



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO” FACULDADE DE MEDICINA

Maria Raquel Cury Ramos

Avaliação de contração de polimerização e microdureza de resinas Flow com diferentes métodos de fotoativação

Dissertação apresentada à Faculdade de Medicina, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de Botucatu, para obtenção do título de Mestre em Pesquisa e Desenvolvimento - Biotecnologia Médica.

Orientador: Prof. Dr. Rafael Plana Simões

Coorientador: Dr. Edilmar Marcelino

Botucatu 2024

Maria Raquel Cury Ramos

Avaliação de contração de polimerização e microdureza
de resinas Flow com diferentes métodos de fotoativação

Dissertação apresentada à Faculdade de
Medicina, Universidade Estadual Paulista “Júlio
de Mesquita Filho”, Campus de Botucatu, para
obtenção do título de Mestre em Pesquisa e
Desenvolvimento - Biotecnologia Médica.

Orientador: Prof. Dr. Rafael Plana Simões

Coorientador: Prof. Edilmar Marcelino

Botucatu 2024

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA SEÇÃO TÉC. AQUIS. TRATAMENTO DA INFORM.
DIVISÃO TÉCNICA DE BIBLIOTECA E DOCUMENTAÇÃO - CÂMPUS DE BOTUCATU - UNESP

BIBLIOTECÁRIA RESPONSÁVEL: ROSANGELA APARECIDA LOBO-CRB 8/7500

Ramos, Maria Raquel Cury.

Avaliação de contração de polimerização e microdureza de resinas Flow com diferentes métodos de fotoativação / Maria Raquel Cury Ramos. - Botucatu, 2024

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Medicina, Botucatu

Orientador: Rafael Plana Simões

Coorientador: Edilmar Marcelino

Capes: 90300009

1. Polimerização. 2. Cura luminosa de adesivos dentários.
3. Testes de dureza. 4. Resinas.

Palavras-chave: Contração de polimerização; Fotoativação; Microdureza; Resina FLOW.



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Botucatu



ATA DA DEFESA PÚBLICA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE MARIA RAQUEL CURY RAMOS, DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM PESQUISA E DESENVOLVIMENTO (BIOTECNOLOGIA MÉDICA), DA FACULDADE DE MEDICINA - CÂMPUS DE BOTUCATU.

Aos 19 dias do mês de julho do ano de 2024, às 14:00 horas, no(a) Anfiteatro A (Sala 1) da FCA/Botucatu - Unesp, realizou-se a defesa de DISSERTAÇÃO DE MESTRADO de MARIA RAQUEL CURY RAMOS, intitulada **Avaliação de Contração de Polimerização e Microdureza de Resinas Flow com Diferentes Métodos de Fotoativação**. A Comissão Examinadora foi constituída pelos seguintes membros: Prof. Dr. RAFAEL PLANA SIMÕES (Orientador(a) - Participação Presencial) do(a) Depto. de Bioprocessos e Biotecnologia / FCA/Botucatu - Unesp, Profa. Dra. MARIA CECÍLIA VERONEZI (Participação Presencial) do(a) Instituto Odontológico Cecilia Veronezi, Prof. Dr. GASTÃO MOURA NETO (Participação Presencial) do(a) Faculdade Galileu - Botucatu/SP. Após a exposição pela mestranda e arguição pelos membros da Comissão Examinadora que participaram do ato, de forma presencial e/ou virtual, a discente recebeu o conceito final: APROVADA. Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelo(a) Presidente(a) da Comissão Examinadora.

Prof. Dr. RAFAEL PLANA SIMÕES

Dedico esse trabalho

*Às minhas grandes paixões, meus filhos **GIOVANNI, LUCAS e LUIZA.***

*À minha família nas pessoas de meus pais, **JORGETTE e RAMOS.***

Às Matriarcas e Mulheres da minha Família, onde o sangue que corre em nossas veias, não nos deixa desistir e sim seguir em frente.

À Odontologia, profissão que exercí com muita dedicação e carinho, principalmente a Odontopediatria, especialidade que atuei por 35 anos me mostrando o poder do amor e do respeito.

Ao Ser de luz, que tive o privilégio de conviver e aprender muito mais que intelectualmente uma lição de vida, amor, respeito e carinho,

*Meu Tio **CHARBEL GABRIEL CURY.***

Meus sinceros agradecimentos

A Deus, que incessantemente esteve presente na minha jornada, nas minhas decisões, conquistas, amparando e fortalecendo nos fracassos.

A luz dos meus olhos, meus filhos Giovanni, Lucas e Luiza, pelos quais jamais desisti de seguir me reinventando, sempre com eles e por eles. Pelo apoio, paciência e participação a cada vitória desse mestrado.

À grande família, representada pelos meus irmãos Angela, Fernando, Cristina e Eduardo, na qual tive o privilégio de nascer e crescer ao lado de pessoas que amam, amparam, respeitam incondicionalmente. Onde os valores, solidariedade, crescimento pessoal sempre foram prioridades.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Rafael Plana Simões, que além de me apresentar o mundo da pesquisa e abrir janelas nunca antes vistas por mim, proporcionou-me conviver com uma pessoa de alma nobre, cheia de conhecimento e humildade. Quando me aceitou como aluna, mal sabia o bem e o resgate que estava realizando em mim como profissional e como pessoa.

Ao meu coorientador, Prof. Dr. Edimar Marcelino, que prontamente abraçou o projeto e se mostrou disponível a todas as necessidades para concluí-lo.

A Prof.^a Dr.^a Simone Cecilio H. Regalo, que prontamente abriu as portas da sua sala na Faculdade de Odontologia – USP Ribeirão, e se propôs a me auxiliar, esclarecer dúvidas, dividindo seu valioso tempo e conhecimento sem poupar dedicação, profissionalismo, paciência e muito empenho para que tudo finalizasse da melhor forma.

Ao Guilherme dos Santos Sousa, que prontamente idealizou os protótipos para a impressora confeccionar os corpos de prova para os testes.

Ao Ivan Moroz, que pacientemente manuseou a máquina de ensaios universal, fazendo adaptações para que tudo saísse na melhor precisão.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Luis Guilherme Leite Fernandes, que além de me auxiliar nos testes, montar gráficos, com sua paciência mineira e sempre com um sorriso e prontidão, foi essencial para a coleta de dados e finalização do projeto.

À Nicole da Silva Tucci, pela parceria na confecção dos corpos de prova e auxílio nos testes.

Às secretárias Janisse Pena Bispo e Dayane Lopes, que continuamente e prontamente, me socorreram e orientaram nas dificuldades e dúvidas.

À Dona Joana, que foi um Anjo me auxiliando nas formatações e deixando tudo dentro dos padrões.

A todos os professores com os quais fiz as disciplinas, que gentilmente dividiram seus conhecimentos, tempo, e me mostraram o amor ao ensino.

Ao Giovanni Faria Silva, pelo incentivo e apoio ao retorno do aprimoramento acadêmico.

Aos amigos e colegas de profissão, Gastão Moura Neto e Rosana Furquim Moura que despertaram a hipótese de um mestrado, ao me oferecerem ministrar cursos na clínica Perfil, e foi aí que tudo começou.

À Faculdade de Medicina, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de Botucatu, onde realizei as disciplinas e pude agregar conhecimentos valiosos e enriquecedores.

À Faculdade de Ciências Agronômicas, Unesp Campus Botucatu pelo uso de seus equipamentos para a realização dos testes e seus espaços, como a Biblioteca que ofereceu toda a estrutura para estudo e pesquisa.

Ao Departamento de Bioprocessos e Biotecnologia, que de braços abertos recebe várias áreas, como a Odontologia, Física, Química, Engenharia e tantas outras, proporcionando uma miscigenação de idéias e uma convivência harmoniosa e produtiva.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Programa de Pós-graduação em Biotecnologia Médica, pela oportunidade de crescimento na carreira acadêmica.

Aos familiares e amigos, que de alguma maneira me incentivaram a retomar a vida acadêmica me mostrando que nunca é tarde para recomeçar, basta querer e se dedicar.

“A adversidade desperta em nós capacidades que, em circunstâncias favoráveis, teriam ficado adormecidas”.

[Vitor Hugo]

Ramos, MRC. Avaliação de contração de polimerização e microdureza de resinas Flow com diferentes métodos de fotoativação. 2024. Dissertação (Mestrado em Pesquisa e Desenvolvimento - Biotecnologia Médica) - Faculdade de Medicina de Botucatu, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Botucatu, 2024.

As resinas compostas tem sido extensivamente utilizadas em processos de restauração dentária direta. Um dos grandes problemas para uso prático dessas resinas é a contração de polimerização. Esse é um efeito intrínseco a esse tipo de material devido à contração volumétrica ocasionada pela conversão de monômeros em polímeros durante a fotopolimerização. As resinas do tipo FLOW surgem como alternativa para minimizar esse efeito, mas ainda há poucas pesquisas explorando a contração de polimerização para esse tipo de resina. Nesse contexto, este estudo teve como principal objetivo avaliar o processo de fotopolimerização monitorando a tensão de contração de resinas do tipo FLOW e aplicando métodos de polimerização convencional e exponencial. Para isso foi utilizado um equipamento fotopolimerizador com tecnologia LED para tratamento odontológico (patente R1020160078245, INPI, Brasil) desenvolvido pelo grupo de pesquisa da Unesp de Botucatu. Três marcas específicas de resinas FLOW foram avaliadas: Filtek Supreme Flowable 3M (Dental Products, St.Paul, MN, EUA), Tetric N Flow (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) e Opallis (FGM Dental Group, Joinvile/SC), todas cor A3. A tensão de contração foi monitorada durante os 300 segundos iniciais do processo de fotopolimerização para cada marca/modelo de resina e os resultados foram comparados utilizando o teste T. A efetividade da polimerização foi avaliada utilizando o teste de dureza em função da profundidade. Esse teste foi realizado utilizando um microdurômetro *Shore D*, sendo que a dureza foi avaliada na superfície, em 2 mm e em 4 mm de profundidade. Os valores de dureza foram comparados utilizando ANOVA. Os resultados mostram que a tensão de contração para o método exponencial (Filtek = $0,431 \pm 0,021$ MPa, Tetric = $0,168 \pm 0,031$ MPa e Opallis = $0,361 \pm 0,088$ MPa) foi significativamente menor que para o método convencional (Filtek = $0,491 \pm 0,079$ MPa, Tetric = $0,418 \pm 0,117$ MPa e Opallis = $0,648 \pm 0,047$ MPa) para todas as marcas/modelo de resinas (valor-p $\leq 0,05$ do teste T). Já os testes de dureza mostraram que não houve diferença estatística entre os diferentes métodos de fotopolimerização e resinas avaliados (valor-p $> 0,05$ do ANOVA). Essa análise é essencial para o avanço no desenvolvimento de protocolos clínicos mais eficazes e materiais odontológicos aprimorados, contribuindo assim para a qualidade e durabilidade das restaurações dentárias. Os materiais específicos escolhidos para este estudo representam marcas reconhecidas no cenário odontológico, o que confere uma relevância clínica significativa aos resultados obtidos. Ao abordar as características de contração de polimerização e microdureza em função da profundidade de polimerização das resinas FLOW fotoativadas por diferentes métodos, a pesquisa proporciona esclarecimentos valiosos para a prática clínica, destacando a importância da escolha adequada de protocolos de polimerização e materiais na odontologia contemporânea.

Palavras-chave: Fotoativação, contração de polimerização, resina FLOW, microdureza.

Ramos MRC. Evaluation of polymerization shrinkage and microhardness of Flow resins with different photoactivation methods. Dissertation (Master in Pesquisa e Desenvolvimento - Biotecnologia Médica) – Botucatu Medical School, São Paulo State University, Unesp, Botucatu, 2024.

Composite resins have been extensively used in direct dental restoration processes. One of the major practical issues with these resins is polymerization shrinkage. This is an intrinsic effect of this type of material due to volumetric contraction caused by the conversion of monomers into polymers during photopolymerization. Flowable resins emerge as an alternative to minimize this effect, but there is still no research exploring polymerization shrinkage for this type of resin. In this context, the main objective of this study was to evaluate the photopolymerization process by monitoring the contraction stress of flowable resins and applying conventional and exponential polymerization methods. For this purpose, a LED technology photopolymerizer for dental treatment (patent R1020160078245, INPI, Brazil) developed by the research group at Unesp in Botucatu was used. Three specific brands of flowable resins were evaluated: Filtek Supreme Flowable 3M (Dental Products, St. Paul, MN, USA), Tetric N Flow (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein), and Opallis (FGM Dental Group, Joinville/SC), all in A3 color. The shrinkage stress was monitored during the initial 300 seconds of the photopolymerization process for each brand/model of resin and the results were compared using the T-test. The effectiveness of the polymerization was assessed using a hardness test as a function of depth. This test was performed using a Shore D microdurometer, evaluating hardness on the surface, at 2 mm, and at 4 mm depth. Hardness values were compared using ANOVA. The results show that the contraction stress for the exponential method (Filtek = 0.431 ± 0.021 MPa, Tetric = 0.168 ± 0.031 MPa e Opallis = 0.361 ± 0.088 MPa) was significantly lower than for the conventional method (Filtek = 0.491 ± 0.079 MPa, Tetric = 0.418 ± 0.117 MPa e Opallis = 0.648 ± 0.047 MPa) for all resin brands/models ($p\text{-value} \leq 0.05$ from the T-test). On the other hand, the hardness tests showed no statistical difference between the different photopolymerization methods and resins evaluated ($p\text{-value} > 0.05$ from ANOVA). This analysis is essential for advancing the development of more effective clinical protocols and improved dental materials, thereby contributing to the quality and durability of dental restorations. The specific materials chosen for this study represent well-recognized brands in the dental field, which lends significant clinical relevance to the results obtained. By addressing the polymerization shrinkage and microhardness characteristics as a function of the polymerization depth of flowable resins photoactivated by different methods, the research provides valuable insights for clinical practice, highlighting the importance of the appropriate choice of polymerization protocols and materials in contemporary dentistry.

Keywords: Photoactivation, polymerization shrinkage, flow resin, microhardness.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Métodos de fotopolimerização das resinas compostas: A) Convencional; B) Soft-Start; C) Pulse-Delay; D) Exponencial. Adaptado de SOUSA <i>et al</i> , 2021.....	20
Figura 2	Resinas FLOW utilizadas na pesquisa.....	26
Figura 3	Parafuso e matriz para colocação da resina FLOW.....	30
Figura 4	À esquerda, impressora 3D ANYCUBIC. À direita, Lava e Cura ANYCUBIC.....	30
Figura 5	Máquina de ensaios universal Emic DI 3000 (EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda., São José dos Pinhais, PR, Brasil).....	31
Figura 6	Experimento: parafuso, corpo de prova e resina na máquina de ensaios universal Emic DI 3000.....	32
Figura 7	Polimerização da resina FLOW.....	32
Figura 8	Equipamento de fotopolimerização BR1020160078245.....	33
Figura 9	Espectro de emissão luminosa do LZ4-40B208-0000.....	33
Figura 10	Experimento para o monitoramento em tempo real da tensão de contração das resinas FLOW.....	34
Figura 11	Desenho esquemático dos corpos de prova em resina com formato de caixa para monitoramento da dureza em profundidade das resinas FLOW após polimerização com os dois métodos, convencional e exponencial.....	36
Figura 12	Esquema ilustrativo do processo de fotopolimerização para realização do ensaio de dureza em profundidade.....	37
Figura 13	Microdurômetro (Modelo digital Shore D Durometer).....	37
Figura 14	Tensão de contração ao longo do tempo comparando o uso das seguintes técnicas de fotoativação: convencional x exponencial para a resina FLOW Filtek.....	39
Figura 15	Tensão de contração ao longo do tempo comparando o uso das seguintes técnicas de fotoativação: convencional x exponencial para a resina FLOW Tetric.....	40
Figura 16	Tensão de contração ao longo do tempo comparando o uso das seguintes técnicas de fotoativação: convencional x exponencial para a resina FLOW Opallis.....	40
Figura 17	Microdureza em profundidade, comparando os resultados obtidos com o método de fotoativação convencional e exponencial para os três modelos de resinas FLOW utilizados.....	43

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	Produtos comerciais, fabricantes e lotes das resinas FLOW.....	27
Tabela 2	Composição dos materiais, tanto da matriz orgânica quanto da porção inorgânica, das resinas FLOW.....	27
Tabela 3	Parâmetros utilizados para comparação do método de fotoativação exponencial e convencional para os três modelos de resinas utilizados neste estudo.....	28
Tabela 4	Média e desvio padrão para os 30 maiores valores de tensão de contração.....	41
Tabela 5	Média e desvio padrão da dureza das resinas em função da profundidade (polimerização em profundidade).....	42

1 INTRODUÇÃO.....	15
2 OBJETIVOS.....	24
2.1 Objetivo geral	24
2.2 Objetivos específicos.....	24
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	26
3.1 Resinas compostas do tipo FLOW avaliadas.....	26
3.2 Dfinição dos parâmetros ótimos de fotoativação.....	27
3.3 Avaliação da tensão de contração.....	29
3.4 Teste de dureza em função da profundidade das resinas fotopolimerizadas.....	35
3.5 Análise estatística.....	37
4 RESULTADOS.....	39
4.1 Tensão de contração.....	39
4.2 Polimerização e Microdureza em Profundidade.....	42
5 DISCUSSÃO.....	45
6 CONCLUSÃO.....	50
REFERÊNCIAS.....	52

1 INTRODUÇÃO

Na prática clínica odontológica contemporânea, o Cirurgião Dentista é confrontado com uma crescente demanda por procedimentos que visam a obtenção de um sorriso harmonioso, melhorias na estética dental e facial, bem como otimização do desempenho funcional dos dentes. No contexto dessas intervenções, as resinas compostas emergem como os materiais mais amplamente empregados, despertando o interesse de pesquisas destinadas a aprimorar sua aplicabilidade.

As restaurações diretas utilizando resina composta têm se destacado significativamente, impulsionadas por vantagens como a estética excepcional e o potencial adesivo, evitando assim a remoção do tecido dental sadio para obtenção de uma retenção adequada. Além disso, a resina composta demonstra ser passível de reparos, requer menor tempo clínico tanto para o Cirurgião Dentista quanto para o paciente, e dispensa etapas laboratoriais. As primeiras resinas autopolimerizáveis, na época quimicamente ativadas, surgiram na década de 30, na Alemanha (Oligari, 2015).

O sistema iniciador da polimerização presente na matriz orgânica dos primeiros compósitos era formado pelo peróxido de benzoíla e por uma amina terciária. Estes componentes eram fornecidos no sistema de duas pastas, que ao serem misturadas, iniciavam o processo de polimerização. No entanto, estes compósitos eram fortemente influenciados pela correta proporção dessas pastas, além de possuírem limitado tempo de trabalho (Bowen, 1963; Lee *et al.*, 1976; De Lange *et al.*, 1980; Anusavice, 1998).

Desde essa época, foram observados problemas com a contração de polimerização, instabilidade de cor, infiltração marginal e outros. Esses efeitos adversos foram atenuados por volta de 1960, quando Bowen desenvolveu a resina denominada resina composta, onde, após várias pesquisas juntou-se a resina epóxica com a resina acrílica, obtendo o BISGMA (bisfenol glicidil metacrilato). O éster glicidil do bisfenol A reage com o metacrilato da resina acrílica, originando a resina de Bowen que é parte orgânica unida à matriz através de um agente de união silano, com o objetivo de melhorar as propriedades físicas e mecânicas deste material (Marcelino, 2020).

Com o passar do tempo, muitas melhorias foram alcançadas e os compósitos tiveram suas indicações ampliadas, de modo que passaram a ser utilizados, também, em restaurações de dentes posteriores. A principal melhoria no controle do processo de polimerização se deu pelo surgimento das resinas compostas fotopolimerizáveis, no qual uma fonte de luz ativa o processo de polimerização, onde ocorre a conversão dos monômeros em polímeros, em um procedimento rápido e eficaz (Caldarelli *et al.*, 2011).

A contração de polimerização representa o principal motivo para a reduzida longevidade das restaurações dentárias feitas com resinas compostas. Com o passar do tempo, essa contração resulta em microinfiltrações na área restaurada, particularmente na interface entre o dente e a resina.

O processo de ativação de resinas fotopolimerizáveis na presença de luz requer a incorporação de substâncias em sua composição que absorvam energia em um comprimento de onda específico, desencadeando o processo de polimerização. Essas substâncias, conhecidas como fotoiniciadores, têm na canforoquinona seu principal representante (Caldarelli *et al.*, 2011; Schneider *et*

al., 2012). No entanto, o uso exclusivo da canforoquinona pode resultar em resinas polimerizadas com coloração amarelada, afetando a estética da restauração (Schneider *et al.*, 2012). Para superar esse desafio, são associados outros fotoiniciadores, como o óxido de trimetilbenzol- difenilfosfina (TPO), em conjunto com a canforoquinona (Rueggeberg *et al.*, 2017). O espectro de absorção do TPO está em uma faixa de comprimento de ondas diferente da canforoquinona, o que inviabiliza a total conversão dos monômeros em polímeros. O desenvolvimento de LEDs de terceira geração oferece uma solução para a limitação do espectro de absorção do óxido de trimetilbenzol-difenilfosfina (TPO), possibilitando a irradiação em diferentes comprimentos de onda. Esses LEDs combinam fontes luminosas, como dois diodos azuis (460 nm), um diodo de ondas curtas do azul (445 nm) e um diodo violeta (400 nm) (Rueggeberg *et al.*, 2017). No entanto, a variação na irradiância desses dispositivos, que pode chegar a 1800 mW/cm², não garante necessariamente uma melhor polimerização das resinas (Guimarães *et al.*, 2018).

Dentre as desvantagens da resina, podemos citar a excessiva contração volumétrica composta pela conversão de monômeros em polímeros no processo de fotopolimerização, um polímero ocupa menos volume que os monômeros podendo ocasionar formação de espaços entre o dente e material restaurador, chamadas também de falhas de adesão, gerando sensibilidade pós-operatória, infiltração, redução da longevidade da restauração. Essas microinfiltrações ao longo do tempo podem contribuir para a recidiva da cárie (Celik, Cehreli & Arhun, 2015). Além disso, a temperatura da resina e das regiões próximas em que o material é aplicado aumenta durante o processo de fotoativação (Rastelli, Jacomassi & Bagnato, 2008), processo esse induzido pelos elevados níveis de

irradiância. Essa elevação da temperatura pode afetar negativamente a polpa dentária e os tecidos circundantes (Vinagre *et al.*, 2019). Baroudi, *et al.* pesquisaram o aumento da temperatura pulpar durante a polimerização de compósitos fluidos e não fluidos, utilizando diodo emissor de luz e unidades de fotopolimerização de halogênio, e concluíram que os compósitos FLOW demonstraram aumentos de temperatura maiores que os materiais convencionais (Baroudi, Silikas & Watts, 2009). O calor gerado pelo aparelho fotopolimerizador, o próprio processo da polimerização, induz uma reação exotérmica que tem sido associada à possibilidade de lesão tecidual e pulpar. Estudos indicam que essa reação exotérmica aumenta à medida que a quantidade de carga nas resinas diminui. Portanto, a possibilidade de dano pulpar pelo aumento de temperatura deve ser considerado quando utilizadas as resinas bulk-fill e resinas Flow. Comprovado por outros estudos, o calor gerado pela unidade fotopolimerizadora tem muito mais impacto do que o calor da reação exotérmica da própria resina composta. A potência de energia fornecida pelo fotopolimerizador desempenha o papel mais importante no aumento da temperatura intrapulpar (Al-Qudah *et al.*, 2007; Jakubinek *et al.*, 2008; Choi *et al.*, 2014; Kim *et al.*, 2017).

Embora existam métodos alternativos de fotoativação, como o exponencial proposto por Guimarães *et al.* (2018), até o momento atual, as resinas ainda apresentam limitações em suas aplicações (Ferracane, 1992; Peutzfeldt, 1997).

Portanto, a falta de padronização do processo de fotoativação se caracteriza como uma das principais causas de insucessos no procedimento.

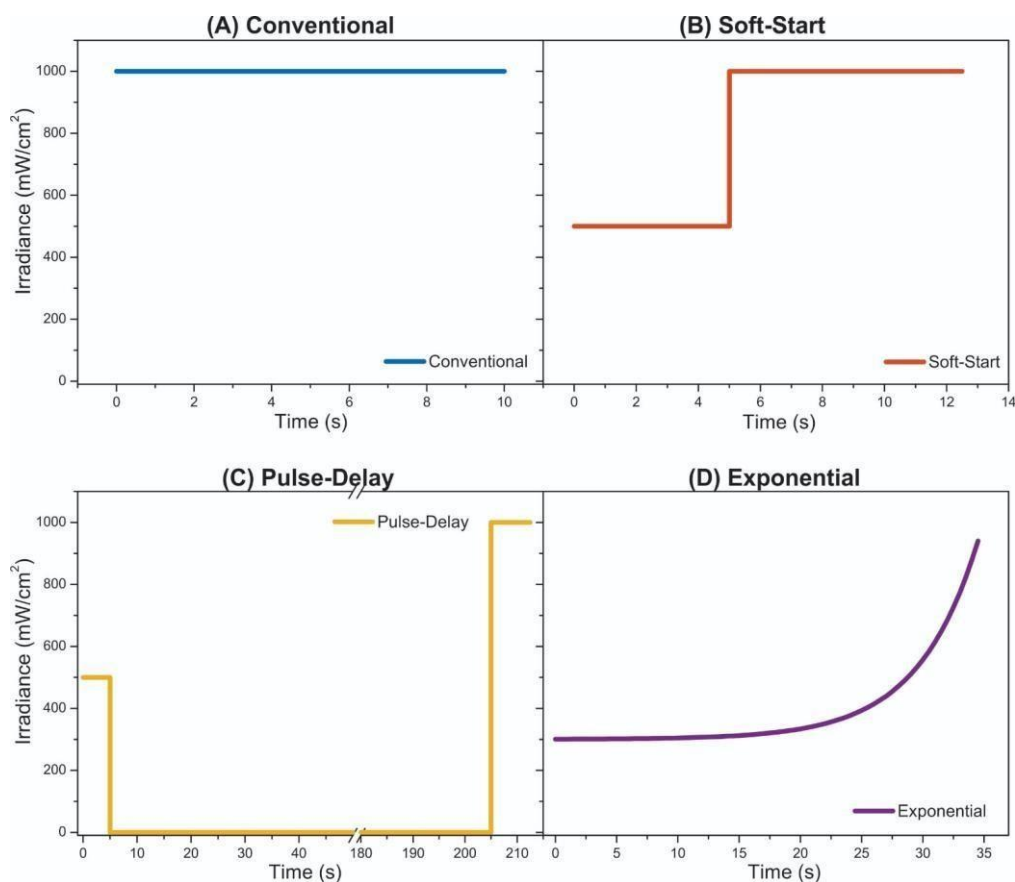
O avanço contínuo em pesquisas odontológicas visa superar esses desafios, promovendo a evolução e otimização das técnicas de aplicação de

resinas compostas na prática clínica. Referências atuais em odontologia, como estudos publicados em periódicos científicos especializados, são fundamentais para embasar e contextualizar as considerações apresentadas.

Existem diferentes métodos de fotoativação das resinas compostas, sendo os mais relevantes o Método Contínuo ou Convencional, no qual a intensidade luminosa é aplicada de forma máxima e constante, resultando em um maior efeito de contração (Tauböck *et al.*, 2014); o Método Soft-Start, que inicia a fotoativação com baixa intensidade luminosa, concluindo com uma intensidade mais elevada, sendo utilizado para reduzir a contração (Ernst *et al.*, 2003; Cunha *et al.*, 2015); o Método Pulse-Delay, onde a ativação inicial ocorre com baixa intensidade luminosa por curto período, seguida de uma pausa prolongada, finalizando com um processo contínuo de alta intensidade luminosa (apesar de reconhecidamente reduzir os efeitos da contração de polimerização, o longo tempo de espera dificulta sua aplicação clínica) e o Método Exponencial, que regula a irradiância do LED ao longo do processo de fotoativação, sendo determinada e modelada por uma função matemática, especificamente um crescimento exponencial de irradiância no domínio do tempo (dos Santos Sousa *et al.*, 2021).

Estes métodos oferecem diferentes abordagens para lidar com os desafios associados à contração de polimerização, e a escolha entre eles depende da situação clínica específica, considerando tanto a eficácia na redução da contração quanto a praticidade na aplicação clínica e dureza em diferentes profundidades das cavidades. Essas considerações são cruciais para promover o sucesso em longo prazo de restaurações com resinas compostas na odontologia moderna (Figura 1).

Figura 1. Métodos de fotopolimerização das resinas compostas: A) Convencional; B) Soft-Start; C) Pulse-Delay; D) Exponencial (Adaptada de dos Santos Sousa *et al.*, 2021)



Desde a introdução das primeiras resinas em 1930, desafios notáveis nesse material têm sido observados, como a contração de polimerização, instabilidade de cor e infiltração marginal, impulsionando pesquisas constantes para superar tais limitações (Marcelino, 2020). O cenário transformou-se em torno de 1960, quando Bowen desenvolveu a resina composta, marcando o início da evolução desse material e a busca incessante por aprimoramentos levou ao desenvolvimento de diversas formulações de resinas compostas ao longo dos anos, por esta razão, uma nova classe de “resinas compostas Fluidas” foi introduzida no final de 1996 (Hervás-García *et al.*, 2006).

Compósitos fluidos à base de resina são compostos convencionais com carga inorgânica reduzida na sua composição, o que causa alteração na

viscosidade desses materiais, tornando-os mais fluidos. A maioria dos fabricantes armazena compostos fluidos em pequenas seringas que permitem dispensar facilmente o produto com agulhas de calibre muito pequeno. Isso os torna ideais para uso em pequenas cavidades que seriam difíceis de preencher de outra forma (Murchison *et al.*, 1999).

Os materiais fluidos de resina composta são ideais para restaurar o que foi denominado “Restaurações de Resina Preventiva” (PRR). A colocação da resina Flow em preparos pequenos tem adaptação efetiva, juntamente a combinação com a técnica incremental convencional em ângulo, buscando a diminuição na força de contração do composto (Baroudi & Rodrigues, 2015).

Diversas pesquisas apontam que mais de 30% de odontopediatras utilizam a combinação fluida e convencional na restauração preventiva Classe I oclusal minimamente invasiva, são os principais materiais para selamento de fósulas e fissuras (Baroudi & Rodrigues, 2015). A disponibilidade em seringa torna prático a distribuição dos compósitos Flow em cavidades pequenas e minimamente invasivas (Shalan, Abou-Auf & Zoghby, 2018). Estudo demonstrou que a técnica de selamento de cárie com um compósito Flow, executada em lesões com cavidade em metade externa de dentina foi eficaz para paralisar a lesão. A remoção parcial da cárie em seguida da restauração não resultou em nenhuma progressão radiográfica e não alterou a ansiedade da criança. Além disso, reduziu o tempo de atendimento e demonstrou a taxa de sucesso clínico (Dias *et al.*, 2018).

Entretanto, ensaios detalhados apontam desafios relacionados às altas contrações de polimerização devido à menor quantidade de partículas de carga inorgânica, resultando em impactos nas propriedades mecânicas do material

(Baroudi & Rodrigues, 2015). Ressalta-se a existência de uma significativa lacuna no corpo de pesquisa relacionada à contração de polimerização, indicações específicas e longevidade das resinas FLOW, assim como a eficácia da polimerização destas resinas sob cada método de fotoativação (exponencial e convencional) e também para determinar a microdureza em função da profundidade.

A escolha das resinas Filtek Supreme Flowable 3M; Tetric N Flow e Opallis foi justamente para fazermos um comparativo entre as resinas importadas e uma nacional, a qual é usada na rede pública e com maior acessibilidade de compra. Também as resinas FLOW foram selecionadas, por serem resinas “jovens”, com ampla aplicabilidade e poucos estudos.

Com a evolução dos materiais dentários, o tratamento conservador tem sido cada vez mais viável e priorizado, oferecendo como maior ganho a preservação do elemento dental; menor tempo de tratamento, baixo custo quando comparados aos cerâmicos e resultados estéticos satisfatórios (Uchôa *et al.*, 2023).

Segundo Terry (2017), ainda é cedo para afirmar como essas resinas fluidas da nova geração se comportam ao longo dos anos. São materiais que estão há pouco tempo no mercado, quando comparados às resinas convencionais, e ainda geram muitas incertezas e inseguranças aos cirurgiões dentistas, sendo raramente escolhidas por eles no momento da seleção dos materiais. Embora seja descrito pela literatura que os materiais fluidos tenham evoluído ao longo dos anos, a falta de dados de pesquisa e ensaios clínicos baseados em evidências sobre biomateriais fluidos requer que os clínicos avaliem as propriedades mecânicas individuais desses materiais para determinar se suas propriedades são iguais ou superiores às daquelas dos materiais já existentes no mercado.

Diante dessa lacuna, o presente projeto propõe uma avaliação aprofundada da tensão de contração de polimerização e da profundidade de dureza das resinas FLOW, explorando distintos processos de fotopolimerização. Este enfoque não apenas visa contribuir para o avanço do conhecimento científico, mas também para o aprimoramento das práticas clínicas associadas a esse tipo específico de material odontológico, com potencial impacto de aplicação na rede pública da resina FLOW nacional (Opallis), de baixo custo, associado ao uso do equipamento fotopolimerizador com tecnologia LED para tratamento odontológico (patente R1020160078245, INPI, Brasil), desenvolvido pelo grupo de pesquisa de Botucatu/Unesp.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

O objetivo deste trabalho é avaliar a tensão de contração de resinas do tipo FLOW durante o processo de fotopolimerização, a partir da utilização de um novo protocolo de irradiância exponencial frente ao método convencional disponível no mercado, utilizando dados de dureza final do material como validação da eficácia da polimerização.

2.2 Objetivos específicos

- Propor um protocolo otimizado de controle de irradiância para minimizar a tensão de contração de polimerização em resinas do tipo FLOW, incorporando esse protocolo ao equipamento fotopolimerizador com tecnologia LED para tratamento odontológico (patente R1020160078245, INPI, Brasil), desenvolvido pelo grupo de pesquisa de Botucatu/Unesp.
- Propor um método de monitoramento da tensão de contração em resinas do tipo FLOW utilizando uma máquina de ensaios universal (método alternativo ao tradicionalmente utilizado para determinação da tensão de contração em resinas compostas convencionais).
- Determinar a tensão de contração de resinas do tipo FLOW (Filtek Supreme Flowable 3M; Tetric N Flow e Opallis), aplicando métodos de polimerização convencional e exponencial, utilizando o equipamento fotopolimerizador com tecnologia LED (Unesp/Botucatu).

- Comparar a eficiência do método de fotoativação, convencional e exponencial em diferentes resinas FLOW (Filtek Supreme Flowable 3M; Tetric N Flow e Opallis) realizando testes de microdureza em superfície, 2 mm e 4 mm de profundidade.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Resinas compostas do tipo FLOW avaliadas

Nessa pesquisa foram avaliadas três marcas de Resinas FLOW (Figura 2): Filtek Supreme Flowable 3M (Dental Products, St.Paul, MN, EUA), Tetric N Flow (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) e Opallis (FGM Dental Group, Joinville/SC). Todas as resinas utilizadas foram de cor A3.

Figura 2. Resinas FLOW utilizadas na pesquisa



A tabela 1 apresenta os produtos comerciais, fabricantes e lotes. A tabela 2 mostra a composição dos materiais, tanto da matriz orgânica quanto da porção inorgânica.

Tabela 1. Produtos comerciais, fabricantes e lotes das resinas FLOW

Resina FLOW	Fabricante	Lote
Filtek Supreme Flowable 3M	Dental Products, St.Paul, MN, EUA	2235300041
Tetric N Flow	Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein	ZO3VVF
Opallis	(FGM Dental Group, Joinvile/SC)	030822

Tabela 2. Composição dos materiais, tanto da matriz orgânica quanto da porção inorgânica, das resinas FLOW

Resina FLOW	Matriz orgânica	Carga inorgânica
Filtek Supreme Flowable 3M	TEGDMA	Cerâmica silanizada tratada, Dimetacrilato substituída, Bisfenol A, diglicidil éter dimetacrilato, Sílica tratada de silano, Fluoreto de itérbio, Polímero policaprolactona reagida, Difeniliodônio Hexafluorofosfato
Tetric N Flow	TEGDMA	Óxido de bário, trifluoreto de itérbio, sílica altamente dispersa e óxidos mistos, pigmentos, catalisadores e estabilizadores
Opallis	TEGDMA, Bis(EMA), Bis(GMA)	72 % micropartículas de bário-alumino silicato e dióxido de silício nanoparticulado

3.2 Definição dos parâmetros ótimos de fotoativação

A função de polimerização para o método exponencial (função ótima para polimerização das resinas visando a minimização da tensão de contração) foi definida de acordo com metodologia prévia desenvolvida pelo grupo de pesquisa (dos Santos Sousa *et al.*, 2021; Guimarães *et al.*, 2018; Affonso *et al.*, 2016), que propõe o uso de uma função exponencial com o padrão apresentado na Equação 1:

$$i_{opt}(t) = a \cdot e^{\frac{t}{b}} + i_0. \quad (1)$$

Na Equação 1 os parâmetros a , b e i_0 podem ser ajustados para atender às recomendações dos fabricantes para o processo de fotoativação. No presente trabalho, os parâmetros foram ajustados para: $a = 0,58309$, $b = 4,928$ e $i_0 = 300$, definidos a partir do padrão da curva de tensão de contração das resinas para o método convencional. A energia total de ativação, $E_{ATIVAÇÃO}$, foi necessária calcular o tempo de fotoativação para método exponencial, sendo essa informação disponibilizada pelos fabricantes na bula de cada marca/modelo de resina (ver Tabela 3). Utilizando essas informações, o tempo t de fotoativação para o método exponencial foi calculado a partir da integral apresentada na Equação 2, na qual a $E_{ATIVAÇÃO}$ é numericamente igual à área abaixo da função de integração. Dessa maneira, o tempo t é a única variável de integração para ajuste do método exponencial às energias de ativação. Os resultados obtidos para a padronização do processo de fotoativação são apresentados na tabela 3, onde a variável i corresponde à irradiância emitida pelo equipamento fotoativador, a qual é constante para o método convencional e variável para o método exponencial.

$$E_{ATIVAÇÃO} = \int_0^t (0,58309 \cdot e^{t/4,928} + 300) dt. \quad (2)$$

Tabela 3. Parâmetros utilizados para comparação do método de fotoativação exponencial e convencional para os três modelos de resinas utilizados neste estudo

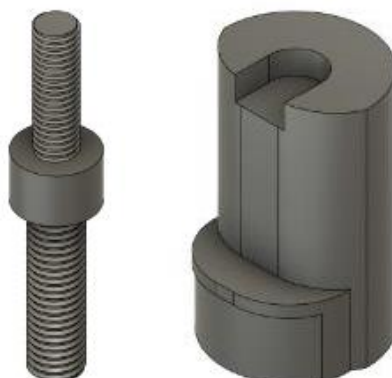
Resina	$E_{ATIVAÇÃO}$ (J)	Convencional	Exponencial
Filtek	10	i : 1000 mW/cm ² Tempo: 10 s	i : definido pela Eq. 1 Tempo: 35 s
Tetric	10	i : 1000 mW/cm ² Tempo: 10 s	i : definido pela Eq. 1 Tempo: 35 s
Opallis	10	i : 1000 mW/cm ² Tempo: 10 s	i : definida pela Eq. 1 Tempo: 35 s

3.3 Avaliação da tensão de contração

O monitoramento da tensão de contração para resinas compostas convencionais já possui protocolos bem estabelecidos e aceitos pela comunidade científica (Soares *et al.* 2017). Contudo, para avaliação da tensão de contração em resinas do tipo FLOW foi necessário uma etapa de desenvolvimento/padronização de protocolo, o qual é detalhado na sequência.

Para o monitorando e avaliação da tensão de contração durante o processo de fotoativação das resinas foram prototipadas e produzidas duas peças: um parafuso e um corpo de prova para colocação da resina FLOW. Essas peças necessitaram ser desenvolvidas porque as resinas do tipo FLOW tem viscosidade diferente das resinas compostas convencionais, e dessa forma, a avaliação da tensão de contração não pode ser feita com o protocolo padrão proposto na literatura da área. O parafuso tem um comprimento total de 82 mm. Ele possui duas roscas, uma inferior com 12 mm e uma superior com 10 mm. Uma das roscas é utilizada para fixar o parafuso na máquina de ensaios universal e a outra para estabilizar a matriz de inserção das resinas. A matriz de inserção da resina tem uma cavidade com volume total de 12 mm³, de forma a tornar os resultados comparáveis com estudos prévios. Ambas as peças são ilustradas na figura 3.

Figura 3. Parafuso e matriz para colocação da resina FLOW



Essas peças (parafuso e matriz) foram impressas em uma impressora 3D de resinas. A resina utilizada para impressão foi a Standard 2.0 Photopolymer Resin - PO8BB083, UV Wavelength 405 nm, Elegoo. Na sequência as peças foram lavadas e curadas, por 10 minutos em cada etapa, utilizando um equipamento de lava e cura (ANYCUBIC, Wash & Cure Plus). Os equipamentos utilizados nesta etapa estão ilustrados na figura 4.

Figura 4. À esquerda, impressora 3D ANYCUBIC. À direita, Lava e Cura ANYCUBIC



O monitoramento da tensão de contração foi conduzido por meio de uma máquina de ensaios universal Emic DI 3000 (EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensaios Ltda., São José dos Pinhais, PR, Brasil), na qual uma base de aço se conectava ao parafuso e este ao corpo de prova confeccionado para a inserção e polimerização da resina (Figura 5). Para o monitoramento da tensão de contração foi utilizada uma célula de carga 5 kgf.

Figura 5. Máquina de ensaios universal Emic DI 3000 (EMIC Equipamentos e Sistemas de Ensaios Ltda., São José dos Pinhais, PR, Brasil)



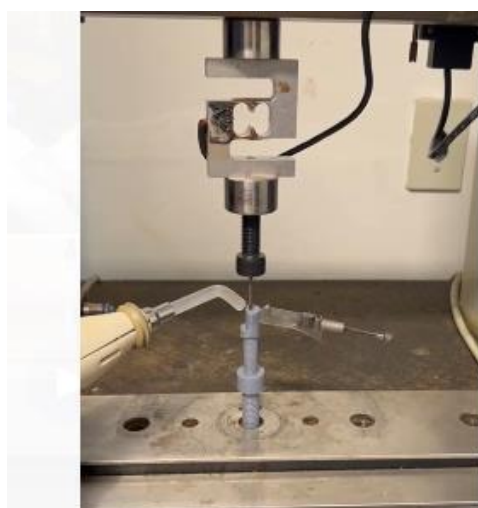
Na figura 6 é possível verificar, em maior aumento e com mais detalhes, a colocação do parafuso e do corpo de prova na máquina de ensaios universal Emic DI 3000.

Figura 6. Experimento: parafuso, corpo de prova e resina na máquina de ensaios universal Emic DI 3000



O LED foi posicionado a 2 mm de distância permitindo a incidência de luz sobre todo o material resinoso durante o processo de fotoativação (Figura 7).

Figura 7. Polimerização da resina FLOW



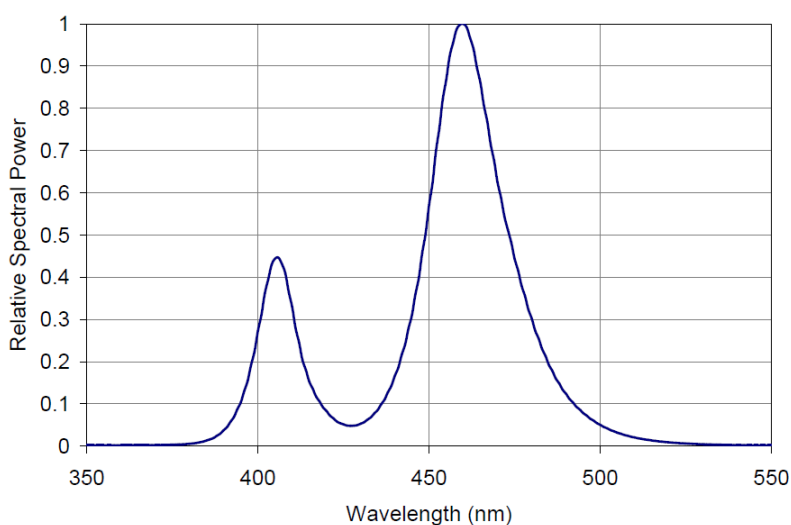
Os processos de fotoativação foram realizados utilizando um equipamento de polimerização desenvolvido pelo grupo de pesquisa de Botucatu/Unesp, sob coordenação do Prof. Dr. Rafael Plana Simões. Esse equipamento possui patente concedida pelo INPI (Instituto Nacional de Propriedade Industrial) do Brasil, com código é BR1020160078245 (Figura 8).

Figura 8. Equipamento de fotopolimerização BR1020160078245



O aparelho está equipado com uma LED (sigla do termo em inglês *Light Emitting Diode*) de terceira geração (modelo LZ4-40B208-0000, LED Engin Inc; San Jose, Califórnia, EUA). Esse modelo é capaz de emitir luz com picos de intensidade com dois comprimentos de onda distintos, sendo um na região da cor azul (460 nm) e outro na região do violeta (400 nm), com potência nominal de 10 W (Figura 9), sendo adequado para resinas tendo como agente fotoiniciador canforoquinona ou óxido de trimetilbenzoil-difenilfosfina (TPO).

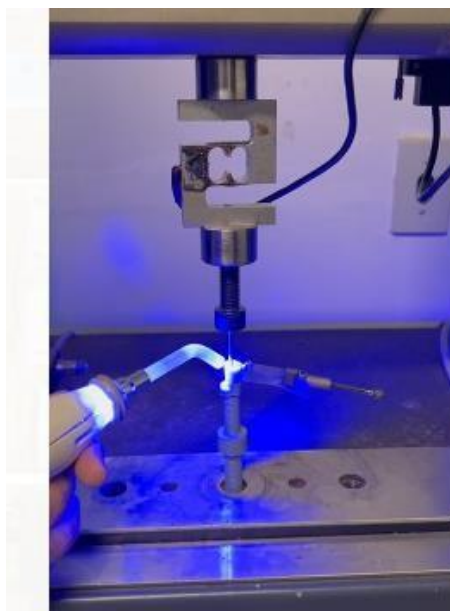
Figura 9. Espectro de emissão luminosa do LED utilizado no aparelho fotopolimerizador



Ao equipamento foi conectada uma ponteira óptica de 8 mm de diâmetro, e a irradiância máxima de saída foi ajustada para 1000 mW/cm², sendo calibrada por meio de um radiômetro (modelo RD7, Ecel Indústria e Comércio Ltda.; Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil). Esse aparelho está integrado a um *smartphone* no qual é possível escolher o modelo da resina a ser polimerizada e os parâmetros de fotoativação, como tempo e irradiância para as técnicas de fotoativação convencional ou exponencial. Esses parâmetros de fotoativação são enviados ao aparelho fotopolimerizador por conexão *bluetooth*, que então passa a realizar o processo de fotoativação conforme os parâmetros definidos no *smartphone*.

Por final, a figura 10 ilustra o processo de fotopolimerização sendo executado na máquina de ensaios universal.

Figura 10. Experimento para o monitoramento em tempo real da tensão de contração das resinas FLOW

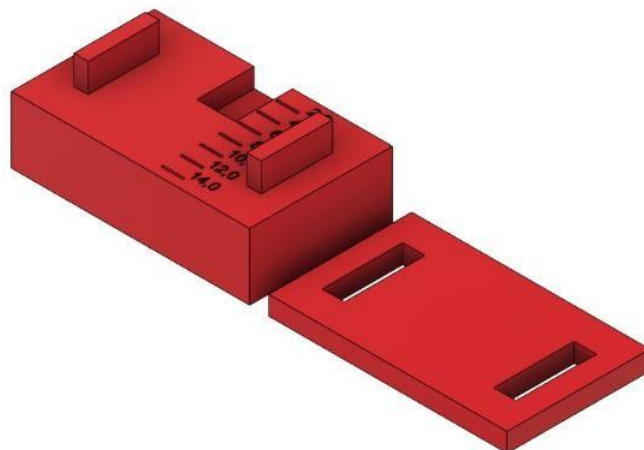


No decorrer do processo de polimerização, o programa controlador da máquina de ensaios registrou a curva da força de contração em função do tempo de polimerização. A medida da força foi realizada pela célula de carga integrada à máquina, que utiliza a variação da resistência ôhmica de um sensor chamado extensômetro ao ser submetido a deformações. Apesar da fotoativação normalmente ocorrer em até 50 segundos, o tempo de monitoramento para cada processo foi de 300 segundos, pois a contração das resinas continua mesmo após o término da ativação. Cada modelo de resina e método de fotoativação foi testado em três repetições (Sousa, 2020). Todos os experimentos de monitoramento da tensão de contração foram realizados em triplicata.

3.4 Teste de dureza em função da profundidade das resinas fotopolimerizadas

Os experimentos para determinar a dureza foram realizados de acordo com a metodologia descrita por Alrahlah *et al.* (2014). Para isso, foram fabricados na impressora 3D ANYCUBIC as matrizes em resina com formato de caixa com uma cavidade interna para inserção da resina. Essa cavidade possui dimensões de 4 mm de largura, 2 mm de comprimento e 6 mm de profundidade. A caixa também possui uma tampa que pode ser removida para aferição da dureza após o processo de fotopolimerização (Figura 11).

Figura 11. Desenho esquemático dos corpos de prova em resina com formato de caixa para monitoramento da dureza em profundidade das resinas FLOW após polimerização com os dois métodos, convencional e exponencial



Em cada ensaio, as resinas foram inseridas na cavidade da matriz, e os compósitos foram fotoativados exclusivamente na cavidade, localizada em um lado da matriz. A ponta do fotoativador foi posicionada a uma distância de 2 mm da amostra, simulando um processo real de fotopolimerização na prática de restauração dentária (Figura 12). Os experimentos de polimerização em profundidade foram realizados com os mesmos parâmetros de fotoativação descritos na Tabela 3. Logo após a polimerização, procedeu-se o teste de dureza *Shore D*, medido na superfície de fotoativação e nas profundidades de 2 mm e 4 mm. Para aferição da dureza foi utilizado um microdurômetro Shore D (Modelo digital *Shore D Durometer*) (Figura 13). Todos os experimentos foram conduzidos em triplicata.

Figura 12. Esquema ilustrativo do processo de fotopolimerização para realização do ensaio de microdureza em profundidade

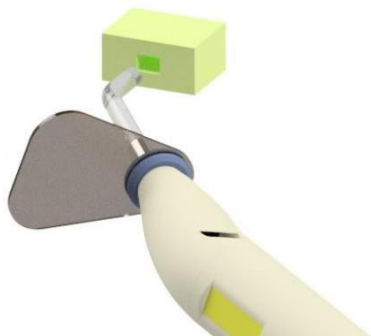


Figura 13. Microdurômetro (Modelo digital *Shore D Durometer*)



3.5 Análise estatística

O teste T para amostras pareadas foi utilizado para inferir se os valores de tensão de contração no final dos experimentos (300s) foram estatisticamente diferentes quando comparados os resultados obtidos em todos os modelos de resinas FLOW agrupados pela técnica de fotoativação resultante do uso dos métodos convencional e exponencial. Para esta análise, foi utilizado o software R (versão 3.2.2, R Foundation for Statistical Computing, Viena, Áustria, Rb D, 2008).

O teste ANOVA *Two-way* foi utilizado para inferir se as diferenças correspondentes às medidas de dureza obtidas por diferentes métodos de fotoativação foram estatisticamente significativas. Assim, os dois fatores considerados como variáveis independentes para a ANOVA foram o método de polimerização e a medida de dureza em função da profundidade. Para esta análise, utilizou-se também o software R (versão 3.2.2, R Foundation for Statistical Computing, Viena, Áustria, Rb D, 2008). A análise sempre foi realizada em pares de dados, comparando o método de fotoativação convencional e exponencial para todas as resinas FLOW avaliadas neste estudo.

4 RESULTADOS

4.1 Tensão de contração

As figuras 14, 15 e 16 mostram a representação gráfica dos resultados obtidos no monitoramento da tensão de contração para comparação da técnica de fotoativação convencional e exponencial para as três resinas FLOW avaliadas: Filtek Supreme Flowable 3M (Dental Products, St.Paul, MN, EUA), Tetric N Flow (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) e Opallis (FGM Dental Group, Joinville/SC), todas cor A3.

Figura 14. Tensão de contração ao longo do tempo comparando o uso das seguintes técnicas de fotoativação: convencional x exponencial para a resina FLOW Filtek

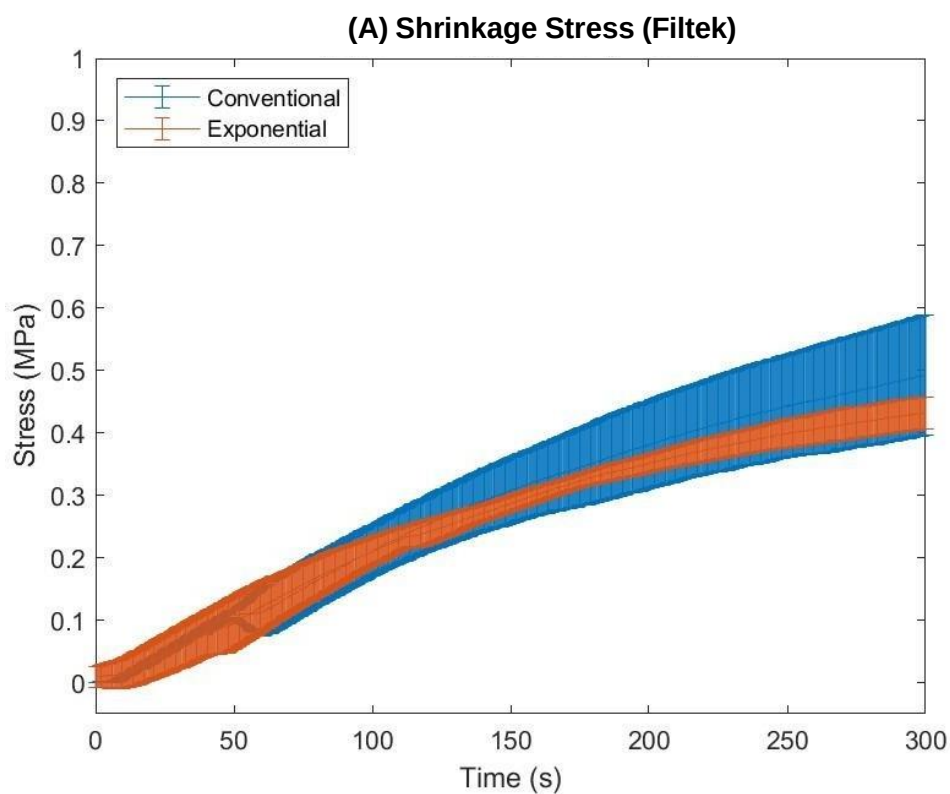


Figura 15. Tensão de contração ao longo do tempo comparando o uso das seguintes técnicas de fotoativação: convencional x exponencial para a resina FLOW Tetric

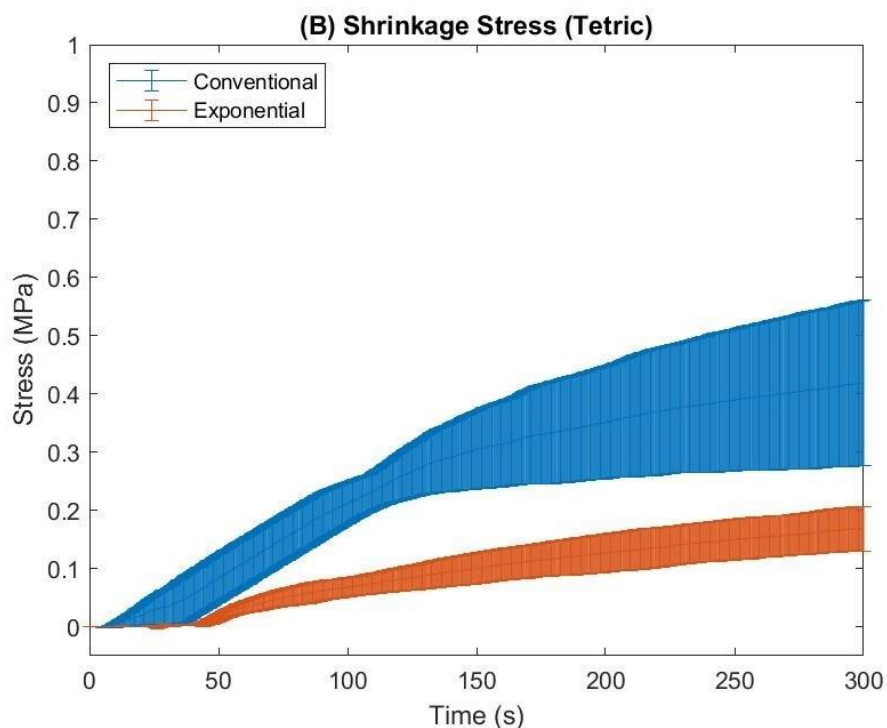
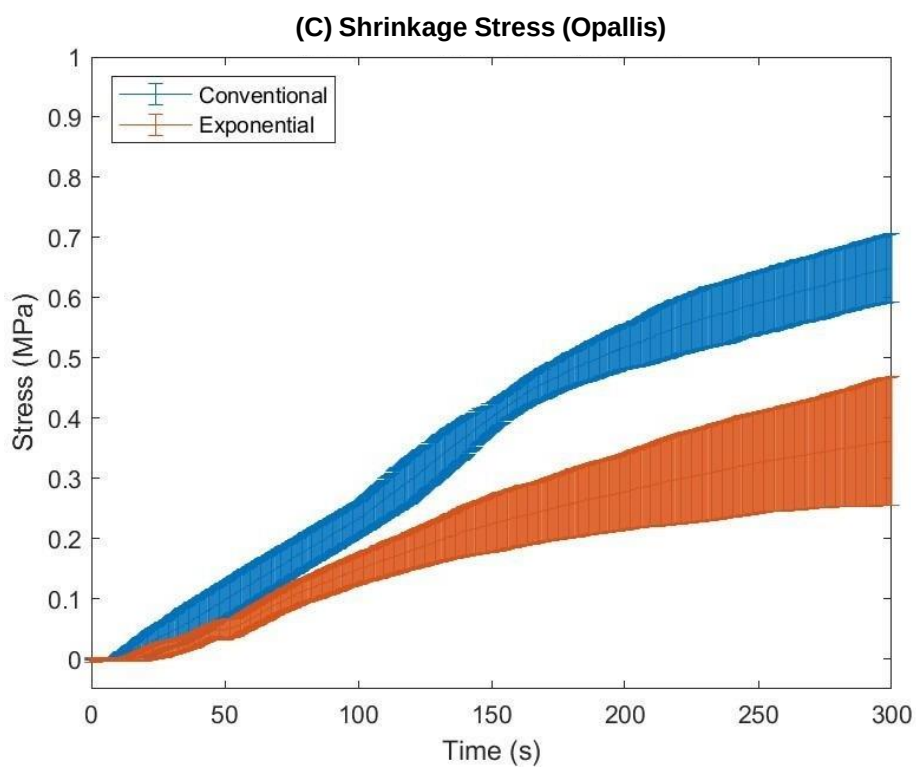


Figura 16. Tensão de contração ao longo do tempo comparando o uso das seguintes técnicas de fotoativação: convencional x exponencial para a resina FLOW Opallis



Os resultados evidenciaram que para resina Filtek, a técnica convencional e a técnica exponencial apresentaram valores muito semelhantes de tensão de contração. Entretanto para as resinas Tetric e Opallis fica claro que o método exponencial reduziu a tensão de contração ao longo de todo o processo de monitoramento desse parâmetro. Essa diminuição pode ser justificada pela baixa intensidade de radiação no início da fase exponencial, o que pode prolongar a etapa pré-gel da polimerização, modificando a cinética da reação química de polimerização. Durante essa fase pré-gel a resina permanece em seu estado fluido e, microscopicamente, as moléculas do material apresentam maior mobilidade, possibilitando a adoção de novas posições e orientações para compensar a tensão resultante da contração de polimerização (Tauböck, 2014; Carvalho, 2012; Ernst, 2003). Nesse sentido, a contração de polimerização se inicia apenas após o endurecimento do material devido ao processo de polimerização (Szczesio-Wlodarczyk *et al.*, 2024).

A tabela 4 apresenta a quantificação da tensão de contração ao final dos experimentos (30 maiores valores de tensão de contração), além da análise estatística desses resultados comparando o método de exponencial com a técnica convencional utilizando o teste T.

Tabela 4. Média e desvio padrão para os 30 maiores valores de tensão de contração

Resina	Convencional (Média±DP) MPa	Exponencial (Média±DP) MPa
Filtek	0,491±0,079 ^{Bb}	0,431±0,021 ^{Ab}
Tetric	0,418±0,117 ^{Ba}	0,168±0,031 ^{Aa}
Opallis	0,648±0,047 ^{Bb}	0,361±0,088 ^{Ab}

As letras sobrescritas maiúsculas comparam o efeito do protocolo de fotoativação na tensão de contração (comparação de elementos de linhas) e as letras minúsculas comparam a tensão de contração para cada tipo de resina (comparação entre elementos das colunas). Nesta tabela: B>A e b>a. As comparações foram realizadas utilizando o teste T.

Ao analisar os resultados dos testes T na tabela 4, pode-se concluir que o método exponencial promoveu uma redução significativa da tensão de contração para todas as marcas de resinas FLOW, Filtek, Tetric e Opallis, quando comparado ao método convencional.

4.2 Polimerização e microdureza em profundidade

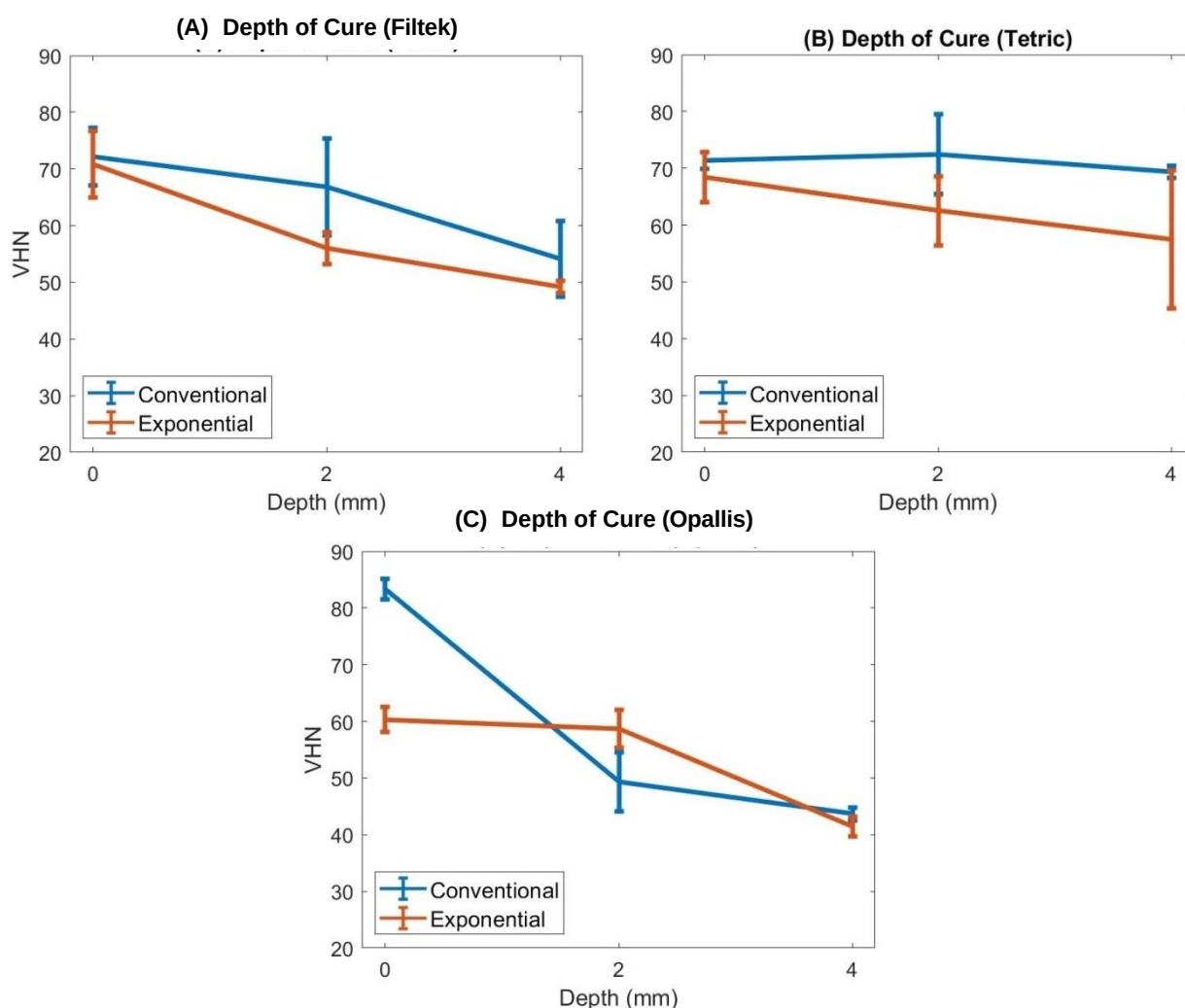
A tabela 5 e a figura 17 apresentam os resultados do experimento de dureza em profundidade, comparando os resultados obtidos com o método de fotoativação convencional e exponencial para os três modelos de resinas FLOW utilizados neste estudo, nas diferentes profundidades: superficial, 2 mm e 4 mm.

Tabela 5. Média e desvio padrão da dureza das resinas em função da profundidade (polimerização em profundidade)

Resina	Profundidade	Convencional (Média±DP)HV	Exponencial (Média±DP)HV
Filtek	0 mm	72,2±5,1 ^A	70,8±5,9 ^a
Tetric	0 mm	71,3±1,4 ^A	68,4±4,4 ^a
Opallis	0 mm	83,3±1,8 ^B	60,3±2,3 ^a
Filtek	2 mm	66,8±8,6 ^A	56,3±2,8 ^a
Tetric	2 mm	72,5±7,1 ^A	62,5±6,1 ^a
Opallis	2 mm	49,3±5,3 ^{A*}	58,7±3,3 ^B
Filtek	4 mm	54,2±6,7 ^A	49,2±1,0 ^{A*}
Tetric	4 mm	69,3±1,0 ^A	57,5±12,1 ^a
Opallis	4 mm	43,7±1,2 ^{A*}	41,5±1,7 ^{A*}

As letras sobrescritas maiúsculas comparam o efeito do protocolo de fotoativação na dureza (comparação de elementos de linhas). Nesta tabela: B>A. * indica dureza estatisticamente < 80% da dureza superficial da amostra (0 mm).

Figura 17. Microdureza em profundidade, comparando os resultados obtidos com o método de fotoativação convencional e exponencial para os três modelos de resinas FLOW utilizados



A comparação entre os métodos convencional e exponencial mostrou uma variabilidade de valores de dureza em profundidade dependendo da profundidade analisada: superfície, 2 mm e 4 mm. Para a superfície, as resinas Filtek e Tetric apresentaram valores de dureza muito semelhantes, seja com a técnica convencional ou exponencial. Já a resina Opallis, na superfície, apresentou valores de dureza maiores no método convencional e menores para o método exponencial. Contudo, a dureza excessiva obtida na superfície da resina com o método convencional pode indicar uma polimerização muito rápida

na superfície do material. Como consequência, o material pode ficar menos susceptível à absorção de energia luminosa em profundidades maiores devido a fenômenos de reflexão e refração da luz, prejudicando a polimerização nas camadas mais profundas da resina (Howard *et al.*, 2010).

Na análise de dureza em profundidade de 2 mm, observou-se que a resina Tetric apresentou os maiores valores entre as resinas para as duas técnicas, convencional e exponencial, que se mostraram estatisticamente equivalentes. A resina Opallis apresentou maior valor de dureza na técnica exponencial e a Filtek apresentou resultados estatisticamente semelhantes para os dois métodos.

Na profundidade maior de 4 mm, a resina Filtek se manteve com resultados similares em ambos os métodos. A resina Tetric continuou apresentando maiores valores de dureza para as duas técnicas, que se mostraram equivalentes, enquanto a resina Opallis os menores resultados de dureza, também equivalentes entre si.

Em resposta aos métodos de polimerização convencional e exponencial, no quesito dureza em profundidade, de forma geral, observou-se que as resinas FLOW não apresentaram diferenças estatísticas significativas.

5 DISCUSSÃO

Estudos recentes têm enfatizado a importância do controle adequado da irradiância durante o processo de polimerização de resinas compostas, dentre elas, as resinas FLOW, visando principalmente melhorar as propriedades mecânicas, buscando garantir restaurações dentárias com desempenho superior. Métodos experimentais e modelos computacionais têm sido empregados para investigar o impacto do controle da irradiância, revelando que a otimização da dose de luz e da intensidade de irradiação está diretamente associada a uma maior conversão monomérica, redução da porosidade e aumento da resistência à compressão e à flexão das restaurações. Guimarães *et al.* (2018) elaboraram um procedimento de fotoativação alternativo chamado de método exponencial, no qual a intensidade luminosa do LED ao longo da fotoativação foi calculada e descrita por uma equação matemática com uma variação exponencial da intensidade luminosa no decorrer do tempo. Os resultados apresentados nesta pesquisa indicam que a aplicação dos métodos convencional e exponencial resultam em diferenças significativas na tensão de contração para todos os modelos de resina FLOW utilizados. A tensão de contração é um fenômeno inerente durante o processo de polimerização das resinas compostas (Boaro *et al.*, 2019). Durante essa polimerização, os monômeros presentes na resina se unem para formar uma estrutura polimérica sólida, contudo, essa reação frequentemente resulta em uma contração volumétrica do material. Essa redução de volume ocorre devido ao preenchimento dos espaços entre as moléculas monoméricas durante a formação da rede polimérica.

A magnitude da tensão de contração pode variar entre diferentes resinas FLOW devido a diversos fatores, incluindo a composição química, a formulação do material e as condições de fotoativação (Gonçalves *et al.*, 2011). Resinas com diferentes formulações podem apresentar variados graus de contração, com algumas sendo mais susceptíveis a esse fenômeno do que outras. Além disso, a eficácia da fotoativação, que influencia a velocidade e a extensão da polimerização, pode afetar diretamente a magnitude da tensão de contração.

Os resultados obtidos destacam a importância de compreender as características individuais de cada material e aplicar técnicas de fotoativação adequadas para minimizar os efeitos adversos da tensão de contração nas restaurações dentárias. Isso ressalta a necessidade de mais estudos para aprimorar as técnicas de fotoativação e, assim, otimizar os resultados clínicos das resinas compostas na prática odontológica.

Ao avaliar os resultados obtidos, foi observado que o método exponencial promoveu uma significativa redução da tensão de contração na superfície, em todas as marcas de resina FLOW. Era esperado que o método exponencial promovesse redução na tensão de contração quando comparado ao método convencional, uma vez que este último não possui qualquer tipo de controle de irradiância durante a fotoativação Guimarães *et al.* (2018). Essa discrepância pode ser atribuída à variação na intensidade de radiação durante a fase exponencial da polimerização (Soares *et al.*, 2016; Carvalho *et al.*, 2021). A baixa intensidade de radiação no início dessa fase pode prolongar a etapa pré-gel da polimerização, modificando a cinética da reação química de polimerização. Durante esse período, as moléculas poliméricas ganham maior mobilidade, permitindo-lhes assumir novas posições e orientações para compensar a tensão

resultante da contração de polimerização. Essa interpretação dos resultados é consistente com estudos anteriores (Tauböck, 2014; Carvalho, 2012; Ernst, 2003), que destacam a influência da cinética da reação de polimerização na contração da resina durante o processo de dureza.

É importante observar que o método de fotoativação exponencial promoveu uma significativa redução na tensão de contração para a resina Tetric e em segundo lugar, para a resina Opallis, sendo essa uma resina de baixo custo e muito utilizada no Sistema Único de Saúde (SUS) do Brasil. Dessa forma, o uso desse método exponencial pode promover a melhoria nos processos de restaurações dentárias para a população atendida pelo SUS, diminuindo a possibilidade de recidiva de cárie e de retratamento, tendo em vista que os resultados da resina Opallis com o método exponencial se mostram estatisticamente superiores aos valores encontrados para as resinas Filtek e Tetric no método convencional.

Avaliando de maneira geral os resultados de tensão de contração e comparando os resultados aqui obtidos com resultados de estudos prévios, é possível verificar que as resinas do tipo FLOW, de forma intrínseca, apresentam menores valores de tensão de contração quando comparado às resinas compostas convencionais. Os maiores valores de tensão de contração obtidos neste estudo foram de $0,648 \pm 0,047$ MPa (para a resina Opallis fotoativada utilizando o método convencional). Em estudo prévio de dos Santos Sousa *et al.* (2021) utilizando a mesma metodologia aqui proposta, os menores valores de tensão de contração para fotoativação com método convencional foram de $1,24 \pm 0,05$ MPa (para a resina Z-250), chegando até $1,91 \pm 0,03$ MPa para a resina Ultrafill. Aqui fica evidenciado que as resinas do tipo FLOW de fato são menos

susceptíveis à contração de polimerização, contudo, utilizando um protocolo de fotoativação otimizado (como o exponencial), é possível minimizar ainda mais esses efeitos indesejados.

A importância da polimerização em profundidade das resinas FLOW na odontologia é fundamental para garantir o sucesso clínico das restaurações dentárias (Schneider, 2012; Ferreira *et al.*, 2015).

A análise dos gráficos dos testes de microdureza *Shore D* e dos valores médios na tabela 4 revelou discrepâncias significativas entre os valores de dureza medidos na superfície exposta diretamente à luz do aparelho fotopolimerizador e as camadas mais profundas do material. Essa disparidade é atribuída à maior incidência de fótons na superfície exposta, resultando em um processamento mais rápido e eficaz da reação de polimerização nessa região do que nas camadas mais profundas da resina. Em contrapartida, na extremidade mais distante do fotopolimerizador, os fenômenos de absorção e dispersão da luz diminuem a interação entre os fótons e os elementos fotoiniciadores, levando a uma menor taxa de conversão de monômeros em polímeros e, conseqüentemente, a valores inferiores de microdureza (Schneider, 2012). Cumpre destacar que estes resultados sugerem que, em cavidades dentárias profundas, a realização de restaurações em incrementos pode ser uma abordagem mais adequada.

As resinas FLOW, devido à sua baixa viscosidade, são frequentemente utilizadas em áreas de difícil acesso ou para preenchimento de cavidades rasas. No entanto, a polimerização insuficiente desses materiais pode resultar em problemas como infiltrações marginais, sensibilidade pós-operatória e até mesmo falhas estruturais das restaurações. Portanto, garantir uma dureza eficaz em

profundidade é essencial para assegurar a integridade e durabilidade das restaurações com resinas FLOW e resinas convencionais de um modo geral, lembrando que a FLOW muitas vezes é usada como forramento, base para outras resinas partindo dela a primeira adesão ao elemento dental. Esse procedimento envolve não apenas o uso adequado de técnicas de fotoativação, mas também a seleção cuidadosa de materiais, atenção à técnica de aplicação e profundidade da cavidade. Uma polimerização completa e homogênea em toda a espessura da restauração é crucial para evitar complicações e garantir resultados estéticos e funcionais satisfatórios em longo prazo.

Estratégias como o uso de fontes de luz de alta intensidade, diferentes comprimentos de onda e técnicas de modulação de luz têm se mostrado promissoras para aprimorar a qualidade das restaurações. Também ressaltamos um alerta ao calor que o fotopolimerizador gera na polpa dentária e regiões próximas a áreas da polimerização do material, principalmente em se tratando de dentes jovens onde ainda não houve o fechamento do ápice radicular. Esses avanços oferecem perspectivas significativas para o desenvolvimento de protocolos mais eficientes de fotoativação, visando aprimorar tanto o desempenho mecânico, estético e fisiológico das restaurações dentárias e por conseguinte, melhorar a prática clínica odontológica e um atendimento de melhor qualidade ao paciente.

6 CONCLUSÃO

O presente estudo revelou a importância do controle adequado da irradiância durante a polimerização das resinas do tipo FLOW. Nesse estudo foi possível otimizar o controle de irradiância por uma curva exponencial visando aprimorar as propriedades mecânicas das resinas e garantir restaurações dentárias de alta qualidade. Os resultados destacam a influência significativa do método exponencial de fotoativação na redução da tensão de contração em resinas FLOW. A tensão de contração para o método exponencial (Filtek = $0,431 \pm 0,021$ MPa, Tetric = $0,168 \pm 0,031$ MPa e Opallis = $0,361 \pm 0,088$ MPa) foi significativamente menor que para o método convencional (Filtek = $0,491 \pm 0,079$ MPa, Tetric = $0,418 \pm 0,117$ MPa e Opallis = $0,648 \pm 0,047$ MPa) para todas as marcas/modelo de resinas (valor-p $\leq 0,05$ do teste T). Essa redução é atribuída à variação na intensidade de radiação durante a fase exponencial da polimerização, evidenciando a importância do controle adequado da irradiância durante o processo de fotoativação.

Já os testes de dureza em função da profundidade (superfície, 2 mm e 4 mm) mostraram que não houve diferença estatística entre os diferentes métodos de fotopolimerização e resinas avaliados (valor-p $> 0,05$ do ANOVA). A maior eficácia de polimerização foi observada para resina Tetric, que obteve resultados semelhantes em superfície, 2 mm e 4 mm. Já a resina Filtek obteve resultados semelhantes de dureza na superfície, em 2 mm e em 4 mm para ambos os métodos, mas com quedas maiores de dureza de acordo com a profundidade. A resina Opallis apresentou resultados inconsistentes, uma vez que na superfície o método convencional foi superior; em 2 mm, o método exponencial foi o melhor e em 4 mm os métodos se mostraram equivalentes.

Conclui-se, portanto, que o método exponencial apresentou no geral resultados semelhantes ou superiores ao método convencional. Além dos resultados promissores no que se refere à tensão de contração, constatou-se que os valores de dureza obtidos com o método exponencial foram semelhantes àqueles observados com o método convencional. Dessa forma, o método exponencial se apresenta como uma alternativa viável ao método convencional.

Estratégias futuras, como novos protocolos de fotopolimerização e modulação de luz, podem oferecer novas possibilidades para otimizar ainda mais o desempenho das restaurações dentárias, promovendo avanços significativos na prática clínica odontológica.

REFERÊNCIAS

Affonso PHA, Marcelino E, Cardoso G, Guimaraes GF, Teixeira RMN, Lutti RD *et al.* Minimização da contração de polimerização em processos de fotoativação de resinas compostas. *Sodebras*. 2016;11(123):79-82.

Al-Qudah AA, Mitchell CA, Biagioni PA, Hussey DL. Effect of composite shade, increment thickness and curing light on temperature rise during photocuring. *J Dent*. 2007;35(3):238-45.

Alrahlah A, Silikas N, Watts DC. Post-cure depth of cure of bulk fill dental resin-composites. *Dent Mater*. 2014;30(2):149-54.

Anusavice KJ. *Materiais dentários*. 10ª ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998.

Baroudi K, Rodrigues JC. Flowable Resin Composites: A Systematic Review and Clinical Considerations. *J Clin Diagn Res*. 2015;9(6):18-24.

Baroudi K, Silikas N, Watts DC. In vitro pulp chamber temperature rise from irradiation and exotherm of flowable composites. *Int J Paediatr Dent*. 2009;19(1):48-54.

Boaro LCC, Lopes DP, de Souza ASC, Nakano EL, Perez MDA, Pfeife CS *et al.* Clinical performance and chemical-physical properties of bulk fill composites resin —a systematic review and meta-analysis. *Dental Materials*. 2029;35(10):e249-e64.

Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc*. 1963;66:57-64.

Caldarelli PG, Beltrani FC, Pereira SK, Cardoso AS, Hoepfner MG. Aparelhos fotopolimerizadores: evolução e aplicação clínica - uma revisão da literatura. *Odontol. Clín.- Cient., Recife*; 2011;10 (4):317-21.

Carvalho AA, Moreira F do C, Fonseca RB, Soares CJ, Franco EB, Souza JB, *et al.* Effect of light sources and curing mode techniques on sorption, solubility and biaxial flexural strength of a composite resin. *J Appl Oral Sci*. 2012;20(2):246–52.

Carvalho MA, Lazari-Carvalho PC, Polonial IF, de Souza JB, Magne P. Significance of immediate dentin sealing and flowable resin coating reinforcement for unfilled/lightly filled adhesive systems. *J Esthet Restor Dent*. 2021 Jan;33(1):88-98.

Celik C, Cehreli SB, Arhun N. Resin composite repair: Quantitative microleakage evaluation of resin-resin and resin-tooth interfaces with different surface treatments. *Eur J Dent*. 2015;9(1):92–9.

Choi SH, Roulet JF, Heintze SD, Park SH. Influence of cavity preparation, light-curing units, and composite filling on intrapulpal temperature increase in an in vitro tooth model. *Oper Dent*. 2014;39(5):E195–E205.

Cunha LG, Alonso RCB, Sinhoreti MAC, Goes MF, Correr-Sobrinho L. Effect of photoactivation methods and base materials on the stress generated by the polymerization shrinkage of a resin composite *Brazilian J Oral Sci*, 2015;3(11):609-14.

De Lange C, Bausch JR, Davidson CL. The curing pattern of photo-initiated dental composites. *J Oral Rehabil*. 1980;7(5):369-77.

Dias AGA, Magno MB, Delbem ACB, Cunha RF, Maia LC, Pessan JP. Clinical performance of glass ionomer cement and composite resin in Class II restorations in primary teeth: A systematic review and meta-analysis. *J Dent*. 2018;73:1-13.

Dos Santos Sousa GG, Guimarães GF, Marcelino E, Rodokas JEP, de Oliveira Júnior AJ, Cesarino I, et al. Shrinkage Stress and Temperature Variation in Resin Composites Cured via Different Photoactivation Methods: Insights for Standardisation of the Photopolymerisation. *Polymers (Basel)*. 2021;13(13):2065.

Ernst CP, Brand N, Frommator U, Rippin G, Willershausen B. Reduction of polymerization shrinkage stress and marginal microleakage using soft-start polymerization. *J Esthet Restor Dent*. 2003;15(2):93-103; discussion 104.

Ferracane JL. Using posterior composites appropriately. *J Am Dent Assoc*. 1992;123(7):53-8.

Ferreira APB, Soares Júnior PC, Souza EM, Rached RN, Pezzin SH, Vieira S. Wavelength of Experimental LEDS: Hardness, Elastic Modulus, Degree of Conversion and Temperature Rise of a Microhybrid Composite. *Materials Research*. 2015;18(2): 240-4

Gonçalves F, Azevedo CLN, Ferracane JL, Braga RR, BisGMA/TEGDMA ratio and filler content effects on shrinkage stress. *Dental Materials*. 2011;27(6):520-6.

Guimarães GF, Marcelino E, Cesarino I, Vicente FB, Grandini CR, Simões RP. Minimization of polymerization shrinkage effects on composite resins by the control of irradiance during the photoactivation process. *Appl Oral Sci*. 2018;26:e20170528.

Hervás-García A, Martínez-Lozano MA, Cabanes-Vila J, Barjau-Escribano A, Fos-Galve P. Composite resins. A review of the materials and clinical indications. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2006;11:E215-20.

Howard B, Wilson ND, Newman SM, Pfeifer CS, Stansbury JW. Relationships between conversion, temperature and optical properties during composite photopolymerization. *Acta Biomater*. 2010;6(6):2053-9.

Jakubinek MB, O'Neill C, Felix C, Price RB, White MA. Temperature excursions at the pulp-dentin junction during the curing of light-activated dental restorations. *Dent Mater*. 2008;24(11):1468-76.

Kim MJ, Kim RJ, Ferracane J, Lee IB. Thermographic analysis of the effect of composite type, layering method, and curing light on the temperature rise of photo-cured composites in tooth cavities. *Dent Mater*. 2017;33(10):e373-e383.

Lee HL, Orlowski JA, Rogers BJ. A comparison of ultraviolet curing and self-curing polymers in preventive, restorative and orthodontic dentistry. *Int Dent J*. 1976;26(2):134-51.

Magro A, Silva M, Sousa G, Cardoso F, Guimarães G, Muniz S, et al. Development of a low-cost colorimeter-like for undergraduate classes using microcontroller board and RGB LED. *Educación Química*. 2020;31(1):36-48-48.

Marcelino E. Minimização das forças de contração de polimerização de resinas compostas usando o controle de intensidade de luz no processo de fotoativação [tese]. Botucatu: Faculdade de Medicina, Universidade Estadual Paulista; 2020.

Murchison DF, Charlton DG, Moore WS. Comparative radiopacity of flowable resin composites. *Quintessence Int.* 1999;30(3):179-84.

Ogliari PG. Longevidade das restaurações de resina composta em dentes posteriores – revisão de literatura [trabalho de conclusão de curso]. Santa Cruz do Sul: Universidade de Santa Cruz do Sul; 2015.

Oikawa MH, Bianchi EC, Destro RS, Sousa RM, Canarim RC, Simões RP, et al. Cerâmicas avançadas no processo de retificação cilíndrica externa de mergulho com rebolos diamantados com a técnica da mínima quantidade de lubrificação e refrigeração otimizada. *Cerâmica.* 2011;57:263–73.

Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997;105(2):97-116.

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 Physics.* 2008;18(9):1074-9.

Rueggeberg FA, Giannini M, Arrais CAG, Price RBT. Light curing in dentistry and clinical implications: a literature review. *Braz Oral Res.* 2017;31(suppl 1):e61.

Schneider LFJ, Cavalcante LM, Pahl SA, Pfeifer CS, Ferracane JL. Curing efficiency of dental resin composites formulated with camphorquinone or trimethylbenzoyl-diphenylphosphine oxide. *Dent Mater.* 2012;28(4):392-7.

Shaanan OO, Abou-Auf E, El Zoghby AF. Clinical evaluation of self-adhering flowable composite versus conventional flowable composite in conservative Class I cavities: Randomized controlled trial. *J Conserv Dent.* 2018;21(5):485-90.

Simões RP, Bianchi EC, Oikawa MH, Aguiar PR de, Droppa Júnior R, Canarim RC. Evaluation of different methods of cooling-lubrication in cylindrical grinding of advanced ceramic dip. *Mat Res.* 2014;17:1201-12.

Soares CJ, Bicalho A, Verissimo C, Soares P, Tantbirojn D, Versluis A. Delayed Photo-activation Effects on Mechanical Properties of Dual Cured Resin Cements and Finite Element Analysis of Shrinkage Stresses in Teeth Restored With Ceramic Inlays. *Oper Dent.* 2016;41(5):491-500.

Soares CJ, Faria-E-Silva AL, Rodrigues MP, Vilela ABF, Pfeifer CS, Tantbirojn D, Versluis A. Polymerization shrinkage stress of composite resins and resin cements – What do we need to know? *Braz Oral Res.* 2017;31(suppl 1):e62.

Sousa GS. Desenvolvimento de uma técnica de fotoativação de resinas compostas para minimização dos efeitos do aumento da temperatura em restaurações dentárias [dissertação]. Botucatu: Instituto de Biociências, Universidade Estadual Paulista, Unesp; 2020.

Szczesio-Wlodarczyk A, Garoushi S, Vallittu P, Bociog K, Lassila L. Polymerization shrinkage of contemporary dental resin composites: Comparison of three measurement methods with correlation analysis. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2024;152:106450.

Tauböck TT, Feilzer AJ, Buchalla W, Kleverlaan CJ, Krejci I, Attin T. Effect of modulated photo- activation on polymerization shrinkage behavior of dental restorative resin composites. *Eur J Oral Sci.* 2014;122(4):293–302.

Terry DA. Restauração com fluidos. 1ª Ed. ed. [s.l] Editora Quintessence, 2017.

Uchôa CRS, da Silva ACF, da Fonseca TS, de Sá JL. O clareamento dental endógeno associado a facetas de resina: uma revisão integrativa da literatura. *Braz. J. Hea. Rev.* [Internet]. 2023 [cited 2024 May 3];6(6):31120-31. Available from: <https://ojs.brazilianjournals.com.br/ojs/index.php/BJHR/article/view/65521>.

Vinagre A, Ramos JC, Rebelo C, Basto JF, Messias A, Alberto N *et al.* Pulp Temperature Rise Induced by Light-Emitting Diode Light-Curing Units Using an ExVivo Model. *Materials.* Janeiro de 2019;12(3):411.