



UFC Sobral

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**CAMPUS SOBRAL – UFC**  
**Curso de Odontologia**

**YARINA MOSER DAS CHAGAS**

**AVALIAÇÃO DE GRAU DE CONVERSÃO E PROPRIEDADES MECÂNICAS  
DE COMPÓSITO COMERCIAL COM SISTEMA APS (ADVANCED  
POLYMERIZATION SYSTEM) DE POLIMERIZAÇÃO.**

**SOBRAL-CE**  
**2018**

**YARINA MOSER DAS CHAGAS**

**AVALIAÇÃO DE GRAU DE CONVERSÃO E PROPRIEDADES MECÂNICAS  
DE COMPÓSITO COMERCIAL COM SISTEMA APS (ADVANCED  
POLYMERIZATION SYSTEM) DE POLIMERIZAÇÃO.**

Trabalho de Conclusão de Curso  
submetido ao Curso de Odontologia  
da Universidade Federal do Ceará  
como requisito parcial à obtenção do  
título de Cirurgião-Dentista.

Orientadora: Profa. Dra. Celiane  
Mary Carneiro Tapety

Co-orientador: Prof. Ezequias Costa  
Rodrigues Júnior

**SOBRAL-CE  
2018**

**YARINA MOSER DAS CHAGAS**

**AVALIAÇÃO DE GRAU DE CONVERSÃO E PROPRIEDADES MECÂNICAS  
DE COMPÓSITO COMERCIAL COM SISTEMA APS (ADVANCED  
POLYMERIZATION SYSTEM) DE POLIMERIZAÇÃO.**

Trabalho de Conclusão de Curso  
submetido ao Curso de Odontologia  
da Universidade Federal do Ceará  
como requisito parcial à obtenção do  
título de Cirurgião-Dentista.  
Orientadora: Profa. Dra. Celiane  
Mary Carneiro Tapety

Co-orientador: Prof. Ezequias Costa  
Rodrigues Júnior

Aprovado em 05 de dezembro de 2018.

**BANCA EXAMINADORA**

---

Celiane Mary Carneiro Tapety, Doutora, Universidade Federal do Ceará  
*campus Sobral*

---

Mário Áureo Gomes Moreira, Pós-Doutor, Universidade Federal do Ceará  
*campus Sobral*

---

Diana Araújo Cunha, Mestre, Universidade Federal do Ceará *campus Sobral*

---

Ezequias Costa Rodrigues Júnior, Mestre, Universidade de São Paulo-USP

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente à Deus, por ter me permitido chegar até aqui.

Aos meus pais Sandra e Carlos e aos meus irmãos Samara e Fernando Levy, pelo amor e apoio incondicional durante esses longos 5 anos longe de casa, onde fizeram o possível e o impossível para realizarem esse nosso sonho.

Aos meus amigos que estiveram sempre presentes nos momentos bons e ruins ao meu lado. Minha dupla, Diana Lacerda, que esteve comigo desde a Clínica I até a última Integrada, pelo companheirismo e nunca me abandonar nos momentos mais difíceis; Aos amigos Belchior, Timóteo, André e Caio, irão fazer muita falta no dia-a-dia.

A todo o corpo docente da Universidade Federal do Ceará, por todo ensinamento passado durante esse tempo, à equipe de zeladoria, pela simpatia, carinho e prestatividade com todos os alunos.

A Universidade de São Paulo na pessoa do Professor Carlos Eduardo Francci pela parceria e oportunidade de realização das análises e na pessoa de Ezequias Rodrigues pela colaboração, apoio e empenho durante os 11 longos dias de pesquisa.

Ao GED, que me acolheu desde cedo como família e que me permitiu aprender além de procedimentos clínicos, mas também sobre união e vivência entre as pessoas e especialmente à professora Celiane, por ter me acolhido por todo esse tempo, como orientanda e amiga.

A todas as pessoas que fizeram parte da minha vida durante este período, me dando apoio e coragem para conseguir seguir e finalizar esta etapa da minha vida com sucesso.

A todos, meu muito obrigada!

## RESUMO

O presente estudo avaliou o grau de conversão e propriedades mecânicas de um novo compósito comercial com sistema avançado de polimerização (VT: Vittra APS - FGM) em comparação a quatro resinas compostas, aqui denominadas, convencionais (AU: Aura - SDI; ES: Estelite Quick Sigma - TOKOYAMA; FZ: Filtek Z350 XT – 3M ESPE; OP: Opallis - FGM). O grau de conversão (GC, n=3), imediato e 24 h, foi avaliado através de espectroscopia FTIR; para a leitura da dureza Knoop (KHN, n=3), foram realizadas 5 endentações no topo e na base de espécimes de 2 mm de espessura; para a determinação da resistência à flexão (RF, n=10), o método de três pontos em máquina universal de ensaios foi utilizado e a tensão de polimerização (TP) foi determinada através da fotoativação de material (1,0 mm de altura) entre bastões de PMMA em máquina universal de ensaios. A fotoativação foi realizada com LED Valo Cordless (1.000 mW/cm<sup>2</sup> x 20 s: 20J). Os resultados foram analisados através de ANOVA e complementados pelo Teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ). Os maiores valores de GC (imediato e 24h) foram observados para as resinas VT e OP, seguido de FZ, AU e ES. A resina FZ (topo e base) apresentou os maiores valores de KHN, semelhantes ao topo de VT. As resinas AU, ES, OP e VT apresentaram KHN estatisticamente diferentes entre as suas superfícies de topo base. Os maiores valores de RF foram observados para FZ, seguido de OP/VT, ES e AU. Os maiores valores de TP foram observados para FZ, OP e VT. Com base nos resultados, pode-se concluir que a resina APS apresentou resultados satisfatórios. No entanto, não foi capaz de ser superior à resina Opallis (do mesmo fabricante) e a resina utilizada como controle positivo, neste caso a resina Z350 XT em todos os testes. Porém, para as propostas dadas pelo fabricante de maior tempo de manipulação sob a luz do refletor, menor concentração de CQ e maiores propriedades mecânicas consideradas vantagens do sistema APS, mais estudos devem ser realizados..

Palavras- chave: Resina composta, Polimerização, Canforoquinona,

## ABSTRACT

The present study evaluated the degree of conversion and mechanical properties of a new commercial composite with advanced polymerization system (VT: Vittra APS - FGM) in comparison to four conventional composite resins (AU: Aura – SDI; Estelite Quick Sigma- TOKUYAMA; FZ: Filtek Z350 XT – 3M ESPE; OP: Opallis - FGM). Degree of conversion (DC, n = 3), immediately and after 24 h, was evaluated by FTIR spectroscopy; for Knoop hardness number (KHN, n = 3), indentations were performed at the top and base of 2 mm thick specimens; for measurement of the flexural strength (FS, n = 10), three-point method in a universal test machine was used and polymerization stress (PS) was determined by photoactivation of material (1.0 mm height) between sticks of PMMA in universal testing machine. Photoactivation was performed with Valo Cordless LED (1,000 mW / cm<sup>2</sup> x 20 s: 20J). Results were analyzed through ANOVA and complemented by Tukey's test ( $\alpha = 0.05$ ). The highest DC values (immediate and 24h) were observed for VT and OP resins, followed by FZ, AU and ES. FZ resin (top and base) showed the highest values of KHN, similar to the top of VT. The resins AU, ES, OP and VT presented statistically different KHN among their base top surfaces. The highest FS values were observed for FZ, followed by OP / VT, ES and AU. The highest PS values were observed for FZ, OP and VT. Based on the results, it can be concluded that the APS resin presented satisfactory results. However, it was not able to be superior to the Opallis resin (from the same manufacturer) and the resin used as a positive control, in this case the Z350 XT resin in all tests. However, for the proposals given by the manufacturer of greater manipulation under light of the reflector, lower concentration of CQ and greater mechanical properties considered advantages of the APS system, further studies should be performed.

Key words: composite resins; polymerization; camphoroquinone

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>08</b>
<b>2</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>10</b>
<b>2.1</b>	<b>Análise do Grau de Conversão (GC)</b>	<b>11</b>
<b>2.2</b>	<b>Análise da Dureza Knoop (KHN)</b>	<b>12</b>
<b>2.3</b>	<b>Resistência à Flexão (RF)</b>	<b>12</b>
<b>2.4</b>	<b>Tensão de Polimerização (TP)</b>	<b>13</b>
<b>2.5</b>	<b>Análise Estatística</b>	<b>14</b>
<b>3</b>	<b>RESULTADOS</b>	<b>15</b>
<b>4</b>	<b>DISCUSSÃO</b>	<b>17</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>20</b>
<b>6</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>21</b>

## 1 - INTRODUÇÃO

Nos últimos anos houve um grande avanço na Odontologia Restauradora, resultado de inúmeras pesquisas relacionadas ao desenvolvimento de novos materiais<sup>2,3</sup>. Concomitante a isso, houve aumento considerável na procura por tratamentos mais estéticos e conservadores<sup>22</sup>. Dessa forma, a resina composta (RC) foi um dos materiais mais pesquisados na última década com o intuito de melhorar suas propriedades mecânicas e ópticas<sup>28,29</sup>.

Ao longo dos anos, além das modificações na composição das resinas, como a incorporação de novas formulações monoméricas<sup>3</sup> houve alteração nos sistemas de fotoativação. As resinas compostas ativadas por luz visível iniciam o processo de polimerização através da absorção de luz de um fotoiniciador, que uma vez ativado, reage com um agente redutor para produzir radicais livres<sup>17</sup>. A partir daí ocorre a polimerização dos monômeros metacrilatos que formam uma matriz polimérica de ligações cruzadas<sup>3</sup>. A canforoquinona (CQ) é o fotoiniciador mais utilizado para resinas fotopolimerizáveis<sup>4,34</sup>. Deve-se usar uma combinação do sistema fotoiniciador/co-iniciador, que geralmente são a CQ e uma amina terciária, respectivamente<sup>7,33</sup>.

Apesar de ser o fotoiniciador mais utilizado<sup>36</sup>, a CQ apresenta alguns aspectos como baixa eficiência de polimerização e toxicidade. Além disso, é um composto sólido, amarelo e, mesmo em pequenas quantidades, pode levar ao escurecimento indesejável que afeta a aparência final do material fotopolimerizado<sup>7</sup>. Outra desvantagem é que o grupo  $\alpha$ -dicetona, derivado da CQ, tem pico de 468nm absorção na faixa visível de luz de 400 a 500nm, resultando em fotopolimerização rápida sob luz ambiente (lâmpadas fluorescentes e refletores odontológicos), dando um curto tempo de manipulação do material<sup>33</sup>.

Maiores quantidades de CQ promovem uma rápida geração de grandes quantidades de radicais livres. Entretanto, isso pode resultar em uma capacidade reduzida de formar uma rede polimérica adequada, uma vez que polímeros com peso molecular relativamente menor são formados. Por outro lado, se a concentração de fotoiniciadores é mantida muito baixa, um composto de resina polimerizado inadequadamente pode resultar em alteração das

propriedades mecânicas e a durabilidade da restauração pode ser comprometida<sup>11</sup>. Portanto, é importante encontrar uma concentração e proporção de fotoiniciadores e co-iniciadores que garantam um comportamento de polimerização satisfatório e, que conseqüentemente, não causem um maior escurecimento das restaurações<sup>16</sup>.

Dessa forma e de acordo com o fabricante FGM, buscando melhorar as propriedades de seus materiais, foi desenvolvido um novo sistema de polimerização que potencializa componentes e permite reduzir a concentração de canforoquinona. A esta nova tecnologia de polimerização foi dado o nome de APS: Advanced Polymerization System. Tecnicamente, o sistema APS utiliza menor quantidade de CQ associada a diversos fotoiniciadores que interagem entre si e permitem uma amplificação da capacidade de polimerização. Segundo o fabricante, o sistema é capaz de garantir um maior grau de conversão, maior tempo de manipulação sob a luz ambiente e melhores propriedades mecânicas quando comparado a sistemas convencionais à base de canforoquinona.

Além disso, seguindo a tendência contemporânea de materiais livres de Bisfenol-A na indústria, substância presente na composição do monômero Bis-GMA e relacionada a efeitos nocivos que alguns monômeros podem trazer ao organismo, a FGM lança a primeira resina brasileira livre de Bisfenol-A, sendo então um compósito livre de monômeros Bis-GMA, a resina Vittra APS. Segundo o fabricante, a resina Vittra APS é classificada como nanoparticulada devido à presença de partículas nanoesferoidais de zircônia, o que proporciona alta estética devido à alta capacidade de polimento.

Apesar de parecer promissor para a comunidade Odontológica, a introdução do sistema APS no mercado, nesse caso da resina Vittra APS, é recente e poucos trabalhos publicados podem ser encontrados na literatura, sendo ainda controverso o seu desempenho. Diante do exposto e da grande publicidade nacional em torno desta nova tecnologia, faz-se importante o estudo do comportamento de materiais com a tecnologia APS de polimerização em comparação a compósitos à base de canforoquinona.

Assim, o presente trabalho se propôs a avaliar *in vitro* o grau de conversão e propriedades mecânicas da resina composta Vittra APS frente a outros compósitos comercialmente disponíveis no mercado nacional, sob a

hipótese não nula de que a resina Vittra e as demais resinas testadas apresentam grau de conversão, dureza, tensão de polimerização e resistência à flexão estatisticamente semelhantes entre si.

## 2 - MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais utilizados no presente estudo estão descritos a seguir no quadro 2.1. Para todos os materiais, a cor selecionada foi A3 de esmalte.

Material e fabricante	Composição	Sistema fotoiniciador
Vittra APS, FGM Produtos Odontológicos	TEGDMA, UDMA, composição fotoiniciadora [APS], silano, partículas de zircônia (200 nm), sílica: 72% a 82% em peso, 52% a 60% em volume. Resina composta composta totalmente por cargas nanométricas (100 - 200 nm)	APS (Advanced Polymerization System), outros fotoiniciadores
Aura, SDI	Informações limitadas disponibilizadas pelo fabricante	Informações limitadas disponibilizadas pelo fabricante
Estelite Sigma Quick, Tokuyama	Bis-GMA, TEGDMA. Partículas de sílica-zircônia com tamanho médio de 0,2µm (82% em peso e 71% em volume)	Radical Amplified Photopolymerization Technology (RAP).
Filtek Z350XT, 3M ESPE	TEGDMA, Bis-EMA, Bis-GMA, UDMA, PEGDMA. Partículas de sílica e zircônia não aglomeradas (20 nm e 4-11 nm, respectivamente) e agregadas Slica/zircônia (0,6 – 10 µm). 72,5% em peso e 55,5% em volume	Canforoquinona
Opallis, FGM Produtos Odontológicos	Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA, UDMA, co-iniciador, silano. Vidro bário-alumínio silicato (0,5 µm) silanizado (78,5% a 79,8% em peso e 57,0 a 58% em volume).	Canforoquinona

**Quadro 2.1** - Materiais utilizados neste estudo (conforme descrição dos fabricantes)

## 2.1. Análise do Grau de conversão (GC)

O grau de conversão ( $n=3$ ) foi obtido através de espectroscopia no infravermelho próximo com transformada de Fourier (FTIR Vertex 70, Brüker Optik GmbH - Reino Unido). Os parâmetros de leitura utilizados foram:  $4 \text{ cm}^{-1}$ , 32 varreduras (*scans*) na faixa entre  $2000$  e  $100 \text{ cm}^{-1}$  e potência de  $100 \text{ mW}$ .

Para isso, foi confeccionada uma lâmina de  $1,0 \text{ mm}$  de espessura de silicone de condensação (Optosil - Heraeus Kulzer) prensada entre duas placas de vidro com espaçadores e isoladas com vaselina líquida. Posteriormente, os silicones obtidos foram recortados em retângulos de dimensões  $3,0 \times 2,0 \text{ cm}$  e uma perfuração de  $8,0 \text{ mm}$  de diâmetro foi confeccionada no centro do silicone. Por fim, cada recorte foi posicionado no centro de lâminas de vidro.

Os incrementos dos compósitos foram inseridos no molde de silicone e pressionados por outra lâmina de vidro. Os conjuntos foram estabilizados por fitas adesivas e levados ao espectrômetro Vertex 70 (Brüker Optik GmbH) para a obtenção do espectro não polimerizado. A correção da linha base e a normalização da curva foram feitas através do programa OPUS (Brüker Optics), aumentando sua intensidade e facilitando sua visualização. As alturas dos picos das bandas de  $1610$  e  $1640 \text{ cm}^{-1}$  foram mensuradas e registradas.

O conjunto foi removido do equipamento RFS100/S e fotoativado. Os espécimes foram fotopolimerizados com o aparelho LED Valo Cordless (Ultradent - South Jordan, Estados Unidos), de ponta ativa de  $10 \text{ mm}$  de diâmetro. A fotoativação foi realizada durante  $20$  segundos sob irradiância de  $1.000 \text{ mW/cm}^2$ , totalizando densidade de energia de  $20 \text{ J/cm}^2$ . Uma nova leitura foi realizada. Os espécimes foram avaliados de forma imediata e após  $24$  horas estocados em ambiente seco. Para o cálculo do GC após a fotoativação, os valores de alturas dos picos das bandas do material não curado e fotopolimerizado foram inseridos na seguinte equação (Equação 01):

$$\text{EQUAÇÃO 01: } GC_{\text{fotopolimerizado}} = 100 \times 1 - \left[ \frac{(\text{alifático/ aromático})_{\text{fotopolimerizado}}}{(\text{alifático/ aromático})_{\text{não curado}}} \right]$$

## **2.2. Análise da dureza Knoop (KHN)**

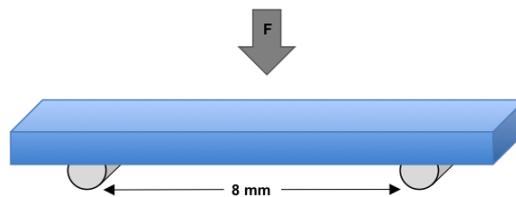
Espécimes cilíndricos (n=3) de 4,0 mm de altura e 2,5 mm de largura e 2,5 mm de espessura, confeccionados com o auxílio de uma matriz circular bipartida de latão, posicionada sobre uma tira de poliéster fixada sobre uma placa de vidro. A resina foi inserida dentro da matriz e pressionada com uma tira transparente de poliéster e lâmina de vidro, prosseguindo-se a fotoativação do material, conforme realizado para grau de conversão.

Posteriormente, a face irradiada do espécime foi polida em politriz EcoMet™/Automet™ 300 (Buehler - Lake Bluff, Estados Unidos) sob irrigação abundante com lixa de granulação 1.200 durante 2 minutos (força de 20 N; velocidade do cabeçote: 30 rpm; velocidade do prato: 70 rpm). Após 24 horas, foi realizado banho ultrassônico, seguido de 5 indentações com carga de 200 g por 20 segundos em durômetro Shimadzu HMV-2 (Tóquio, Japão) para obtenção dos valores de dureza das superfícies do topo (face diretamente irradiada pela luz) e base (face oposta à irradiação da luz).

## **2.3. Resistência à flexão (RF)**

Os espécimes utilizados para esse teste (n=10) foram confeccionados em matriz de aço bipartida (10 mm de comprimento, 2 mm de largura, 1 mm de espessura) apoiada sobre tira transparente em placa de vidro. Após a inserção do material, uma tira transparente de poliéster e uma lâmina de vidro foram posicionadas sobre a matriz para acomodação do material, seguido de fotoativação, conforme realizado no grau de conversão. Após desinclusão do espécime, os excessos foram removidos com o auxílio de lâmina de bisturi número 11 (Solidor - Barueri, São Paulo) e as dimensões do corpo de prova foram registradas.

Os ensaios de resistência à flexão foram conduzidos em máquina de ensaios universais (modelo 5565, Instron Corp - Canton, Estados Unidos) com célula de carga de 1000 N, velocidade do teste de 0,5 mm/min e ação da força incidente à face irradiada (Figura 2.1). A distância entre os apoios foi de 8 mm, sempre conferida entre grupos com paquímetro digital.



**Figura 2.1** - Esquema representativo da montagem do corpo de prova sobre os apoios em máquina de ensaios universais para o teste de resistência à flexão

Os valores de carga de ruptura, em Newtons, foram tabulados juntamente com as dimensões dos espécimes para o cálculo da tensão máxima de resistência à flexão, através da equação a seguir (Equação 02), onde  $R_F$  é a resistência à flexão em MPa,  $F$  corresponde à carga medida no momento da fratura (N),  $d$  corresponde à distância entre os apoios em mm,  $b$  (mm) a largura e  $h$  (mm) a altura (espessura) do espécime:

$$\text{Equação 02: } R_F = \frac{3Fd}{2bh^2}$$

#### 2.4. Tensão de Polimerização (TP)

Tarugos cilíndricos de polimetilmetacrilato (PMMA) ( $\varnothing$  6mm) foram seccionados em bastões de comprimentos de 13 e 28 mm. Para os bastões de 13 mm, uma das extremidades foi polida com lixas de sequência de granulação de 1.200, 2.000 e 4.000 e feltro com pasta de alumina de 1  $\mu\text{m}$  de forma a permitir a passagem de luz azul pelo comprimento do bastão no momento da fotoativação. As demais faces dos demais bastões, de 13 e 28 mm, foram asperizadas com jato de óxido de alumínio (250  $\mu\text{m}$ ) para melhorar a adesão da resina hidrofóbica ao PMMA.

Para a confecção de cada espécime para o teste de tensão de polimerização, em uma das superfícies jateadas do bastão de 28 mm e a superfície jateada do bastão de 13 mm foi aplicada uma camada de monômero de metacrilato de metila (JET Acrílico Autopolimerizante, Artigos Odontológicos Clássico, Brasil) para melhorar o molhamento do adesivo hidrofóbico sem carga (Scotchbond Multiuso Plus, 3º frasco, 3M ESPE, Brasil) aplicado posteriormente. Após esta última etapa, um jato de ar a 15 cm de distância da superfície do bastão durante 10 segundos foi aplicado com o auxílio de seringa triplice. O adesivo hidrofóbico em ambas as superfícies foi individualmente

fotoativado por 20 segundos com aparelho LED Valo Cordless (Ultradent, South Jordan, Estados Unidos).

Os bastões foram manipulados de forma a evitar o contato com as superfícies tratadas e, então foram fixados em máquina de ensaios universal Instron (modelo 5565, Instron Corp - Canton, Estados Unidos): o bastão de 28 mm foi fixado em uma garra conectada à célula de carga da máquina com a face tratada voltada para baixo e o bastão de 13 mm foi posicionado com a face tratada voltada para cima em dispositivo desenvolvido para o presente teste acoplado à base da máquina de ensaios. No intuito de avaliar a influência da espessura do incremento na tensão de polimerização, a distância (altura do espécime,  $h$ ) entre os bastões foi padronizada em 1 mm, sendo 05 ( $n=5$ ) a quantidade de espécimes para cada material.

Após a altura do espécime (distância entre os bastões) ser determinada e registrada na memória do equipamento, a célula de carga foi afastada na direção oposta da base da máquina e o material foi inserido sobre a superfície tratada do bastão inferior. A célula de carga foi posicionada de acordo com o parâmetro de altura recém memorizado, de forma que o material fosse pressionado e entrasse em contato com ambas as superfícies tratadas. Realizada a remoção dos excessos de material com o auxílio de uma espátula, um extensômetro (modelo 2360-101, Instron) foi acoplado aos bastões com o objetivo de manter constante a distância entre estes durante o teste.

A ponta da unidade fotoativadora foi posicionada no *slot* presente no dispositivo acoplado à base da máquina de ensaios diretamente em contato com a face polida da base do bastão de 13 mm. A tensão desenvolvida durante a polimerização dos materiais foi monitorada por 15 minutos a partir da fotoativação do material. Para a determinação da tensão de polimerização nominal máxima (MPa), o valor máximo de tensão registrado durante o teste (N) foi dividido pela área de secção transversal de cada bastão.

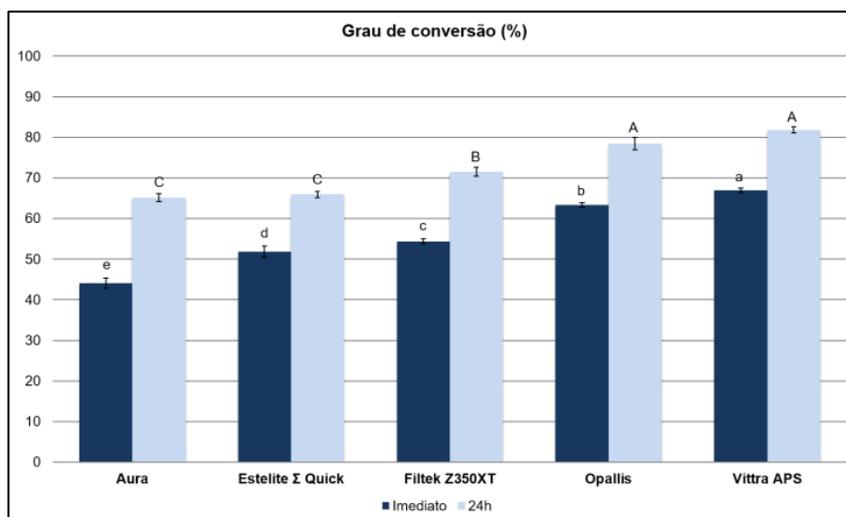
## **2.5. Análise estatística**

Os dados obtidos em todos os testes realizados foram submetidos aos testes de normalidade e homocedasticidade, em seguida avaliados por análise de variância (ANOVA) e complementados pelos testes de Tukey ou avaliados somente pelo teste de Kruskal-Wallis ( $\alpha$  0.05).

### 3 - RESULTADOS

#### 3.1. Grau de Conversão

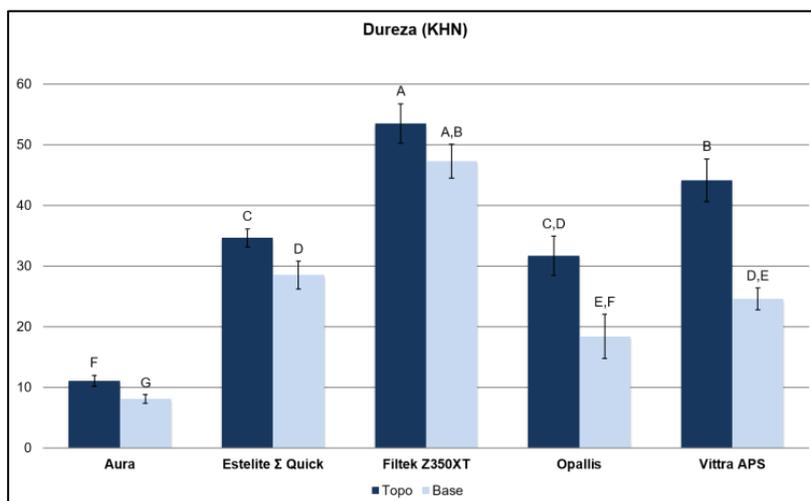
Os maiores valores de Grau de Conversão (imediate e 24h) foram observados para as resinas Vittra APS e Opallis, seguido de Filtek Z350 XT, Aura e Estelite Sigma Quick.



**Figura 3.1.** Grau de conversão (%) das resinas avaliadas na condição imediata e 24 horas após fotopolimerização. Letras minúsculas iguais entre materiais indicam semelhança estatística na condição imediata. Letras maiúsculas iguais entre materiais indicam semelhança estatística nas 24 horas.

#### 3.2. Dureza Knoop (KHN)

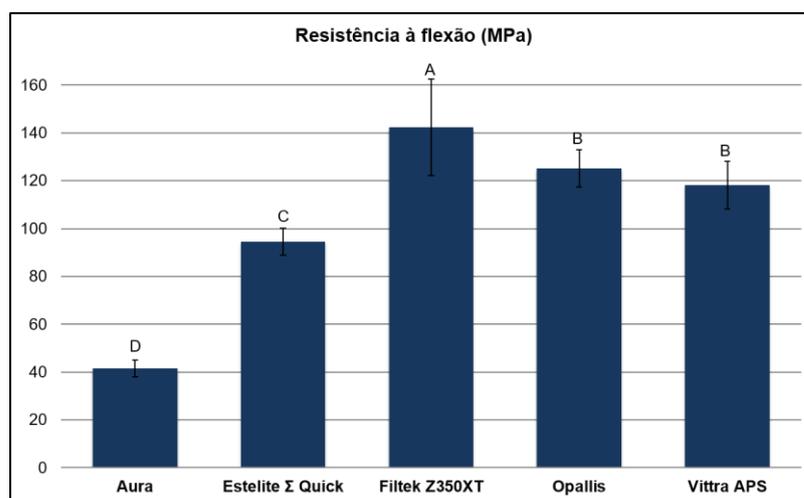
A resina Filtek Z350 XT (topo e base) apresentou os maiores valores de KHN, sendo o valor de base semelhante ao topo de Vittra APS. As resinas Aura, Estelite Sigma Quick, Opallis e Vittra APS apresentaram KHN estatisticamente diferentes entre as suas superfícies de topo e base.



**Figura 3.2.** Dureza Knoop (KH) das resinas avaliadas 24 horas após fotopolimerização. Letras maiúsculas iguais indicam semelhança estatística entre materiais

### 3.3. Resistência à flexão (Mpa)

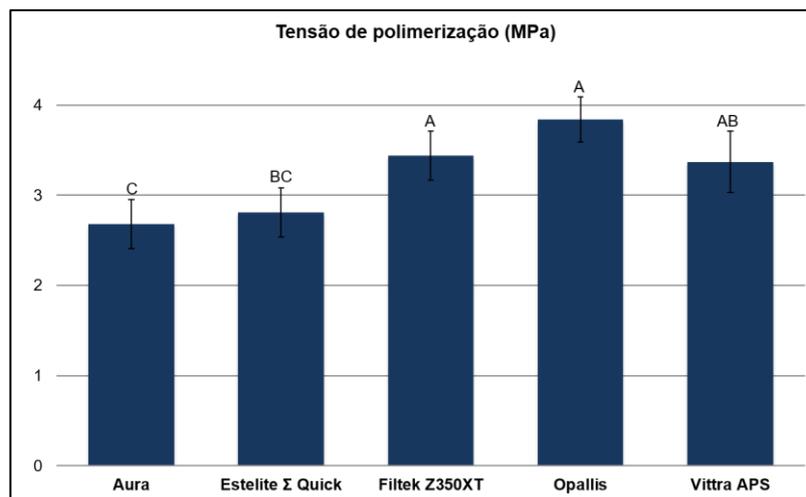
Os maiores valores de Resistência à Flexão foram observados para Filtek Z350 XT, seguido de Opallis/Vittra APS, Estelite Sigma Quick e Aura.



**Figura 3.3.** Resistência à flexão (MPa) das resinas avaliadas 24 horas após fotopolimerização. Letras maiúsculas iguais indicam semelhança estatística entre materiais.

### 3.4. Tensão de polimerização (Mpa)

Os maiores valores de Tensão de Polimerização foram observados para Filtek Z350 XT, Opallis e Vittra APS.



**Figura 3.4.** Tensão de polimerização (MPa) das resinas avaliadas. Letras maiúsculas iguais indicam semelhança estatística entre materiais

#### 4 - DISCUSSÃO

O grau de conversão das resinas compostas pode variar de 34,7% a 77,1%, podendo haver um aumento de até 36% nas primeiras 24 horas<sup>1</sup>. Ainda assim, nenhum material é capaz de converter-se completamente em polímero. No presente estudo, a resina VT apresentou alto valor para GC tanto imediato e 24 horas após polimerização. Tal achado pode ser explicado pela presença do sistema APS que, apesar da baixa concentração de canforoquinona, conta com a presença de fotoiniciadores secundários capazes de garantir a alta conversão monomérica, havendo influência direta do sistema APS sobre GC imediato, além de permitir um valor maior para GC 24 horas após a polimerização.

A resina AURA (SDI) apresentou uma porcentagem próximo ao mínimo e estatisticamente inferior a todas as demais resinas testadas nas leituras imediata e com 24 horas. Pouca informação foi disponibilizada pelo fabricante sobre este material.

Vários trabalhos têm mostrado correlação entre grau de conversão<sup>6</sup> e dureza<sup>11,23,31,30</sup>. Tal relação pode ser explicada devido ao fato de que a resistência do material não é determinada somente pela fração inorgânica, mas também pela criação de uma rede polimérica densa e reticulada<sup>21</sup>. Dessa

forma, dureza pode ser considerada um bom indicador indireto de conversão em resinas compostas<sup>18,31</sup>.

A relação de dureza base-topo (B/T), variando entre 0.8 a 0.9, é um critério importante para verificar a eficiência da polimerização em áreas mais profundas em relação à fonte de luz. Teoricamente, a dureza na superfície da base de uma resina composta polimerizada deve ser pelo menos 80% (0.8) da dureza na superfície do topo<sup>16</sup>. Apesar de a resina Vittra APS ter apresentado relação base/topo de dureza abaixo do recomendado, alguns autores não recomendam a avaliação pelo método base/topo.

No presente trabalho, a resina AURA (SDI) apresentou os valores mais baixos de dureza KHN (B/T). As resinas Opallis e Estelite Sigma Quick apresentaram valores médios de dureza KHN estatisticamente semelhantes à superfície irradiada dos espécimes. A dureza da base da resina Opallis não atingiu os 80% desejáveis com relação ao seu topo. Bem como a resina Vittra que alcançou níveis maiores de dureza no topo comparado as resinas supracitadas e estatisticamente semelhante à base de resina Z350 XT. A resina Z350 XT apresentou, dentre as resinas testadas, os maiores valores para topo de forma estatisticamente significante.

Em um estudo sobre o efeito da incorporação de partículas de zircônia em um compósito comercial, no caso a Vittra APS, foi observado que a adição de zircônia independente da concentração aumenta os valores de Dureza quando comparada ao grupo controle onde os compósitos apresentavam a composição do fabricante<sup>3</sup>. A presença de partículas nanoesferoidais de zircônia aliada à esperada densa rede polimérica presente no topo dos espécimes devido à presença da tecnologia APS pode justificar o alto valor de dureza comparado à base do mesmo material. Neste caso, a presença do sistema APS não parece garantir uma maior polimerização em profundidade.

Amplamente empregada em testes laboratoriais de compósitos odontológicos<sup>23</sup>, a resistência à flexão é um dos principais parâmetros utilizados para avaliar a resistência de um material à fratura. Em suma, esse parâmetro representa a tensão experimentada por um material no momento da sua ruptura e é expresso em Megapascal (MPa). Estudos têm relacionado a resistência à flexão ao conteúdo de carga<sup>19,26</sup>, dureza e módulo de elasticidade<sup>12</sup>, podendo ser influenciada por variáveis como conteúdo da matriz

resinosa<sup>15</sup>, grau de conversão<sup>9</sup>, distância do material à fonte de luz<sup>13</sup> e quantidade de monômeros não reagidos<sup>27</sup>.

Os maiores valores de resistência à flexão, de forma estatisticamente significativa, foram para as resinas Z350 XT. As resinas Opallis e Vittra APS apresentaram valores intermediários e semelhantes entre si, seguidos pelas resinas Estelite e Aura, apresentando esta última o menor valor de resistência a flexão dentre as resinas testadas.

De acordo com a norma ISO 4049, utilizada para avaliar a resistência à flexão de materiais restauradores, o valor mínimo aceitável para resinas compostas é de 100 Mpa<sup>35</sup>. Borges *et.al.* avaliaram a resistência flexural de 8 resinas compostas diretas, sendo elas microparticuladas, microhíbridas, híbridas e apenas uma nanoaglomerada, contendo partículas de sílica. Esta apresentou os maiores valores para resistência à flexão, próximo à 150 MPa. Em nosso estudo, as resinas nanoparticuladas também apresentaram os maiores valores para resistência à flexão, sendo a Z350 XT superior à 140 MPa e Vittra APS com valor próximo à 120 Mpa, valores superiores ao estipulado pela ISO 4049.

Borges *et.al.* afirmam que o aumento da quantidade de carga melhora significativamente todas as propriedades mecânicas das resinas compostas<sup>5</sup>. A resina Vittra APS em comparação ao demais compósitos testados apresentam porcentagem de carga superior, inferior em sua composição apenas à resina Opallis, a qual apresentou resultados estatísticos semelhante à Vittra APS quanto ao teste de resistência à flexão realizado neste estudo. Além disso, o tamanho das partículas de carga também interfere na melhora da resistência do material, ou seja, compósitos com partículas de carga em escala nanométrica apresentam maior resistência à fratura.

Durante a polimerização ocorre a conversão de moléculas de monômeros que se unem formando uma rede de polímeros, conforme a rede vai se formando, as moléculas vão se aproximando para que ocorram novas ligações.<sup>25</sup> Essa aproximação das moléculas provoca uma contração volumétrica<sup>32</sup>. Como consequências dessa contração podem ocorrer fendas marginais, pigmentações, microinfiltração, cárie secundária, sensibilidade pós-operatória, além de provocar tensões na interface dente restauração<sup>14</sup>. Essas tensões por sua vez podem causar microfraturas na estrutura dentária, falhas

na interface adesiva e movimentação de cúspides, dependendo de sua intensidade<sup>10</sup>.

A tensão de contração é proporcional e pode estar relacionada à contração volumétrica e ao módulo de elasticidade dos compósitos<sup>10,17</sup>. Outros fatores como o conteúdo de carga, a composição da matriz resinosa e o grau de conversão monomérica também podem influenciar na tensão de polimerização<sup>8</sup>.

Apesar da presença do sistema APS na resina Vittra, a resina não foi capaz de apresentar uma baixa tensão de polimerização, com resultados semelhantes às resinas Filtek Z350 XT, Opallis e Estelite. Os menores valores de tensão de polimerização foram observados para a resina Aura, o que pode estar relacionado ao baixo grau de conversão monomérico atingido por esse material.

## **5 - CONCLUSÃO**

Para os padrões testados no presente estudo, a resina APS apresentou resultados satisfatórios. No entanto, não foi capaz de ser superior à resina Opallis (do mesmo fabricante) e a resina utilizada como controle positivo, neste caso a resina Z350 XT em todos os testes. Porém, para as propostas dadas pelo fabricante de maior tempo de manipulação sob a luz do refletor, menor concentração de CQ e maiores propriedades mecânicas consideradas vantagens do sistema APS, mais estudos devem ser realizados.

## 6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Alshali RZ, Silikas N, Satterhwaite JD. Degree of conversion of bulk-fill compared to conventional resin-composites at two time intervals. *Dental Materials*. 2013;29(9):e213-7.
2. Alzraikat H, Burrow MF, Maghaireh GA, Taha NA. Nanofilled Resin Composite Properties and Clinical Performance: A Review. *Operative Dentistry*. 2018 Jul/Aug;43(4):E173-E190.
3. Araújo, VRD. Efeito da incorporação de partículas de zircônia nas propriedades mecânicas de uma resina composta comercial. 2018. Dissertação (Mestrado em Odontologia) - Unopar, Londrina, 2018.
4. Bittencourt BF, Dominguez JA, Pinheiro LA, Farago PV, Santos EBD, Campos LA et al. Effect of the Bis-Dimethylamino Benzoyl Peroxide Initiator on the Mechanical and Biological Properties of a Composite. *Brazilian Dental Journal*. 2017 Nov-Dec;28(6):74-748.
5. Borges LAS, Borges AB, Barcelos DC, Saavedra GSFA, Paes Júnior TJA, Rode SM. Avaliação da resistência flexural e módulo de elasticidade de diferentes resinas compostas indiretas. *Revista de Pós-Graduação*. 2012; 19(2): 50-56.
6. Braga, RR, Ferracane, JL. Contraction stress related to degree of conversion and reaction kinetics. *Journal of Dental Research*. 2002 v. 81(2): 114-8.
7. Brant WCB, Consani S, Sinhorette MAC, Cavalcante LMA, Schneider LFJ. Grau de conversão e densidade de ligações cruzadas de compósitos formulados com diferentes fotoiniciadores. *Revista da Faculdade de Odontologia*. 2009 14(3): 239-45.
8. Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA, Braga RR. Effect of temperature on composite polymerization stress and degree of conversion. *Dental Materials*. 2014 Jun;30(6):613-8.
9. Calheiros F, Daronch M, Rueggeberg F, Braga R. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system. *Dental Materials* 2008; 24: 1164-1168.
10. Davidson, CL, de Gee, AJ. Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. *Journal of Dental Research*. 1984; 63 (2): 146-8
11. Dimer AR, Arossi GA, Sanbto LH, Kappaun DR. Effect of different post-cure polymerization treatment on composite resin hardness. *RGO-Revista Gaúcha de Odontologia*, v. 63, n. 4, p. 426-431, 2015.
12. Drummond JL. Nanoindentation of dental composites. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*. 2006;78(1):27-34.
13. Finan L, Palin WM, Moskwa N, McGinley EL, Fleming GJ. The influence of irradiation potential on the degree of conversion and mechanical properties of two bulk-fill flowable RBC base materials. *Dental Materials*. 2013;29(8):906-12.
14. Gonçalves F, Pfeifer CS, Ferracane JL, Braga RR. Contraction stress determinants in dimethacrylate composites. *Journal of Dental Research*. 2008 Apr;87(4):367-71.
15. Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and

- flexural strength of experimental resins and composites. *European Journal of Oral Sciences*. 2009;117(4):442-6.
16. Grohmann CVS, Soares EF, Souza-Junior EJC, Brandt WC, Puppini-Rontani RM, Geraldeli S et al. Influence of different concentration and ratio of a photoinitiator system on the properties of experimental resin composites. *Brazilian Dental Journal*. (2017 28(6): 726-730.
  17. 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. *Journal of Applied Oral Science*. 2018 Jun 18;26.
  18. Hubbezoglu I, Bolayir G, Doğan O, Doğan A, Özer A, Bek B. Microhardness evaluation of resin composites polymerized by three different light sources. *Dental Materials* 2007; 26(6): 845-853.
  19. Kim KH, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2002;87(6):642- 9.
  20. Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G. Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency. *Dental Materials*. 2013 Feb;29(2):139-56.
  21. Lin J, Sun M, Zheng Z, Shinya A, Han J, Lin H, Zheng G, Shinya A. Effects of rotating fatigue on the mechanical properties of microhybrid and nanofiller-containing composites. *Dental Materials Journal*. 2013;32(3):476-83.
  22. Lovell LG, Newman SM, Bowman CN. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *Journal of Dental Research*. 1999;78(8):1469-76.
  23. Marovic D, Panduric V, Tarle Z, Ristic M, Sariri K, Demoli N, Klaric E, Jankovic B, Prskalo K. Degree of conversion and microhardness of dental composite resin materials. *Journal of Molecular Structure*. 2013;1044:299-302.
  24. Nassar H; Chu TM; Platt J. Optimizing light-cured composite through variations in camphorquinone and butylhydroxytoluene concentrations. *Brazilian Oral Research*. 2016 May 20; 30(1).
  25. Oliveira KM, Lancellotti AC, Ccahuana-Vásquez RA, Consani S. Shrinkage stress and degree of conversion of a dental composite submitted to different photoactivation protocols. *Acta Odontológica Latinoamericana*. 2012;25(1):115-22.
  26. Palin WM, Hadis MA, Leprince JG, Leloup G, Boland L, Fleming GJ et al. Reduced polymerization stress of MAPO-containing resin composites with increased curing speed, degree of conversion and mechanical properties. *Dental Materials*. 2014 May;30(5):507-16.
  27. Peutzfeldt A, Asmussen E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. *Journal of Dentistry*. (2000);28(6):447-52.
  28. Pfeifer CS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Braga RR. Factors affecting photopolymerization stress in dental composites. *Journal of Dental Research*. 2008 Nov;87(11):1043-7.

29. Pires-de-Souza Fde C, Drubi Filho B, Casemiro LA, Garcia Lda F, Consani S. Polymerization shrinkage stress of composites photoactivated by different light sources. *Brazilian Dental Journal*. 2009;20(4):319-24.
30. Price RB, Whalen JM, Price TB, Felix CM, Fahey J. The effect of specimen temperature on the polymerization of a resin-composite. *Dental Materials*. 2011;27(10):983-9.
31. Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *Journal of Dental Research*. 1988;67(6):932-7.
32. Rueggeberg, F., Tamareselvy, K. Resin cure determination by polymerization shrinkage. *Dental Materials*. 1995; 11 (4): 265-8.
33. Schneider AC, Mendonça MJ, Rodrigues RB, Busato PMR, Camilott. Influence of three modes of curing on the hardness of three composites. *Polímeros*. 2016 26(Special Issue): 37-42.
34. Segreto DR, Naufel FS, Brandt WC, Guirald0 RD, Correr-Sobrinho R, Sinhoretí MAC. Influence of photoinitiators and light sources on the degree of conversion of experimental resin cements. *Brazilian Dental Journal*. (2016) 27(1): 83-89.
35. Souza ROA, Mesquita AMM, Pavanelli CA, Nishioca RS, Botinho MA. Avaliação da resistência à flexão de três resinas compostas de uso laboratorial *International Journal of Dentistry*. 2005 4(2):50-4.
36. Venter SAS, Martim GC, Santos A, Detomini TR, Radovanovic E, Giroto EM. Effect of the photoinitiator system on the properties of a dental material based on a hybrid polymer. *Brazilian Dental Science*. 2016 19(1): 96-105.