado]. Ilha Solteira: Faculdade de Engenharia da UNESP; 2007.
44. Moraes LGP, Rocha RSF, Menegazzo LM, Araújo EB, Yukimitu K, Moraes JCS. Infrared spectroscopy: a tool for determination of the degree of conversion in dental composites. *J Appl Oral Sci.* 2008; 16: 145-9.
45. Obici AC, Sinhorette MAC, Frollini E, Sobrinho LC, Consani S. Degree of conversion and Knoop hardness of Z250 composite using different photo-activation methods. *Polym Test.* 2005; 24: 814-8.
46. Okada K, Tosaki S, Hirota K, Hume WR. Surface hardness change of restorative filling materials stored in saliva. *Dent Mater.* 2001; 17: 34-9.
47. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997; 105: 97-116.

Referências

48. Pfeifer CS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Braga RR. Photoinitiator content in restorative composites: influence on degree of conversion, reaction kinetics, volumetric shrinkage and polymerization stress. *Am J Dent.* 2009; 22: 206-10.
49. Pfeifer CS, Silva LR, Kawano Y, Braga R. Bis-GMA co-polymerizations: Influence on conversion, flexural properties, fracture toughness and susceptibility to ethanol degradation of experimental composites. *Dent Mater.* 2009; 25: 1136-41.
50. Prakki A, Cilli R, Mondelli RFL, Kalachandra S, Pereira JC. Influence of pH environment on polymer based dental material properties. *J Dent.* 2005; 33: 91–8.
51. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Degree of conversion and temperature increase of a composite resin light cured with an argon laser and blue LED. *Laser Phys.* 2008; 18: 1570-5.
52. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Effect of power densities and irradiation times on the degree of conversion and temperature increase of a microhybrid dental composite resin. *Laser Phys.* 2008; 18:1074-9.
53. Rocha SFR. Estudo de propriedades físico-químicas de resinas odontológicas: grau de conversão, dureza e expansão térmica. [Dissertação de mestrado]. Ilha Solteira: Faculdade de Engenharia da UNESP; 2006.

Referências

54. Rodrigues Junior SA, Zanchi CH, Carvalho RV, Demarco FF. Flexural strength and modulus of elasticity of different types of resin-based composites. *Braz Oral Res.* 2007; 21: 16-21.
55. Rodrigues TP, Rastelli ANS, Andrade MF, Saad JRC. Effect of different dental composite resins on the polymerization process. *Laser Phys.* 2009; 19: 2224–9.
56. Saade EG, Bandeca MC, Rastelli ANS, Bagnato VS, Porto-Neto ST. Influence of pre-heat treatment and different light-curing units on vickers hardness of a microhybrid composite resin. *Laser Phys.* 2009; 19: 1276–81.
57. Saade EG, Bandéca MC, Saade JL, Rossato DM, Rastelli ANS, Bagnato VS, et al. Effect of pre-heating resin composite and light-curing units on monomer conversion. *Laser Phys.* 2010; 20: 285-90.
58. Sadr A, Ghasemi A, Shimada Y, Tagami J. Effects of storage time and temperature on the properties of two self-etching systems. *J Dent.* 2007; 35: 218-25.
59. Santos PA, Garcia PPNS, Oliveira ALBM, Chinelatti MA, Palma-Dibb RG. Chemical and morphological features of dental composite resin: influence of light curing units and immersion media. *Microsc Res Techniq.* 2010; 73:176–81.

Referências

60. Schneider LF, Pfeifer CS, Consani S, Pahl SA, Ferracane JL. Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. *Dent Mater.* 2008; 24:1169-77.
61. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials.* 2003; 24: 655-65.
62. Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dent Mater.* 2000; 16: 292-6.
63. Silva EM, Almeida GS, Poskus LT, Guimarães JGA. Relationship between the degree of conversion, solubility and salivary sorption of a hybrid and a nanofilled resin composite: influence of the light-activation mode. *J Appl Oral Sci.* 2008;16:161-6.
64. Silva EM, Gonçalves L, Guimarães JGA, Poskus LT, Fellows CE. The diffusion kinetics of a nanofilled and a midifilled resin composite immersed in distilled water, artificial saliva, and lactic acid. *Clin Oral Invest.* 2010 Mar 9. [Epub ahead of print]
65. Silva EM, Poskus LT, Guimarães JGA. Influence of light-polymerization modes on the degree of conversion and mechanical properties of resin composites: a comparative analysis between a hybrid and a nanofilled composite. *Oper Dent.* 2008; 33: 287-93.

Referências

66. Söderholm KJ, Mukherjee R, Longmate J. Filler leachability of composites stored in distilled water or artificial saliva. *J Dent Res.* 1996; 75: 1692-9.
67. Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res.* 1984; 63: 1248-54.
68. Souza Júnior MHS, Carvalho RM, Mondelli RFL. *Odontologia estética. Fundamentos e aplicações clínicas - restaurações com resina composta.* Rio de Janeiro: Santos; 2000. 171 p.
69. Souza ROA, Michida SMA, Zogheib LV, Lombardo GHL, Pereira PC, Barca DC, et al. Evaluation of Vickers hardness of direct and indirect composite resins. *Cienc Odontol Bras.* 2009; 12: 23-30.
70. Stansbury JW, Dickens SH. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. *Dent Mater.* 2001; 17: 71-9.
71. Tezvergil-Mutluay A, Lassila LVJ, Vallittu PK. Degree of conversion of dual-cure luting resins light-polymerized through various materials. *Acta Odontol Scand.* 2007; 65: 201-5.
72. Turssi CP, Ferracane JL, Vogel K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. *Biomaterials.* 2005; 26: 4932-7.

Referências

73. Valinoti AC, Neves BG, Silva EM, Maia LC. Surface degradation of composite resins by acidic medicines and ph-cycling. *J Appl Oral Sci.* 2008; 16:257-65.
74. Vargas MA, Cobb DS, Schmit JL. Polymerization of composite resins: argon laser vs conventional light. *Oper Dent.* 1998; 23: 87-93.
75. Vasudeva G. Monomer systems for dental composites and their future: a review. *J Calif Dent Assoc.* 2009; 37: 389-98.
76. Willems G, Lambrechts P, Braem M, Celis JP, Vanherle G. A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. *Dent Mater.* 1992; 8: 310-9.
77. Yap AUJ, Tan SHL, Wee SSC, Lee CW, Lim ELC, Zeng KY. Chemical degradation of composite restoratives. *J Oral Rehabil.* 2001; 28: 1015-21.



Apêndice

9 Apêndice

Tabela A1 – Sumário da análise de variância de dureza Vickers na superfície de topo

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	p
Resina	1	1783,01	284,10	<0,001
Resíduo (a)	14	6,28		
Período	8	3,09	6,94	<0,001
Período*Resina	8	2,47	5,55	<0,001
Resíduo (b)	112	0,45		

Tabela A1.1 – Valores p do teste de Tukey: períodos com letras iguais não tem médias de dureza de topo significativamente diferentes ($p < 0,05$) em relação à resina S-XT

Período	Período de armazenamento (dias)								
	0	1	2	3	7	14	21	30	180
0		<0,001	1,000	<0,001	0,569	1,000	1,000	1,000	1,000
1	<0,001		0,001	0,762	0,091	0,001	<0,001	0,001	<0,001
2	1,000	0,001		0,000	0,876	1,000	0,987	1,000	0,999
3	<0,001	0,762	<0,001		0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
7	0,569	0,091	0,876	0,001		0,832	0,295	0,773	0,457
14	1,000	0,001	1,000	<0,001	0,832		0,993	1,000	1,000
21	1,000	<0,001	0,987	<0,001	0,295	0,993		0,997	1,000
30	1,000	0,001	1,000	<0,001	0,773	1,000	0,997		1,000
180	1,000	<0,001	0,999	<0,001	0,457	1,000	1,000	1,000	
	c	ab	c	a	bc	c	c	c	c

Apêndice

Tabela A1.2 – Valores p do teste de Tukey: períodos com letras iguais não tem médias de dureza de topo significativamente diferentes ($p < 0,05$) em relação à resina Z-250

Período	Período de armazenamento (dias)								
	0	1	2	3	7	14	21	30	180
0		1,000	0,136	0,155	0,586	0,391	1,000	0,374	0,622
1	1,000		0,172	0,195	0,660	0,460	1,000	0,442	0,694
2	0,136	0,172		1,000	0,994	1,000	0,202	1,000	0,991
3	0,155	0,195	1,000		0,996	1,000	0,228	1,000	0,994
7	0,586	0,660	0,994	0,996		1,000	0,710	1,000	1,000
14	0,391	0,460	1,000	1,000	1,000		0,512	1,000	1,000
21	1,000	1,000	0,202	0,228	0,710	0,512		0,494	0,743
30	0,374	0,442	1,000	1,000	1,000	1,000	0,494		1,000
180	0,622	0,694	0,991	0,994	1,000	1,000	0,743	1,000	
	a	a	a	a	a	a	a	a	a

Tabela A2 – Sumário da análise de variância de dureza Vickers na superfície de base

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	p
Resina	1	1616,53	194,90	<0,001
Resíduo (a)	14	8,29		
Período	8	10,58	16,45	<0,001
Período*Resina	8	3,13	4,87	<0,001
Resíduo (b)	112	0,64		

Apêndice

Tabela A2.1 – Valores p do teste de Tukey: períodos com letras iguais não tem médias de dureza de base significativamente diferentes ($p < 0,05$) em relação à resina S-XT

Período	Período de armazenamento (dias)								
	0	1	2	3	7	14	21	30	180
0		<0,001	0,995	0,000	0,001	0,225	1,000	0,982	0,979
1	<0,001		<0,001	0,982	0,900	0,025	<0,001	<0,001	<0,001
2	0,995	<0,001		0,000	0,009	0,722	1,000	1,000	1,000
3	<0,001	0,982	<0,001		0,302	0,001	<0,001	<0,001	<0,001
7	0,001	0,900	0,009	0,302		0,485	0,005	0,016	0,017
14	0,225	0,025	0,722	0,001	0,485		0,572	0,832	0,844
21	1,000	<0,001	1,000	<0,001	0,005	0,572		1,000	1,000
30	0,982	<0,001	1,000	<0,001	0,016	0,832	1,000		1,000
180	0,979	<0,001	1,000	<0,001	0,017	0,844	1,000	1,000	
	c	a	c	a	ab	bc	c	c	c

Tabela A2.2 – Valores p do teste de Tukey: períodos com letras iguais não tem médias de dureza de base significativamente diferentes ($p < 0,05$) em relação à resina Z-250

Período	Período de armazenamento (dias)								
	0	1	2	3	7	14	21	30	180
0		0,066	0,002	<0,001	0,001	<0,001	0,268	0,029	<0,001
1	0,066		0,938	0,007	0,911	0,220	0,999	1,000	0,554
2	0,002	0,938		0,191	1,000	0,923	0,613	0,990	0,998
3	<0,001	0,007	0,191		0,227	0,917	0,001	0,019	0,607
7	0,001	0,911	1,000	0,227		0,947	0,555	0,982	0,999
14	<0,001	0,220	0,923	0,917	0,947		0,051	0,387	1,000
21	0,268	0,999	0,613	0,001	0,555	0,051		0,988	0,195
30	0,029	1,000	0,990	0,019	0,982	0,387	0,988		0,760
180	<0,001	0,554	0,998	0,607	0,999	1,000	0,195	0,760	
	c	bc	ab	a	ab	ab	bc	b	ab

Apêndice

Tabela A3 – Sumário da análise de variância da relação entre dureza de topo e de base

Efeito	Graus de liberdade	Média quadrática	F	p
Resina	1	0,00003	0,04	0,852
Resíduo (a)	14	0,00088		
Período	8	0,00238	4,29	<0,001
Período*Resina	8	0,00040	0,73	0,666
Resíduo (b)	112	0,00055		

Tabela A3.1 – Valores p do teste de Tukey: períodos com letras iguais não tem médias da relação entre dureza da base e do topo significativamente diferentes ($p < 0,05$)

Período	Período de armazenamento (dias)									
	0	1	2	3	7	14	21	30	180	
0		0,018	0,839	0,001	0,005	0,006	0,516	0,880	0,095	
1	0,018		0,564	0,990	1,000	1,000	0,871	0,501	1,000	
2	0,839	0,564		0,095	0,311	0,342	1,000	1,000	0,899	
3	0,001	0,990	0,095		1,000	1,000	0,292	0,075	0,840	
7	0,005	1,000	0,311	1,000		1,000	0,645	0,262	0,987	
14	0,006	1,000	0,342	1,000	1,000		0,682	0,291	0,991	
21	0,516	0,871	1,000	0,292	0,645	0,682		1,000	0,994	
30	0,880	0,501	1,000	0,075	0,262	0,291	1,000		0,861	
180	0,095	1,000	0,899	0,840	0,987	0,991	0,994	0,861		
	b	a	ab	a	a	a	ab	ab	ab	

Autorizo a reprodução deste trabalho.
(Direitos de publicação reservados ao autor)

Araraquara, 03 de agosto de 2010.

FERNANDA FERREIRA JASSÉ