



ALEXANDRE LUIZ SOUTO BORGES

**CONTRAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO E EXPANSÃO
HIGROSCÓPICA DE RESINAS COMPOSTAS: análise pela
técnica de video-imagem**

**Video-Imaging Analysis of the Polymerization Shrinkage
and Hygroscopic Expansion of Resin-Composites**



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

ALEXANDRE LUIZ SOUTO BORGES

**CONTRAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO E EXPANSÃO HIGROSCÓPICA
DE RESINAS COMPOSTAS: análise pela técnica de video-imagem**

Tese apresentada ao curso de Odontologia do Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP – Univ Estadual Paulista, Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de Livre-Docente, no conjunto de disciplinas de Materiais Dentários e Prótese Total

São José dos Campos

2014

BANCA EXAMINADORA

Prof. Titular Estevão Tomomitsu Kimpara

Instituto de Ciência e Tecnologia
UNESP – Univ Estadual Paulista
Campus de São José dos Campos

Prof. Adjunto Carlos Alberto dos Santos Cruz

Faculdade de Odontologia de Araraquara
UNESP – Univ Estadual Paulista
Campus de Araraquara

Prof. Titular Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Faculdade de Odontologia de Piracicaba
UNICAMP – Univ Estadual de Campinas
Campus de Piracicaba

Prof. Adjunto Rafeel Xediek Consani

Faculdade de Odontologia de Piracicaba
UNICAMP – Universidade de Campinas
Campus de Piracicaba

Profa. Dra. Regina Tamaki

Faculdade de Odontologia de São Paulo
USP – Univ São Paulo
Campus de São Paulo

São José dos Campos, 06 de novembro de 2014.

DEDICATÓRIA

A Deus, por me possibilitar a dádiva da vida e me guardar em todos os momentos.

Aos meus pais, **Maria das Graças Souto Borges** e **Carlos Amaury Barroso Borges**, pelo carinho e dedicação com que viabilizaram a minha vida e as minhas conquistas. Agradeço muito por tudo e não tenho palavras suficientes para agradecer-lhes por tudo de bom que ambos fizeram e ainda fazem por mim.

Aos meus Irmãos **Leandro Ulysses Souto Borges** e **Gean Leonardo Souto Borges** pelos excelentes momentos vividos juntos.

Aos meus filhos **Henrique Bühler Borges** e **Gustavo Bühler Borges**, que são as minhas melhores realizações.

A minha esposa e amiga **Alessandra Bühler Borges** por ser tolerante, parceira, visionária e pelo amor a mim dedicado.

Aos meus alunos de graduação e pós-graduação, que tem a paciência de ouvir nossas ideias e ajuda-las a colocar em prática.

AGRADECIMENTOS

À UNESP - Univ Estadual Paulista, na pessoa da MD Vice Reitora no exercício da Reitoria Marilza Vieira.

À UNESP - Univ Estadual Paulista, na pessoa do diretor do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, Prof. Dr. Carlos Augusto Pavanelli e do Vice-Diretor Prof. Titular Estevão Tomomitsu Kimpara.

Ao chefe do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos do curso de Odontologia, Prof. Rubens Nisie Tango,

Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, na pessoa da coordenadora Profa. Tit. Marcia Carnero Valera Garackis.

Aos docentes do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora.

Aos docentes do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese.

Aos funcionários técnico-administrativos e docentes do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese do Instituto de Ciência e Tecnologia, Campus de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, pela conviência harmônica durante estes anos, a qual possibilitou meu crescimento profissional e pessoal.

Aos meus amigos, Eduardo Shigueiuki Uemura, Wagner Ferreira do Nascimento e João Vieira de Moraes, Jairo Hernandez da Cunha Bueno, Julio Tadashi Murakami e Marcos Paulo Nagayassu pelo início sensacional, divertido e em uma era romântica de trabalho na faculdade que determinou minha escolha de carreira.

Aos meus amigos de convívio diário, Professores Tarcisio José de Arruda Paes Júnior, Guilherme Ferreira de Siqueira Anzaloni Saavedra, Rubens Nisie Tango, Paula Carolina de Paiva Komori de Cavalho, Sigmar de Melo Rode, Renata Marques de Melo Marinho e Estevão Tomomitsu Kimpara pelo bom convívio e aprendizado contínuo.

Aos meus Amigos Claudio Antônio Talge de Carvalho e Luciane Dias de Oliveira; Oswaldo Daniel e Michelle; Gustavo Vasconcellos e Luana Marotta; José Braulino e Kareem; Carolina Judica, pela tolerância, companheirismo, pelas horas boas de papos e conversas interessantes.

A Flávia Pires Rodrigues, pela amizade inteligência e perseverança em busca de um objetivo.

Aos meus amigos Pedro Yoshito Noritomi, Daniel Takanori Kemmoku, Tathy Aparecida Xavier e Jorge Vicente Lopes da Silva do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer – CTI pela amizade e conhecimento transmitidos.

Meus compadres Carlos Henrique e Patrícia Batalha pelo carinho e amizade pela minha família.

As minhas alunas de Doutorado, Anna Karina Figueiredo Costa e Ana Carolina de Oliveira Souza, de Mestrado, Aline Lins de Lima, Tabata Prado Sato e Laura Meirelles Elia, meus supervisionados de pós doutorado, João Mauricio da Silva e Cristiane Quishida, pelo empenho em desenvolver minhas ideias e transformá-las em conteúdos palpáveis e informações publicáveis.

Aos meus ex-orientados de TCC, Iniciação Científica, PROEX e pós-graduação. Vocês também são parte desta conquista.

Ao CNPq pela concessão de bolsa de pós doutoramento

À Fundação de Amparo à Pesquisa do estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão do Auxílio à Pesquisa que possibilitou a aquisição dos materiais necessários para a realização deste trabalho.

E a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste concurso.

“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota”

Madre Tereza de Calcuta

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	13
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	178
3 DETALHAMENTO METODOLÓGICO	22
3.1.1 Materiais	22
3.1.2. Ensaio 1 – Contração volumétrica	Erro! Indicador não definido. 23
3.1.3 Ensaio 2 – Alteração de volume pela expansão higroscópica	Erro! Indicador não definido. 28
3.1.4 Análise estatística	28
4.2.5 Propriedades Mecânicas	Erro! Indicador não definido.
5 ANÁLISE DOS ARTIGO	28
6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	62
APÊNDICE.....	69
ANEXO	6Erro! Indicador não definido.

Borges ALS. Contração de polimerização e expansão higroscópica de resinas compostas: análise pela técnica de video-imagem [Livre docência]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2014.

Resumo

Objetivo: O presente estudo teve como finalidade avaliar a contração de polimerização e o efeito volumétrico da sorção de água (expansão higroscópica), por meio do aumento de volume, registrado pela técnica de video-imagem.

Métodos: Treze tipos de resinas compostas (n=10) de 8 fabricantes com diferentes características físicas, tipos e quantidade de carga, viscosidade, polímeros constituintes e aplicação clínica com cor A2 para dentina (4Seasons, Grandio, Venus, Amelogen Plus, P90, Z350, Esthet-X, Amaris, Vita-I-escence, Natural-Look, Charisma, Z250 and Opallis), foram avaliados. A porcentagem de contração de polimerização foi calculada usando um aparelho de video-imagem (ACUVOL - Bisco Dental), onde volumes iguais foram padronizados usando uma matriz de poliuretano em forma de calota com 3mm de diâmetro e 2mm de altura e após 5 minutos de descanso no pedestal do aparelho o volume inicial da massa foi medido e calculado para servir como valor inicial (baseline) e 18J de energia fornecidos a massa por meio de uma unidade de luz LED para fotopolimerização e assim calcular o valor da contração de polimerização de cada resina. Os espécimes então foram armazenados em ambiente seco e com ausência de luz e após 24 horas medidos novamente para verificação do novo volume inicial. A partir deste dados todos os espécimes foram termociclados em uma sequencia de 5.000, 10.000, 15.000 e 20.000 ciclos completos em água destilada a 5°C e 55°C. Ao final de cada marcação os corpos de prova foram secos com um leve jato de ar por 15s e levados novamente à máquina de medição, para compararmos com o volume final.

Resultados: O teste ANOVA uma fator para medidas repetidas ($\alpha = 0.05$) foi aplicado e mostrou que todas as resinas tiveram o volume influenciado pelo número de ciclos térmicos. Os volumes após 5 minutos da polimerização ($12,47 \pm 0,08$) foi significativamente menor que o da massa total inicial ($12,80 \pm 0,09$). Os volumes após 24h ($12,43 \pm 0,19$) foi significativamente menor que 5 minutos. Com relação a termociclagem todos os especimes mostraram aumentos significativos no volume após 5.000 ciclos ($13,04 \pm 0,22$), porém para os outros tempos de

termocicalgem, 10.000 ($12,87 \pm 0,21$), 15.000 ($12,92 \pm 0,24$), e 20.000 ciclos ($12,84 \pm 0,23$) não foram diferentes entre si.

Conclusão: de acordo com a metodologia empregada (análise por video-imagem), a termociclagem causou uma expansão volumétrica significativa aos 5.000 ciclos e e mesmo após os outros ciclos o volume inicial não voltou ao seu valor inicial após a contração de polimerização.

Palavras-chave: resinas compostas, contração volumétrica, tensão de contração, Finite element analysis

Borges, ALS. *Video-Imaging Analysis of the Polymerization Shrinkage and Hygroscopic Expansion of Resin-Composites* [dissertation]. São José dos Campos (SP): Institute of Science and Technology, UNESP - Univ Estadual Paulista; 2014.

Abstract

Objectives: To evaluate the volumetric changes due to polymerization and thermocycling on different resin-composites. **Methods:** Thirteen A2 Universal Dentin shade resin-composites ($n = 10$) from eight manufacturers were evaluated (4Seasons, Grandio, Venus, Amelogen Plus, P90, Z350, Esthet-X, Amaris, Vita-I-escence, Natural-Look, Charisma, Z250 and Opallis). The polymerization shrinkage percentage (PS) was calculated using an image measurement device (ACUVOL - Bisco Dental). Equal volumes of material, standardized by a semisphere polyurethane matrix ($d = 3\text{mm}$) were used and, after 5 minutes of relaxation, the baseline volume measurements were obtained with 18 J of energy dose from the LED light-curing unit. Measurements were obtained after 5 minutes and PS values calculated. Specimens were stored in a dry-dark environment for 24 hours and re-measured. Specimens were then thermocycled in distilled water between 5°C and 55°C for 20,000 cycles, subjected to another volume measurement at 5,000 cycle intervals. Specimens were gently dried prior to each measurement. **Results:** Repeated measurements were made using ANOVA ($\alpha = 0.05$) showed that all resin-composite volumes were influenced by the number of cycles. Volumes at 5 minutes post-polymerization (12.47 ± 0.08) were significantly lower than those at baseline (12.80 ± 0.09). Volumes at 24 hours (12.43 ± 0.19) were insignificantly lower than those at 5 minutes post-polymerization. With regards to the impact of thermocycling, all specimens showed statistically significant increases in volume after 5,000 cycles (13.04 ± 0.22). Although statistically different from those after 5,000 cycles, there was no statistically significant difference between volumes measured at 10,000 (12.87 ± 0.21), 15,000 (12.92 ± 0.24), and 20,000 (12.84 ± 0.23) cycles. **Conclusion:** According to the video-imaging analysis, thermocycling caused a significant expansion in resin-composite volumes over the first 5,000 cycles. While additional thermocycling reduced specimen volume, this reduction was not significant to compensate the initial composite PS.

Keywords: Composite, Shrinkage volume, shrinkage stress, Finite element analysis

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, tem havido um interesse crescente no desenvolvimento de novos adesivos dentais e resina compostas para a substituição de amálgama. O principal desafio de desenvolver estes materiais ainda é fornecer um vínculo igualmente eficaz para tecidos duros de natureza diferente, como esmalte e dentina, bem como menor ou nenhuma contração de polimerização. As propriedades mecânicas e químicas destes materiais foram, além disso, melhorando ao longo dos anos (Willens et al., 1991; Liebenberg, 2000; Christensen, 1998], fazendo com que os clínicos e os investigadores acreditassem que o desempenho clínico destes materiais se tornasse cada vez mais promissora. A técnica restauradora estética também foi aprimorada, o que aumenta subsequentemente a longevidade das restaurações à base de resina, especialmente para os dentes posteriores (Christensen, 1998; Jordan, Suzuki, 1999).

A manutenção do selamento marginal e de boa qualidade das técnicas de preenchimento do material restaurador são o alvo para a longevidade das restaurações adesivas sendo assim o principal foco no apoio a viabilidade de todas as estratégias conservadoras (Gordan et al., 2009; Lundi, Rasmusson, 2004). No entanto, a incidência de fendas marginais podem variar 1,67-5,68% do volume total da restauração (Davidson et al., 1984), e pode ser preenchida por fluidos orais, que contêm bactérias que são responsáveis pela sensibilidade pós-operatória e de cáries secundárias [Spahr et al., 2000;

Szekely, Bocskay, 1999; Opdam et al., 1998), comprometendo o sucesso clínico da restauração.

Interações químicas complexas da interface adesiva, em alguns casos com desempenho a longo prazo inadequado devido a uma alta tensão de contração da polimerização combinada a um alto módulo de elasticidade (Takahashi et al., 2010; dos Santos et al., 2009; Loguercio et al., 2004; Kimomoto et al., 2000), se faz presente nas grandes diferenças na formulação das resinas compostas, que pode levar a falhas interfaciais, que afetam a integridade de restauração (Dálpino et al., 2011). No entanto, alguns autores relataram que nanocompósitos pode levar a uma menor formação de fendas na interface resina-dentina (dos Santos et al., 2009).

Quando a resina composta inicia o processo de polimerização, uma tensão é gerada como um resultado da contração, este fenômeno é uma das razões principais para a falha de adesão em restaurações adesivas. Esta Tensão é influenciada pela técnica restauradora, módulo de elasticidade da resina, taxa de polimerização [Feilzer et al., 1987; Feilzer et al., 1995; Rodrigues et al, 2012), e para alguns o fator-C (Rodrigues et al, 2012). A contração volumétrica é observada nas duas fases de pré e pós-gel, que inicia-se imediatamente após a ativação das cadeias monoméricas pela luz, no entanto, apenas na fase de pós-gel, onde se consegue um certo aumento no grau de dureza, refletindo no módulo de elasticidade do material, o qual é capaz de influenciar na tensão. Se a viscosidade é já elevado, a tensão desenvolvida através da contração de polimerização não é mais compensada, que afeta as ligações na interface (Sakaguchi et al., 1992; Versluis et al., 1998).

Existem muitas maneiras de se mensurar a tensão de contração e alteração de volume de materiais resinosos, mostrando uma boa coerência para os materiais experimentais, mas com muito poucas semelhanças para as resinas compostas comerciais (Gonçalves et al., 2012). Alguns autores utilizaram (Ress, Jacobsen, 1989) o processo do dilatômetro de mercúrio, que identifica o peso molecular e a configuração estrutural dos diferentes monômeros que podem afetar a contração. Um outro sistema para medir as alterações dimensionais em resinas compostas durante a polimerização é o uso de extensômetros elétricos colados em contato com as amostras possibilitando a mensuração de uma alteração dimensional linear (Sakaguchi et al., 1991). Os sinais emitidos são transportadas para um leitor que analisa e converte os dados para as unidades adequadas. Os autores descobriram que a contração linear reduzida com o aumento da espessura da amostra e com a distância da ponta da fonte de luz para a amostra (Labella et al., 1999).

Quando um material apresenta uma baixa contração volumétrica, isso não significa que as tensões de contração gerada após a polimerização será baixa e, por esta razão, a investigação do módulo de elasticidade é fundamental para a compreensão da geração de estresse, quanto mais rígidos mais alta será a geração de tensão após a contração. (Dauvillier et al., 2000a; Dauvillier et al., 2000b). Alguns autores descobriram também que nem todas as resinas com baixa contração de polimerização é associada a uma baixa contração pós-gel, que deve ser associado a um módulo de elasticidade relativamente baixa, a fim de reduzir a tensão de polimerização (Boaro et al., 2010).

Embora existam vários métodos para medir a contração de polimerização, cada uma delas apresenta vantagens e desvantagens. O dilatômetro capilar mercúrio é um exemplo eficiente para obter este tipo de dados, no entanto, é muito complexo e limitado nas medidas das resinas compostas, pois a adição de químicos são necessários para ser adicionados a mistura antes da sua colocação no dilatômetro (de Gee et al., 1993). Alguns autores calculam a contração volumétrica pela contração linear [29], assumindo que o material compósito de resina tem um comportamento isotrópico e que não é o que acontece em todos os casos. Assim, o desenvolvimento de estudos com as técnicas combinadas e complementares que possam melhor prever o comportamento clínico destes materiais parece ser ainda necessário.

O objetivo deste estudo foi avaliar a contração de polimerização e a alteração do volume produzido pela absorção de água de quatorze tipos de resina-compósitos em diferentes intervalos de tempo. A hipótese investigada foi de que (i) a contração de polimerização é afetada pelo tipo de resina composta; (ii) a alteração de volume produzida pela absorção de água é determinada pelo tipo de resina-composto; e (iii) a alteração de volume produzida pela absorção de água é afetada pelo tempo de envelhecimento e / ou pelo número de ciclos térmicos.

2 REVISÃO DA LITERATURA

A odontologia, como toda a ciência, está passando por uma evolução técnico-científica muito rápida, materiais e técnicas são desenvolvidos rapidamente e em grande número, sem muito tempo hábil para a avaliação do comportamento a longo tempo. Assim a confiabilidade do material, bem como suas propriedades físico-químicas, necessitam ser avaliados em sua profundidade para ser possível prever seu comportamento em uso dentro da cavidade bucal.

A manutenção do selamento marginal é a grande meta para a longevidade de restaurações adesivas, e a contração de polimerização é uma propriedade inerente do material que é de grande influência na interface adesiva.

Partindo do suposto de que uma baixa contração apresentada por um compósito necessariamente não significa baixa geração de tensões de contração de polimerização, torna-se indispensável o estudo do módulo de elasticidade do material, pois o alto conteúdo de carga, geralmente, apresenta menor contração, porém são mais rígidos e com isso maior será a concentração de tensões (Dauviller et al, 2000), além disso, o estudo da absorção de líquidos pela matriz resinosa altera o comportamento físico-químico do material sendo possível prever o desempenho em uso. (Condon, Ferracane, 2000)

Embora existam vários métodos de medição da contração de polimerização cada um deles possui vantagens e desvantagens. O dilatômetro com capilar de mercúrio é um exemplo eficaz para se obter esta grandeza, porém além de ser muito trabalhoso é limitado quanto a se obter resultados para compósitos com cura química, pois deve ser misturado antes de sua colocação no dilatômetro. (de Gee et al., 1993)

de Gee em 1993, calculou a contração volumétrica por intermédio da contração linear, para isso assumiu que o material composto

possui um comportamento isotrópico o que pode não ocorrer em todos os casos.

Nos últimos anos, ocorreu uma grande evolução de agentes adesivos e de resinas compostas. O desempenho das resinas compostas melhorou e a procura por técnicas estéticas aumentou, estimulando mais dentistas a optar por este material para restaurações posteriores (Jordan, Suzuki, 1991; Simonsen, 1995; Christensen, 1998).

A resistência ao desgaste das resinas contemporâneas (Christensen, 1998; Willems et al., 1991), o contato e o contorno proximal (Liebenberg, 2000) melhoraram significativamente, porém a contração de polimerização ainda permanece como o grande desafio das restaurações diretas em resina composta (Condon, Ferracane, 2000).

O mecanismo de contração de polimerização de resinas compostas na odontologia tem um grande enfoque nos estudos do comportamento dinâmico deste material restaurador, pois é responsável pela formação de uma fenda entre a resina composta e a parede da cavidade, ou provocar a formação de trincas da estrutura dentária (Versluis et al., 1998).

Essa fenda pode variar de 1,67 a 5,68% do volume total da restauração (Davidson et al., 1994), e pode ser preenchida por fluídos bucais. Os fluídos bucais contêm bactérias que podem ser responsáveis pela sensibilidade pós-operatória e pela recidiva de cáries.

Quando as resinas compostas iniciam o processo de polimerização elas contraem, assim um estresse é gerado. Este fenômeno físico-químico pode ser responsável pela falha na união. (Versluis et al., 1996)

O estresse é influenciado pela técnica restauradora, pelo módulo de elasticidade da resina, pela taxa de polimerização e pela configuração da cavidade ou "fator-C". O fator-C é a relação entre a união e a desunião das superfícies. (Feilzer et al., 1987; Feilzer et al., 1995)

Quando do seu desenvolvimento, na década de 60, os materiais restauradores estéticos disponíveis eram limitados e com resultados clínicos insatisfatórios.

Embora o aprimoramento destes materiais tenha levado a uma melhora quanto as suas características física e óticas ainda apresenta um sério problema de contração durante a sua polimerização.

A resina composta é feita basicamente por uma matriz de dimetacrilato (Bowen, 1962), cargas inorgânicas, silano e fotoiniciadores. Para obter a polimerização grupos moleculares se combinam quimicamente resultando em uma formação de cadeia. Estas combinações das moléculas resinosas tendem a se aproximar reduzindo assim o volume total do material, e este processo é conhecido como contração de polimerização.(Feilzer et al., 1987; Kato, 1987)

Esta contração volumétrica é observada nas duas fases pré e pós-gel. A contração se inicia imediatamente após a ativação da luz, porém apenas na fase pós-gel, onde há um aumento da dureza que reflete no módulo de elasticidade e o material não é mais capaz de escoar ou a viscosidade já é alta, o stress da contração de polimerização não é mais compensado, podendo assim influenciar na camada de união (Versluis et al., 1998; Sakaguchi et al., 1992).

Um ótimo grau de polimerização e mínima contração de polimerização são geralmente objetivos antagônicos (Lambrechts et al., 1987), pois quanto maior a conversão de monômeros em polímeros, maior a contração de polimerização e, entretanto melhores as propriedades mecânicas.

A magnitude das tensões provenientes da contração de polimerização e a contração propriamente dita diferem entre os materiais, especialmente pela variação encontrada na concentração de partículas de carga, que produz diferentes módulos de elasticidade, além de contração linear.(Versluis et al., 1996; Lambrechts et al., 1987)

Materiais que apresentam menor rigidez proporcionam maior escoamento das tensões de contração, o que, conseqüentemente, conduz a

restauração com melhor selamento marginal (Dauvillier et al., 2000a; Dauvillier et al., 2000b).

Sabendo que a contração de polimerização é consequente da formação de ligações covalentes curtas entre as unidades monoméricas de resina composta e que esta pode conduzir a formação de fendas marginais RESS e JACOBSEN em 1989, avaliaram a contração de polimerização de cinco resinas para dentes posteriores por meio de um dilatômetro contendo água e observaram que o peso molecular e a configuração dos diferentes monômeros podem afetar a contração.

No mesmo ano SAKAGUCHI e DOUGLAS, desenvolveram um sistema para medir alterações dimensionais em compósitos durante sua polimerização, a utilização de extensômetros elétricos colocados em contato com as amostras de resina para medir a contração de polimerização linear. Os sinais emitidos eram transportados para um leitor que os analisava e convertia em unidades adequadas. Neste trabalho os autores observaram que o valor da contração linear diminuiu com o aumento da espessura do corpo de prova e com o afastamento da fonte de luz.(Labella et al., 1999)

Assim o desenvolvimento do estudo envolvendo diferentes tipos de análise, tais como contração de polimerização e sorção de água, em função das várias categorias de materiais faz necessário para a escolha e o bom uso clínico do material.

3 DETALHAMENTO METODOLÓGICO

Este estudo teve a finalidade de avaliar a contração de polimerização e a alteração de volume produzido pela sorção de água de quatorze tipos de resina composta e diferentes intervalos de tempo.

As hipóteses nulas em investigação foram:

- a) a contração de polimerização não é afetada pelo tipo de resina composta;
- b) a alteração de volume produzido pela sorção de água não é afetada pelo tipo de resina composta;
- c) a alteração de volume produzido pela sorção de água não é afetada pelo tempo de armazenamento e pelo número de ciclos.

3.1 Ensaio *in vitro*

3.1.1 Materiais

Resinas compostas (Tabela 1)

Matriz de politetrafluoroetileno

AcuVol™ - X-82100P – Bisco, Inc. - USA

Filtro de Anteparo

Fotopolimerizador: Poly Wireless - Kavo

Radiômetro: LED - Kordortech

3.1.2 Ensaio 1- **Contração volumétrica**

O ACUVOL™ é um aparelho que utiliza a técnica de comparação volumétrica por imagem, onde as imagens são geradas, captadas, armazenadas e analisadas simultaneamente ao ensaio idealizado. Este instrumento possui uma sensibilidade de 0,1% de alteração volumétrica em corpos de prova bem pequenos, de aproximadamente 15µl.

Para medir a contração usando este aparelho, uma porção da resina composta foi manualmente modelada em uma guia de politetrafluoroetileno com 4,8mm de diâmetro de base e 1,3mm de altura na forma de uma calota (figura 1), e colocado em um pedestal na frente do dispositivo de carga acoplada à câmera leitora da máquina. O espécime descansou por 5 minutos para eliminar a influência do relaxamento, dado pela incidência da gravidade e foi realizada a primeira leitura do volume do material. (Tiba et al., 2005)

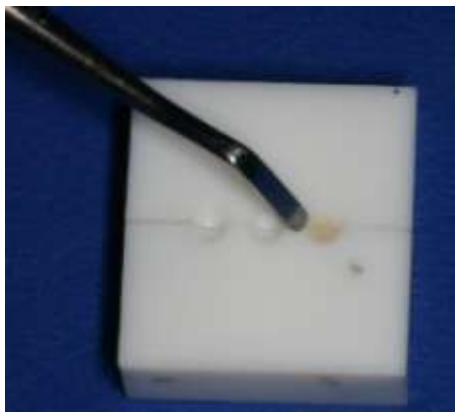


Figura 1- Matriz de politetrafluoroetileno

O volume total da porção de resina teórico foi $12,91\text{mm}^3$, calculado pela fórmula do volume da calota esférica, $V = \frac{1}{6}\pi h(3a^2 + h^2)$, onde h (1,3mm) é a altura e a (2,4mm) o raio da base da calota.

A área submetida a luz foi calculada pela fórmula da área superficial da calota esférica, $A = 2\pi r h$, onde r é o raio da calota.

Após o primeiro registro, o material foi fotoativado por 40 s (Figura 2) utilizando uma unidade de fotoativação (Poly Wireless - Kavo). A ponta do fotoativador foi posicionada a 1 mm da parte superior da resina composta. Antes do teste, a irradiação da luz foi medida usando um medidor de energia (Radiômetro LED - Kordortech). Durante toda a confecção das amostras, o nível de irradiância foi medido para garantir que o nível de energia entregue a todos os corpos de prova fossem semelhantes.



Figura 2- Fotoativação do corpo-de-prova

A contração volumétrica foi anotada 5 minutos após ativação da luz, a fim de deixar a temperatura da amostra equilibrada à temperatura ambiente, assim tivemos uma segunda leitura e a sua subtração da primeira leitura do volume mostrou o valor da contração volumétrica do compósito. (Figura 3)

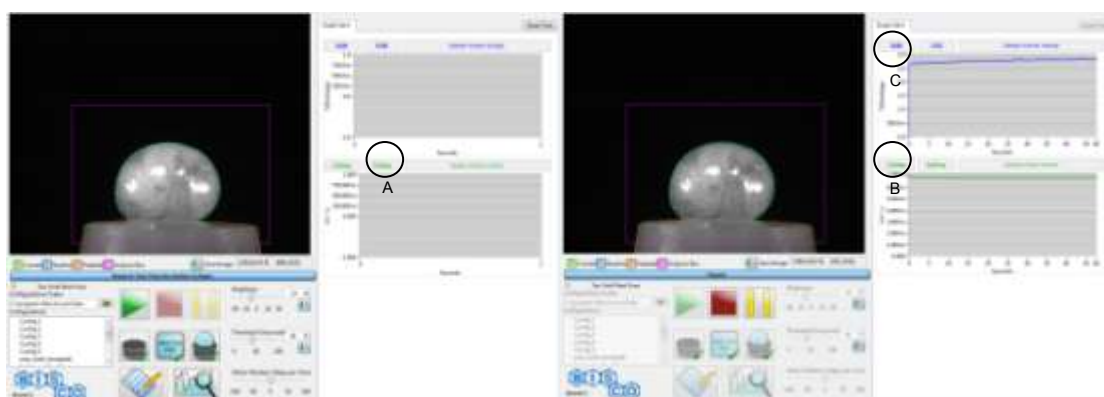


Figura 3 - Análise das imagens antes e após a polimerização.

Em princípio, dez exemplares de cada resina composta (Tabela 1), foram confeccionados para serem testados, tomando-se o cuidado para que o desvio padrão dos volumes das amostras fosse menor que 10%.

Para evitar sobrecarga de iluminação, antes de iniciar a polimerização dos espécimes em resina composta, o ambiente de ensaio foi preparado com a utilização de um anteparo de cor laranja sobre o equipamento.

Tabela 1: Compósitos utilizados neste estudo

Nome	Fabricante	Tamanho médio de partículas de carga	% Carga (peso)	% Carga (volume)	Tipo de Carga	Matriz orgânica	Classificação
Venus	Heraeus Kulzer, GmbH & Co, Kg, Alemanha	0,01-0,07µm	78%	61%	SiO ₂ , Bário, fluoralumínio de vidro.	BisGMA, TEGDMA	Nanohíbrido
Charisma		0,002-0,7µm	78%	61%	Flúor, bário, SiO ₂ altamente dispersa	Bis-GMA, TEGDMA	Híbrido
Filtek Supreme	3M Espe, St. Paul, Mn, EUA	5-20nm/0,6-1,4µm	78,5%	59,5%	SiO ₂	BisGMA, BisEMA, UDMA, TEGDMA	Nanohíbrido
Filtek P 90		0,04-1,7µm	77%	51%	Quartzo e Flureto de Itrio	Silorano	Nanohíbrida
Filtek Z250		0,01 – 3,5µm	78%	60%	SiO ₂	BisGMA, UDMA, BisEMA	Híbrido
4 Seasons	Ivoclar Vivadent, São Paulo, SP, Brasil	0,6µm	76%	58%	Bário, Alumínio fluorsilicato de vidro.SiO ₂	BIS-GMA, TEGMA, UDMA	Híbrido
Opallis	FGM, Joinville, SC, Brasil	0,5µm	79%	58%	Vidro de bário, alumínio silicato	Bis-GMA,Bis-EMA, TEGDMA	Híbrido
EsthetX	Dentsply Detrey GmbH, Konstanz, Alemanha	< 1,0µm	86%	60%	Bário fluoralumínio, borosilicato de vidro, SiO ₂	UDMA, Bis-GMA, TEGDMA	Híbrido
Natural Look	DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brasil	0,5µm	77%	59%	Cristais de Bário Atomizados Sílica amorfa.	BisGMA, BisEMA, TEGDMA	Híbrido
Amaris	VOCO, GMBH, Alemanha	0,7µm	80%	64%	Partículas de cerâmica silanizadas, SiO ₂	BisGMA, TEGDMA	Híbrido
Grandio		0,7µm	80%	63%	Partículas de cerâmica silanizadas, SiO ₂	Bis-GMA, TEGDMA	Híbrido
Vitaleseccence	Ultradent, Products USA	0,7µm	75%	52%	Não informado pela empresa		Híbrido
Amelogem PLUS		0,7µm	76%	61%	Ddióxido de silício e silicatos	BisGMA, TEGDMA	Híbrido

3.1.3 Ensaio 2 – Alteração de Volume pela expansão higroscópica

Após o ensaio de contração volumétrica os corpos de prova foram mantidos secos a 37°C por 24 horas, em um ambiente com ausência de luz. Logo após, o corpo-de-prova foi levado novamente ao pedestal na frente do dispositivo de carga, acoplado à câmera leitora da máquina para a realização da leitura do novo volume, tendo assim a influência da absorção inicial no volume total da amostra.

Foi ainda realizado uma seqüência de 5.000, 10.000, 15.000 e 20.000 ciclos completos em água destilada a 5°C e 55°C, e ao final de cada marcação os corpos de prova foram secos com um leve jato de ar por 15s e levados novamente à máquina de medição.

3.1.4 Análise estatística

Após o final do ensaio, os dados foram representados por meio da estatística descritiva com as medidas de dispersão, com o objetivo de caracterizar o tamanho e tipo da amostra. A baixa variância possibilitou a realização do teste de hipóteses paramétricos (ANOVA e Tukey para medida repetidas) com um poder adequado e uma inferência estatística segura.

4 ARTIGO

Original paper

**Video-Imaging Analysis of the Polymerization Shrinkage and
Hygroscopic Expansion of Resin-Composites**

Alexandre Luiz Souto Borges^a, Ana Carolina Oliveira Souza^a, Meaghan Elizabeth MacPherson^b, Rubens Nisie Tango^a, Flávia Pires Rodrigues^{a,c}, Jeffrey Allan Platt^b

^a Department of Dental Materials and Prosthodontics, School of Dentistry, Institute of Science and Technology, UNESP – Univ Estadual Paulista, São José dos Campos, São Paulo, Brazil.

^b Indiana University School of Dentistry, Division of Dental Biomaterials

^c Visiting Research Fellow, University of Birmingham, School of Dentistry, Biomaterials Unit, Birmingham, UK.

Corresponding author:

*Alexandre Luiz Souto Borges

Department of Dental Materials and Prosthodontics, School of Dentistry, Institute of Science and Technology, UNESP – Univ Estadual Paulista, São José dos Campos, São Paulo, Brazil.

e-mail: aleborges@fosjc.unesp.br

Short title

Video-Imaging of Volume Resin-Composites

Keywords

Video-Imaging, Finite Element Analysis, Water Sorption, Polymerization Shrinkage, Hygroscopic Expansion, Resin-Composites

Summary

Objectives To evaluate the volumetric changes due to polymerization and thermocycling on different resin-composites. **Methods:** Thirteen A2 Universal Dentin shade resin-composites ($n = 10$) from eight manufacturers were evaluated (4Seasons, Grandio, Venus, Amelogen Plus, P90, Z350, Esthet-X, Amaris, Vita-I-escence, Natural-Look, Charisma, Z250 and Opallis). The polymerization shrinkage percentage (PS) was calculated using an image measurement device (ACUVOL - Bisco Dental). Equal volumes of material, standardized by a semisphere polyurethane matrix ($d = 3\text{mm}$) were used and, after 5 minutes of relaxation, the baseline volume measurements were obtained with 18 J of energy dose from the LED light-curing unit. Measurements were obtained after 5 minutes and PS values calculated. Specimens were stored in a dry-dark environment for 24 hours and re-measured. Specimens were then thermocycled in distilled water between 5°C and 55°C for 20,000 cycles, subjected to another volume measurement at 5,000 cycle intervals. Specimens were gently dried prior to each measurement.

Results: Repeated measurements were made using ANOVA ($\alpha = 0.05$) showed that all resin-composite volumes were influenced by the number of cycles. Volumes at 5 minutes post-polymerization (12.47 ± 0.08) were significantly lower than those at baseline (12.80 ± 0.09). Volumes at 24 hours (12.43 ± 0.19) were insignificantly lower than those at 5 minutes post-polymerization. With regards to the impact of thermocycling, all specimens showed statistically significant increases in volume after 5,000 cycles (13.04 ± 0.22). Although statistically different from those after 5,000 cycles, there was no statistically significant difference between volumes measured at 10,000 (12.87 ± 0.21), 15,000 (12.92 ± 0.24), and 20,000 (12.84 ± 0.23) cycles.

Significance: According to the video-imaging analysis, thermocycling caused a significant expansion in resin-composite volumes over the first 5,000 cycles. While additional thermocycling reduced specimen volume, this reduction was not significant to compensate the initial composite PS.

1. Introduction

In recent years, there has been an increasing interest on the development of new dental adhesives and resin-composites for amalgam replacement. The main challenge of developing these materials is still to provide an equally effective bond to hard tissues of different nature such as enamel and dentin as well as lower or none polymerization shrinkage. The mechanical and chemical properties of these materials have moreover been improved along the years [1-3], making the clinicians and researchers believe that the clinical performance of these materials is still promising. Aesthetic restorative technique has also been improved which subsequently increases the longevity of the resin-based restorations, especially for posterior teeth [3-5].

The maintenance of the marginal sealing and good quality of restoration filling techniques are the aim towards the longevity of the adhesive restorations thus being the main focus on supporting the viability of all conservative (non-replacement) restoration treatment strategies [6,7]. However, the incidence of marginal gaps can vary from 1.67 to 5.68 % of the total volume of the restoration [8], and can be fulfilled by oral fluids, which contain bacteria that are responsible for the post-sensitivity and for secondary caries [9-11], compromising the restoration clinical success. Complex interactions in adhesive bonding such as an underperformed bonding approach and also high polymerization contraction strain, stress and elastic modulus [12-15], rather than the differences in the resin-composite formulation, can also lead to interfacial gaps, affecting the restoration integrity

[16]. However, some authors reported that nanocomposites may lead to less gap formation at the resin-dentin interface [13].

When the resin-composites initiate the polymerization process, stress is generated as a result of shrinkage. This phenomenon is a leading reason for bond failures in adhesive restorations. The stress is influenced by the restorative technique, elastic modulus of the resin, polymerization rate [17,18], and for some C-Factors, in particular small cavities [19]. The volumetric shrinkage is observed at the two phases pre- and post-gel. The polymerization shrinkage starts immediately after the light activation, however just at the post-gel phase it is possible to achieve an increase on hardness, reflecting on the elastic modulus of the material, which is capable to creep. If the viscosity is already high, the stress developed by the polymerization shrinkage is not compensated anymore, affecting the interfacial bonding. [20,21]

There are many testing systems for measuring the shrinkage stress and strain of resin-based materials, showing a good agreement for the experimental materials, but very few similarities for the commercial resin-composites [22]. Some authors used [23] the mercury dilatometer method and identified that the molecular weight and the molecular structure configuration of different monomers can affect the shrinkage. A system to measure the dimensional alterations in resin-composites during the polymerization, by using electrical extensometers bonded in contact to the resin-composite specimens to measure the linear polymerization shrinkage was posteriorly developed [24]. The signals emitted were transported to a reader which analyzed and converted the data to the right units. The authors found that the

linear shrinkage reduced with the increase of the thickness of the specimen and with the distance of the light source tip to the sample [25].

When a material presents a low volumetric shrinkage, it does not mean that low shrinkage stresses will be generated after polymerization and for this reason the investigation of the elastic modulus is fundamental for the understanding of stress generation after shrinkage as high filled resin-composites usually present lower shrinkage but are more rigid and higher will be the stress generation after shrinkage. [26,27]. Some authors have also found that not all low-shrinkage resin-composites demonstrated reduced polymerization shrinkage and mentioned that a low post-gel shrinkage must be associated to a relatively low elastic modulus, in order to reduce the polymerization stress generated [28].

Although there are several methods for measuring the polymerization shrinkage, each of them presents advantages and disadvantages. The mercury capilar dilatometer is an efficient example to obtain this type of data, however it is too complex and limited in case measurements of chemical resin-composites are needed, as it has to be mixture before its placement into the dilatometer [29]. Some authors calculated the volumetric contraction by the linear contraction [29], assuming that the resin-composite material has an isotropic behavior and it is not what happens for all cases. Thus, the development of studies with combined and complimentary techniques which could better predict the clinical behavior of these materials seems to be likely.

The aim of this study was to evaluate the polymerization shrinkage and the volume alteration produced by the water sorption of fourteen types of resin-composites in different time intervals. The hypothesis investigated were

that (i) the polymerization shrinkage is affected by the type of resin-composite; (ii) the volume alteration produced by the water sorption is affected by the type of the resin-composite; and (iii) the volume alteration produced by the water sorption is affected by the aging time and/or by the number of thermo cycles.

2. Material and Methods

All materials used in this study are represented in Table 1. Polymerization shrinkage and hygroscopic expansion by water sorption were performed and described as follows:

2.1 Polymerization shrinkage

The AcuvolTM is an apparatus used for volumetric comparison by imaging. Images are generated and analyzed simultaneously to the test. The accuracy of this instrument is 0.1% of volumetric alteration, considering specimens with approximately 15 μ l. To measure the polymerization shrinkage with AcuvolTM, small portion of the resin-composite was manually shaped in a polytetrafluoroethylene mold with 4.8 mm in diameter at its base and 1.3 mm in height, resulting in a spherical cap shape (Figure 1). This set-up was then placed in a pedestal in front of the load device coupled to the recording camera of the equipment. All specimens were storage for 5 min before the first reading of the volume in an attempt to eliminate the influence of the relaxation generated by the gravity.[30]

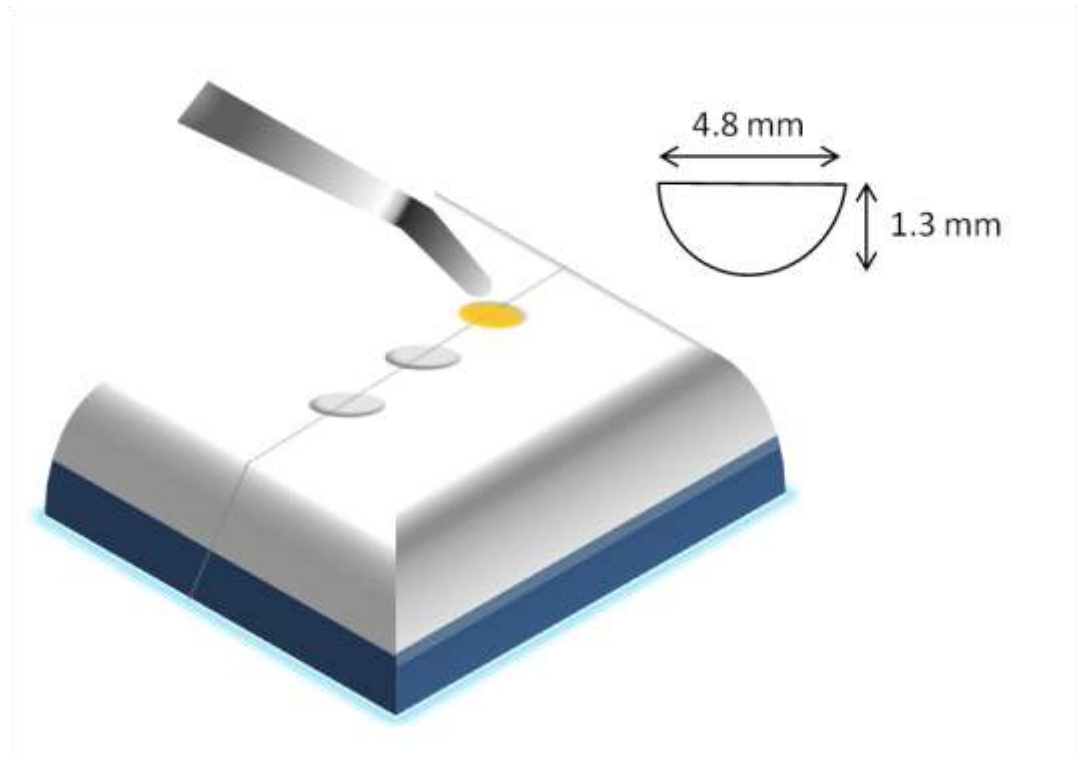


Figure 1 – Scheme of polytetrafluoroethylene mold

The total theoretical volume of the resin-composite was 12.91 mm^3 and it was calculated by the formula of the spherical cap volume:

$$V = \frac{1}{6\pi h (3a^2 + h^2)}$$

, where h (1.3 mm) is the height and a (2.4 mm) is the radius of the spherical cap base.

The area subjected by the light irradiation was calculated by the formula of the superficial area of the spherical cap as follows:

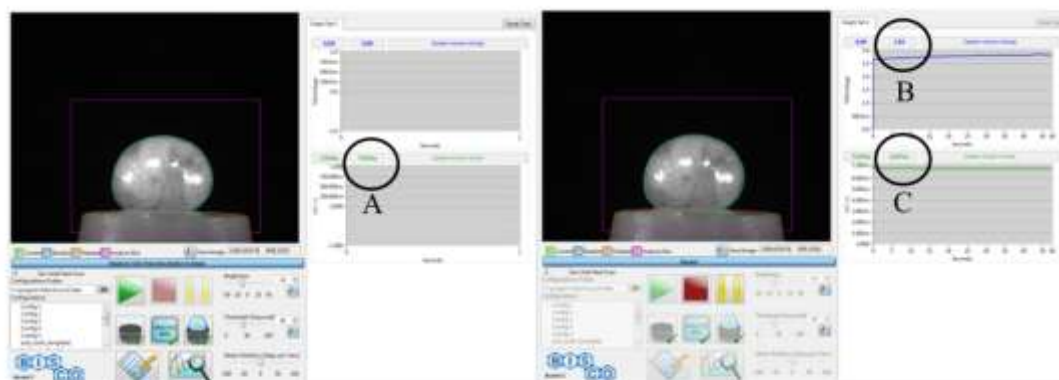
$$A = 2\pi r h$$

, where r is the radius of the spherical cap base.

After the second reading, the material was photoactivated for 40 s, by using a photoactivation unit (Poly Wireless - Kavo). The photoactivation unit tip was placed 1 mm from the top of the resin-composite specimen. Before the

test, the irradiation was checked by using a radiometer (Radiômetro LED - Kordortech). This procedure was repeated before the polymerization of each specimen to ensure that the same amount of energy (18J) was delivered to all specimens.

The volumetric shrinkage was recorded 5 min after the light activation, in an attempt to balance the specimens' temperature with the room temperature. A second reading was then made and the subtraction of the first reading of the volume showed the volumetric shrinkage of the resin-composite. (Figure 2)



A= Initial volume reading; B= Final volume reading; C= Shrinkage calculation

Figure 2 – Mainly Screen of ACUVOL device

Ten specimens were obtained from each resin-composite (n=10) (Table 1). The standard deviation of the volumes obtained was maintained lower than 10%. To avoid light overcharging, before the beginning of the polymerization of the specimens in resin-composite, the environment of the test was prepared with the use of an orange bulkhead over the equipment.

2.2 Volume alteration by the water sorption

After the volumetric shrinkage test, the specimens were maintained in a dried condition at 37 °C for 24 h, in a dark room and subsequently they were subjected to a new volume recording for analyzing the influence of the initial sorption on the total specimen volume.

A sequence of 5.000, 10.000, 15.000 and 20.000 complete cycles in distilled water was performed at 5 °C and 55 °C, and at the end of cycle, the specimens were dried with a soft air jet for 15 s and repositioned at the equipment for the measurements. Data was subjected to statistical analysis with the objective of characterize the size and type of specimen and Repeated-measures one way ANOVA and Tukey, $p < 0.05$

3. RESULTS

3.1 Polymerization

Data was grouped for the two first times of measurement where the polymerization shrinkage occurs immediately and after 24 h. All resin-composite volumetric shrinkages were influenced by the post-polymerization time (Table 2). A significant difference was found for the period in this study: immediate (2.51%) and 24 h after polymerization (3.02%), and for the interaction. Filtek Silorane presented the lowest volumetric shrinkage and Vitalescence presented the highest values. Filtek Silorane and Grandio had the lowest percentage of shrinkage immediately after the polymerization (1.03% and 1.70%, respectively), and, at the second measurement (1.06%

and 2.64%, respectively). Means after 24 h were higher than in all other cases excepting for the resin-composites 4 Seasons and Amaris.

Table 3 presented the means of the volume alteration for each specimen in all aging times and thermocycling. It was noticed that the type of resin did not interfere on the effect of the volume alteration, however the time, aging and thermocycling, as well as the interaction with the resin-composite influenced on the final volume of the specimens. Volumes at 5 minutes post-polymerization (12.47 ± 0.08) were significantly less than those at baseline (12.80 ± 0.09). Volumes at 24 hours (12.43 ± 0.19) were insignificantly less than those at 5 minutes post-polymerization. With regards to the impact of thermocycling, specimens showed statistically significant increases in volume after 5,000 cycles (13.04 ± 0.22). Although statistically different from those after 5,000 cycles, there was no statistically significant difference between volumes measured at 10,000 (12.87 ± 0.21), 15,000 (12.92 ± 0.24), and 20,000 (12.84 ± 0.23) cycles.

4. DISCUSSION

The methodology applied for measuring the volumetric shrinkage by video-imaging the specimens was initially idealized for a simple verification of the shrinkage stress [31] as it was for a static platform. However, after many pilot studies, a rotation was used at the pedestal, allowing changes on aging and cycling to facilitate the volumetric comparison with precision. About the immediate volumetric polymerization shrinkage, as expected, the resin-composite Filtek Silorane presented the lowest mean as well as Grandio just

after the polymerization. After 24 h, the volumetric shrinkage of Grandio continued increasing, from 1.7 to 2.64 % while Filtek Silorane increased just from 1.03-1.06%. Natural Look and 4 Seasons presented the highest values after 24 h, reaching 3.76% and 3.86% respectively, an expected result for the Natural Look as it has lower viscosity.

From these results it is possible to predict the need of a comparison between the groups just aged in water at 37 °C to isolate the effect of the temperature and the humidity separately, as these materials have been extensively used in Dentistry, for dental filling or cementation. The longevity of these materials will then depend upon a better combination of the aesthetic and mechanical properties as well as excellent techniques. Many materials used into the oral cavity have interactions with the wet environment and the exposition to different temperature variations. The efficacy of adhesives and restorative materials is evaluated by exposing them to extreme temperature challenges and thermo cycling. For the resin-based materials, this exposition promotes water diffusion through the organic matrix, resulting in hygroscopic expansion and chemical degradation. [32]

Previous studies have already verified that the water sorption can cause dimensional and weight alterations in the material after polymerization [33-35]. Some authors [33], showed a positive correlation between the absorbed water mass and the volume alteration. Water sorption promotes significant effects into the structure, physical properties and dimensional alterations of resin-composite materials with different organic matrix [36]. In the present study universal resin-composites were used. A precise method was described by some authors [37] for measuring hygroscopic expansion along time. The

method consisted by preparing a specimen that moved guided by a motor and a laser microscope which made the readings during the periods of rotation and sent all data to a computer that performed successive readings and processed the data statistically, which motivated the authors from the present study to use the AcuVolTM equipment with the same purpose.

The effect of the humidity exposition resulting in an increase of the volume can be demonstrated in many ways, by using different methodologies and equipments differently, such as measurements of the length [38] and relaxation of the shrinkage stresses developed by the polymerization [39]. The ability of the water molecule to diffuse through the organic matrix of the resin-composite determines the hydrophobicity of the material, while the elasticity and bond strength will determine the dimensions of the material. The elastic limit of the polymer and co-polymers chemical bonding and determine the maximum amount that the material will expand and dimensional alteration after the first cycling can happen due to the hydrolytic degradation of the bonding into the polymer formed. The majority of the resin-composites studied have hydrophobic nature coming from the methacrylate formulas.

Few studies are focused on the thermocycling effect in water sorption, solubility and hygroscopic expansion of resin-composites. Some authors [32] evaluated the water sorption and solubility of resin-based materials, following a thermocycle protocol initially purposed by Gale & Darvell in 1999 [40], after an in vivo evaluation which consisted in specimens subjected by cycles of 35 °C - 28 s, 15 °C - 2 s, 35 °C - 28 s and 45°C - 2 s. In our study, different materials used were not different statistically. All resin-composites had a great reduction in volume just after the polymerization, reducing slowly until 24 h.

After the immersion and thermocycling, the tendency inverted with a great increase that stabilized after 10.000 cycles. (Table 3). The reason and the amount of polymer hygroscopic expansion depends on many factors such as the type of matrix, type of filler, bonding between the filler and the organic matrix and the volumetric ratio between the inorganic and organic matrix [33,35,41]. Another study point that a great expansion occurred at the first week of and a gradual increase, however slow, during the first six months [34].

This is already known that the temperature over 60°C promotes a significant increase on the resin-based material degradation [42,43]. In this way, the present study was based in maximum and minimum temperatures, simulating the extreme conditions that would not surpass this limit, in an attempt to consider the clinical values that could still be present in the majority of the researches evaluating the effect of thermo cycling on bonded interfaces. Other authors [44] observed an increase in water sorption in resin-composites when increasing the number of thermo cycles, regardless the energy font and the material, which was also observed in the present study. The sorption and diffusion of fluids through the polymer are affected by the liquid density used during the cycles which are also influenced by the room temperature.[37]

Although the statistical analysis does not show any differences among the materials used, after a careful analysis, it was noticed that some distinct behaviors were recorded, as the example in Natural Look resin-composite, which presented the lowest final volume when compared to Z250 and Charisma, as it is already known that the UDMA polymer absorb less water

than the BisGMA, due to its higher crosslinking ability [45]. Another factor that can explain these small differences could be the amount of filler from each material, as there is an inverse correlation with the degree of hygroscopic expansion and water sorption. As the filler volume increases, there is a decrease on the water sorption and consequently on the hygroscopic expansion [35]. A study idealized the influence of the filler/matrix interface [46], where a poor bonding would provide a way of facilitating the water diffusion, then a material with high filler volume would accommodate the water volume in this region

The silane treatment of the filler gives a bonding resin-to-filler and has been shown to enhance the mechanical stability of the filler-matrix interface, and increase the strength and hardness of composite resins [47]. Inclusion of an effective coupling agent in the composite significantly reduces the rate of diffusion along the grain boundary and leaves only normal diffusion confined to matrix alone [48]. Another possible explanation to the higher values seen for the volume changes of some resin-composites could be the weak bonding between the cement particles and the resin matrix. The filler treatment and presence of interspacing caused by poor silanization process can affect the surface energy of the fillers, as any of those are considered defects into the material and concentrate stress. The surface energy of the glass particles under the water or saliva (whose proteins will be absorbed) is lower than when in air. In this wet condition, the initiation of the crack/ flaw is then very facilitated, requiring little efforts, such as the stresses generated after polymerization shrinkage. Consequently, the adhesion of the particles to the matrix can be destroyed by hydrolysis [49]. If the material is inhomogeneous

and anisotropic as almost all dental materials, several sizes of defects as well are present. This potential deterioration of the glass is one of the reasons why it is so important to form an organic layer of silane molecules on the surface of the filler to protect it from the environment. On the other hand, it has been found that the silane treatment remains for at least 6 months, even when specimens are stored at adverse conditions in distilled water [50]. No matter what the application or the chemistry of the polymer present into the resin cements, the properties investigated in this study showed that future studies are needed considering the silane treatment integrity.

5. CONCLUSION

Within the limitations of this study, it was concluded that:

- The polymerization shrinkage is dependent upon the type of resin-composite;
- Temperature has a significant influence on the water sorption in all materials used, verified by the mass alteration, regardless the type of material used.

Acknowledgements

This study was supported by Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo FAPESP: Grant nº 2010/51749-3.

REFERENCES

1. Willems G, Lambrechts P, Braem M, Vuylsteke-Wauters M and Vanherle G. The surface roughness of enamel-to-enamel contact areas compared with the intrinsic roughness of dental resin composites. *J Dent Res*, 1991; 70:1299-305.
2. Liebenberg WH. Assuring restorative integrity in extensive posterior resin composite restorations: pushing the envelope. *Quintessence Int*, 2000; 31:153-64.
3. Christensen GJ. Amalgam vs. composite resin: 1998. *J Am Dent Assoc*, 1998; 129:1757-9.
4. Jordan RE and Suzuki M. Posterior composite restorations. Where and how they work best. *J Am Dent Assoc*, 1991; 122:30-7.
5. Simonsen RJ. Move over amalgam--at last. *Quintessence Int*, 1995; 26:157.
6. Gordan VV, Garvan CW, Blaser PK, Mondragon E and Mjor IA. A long-term evaluation of alternative treatments to replacement of resin-based composite restorations: results of a seven-year study. *J Am Dent Assoc*, 2009; 140:1476-84.

7. Lundin SA and Rasmusson CG. Clinical evaluation of a resin composite and bonding agent in Class I and II restorations: 2-year results. *Quintessence Int*, 2004; 35:758-62.
8. Davidson CL, de Gee AJ and Feilzer A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res*, 1984; 63:1396-9.
9. Spahr A, Schon F and Haller B. Effect of gingival fluid on marginal adaptation of Class II resin-based composite restorations. *Am J Dent*, 2000; 13:261-6.
10. Szekely M and Bocskay I. [Scanning electron microscopy of marginal fitting of composite resin fillings]. *Fogorv Sz*, 1999; 92:186-90.
11. Opdam NJ, Feilzer AJ, Roeters JJ and Smale I. Class I occlusal composite resin restorations: in vivo post-operative sensitivity, wall adaptation, and microleakage. *Am J Dent*, 1998; 11:229-34.
12. Takahashi H, Finger WJ, Wegner K, Utterodt A, Komatsu M, Wostmann B and Balkenhol M. Factors influencing marginal cavity adaptation of nanofiller containing resin composite restorations. *Dent Mater*, 2010; 26:1166-75.
13. dos Santos GO, dos Santos ME, Sampaio EM, Dias KR and da Silva EM. Influence of C-factor and light-curing mode on gap formation in resin composite restorations. *Oper Dent*, 2009; 34:544-50.

14. Loguercio AD, Reis A, Schroeder M, Balducci I, Versluis A and Ballester RY. Polymerization shrinkage: effects of boundary conditions and filling technique of resin composite restorations. *J Dent*, 2004; 32:459-70.
15. Kinomoto Y, Torii M, Takeshige F and Ebisu S. Polymerization contraction stress of resin composite restorations in a model Class I cavity configuration using photoelastic analysis. *J Esthet Dent*, 2000; 12:309-19.
16. D'Alpino PH, Bechtold J, dos Santos PJ, Alonso RC, Di Hipolito V, Silikas N and Rodrigues FP. Methacrylate- and silorane-based composite restorations: hardness, depth of cure and interfacial gap formation as a function of the energy dose. *Dent Mater*, 2011; 27:1162-9.
17. Feilzer AJ, De Gee AJ and Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res*, 1987; 66:1636-9.
18. Feilzer AJ, Kakaboura AI, de Gee AJ and Davidson CL. The influence of water sorption on the development of setting shrinkage stress in traditional and resin-modified glass ionomer cements. *Dent Mater*, 1995; 11:186-90.
19. Rodrigues FP, Silikas N, Watts DC and Ballester RY. Finite element analysis of bonded model Class I 'restorations' after shrinkage. *Dent Mater*, 2012; 28:123-32.

20. Sakaguchi RL, Peters MC, Nelson SR, Douglas WH and Poort HW. Effects of polymerization contraction in composite restorations. J Dent, 1992; 20:178-82.
21. Versluis A, Tantbirojn D and Douglas WH. Do dental composites always shrink toward the light? J Dent Res, 1998; 77:1435-45.
22. Goncalves F, Boaro LC, Ferracane JL and Braga RR. A comparative evaluation of polymerization stress data obtained with four different mechanical testing systems. Dent Mater, 2012; 28:680-6.
23. Rees JS and Jacobsen PH. The polymerization shrinkage of composite resins. Dent Mater, 1989; 5:41-4.
24. Sakaguchi RL, Sasik CT, Bunczak MA and Douglas WH. Strain gauge method for measuring polymerization contraction of composite restoratives. J Dent, 1991; 19:312-6.
25. Labella R, Lambrechts P, Van Meerbeek B and Vanherle G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. Dent Mater, 1999; 15:128-37.
26. Dauvillier BS, Aarnts MP and Feilzer AJ. Developments in shrinkage control of adhesive restoratives. J Esthet Dent, 2000; 12:291-9.

27. Dauvillier BS, Feilzer AJ, de Gee AJ and Davidson CL. Visco-elastic parameters of dental restorative materials during setting. *J Dent Res*, 2000; 79:818-23.
28. Boaro LC, Goncalves F, Guimaraes TC, Ferracane JL, Versluis A and Braga RR. Polymerization stress, shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites. *Dent Mater*, 2010; 26:1144-50.
29. de Gee AF, Feilzer AJ and Davidson CL. True linear polymerization shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer. *Dent Mater*, 1993; 9:11-4.
30. Tiba A, Charlton DG, Vandewalle KS and Ragain JC, Jr. Comparison of two video-imaging instruments for measuring volumetric shrinkage of dental resin composites. *J Dent*, 2005; 33:757-63.
31. Walter R, Swift EJ, Jr., Sheikh H and Ferracane JL. Effects of temperature on composite resin shrinkage. *Quintessence Int*, 2009; 40:843-7.
32. Yap AU and Wee KE. Effects of cyclic temperature changes on water sorption and solubility of composite restoratives. *Oper Dent*, 2002; 27:147-53.
33. Hirasawa T, Hirano S, Hirabayashi S, Harashima I and Aizawa M. Initial dimensional change of composites in dry and wet conditions. *J Dent Res*, 1983; 62:28-31.

34. Momoi Y and McCabe JF. Hygroscopic expansion of resin based composites during 6 months of water storage. *Br Dent J*, 1994; 176:91-6.
35. Oysaed H and Ruyter IE. Water sorption and filler characteristics of composites for use in posterior teeth. *J Dent Res*, 1986; 65:1315-8.
36. Martin N, Jedynekiewicz NM and Fisher AC. Hygroscopic expansion and solubility of composite restoratives. *Dent Mater*, 2003; 19:77-86.
37. Martin N and Jedynekiewicz N. Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials*, 1998; 19:77-83.
38. Chutinan S, Platt JA, Cochran MA and Moore BK. Volumetric dimensional change of six direct core materials. *Dent Mater*, 2004; 20:345-51.
39. Feilzer AJ, de Gee AJ and Davidson CL. Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res*, 1990; 69:36-9.
40. Gale MS and Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*, 1999; 27:89-99.
41. Floyd CJ and Dickens SH. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dent Mater*, 2006; 22:1143-9.
42. Mair LH. Effect of surface conditioning on the abrasion rate of dental composites. *J Dent*, 1991; 19:100-6.

43. Montes GG and Draughn RA. In vitro surface degradation of composites by water and thermal cycling. *Dent Mater*, 1986; 2:193-7.
44. Catalbas B, Uysal T, Nur M, Demir A and Gunduz B. Effects of thermocycling on the degree of cure of two lingual retainer composites. *Dent Mater J*, 2010; 29:41-6.
45. Braden M. Water absorption characteristics of dental microfine composite filling materials. II. Experimental materials. *Biomaterials*, 1984; 5:373-5.
46. Kalachandra S. Influence of fillers on the water sorption of composites. *Dent Mater*, 1989; 5:283-8.
47. Shajii L and Santerre JP. Effect of filler content on the profile of released biodegradation products in micro-filled bis-GMA/TEGDMA dental composite resins. *Biomaterials*, 1999; 20:1897-908.
48. Kalachandra S and Turner DT. Water sorption of polymethacrylate networks: bis-GMA/TEGDM copolymers. *J Biomed Mater Res*, 1987; 21:329-38.
49. Han L, Okamoto A, Fukushima M and Okiji T. Evaluation of physical properties and surface degradation of self-adhesive resin cements. *Dent Mater J*, 2007; 26:906-14.

50. Soderholm KJ. Degradation of glass filler in experimental composites.
J Dent Res, 1981; 60:1867-75.

Tabela 1: Materials used in this study.

Materials	Manufacturer	Mean filler size (µm)	% Filler (weight)	% Filler (volume)	Filler type	Organic matrix	Classification
Venus (#010313)	Heraeus Kulzer, GmbH & Co, Kg, Germany	0,01-0,07	78%	61%	SiO ₂ , Bário, flúoralumínio de vidro.	BisGMA, TEGDMA	Nanohybrid
Charisma (#010401)		0.002-0.7	78 %	61 %	Flúor, bário, SiO ₂ altamente dispersa	BisGMA, TEGDMA	Hybrid
Filtek Supreme	3M Espe, St. Paul, Mn, USA	0.005-0.02/0.6-1.4	78.5 %	59.5 %	SiO ₂	BisGMA, BisEMA, UDMA, TEGDMA	Nanohybrid
Filtek P 90 (#N183458)		0.04-1.7	77 %	51 %	Quartzo e Flureto de Itrio	Silorane	Nanohybrid
Filtek Z250 (#7EE)		0.01 – 3.5	78 %	60 %	SiO ₂	BisGMA, UDMA, BisEMA	Hybrid
4 Seasons (#N48095)	Ivoclar Vivadent, São Paulo, SP, Brazil	0.6	76 %	58 %	Bário, Alumínio fluorsilicato de vidro. SiO ₂	BisGMA, TEGMA, UDMA	Hybrid
Opallis (#210619)	FGM, Joinville, SC, Brazil	0.5	79 %	58 %	Vidro de bário, alumínio silicato	BisGMA, BisEMA, TEGDMA	Hybrid
EsthetX (#100522)	Dentsply Detrey GmbH, Konstanz, Germany	< 1.0	86 %	60 %	Bário flúoralumínio, borosilicato de vidro, SiO ₂	UDMA, BisGMA, TEGDMA	Hybrid
Natural Look (#09080800)	DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brazil	0.5	77 %	59 %	Cristais de Bário Atomizados Sílica amorfa.	BisGMA, BisEMA, TEGDMA	Hybrid
Amaris (#1024125)	VOCO, GMBH, Germany	0.7	80 %	64 %	Partículas de cerâmica silanizadas, SiO ₂	BisGMA, TEGDMA	Hybrid
Grandio (#1031020)		0.7	80 %	63 %	Partículas de cerâmica silanizadas, SiO ₂	BisGMA, TEGDMA	Hybrid
Vitalesecece (#B5L7Y)	Ultradent, Products USA	0.7	75 %	52 %	-	-	Hybrid
Amelogem PLUS		0.7	76 %	61 %	Dióxido de silício e silicatos	BisGMA, TEGDMA	Hybrid

Table 2 – Means and standard deviations of resin-composites volumetric shrinkage (%) 5 min and 24 h after polymerization.

Materials	5 min	24h
Grandio	1.70 (0.09) ^{a,b,c}	2.64 (0.64) ^{c,d,e,f}
Natural Look	3.27 (0.16) ^{e,f,g,h}	3.76 (0.67) ^{g,h}
4Seasons	2.43 (0.09) ^{c,d,e,f}	3.86 (1.04) ^{g,h}
EsthetX - HD	2.63 (0.06) ^{c,d,e,f}	3.08 (0.28) ^{d,e,f,g,h}
Amaris	2.09 (0.12) ^{b,c,d}	3.20 (0.95) ^{e,f,g,h}
Opallis	3.05 (0.09) ^{d,e,f,g,h}	3.32 (0.34) ^{f,g,h}
Vitalescence	3.29 (0.14) ^{e,f,g,h}	4.34 (0.14) ^{g,h}
Filtek Z350	2.26 (0.13) ^{c,d,e}	3.10 (0.53) ^{d,e,f,g,h}
P90	1.03 (0.11) ^a	1.06 (0.54) ^{a,b}
Amelogen	3.04 (0.13) ^{d,e,f,g,h}	3.07 (0.18) ^{d,e,f,g,h}
Venus	3.07 (0.11) ^{d,e,f,g,h}	3.29 (0.17) ^{e,f,g,h}
Charisma	2.60 (0.12) ^{c,d,e,f}	2.91 (0.11) ^{d,e,f,g}
Z250	2.08 (0.07) ^{b,c,d}	2.64 (0.64) ^{c,d,e,f}
Mean (SD)	2.51 (0.65) ^A	3.03 (0.90) ^B

Table 3 – Means and standard deviations of resin-composites volumes (mm³) as a function of time/cycles.

	Initial volume	5 min	24hs	5.000	10000	15000	20000
Grandio	12.6924	12.4753	12.3366	12.9196	12.9712	12.9028	12.8062
Natural Look	12.8977	12.4655	12.4124	12.7651	12.6028	12.5833	12.5041
4Season	12.7869	12.4708	12.2934	13.0604	12.7115	12.7859	12.6772
EsthetX - HD	12.8141	12.4543	12.4198	13.0564	12.8844	12.9077	12.7392
Amaris	12.7433	12.4765	12.4549	13.0499	12.8212	12.8880	12.9252
Opallis	12.8696	12.4743	12.4426	13.0631	12.8871	12.9100	12.8878
Vit-I-lescence	12.9021	12.4864	12.3421	13.0600	12.8859	12.9371	12.8669
Filtek Z350	12.7648	12.4833	12.4285	13.1339	12.9876	12.9673	12.9285
P90	12.6060	12.4867	12.4735	13.1121	12.9719	12.9658	12.9592
Amelogen	12.8671	12.4823	12.4724	13.0355	12.9250	13.0264	12.9208
Venus	12.8718	12.5365	12.5253	13.1018	12.9525	12.9466	12.8691
Charisma	12.8208	12.4765	12.4533	13.1031	12.7304	13.0762	12.9795
Z250	12.8123	12.5367	12.4848	13.1532	13.0281	13.0199	12.9772
Mean	12.80378^A	12.4765^B	12.4338^B	13.0472^C	12.8738^D	12.9167^D	12.8493^D
SD	0.086076	0.023434	0.078205	0.102369	0.125244	0.123765	0.137683
Coefficient of variation	0.67%	0.16%	0.63%	0.78%	0.97%	0.96%	1.07%

5 ANÁLISE DO ARTIGO

O efeito da ciclagem térmica na incorporação de água dentro da matriz composta não é abundante na literatura. Este fato, motivou nossa pesquisa cujo objetivo foi conhecer o comportamento volumétrico de resinas com características, indicações, aplicações e formulações diferentes quando expostas a umidade e temperatura extremos, por meio de imagens tridimensionais.

A metodologia aplicada por meio da mensuração por imagem foi inicialmente idealizada para a simples verificação da contração de polimerização (Walter et al., 2009) que era sobre uma plataforma estática, porém após exaustiva realização de piloto, foi utilizada uma rotação no pedestal que possibilitou a remoção dos corpos de prova para os diferentes tipos de armazenamento e ciclagem, de modo a facilitar a comparação volumétrica com grande precisão.

O presente estudo teve como finalidade avaliar a contração de polimerização e o efeito da sorção de água, por meio do aumento de volume, de quatorze tipos de resinas compostas com

diferentes características físicas, tipo e quantidade de carga, viscosidade, polímeros constituintes e aplicação clínica. Para a avaliação das variáveis independentes foi utilizado o método de comparação volumétrica por imagem, onde as imagens foram geradas, captadas, armazenadas e analisadas simultaneamente ao ensaio que apresenta uma sensibilidade de 0,1% de alteração volumétrica em corpos de prova de até 15µl. Por este método foi possível determinar ou estimar o comportamento volumétrico do material composto em função da quantidade de energia entregue e do tempo de armazenamento. O volume de cada composto foi moldado em matriz de teflon em forma de calota para poder ser reposicionado no pedestal sem a preocupação com a referência já que esta geometria é regular e axisimétrica.

Realizamos uma medida logo após a modelagem para além de servir de baseline para as futuras leituras, conferir as discrepâncias no volume inicial. Cada espécime recebeu a mesma quantidade de energia e a cada período foi realizado uma nova medida de volume, assim estimamos a alteração volumétrica em porcentagem ao se comparar com o baseline.

Para a estimativa da alteração volumétrica causada pela sorção de água, ao final do experimento de contração de polimerização os espécimes foram mantidos secos e em ambiente ausente de luz a 37°C por 24 horas e então novas leituras após cada 5.000 ciclos, assim

foi possível verificar e comparar o volume final desde o início, após a polimerização, até obter o valor da possível expansão ocorrida.

Muitos materiais utilizados na cavidade oral possuem interação com o ambiente úmido e a exposição à diferentes variações de temperatura. A eficácia de adesivos e materiais restauradores são avaliados pela exposição a temperaturas extremas e a termociclagem é o meio utilizado para esses testes. Para os materiais resinosos esta exposição promove uma difusão da água para dentro da matriz orgânica resultando em uma expansão higroscópica e uma degradação química. (Yap & Wee, 2002)

Estudos anteriores também verificaram que a sorção de água pode causar alteração de dimensão e peso no material após polimerizado (Momoi & McCabe, 1994; Hirasawa et al., 1983; Oysaed & Ruyter, 1986; Iwami et al., 1998. Harizawa et al., 1983, mostraram uma correlação positiva entre a massa de água absorvida com a alteração de volume.

A sorção de água promove efeitos significativos na estrutura, propriedades físicas e alteração dimensional de materiais compostos, mediante os diferentes tipos de matriz orgânica. (Martin et al., 1998)

Em nosso estudo selecionamos resinas de uso comum na prática diária que poderíamos classificá-las de acordo com o uso, viscosidade ou módulo elástico.

Martin et al. em 1998, descreveram um método preciso para medição da expansão higroscópica por longo período de tempo. O método consistia em preparar um corpo de prova que se movimentava com o auxílio de um motor e um microscópio a laser que fazia as leituras durante os períodos de rotação e enviava os dados para um computador que realizava as sucessivas leituras e processava os dados estatisticamente, o que nos motivou a utilizar o ACUVOL da mesma maneira.

O efeito da exposição a umidade resultando em um aumento de volume pode ser demonstrado de várias outras maneiras, empregando metodologias e equipamentos diferentes, tais como mensuração do comprimento (Chutinan et al., 2004) e relaxamento da tensão de contração de polimerização (Feilzer et al, 1990)

A habilidade da molécula de água se difundir pela matriz orgânica determina a hidrofiliidade do material, enquanto que a elasticidade e resistência da ligação determinarão a quantidade do aumento de dimensão do material. O limite elástico das ligações químicas dos polímeros e copolímeros determinam a quantidade máxima que o material vai expandir, e a alteração dimensional depois da primeira

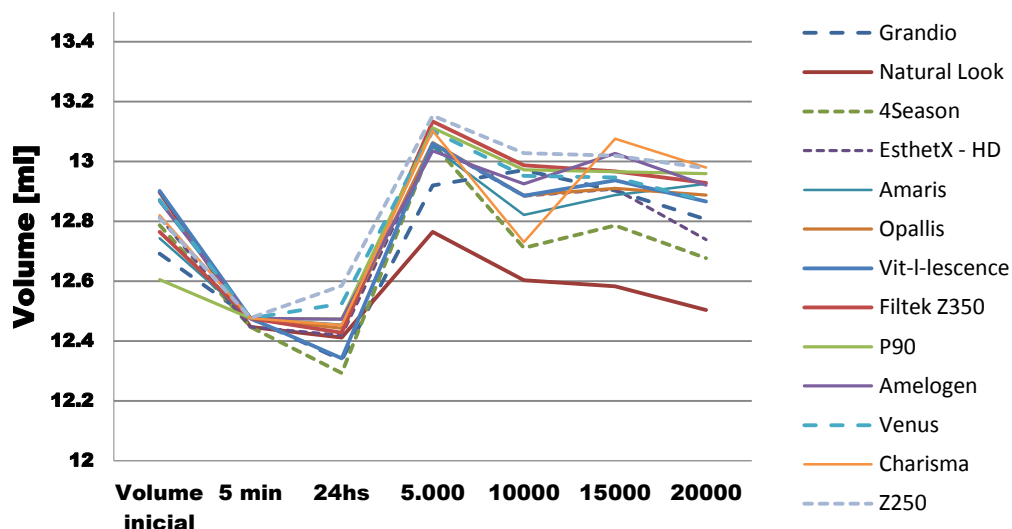
ciclagem pode ser em decorrência da degradação hidrolítica das ligações do polímero formado. A maioria dos compósitos estudados possuem natureza hidrofóbica oriundas das fórmulas derivadas por metacrilatos.

A razão e a quantidade da expansão higroscópica de polímeros compostos depende de vários fatores como a natureza da resina, tipo de carga, adesão entre a carga e a matriz orgânica e a razão volumétrica entre a carga inorgânica e a matriz orgânica. (Hirasawa et al., 1983; Oysaed & Ruyter, 1986; Floyd & Dickens, 2006)

Estudos apontam uma grande expansão ocorrida na primeira semana e um aumento gradativo porém com uma razão muito mais lenta durante os seis primeiros meses (Momoï @ McCabe, 1994)

Em nosso estudo, os diferentes materiais utilizados não tiveram um comportamento estatisticamente diferente. Todos os compósitos tiveram uma grande redução no volume logo após a polimerização, se estendendo de maneira mais lenta até 24 hora. Após a imersão e termociclagem a tendência se inverteu com um grande aumento no volume que se estabilizou após os 10.000 ciclos. Gráfico 1

Gráfico 1 – Volume da amostra nos seis tempos de medida



Como dito anteriormente, a literatura é escassa sobre o efeito da termociclagem sobre sorção de água, solubilidade e expansão higroscópica dos materiais restauradores resinosos. Yap & Wee em 2002, realizam um estudo avaliando sorção de água e solubilidade de materiais resinosos, seguindo um protocolo de termociclagem proposto por Gale & Darvell em 1999, após avaliação in vivo, que consistia em submeter o corpo de prova aos regimes de temperatura, 35°C por 28 segundos, 15°C por 2 segundos, 35°C por 28 segundos e 45°C por 2 segundos.

É sabido que a temperatura acima de 60°C promove uma grande aumento na degradação do material resinoso (Mair, 1991; Montes & Draughn, 1986) Sendo assim, nosso estudo baseou as temperaturas máximas e mínimas nas condições mais extremas que não ultrapassassem este limite, de forma a abranger os valores clínicos e que

ainda estivessem presentes na maioria das pesquisas realizadas para avaliação do efeito da termociclagem em interface adesivas.

Catalbas et al em 2010, observaram um aumento da sorção de água em compósitos ao aumentar os ciclos de termociclagem independente da fonte de energia e do material, o que também foi observado em nosso estudo. A razão de absorção e difusão de fluídos dentro do polímero são afetadas pela densidade do líquido usado no banho que por sua vez também são influenciadas pela temperatura do ambiente onde se desenvolve a pesquisa (Chutinan et al., 2004)

Apesar do teste estatístico não mostrar diferenças entre os materiais empregados, uma análise mais cuidadosa deve ser realizada, pois ao se observar isoladamente os gráficos obtidos percebe-se alguns comportamentos distintos, como exemplo o ocorrido para a resina Natural Look que apresentou o menor volume final em comparação as resinas Z250 e Charisma, pois é sabido que o polímero de UDMA absorve menos água que o BisGMA (Braden, 1984)

Um outro fator que pode explicar estas pequenas diferenças, seria a quantidade de carga de cada material, pois existe uma correlação inversa com o grau de expansão higroscópica e absorção de água. Ou seja, a medida que o volume de carga aumenta, há uma diminuição da absorção de água e consequentemente da expansão higroscópica (Oysaed & Ruyter, 1986). Porém Kalachandra em 1989,

idealizou a influência da interface carga/matriz onde uma pobre união poderia fornecer um caminho que facilitaria a difusão da água, então um material com alto volume de carga poderia acomodar mais água nesta região.

Sobre a contração de polimerização volumétrica inicial e após 24 horas, como era esperado, a resina P90 apresentou um menor valor numérico de juntamente com a resina Grandio logo após a polimerização, sendo que após 24 horas a contração da grandio continuou crescendo, de 1,7 a 2,64% enquanto que a P90 foi de 1,03 até 1,06%. As resinas Natural Look e 4 Seasons apresentaram os maiores valores após 24 horas, atingindo 3,76% e 3,86% respectivamente, resultado esperado para a Natural Look devido a sua menor viscosidade.

Foi observada uma diferença estatística entre os dois períodos estudados, imediatamente e após 24 horas. Os valores de contração após 24 horas são maiores em todos os casos e exceto para as resinas 4 Seasons e Amaris, todas as outras resinas estudadas apesar de apresentarem maiores valores de contração após 24 horas, não diferiram estatisticamente dos valores encontrados imediatamente a polimerização.

A partir destes resultados imaginamos a necessidade de realizar uma comparação com grupo apenas armazenados em água a 37°C para isolarmos o efeito da temperatura e umidade separadamente,

visto que cada vez mais esses materiais são utilizados na odontologia, quer seja para restaurar, usar como base ou cimentação. A longevidade dos tratamentos depende da melhor combinação de propriedades estéticas, mecânicas e excelente técnica.

Assim, por meio da metodologia empregada, foi possível concluir que a contração de polimerização é dependente do tipo de resina e que a temperatura teve influência significativa na absorção de água nos materiais empregados verificada pela sua alteração, independentemente do tipo de material estudado.

6 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- Boaro LC, Goncalves F, Guimaraes TC, Ferracane JL, Versluis A and Braga RR. Polymerization stress, shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites. *Dent Mater*, 2010; 26:1144-50.
- Braden M. Water absorption characteristics of dental microfine composite filling materials. II. Experimental materials. *Biomaterials*. 1984 Nov;5(6):373-5.
- Catalbas B, Uysal T, Nur M, Demir A, Gunduz B. Effects of thermocycling on the degree of cure of two lingual retainer composites. *Dent Mater J*. 2010 Jan;29(1):41-6.
- Christensen GJ. Amalgam vs. composite resin: 1998. *J Am Dent Assoc*, 1998; 129:1757-9.
- Chutinan S, Platt JA, Cochran MA, Moore BK. Volumetric dimensional change of six direct core materials. *Dent Mater*. 2004 May;20(4):345-51.
- Condon JR, Ferracane JL. Assessing the effect of composite formulation on polymerization stress. *J Am Dent Assoc*. 2000 Apr;131(4):497-503.
- D'Alpino PH, Bechtold J, dos Santos PJ, Alonso RC, Di Hipolito V, Silikas N and Rodrigues FP. Methacrylate- and silorane-based composite restorations: hardness, depth of cure and interfacial gap formation as a function of the energy dose. *Dent Mater*, 2011; 27:1162-9.
- Dauvillier BS, Aarnts MP, Feilzer AJ. Developments in shrinkage control of adhesive restoratives. *J Esthet Dent*. 2000;12(6):291-9.
- Dauvillier BS, Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Visco-elastic parameters of dental restorative materials during setting. *J Dent Res*. 2000 Mar;79(3):818-23.

- Davidson CL, de Gee AJ and Feilzer A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res*, 1984; 63:1396-9.
- Davidson CL, de Gee AJ. Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. *J Dent Res*. 1984 Feb;63(2):146-8.
- de Gee AF, Feilzer AJ and Davidson CL. True linear polymerization shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer. *Dent Mater*, 1993; 9:11-4.
- dos Santos GO, dos Santos ME, Sampaio EM, Dias KR and da Silva EM. Influence of C-factor and light-curing mode on gap formation in resin composite restorations. *Oper Dent*, 2009; 34:544-50.
- Feilzer AJ, De Gee AJ and Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res*, 1987; 66:1636-9.
- Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res*. 1990 Jan;69(1):36-9.
- Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res*. 1987 Nov;66(11):1636-9.
- Feilzer AJ, Kakaboura AI, de Gee AJ and Davidson CL. The influence of water sorption on the development of setting shrinkage stress in traditional and resin-modified glass ionomer cements. *Dent Mater*, 1995; 11:186-90.
- Floyd CJ, Dickens SH. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dent Mater*. 2006 Dec;22(12):1143-9.
- Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*. 1999 Feb;27(2):89-99.
- Goncalves F, Boaro LC, Ferracane JL and Braga RR. A comparative evaluation of polymerization stress data obtained with four different mechanical testing systems. *Dent Mater*, 2012; 28:680-6.

- Gordan VV, Garvan CW, Blaser PK, Mondragon E and Mjor IA. A long-term evaluation of alternative treatments to replacement of resin-based composite restorations: results of a seven-year study. *J Am Dent Assoc*, 2009; 140:1476-84.
- Hirasawa T, Hirano S, Hirabayashi S, Harashima I, Aizawa M. Initial dimensional change of composites in dry and wet conditions. *J Dent Res*. 1983 Jan;62(1):28-31.
- Iwami Y, Yamamoto H, Sato W, Kawai K, Torii M, Ebisu S. Weight change of various light-cured restorative materials after water immersion. *Oper Dent*. 1998 Mar-Apr;23(3):132-7.
- Jordan RE and Suzuki M. Posterior composite restorations. Where and how they work best. *J Am Dent Assoc*, 1991; 122:30-7.
- Kalachandra S. Influence of fillers on the water sorption of composites. *Dent Mater*. 1989 Jul;5(4):283-8.
- Kato H. Relationship between the velocity of polymerization and adaptation to dentin cavity wall of light-cured composite. *Dent Mater J*. 1987 Jun;6(1):32-7.
- Kinomoto Y, Torii M, Takeshige F and Ebisu S. Polymerization contraction stress of resin composite restorations in a model Class I cavity configuration using photoelastic analysis. *J Esthet Dent*, 2000; 12:309-19.
- Labella R, Lambrechts P, Van Meerbeek B and Vanherle G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater*, 1999; 15:128-37.
- Labella R, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater*. 1999 Mar;15(2):128-37.
- Lambrechts P, Braem M, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Evaluation of clinical performance for posterior composite resins and dentin adhesives. *Oper Dent*. 1987 Spring;12(2):53-78.
- Liebenberg WH. Assuring restorative integrity in extensive posterior resin composite restorations: pushing the envelope. *Quintessence Int*, 2000; 31:153-64.

- Loguercio AD, Reis A, Schroeder M, Balducci I, Versluis A and Ballester RY. Polymerization shrinkage: effects of boundary conditions and filling technique of resin composite restorations. *J Dent*, 2004; 32:459-70.
- Lundin SA and Rasmusson CG. Clinical evaluation of a resin composite and bonding agent in Class I and II restorations: 2-year results. *Quintessence Int*, 2004; 35:758-62.
- Mair LH. Effect of surface conditioning on the abrasion rate of dental composites. *J Dent*. 1991 Apr;19(2):100-6.
- Martin N, Jedynekiewicz N. Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials*. 1998 Jan-Feb;19(1-3):77-83.
- Momoi Y, McCabe JF. Hygroscopic expansion of resin based composites during 6 months of water storage. *Br Dent J*. 1994 Feb 5;176(3):91-6.
- Montes GG, Draughn RA. In vitro surface degradation of composites by water and thermal cycling. *Dent Mater*. 1986 Oct;2(5):193-7.
- Opdam NJ, Feilzer AJ, Roeters JJ and Smale I. Class I occlusal composite resin restorations: in vivo post-operative sensitivity, wall adaptation, and microleakage. *Am J Dent*, 1998; 11:229-34.
- Oysaed H, Ruyter IE. Water sorption and filler characteristics of composites for use in posterior teeth. *J Dent Res*. 1986 Nov;65(11):1315-8.
- Rees JS and Jacobsen PH. The polymerization shrinkage of composite resins. *Dent Mater*, 1989; 5:41-4.
- Rodrigues FP, Silikas N, Watts DC and Ballester RY. Finite element analysis of bonded model Class I 'restorations' after shrinkage. *Dent Mater*, 2012; 28:123-32.
- Sakaguchi RL, Peters MC, Nelson SR, Douglas WH and Poort HW. Effects of polymerization contraction in composite restorations. *J Dent*, 1992; 20:178-82.
- Sakaguchi RL, Sasik CT, Bunczak MA and Douglas WH. Strain gauge method for measuring polymerization contraction of composite restoratives. *J Dent*, 1991; 19:312-6.

- Simonsen RJ. Move over amalgam--at last. *Quintessence Int*, 1995; 26:157.
- Simonsen RJ. Move over amalgam--at last. *Quintessence Int*. 1995 Mar;26(3):157.
- Spahr A, Schon F and Haller B. Effect of gingival fluid on marginal adaptation of Class II resin-based composite restorations. *Am J Dent*, 2000; 13:261-6.
- Szekely M and Bocskay I. [Scanning electron microscopy of marginal fitting of composite resin fillings]. *Fogorv Sz*, 1999; 92:186-90.
- Takahashi H, Finger WJ, Wegner K, Utterodt A, Komatsu M, Wostmann B and Balkenhol M. Factors influencing marginal cavity adaptation of nanofiller containing resin composite restorations. *Dent Mater*, 2010; 26:1166-75.
- Tarle Z, Meniga A, Ristic M, Sutalo J, Pichler G, Davidson CL. The effect of the photopolymerization method on the quality of composite resin samples. *J Oral Rehabil*. 1998 Jun;25(6):436-42.
- Tiba A, Charlton DG, Vandewalle KS, Ragain JC, Jr. Comparison of two video-imaging instruments for measuring volumetric shrinkage of dental resin composites. *J Dent*. 2005 Oct;33(9):757-63.
- Versluis A, Douglas WH, Cross M, Sakaguchi RL. Does an incremental filling technique reduce polymerization shrinkage stresses? *J Dent Res*. 1996 Mar;75(3):871-8.
- Versluis A, Tantbirojn D and Douglas WH. Do dental composites always shrink toward the light? *J Dent Res*, 1998; 77:1435-45.
- Walter R, Swift EJ, Jr., Sheikh H, Ferracane JL. Effects of temperature on composite resin shrinkage. *Quintessence Int*. 2009 Nov-Dec;40(10):843-7.
- Willems G, Lambrechts P, Braem M, Vuylsteke-Wauters M and Vanherle G. The surface roughness of enamel-to-enamel contact areas compared with the intrinsic roughness of dental resin composites. *J Dent Res*, 1991; 70:1299-305.

Yap AU, Wee KE. Effects of cyclic temperature changes on water sorption and solubility of composite restoratives. Oper Dent. 2002 Mar-Apr;27(2):147-53.

APÊNDICE

APÊNDICE 1 - Quadro 1 – Resultado de estudo piloto contendo informação de algumas propriedade mecâmicas após polimerização

COMPOSITES	Brand	Type	Lot	Shrinkage Stress MPa	Volumetric Shrinkage %	Volumetric Shrinkage 24H %	E GPa	Poisson Ratio	Degree conversion Immediately %
4 season	Ivoclar Vivadent	microhybrid	N48095	1.09±0.32	2.49±0.19	3.86±1.04	11.03±3.66	0.34±0.12	82.7±3.64
P90	3M ESPE	microhybrid	N183458	0.62±0.09	1.05±0.11	1.06±0.90	12.18±0.83	0.29±0.12	79.56±4.34
Filtek Supreme	3M ESPE	nano-hybrid	N186543	1.38±0.15	2.31±0.10	3.31±0.31	13.54±0.21	0.45±0.25	78.70±3.45
P60	3M ESPE	microhybrid	N237298	2.58±0.10	2.34±0.23	2.73±0.87	12.32±0.45	0.32±0.13	62.70±2,47
Z250	3M ESPE	microhybrid	-----	2.23±0.15	2.69±0.07	2.61±0.03	12.61±0.78	0.27±0.06	76.34±2.65
Opallis	FGM	microhybrid	131010	2.74±0,21	3.15±0.13	3.32±0.34	15.51±1.01	0,41±0,14	65.23±1,23
Venus	Heareus	submicrometrica	10313		2.69±0.53	2.99±0.15	13.40±0.85	0.32±0,12	63.71±2.67
Charisma	Heareus	submicrometrica	010338	2.49±0,12	2.670.03	2.87±0.48	14.02±2.33	0.37±0,07	66.67±3.32
Esthet X	Dentsply Detrey	nano-hybrid	091204	2.64±0,23	2.71±0.05	3.08±0.28	12.19±2.47	0.35±0,10	60.50±2.47
Amaris	VOCO	nano-hybrid	1024125	2.26±0,14	2.20±0.16	2.96±0.95	15,45±1.69	0.23±0.02	70.16±3.87
Grandio SO	VOCO	nano-hybrid	1213513	1.53±0,18	1.72±0.29	2.76±0.78	21.72±1.97	0,39±0,21	63.50±3.52
Natural Look	DFL	mycrohybrid	09080791	2.47±0.29	3.38±0.19	3.76±0.67	18.39±10.09	0.38±1.01	68.34 ±4.32
Vit-I-escence	Ultradent	microhybrid	B5L7Y	2.83±0.43	3.42±0.14	3.95±0.39	17.70±3.59	0.37±0.14	63.13± 4.56
Amelogen	Ultradent	microhybrid	B5M99	2.36±1.87	3.13±0.09	3.07±0.18	10.35±2.95	0.38±0.17	65.98± 6.67

Exemplos escolhidos:

Alto módulo e baixa contração volumétrica = Grandio SO

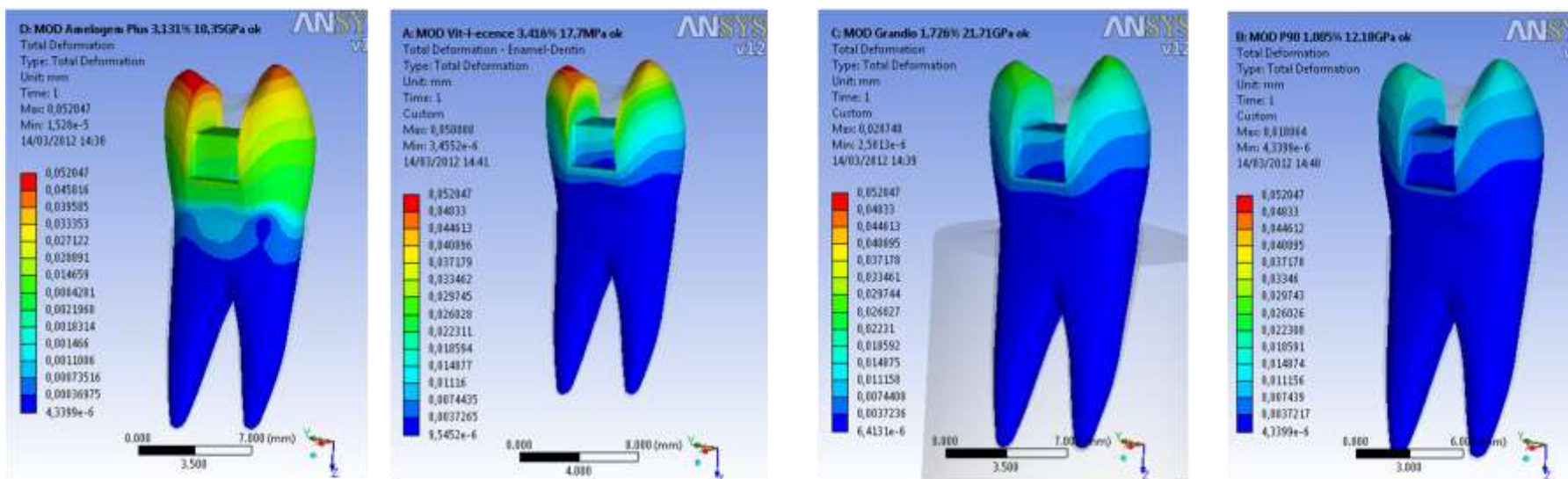
Alto módulo e Alta contração volumétrica = Vit-I-escence

Baixo módulo e baixa contração volumétrica = P90

Baixo módulo e Alta contração volumétrica = Amelogen

APÊNDICE 2 - Deformação Total

Cusp deflection

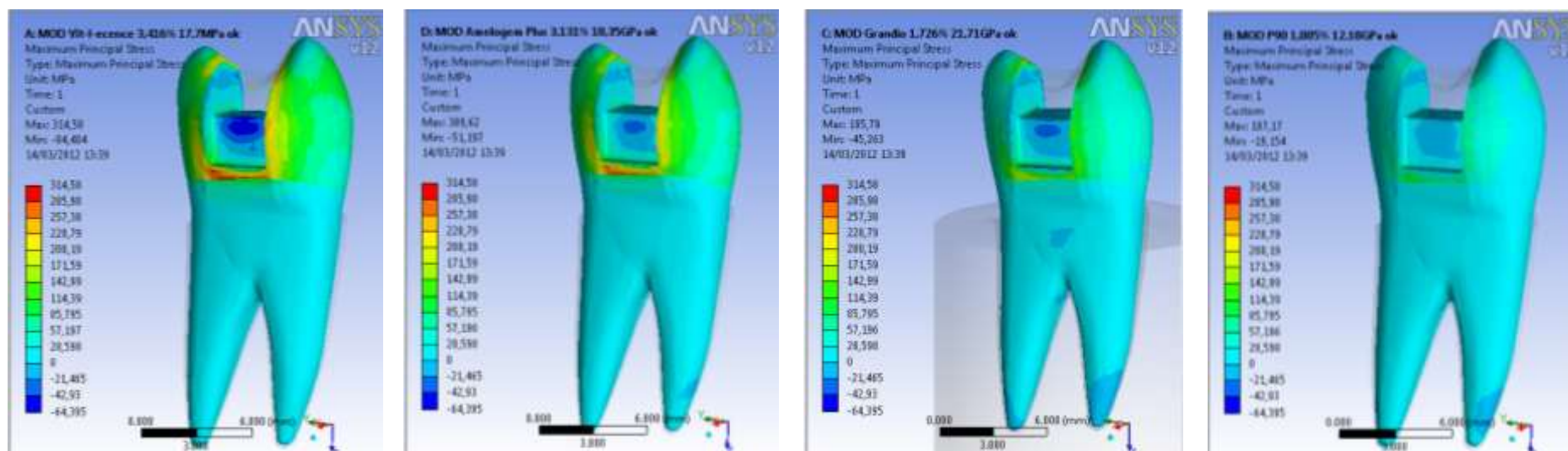


Volumetric shrinkage

Figura 4 – Deformação total após a simulação de contração de polimerização em único incremento com os dados das resinas selecionadas

APÊNDICE 3 - Tensão Máxima Principal

Shrinkage



Volumetric shrinkage

Figura 5 – Tensão Máxima Principal após a simulação de contração de polimerização em único incremento com os dados das resinas selecionadas