

Emília Ramos de Alcântara

**Análise de resinas compostas fotopolimerizadas por método  
tradicional e polimerização adicional**

**Campo Grande - MS**

**2018**

Emília Ramos de Alcântara

**Análise de resinas compostas fotopolimerizadas por método tradicional e polimerização adicional**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia, nível de Mestrado, da Faculdade de Odontologia, da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Mestre.

Orientador: Profº Drº José Luiz Guimarães de Figueiredo

**Campo Grande - MS**

**2018**

## FOLHA DE APROVAÇÃO

### **Análise de resinas compostas fotopolimerizadas por método tradicional e polimerização adicional**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia, nível de Mestrado, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, para obtenção do título de Mestre.

Resultado\_\_\_\_\_

Campo Grande (MS), de de .

#### **Banca Examinadora**

---

Prof° Dr° José Luiz Guimarães de Figueiredo  
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

---

Prof° Dr° Key Fabiano Souza Pereira  
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

---

Prof° Dr° Cícero Rafael Cena da Silva  
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

## DEDICATÓRIA

A meu pai, **Aldemiro**, por sempre ter incentivado a continuação de meus estudos, não medindo esforços para que hoje eu me tornasse mestre.

A meu padrasto, **Profº Cory**, *in memoriam*, por ter sido o exemplo de mestre que me espelhei.

## **AGRADECIMENTO ESPECIAL**

Ao meu orientador, **Profº Drº José Luiz Guimarães de Figueiredo**, por ter me recebido da forma mais inesperada nesse mestrado, ter dividido seus conhecimentos comigo, sempre com muita atenção e paciência, contribuindo não só com meu crescimento profissional, como pessoal. Agradeço pela confiança em meu trabalho, pela amizade compartilhada e por todo apoio recebido nessa jornada.

## AGRADECIMENTOS

A **Deus**, por ter me concedido a dádiva da vida e por ter me dado força para continuar nessa caminhada. Por ter colocado pessoas iluminadas em meu caminho, me ajudando a superar todos os obstáculos enfrentados, sem perder a fé e a esperança.

Aos meus pais, **Rosângela** e **Aldemiro**, pelo amor dedicado a mim, pelo apoio incondicional, mesmo diante das dificuldades enfrentadas. A vida tem suas surpresas, mas sabendo que tenho vocês ao meu lado, tudo fica mais fácil de superar.

A minha irmã, **Natália**, meu cunhado, **Fábio**, e meus sobrinhos, **Flor** e **Léo**, por serem a definição do que é amor em minha vida. Sem vocês, o sentido do que é família para mim, perde todo o sentido. Vocês são a certeza de que eu sempre tenho para onde voltar.

A **minha família**, avós, tios, tias e primos. Que cuidaram dos meus pais quando eu não pude estar presente. O laço que nos une é maior do que nosso sangue, é um laço de amor eterno.

Ao **Profº Drº Cícero R. Cena**, pela longa amizade que se fortaleceu nesse período, pelo conhecimento transmitido, por todo apoio e paciência comigo, não só na realização deste trabalho, como nos dias difíceis enfrentados.

Aos **colegas de turma** pelo conhecimento compartilhado, pelas alegrias e tristezas divididas, pelos risos em sala de aula e pela parceria nos laboratórios e estágios. Obrigada por terem caminhado ao meu lado nessa trajetória, por todo apoio e incentivo. Em especial agradeço a colega **Maryanne**, pelo companheirismo nas clínicas de Dentística e por ser minha irmã de orientador.

Agradeço especialmente as amigas de turma **Jéssica** e **Liana** pela amizade que ultrapassou os muros da faculdade e se tornaram meu apoio nos momentos de dificuldade, sempre me ajudando não só pessoalmente como profissionalmente durante toda essa trajetória.

Aos **professores** da FAODO, especialmente aqueles que estiveram no corpo docente do mestrado, por todo conhecimento transmitido, por toda paciência e incentivo dedicado à nossa turma.

Aos **funcionários** da FAODO, por sempre nos receberem bem, dispostos a nos ajudar e facilitar nossa vida acadêmica na instituição, especialmente as **secretárias da pós-graduação** pela paciência e disponibilidade em nos ajudar.

Ao **Instituto de física** por terem disponibilizado não só os equipamentos necessários para a realização dessa pesquisa, como também suporte técnico.

A **CAPES** pelo apoio financeiro durante o curso de mestrado.

Ao **Valdir** da **FGM** pela disponibilização dos materiais utilizados para realização dessa pesquisa e a **Dabi Atlante**, que colaborou emprestando o radiômetro utilizado no trabalho.

Ao **Lucas Bannwart** pelo apoio na minha vinda para Campo Grande. Seu companheirismo e amizade foram essenciais para essa etapa de minha vida.

A **Jaine Zanolla** grande amiga que fiz nessa cidade, que me apoiou na realização deste trabalho, contribuindo grandemente com ideias e correções, me apoiou nos momentos difíceis, dividiu suas alegrias e tristezas comigo e sempre esteve presente do meu lado. Não existem palavras capaz de expressar meu agradecimento por toda ajuda, carinho e amizade.

Agradeço imensamente aos **amigos** que fiz nessa instituição e nessa cidade, todos foram indispensáveis para que eu me tornasse a pessoa e profissional que sou hoje. Seria difícil nomear um a um, pois foram muitos amigos que cruzaram meu caminho e que deixaram suas marcas na minha trajetória. Porém, não posso deixar de citar a **Franciele**, a **Thalita** e a **Vitória** que se tornaram indispensáveis para minha estadia nessa cidade e hoje são como irmãs para mim.

Aos **acadêmicos** que me receberam sempre com muito carinho e educação em todas as disciplinas que realizei meu estágio em docência, alegrando minhas tardes e colaborando para meu crescimento e que de certa forma ajudaram na realização desse projeto.

Agradeço à **Universidade Federal de Mato Grosso do Sul** e à **Faculdade de Odontologia** por ter me recebido de portas abertas sendo sempre como uma segunda casa para mim.

“Talvez não tenha conseguido fazer o melhor, mas lutei para que o melhor fosse feito. Não sou o que deveria ser, mas Graças a Deus, não sou o que era antes”. - Marthin Luther King.

## RESUMO

**Alcântara ER. Análise de resinas compostas fotopolimerizadas por método tradicional e polimerização adicional.** Campo Grande; 2018. [Dissertação - Faculdade de Odontologia da Fundação Universidade Federal de Mato Grosso do Sul].

O objetivo do estudo foi avaliar comparativamente as propriedades físico-mecânicas de resinas fotopolimerizadas por método tradicional e polimerização adicional de ciclo em autoclave através do método de Espectroscopia na região do infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e a microdureza através do método de Vickers. Duas resinas foram testadas, uma comum e outra laboratorial, formando 3 grupos, G1: Opallis fotopolimerizada da forma como recomenda o fabricante; G2: Opallis fotopolimerizada da forma como recomenda o fabricante associada a polimerização adicional em autoclave; G3: Opallis Lab fotopolimerizada da forma como recomenda o fabricante para a utilização de luz LED. Posteriormente foram realizados testes de microdureza e grau de conversão (GC) nos corpos de provas (CP). Todos os resultados observados de GC e microdureza Vickers se mostraram superiores aos encontrados na literatura. O G1 apresentou 63,67% de GC e 85,38 de microdureza Vickers (VHN), o G2 62,54% e 150,5 VHN e o G3 79,68% 65,47 VHN, respectivamente. O G2 apresentou valores elevados de microdureza quando comparados aos demais grupos, o que é atribuído a polimerização complementar, porém sem alteração do GC. A fotopolimerização por LED se mostrou suficiente para obtenção de um alto GC no G3, dispensando a utilização de equipamentos especiais para resinas laboratoriais.

Palavras chaves: Dureza; Polimerização; Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier.

## ABSTRACT

**Alcântara ER. Analysis of lightcured composite resins by traditional method and post cure.** Campo Grande; 2018. [Dissertation – School of Dentistry, Federal University of Mato Grosso do Sul].

The aim of this study was to evaluate the physical-mechanical properties of lightcured resins by traditional method and additional polymerization in an autoclave cycle by the Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) method and the microhardness by the Vickers method. Two resins were tested, one common and another laboratory, forming three groups, G1: Opallis lightcured as recommended by the manufacturer; G2: Opallis lightcured as recommended by the manufacturer associated with post cure in an autoclave cycle; G3: Opallis Lab lightcured as recommended by the manufacturer for the manner of LED light. Subsequently, microhardness tests and degree of conversion (DC) were performed on the specimens. All DC and Vickers microhardness results observed were superior to those found in the literature. G1 presented 63.67% of DC, 85.38 Vickers microhardness (VHN), G2, 62.54%, 150.5 VHN, and the G3, 79.68% 65.47 VHN, respectively. G2 presented high values of microhardness when compared to the other groups, which can be attributed to complementary polymerization, but without GC alteration. LED photopolymerization proved sufficient to obtain a high DC in G3, avoiding the use of specific equipment for laboratory resins.

Keywords: Hardness; Polymerization; Spectroscopy, Fourier Transformed Infrared.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<b>Figura 1 –</b>	Matriz de aço inox utilizada para confecção dos corpos de prova.	29
<b>Figura 2 –</b>	Aparelho LED Emitter D sendo mensurada sua potência por meio de um radiômetro digital comercial RD-7.	30
<b>Figura 3 –</b>	Remoção do CP da matriz de aço inox e marcação da base com caneta de tinta permanente.	31
<b>Figura 4 –</b>	Polidora Politriz.	32
<b>Figura 5 –</b>	Equipamento PerkinElmer Spectrum 100 FTIR spectrometer acoplado a microcomputador servidor.	33
<b>Figura 6 –</b>	Equipamento Microdurometro.	35
<b>Figura 7 –</b>	Espectro obtido da RC Opallis antes da fotopolimerização com ênfase na faixa de 4000 a 1000 $\text{cm}^{-1}$ .	37
<b>Figura 8 –</b>	Espectro obtido do G1 com ênfase na faixa de 4000 a 2000 $\text{cm}^{-1}$ .	38
<b>Figura 9 –</b>	Espectro obtido do G2 com ênfase na faixa de 4000 a 2000 $\text{cm}^{-1}$ .	38
<b>Figura 10 –</b>	Espectro obtido da RC Opallis Lab antes da fotopolimerização com ênfase na faixa de 4000 a 2000 $\text{cm}^{-1}$ .	39
<b>Figura 11 –</b>	Espectro obtido do G3 com ênfase na faixa de 4000 a 2000 $\text{cm}^{-1}$ .	39

- Figura 12** – Espectro com ênfase de 1660 a 1600  $\text{cm}^{-1}$  comparando resultado obtido da RC Opallis antes da fotopolimerização ao G1. 40
- Figura 13** – Espectro com ênfase de 1660 a 1600  $\text{cm}^{-1}$  comparando resultado obtido da RC Opallis antes da fotopolimerização ao G2. 41
- Figura 14** – Espectro com ênfase de 1660 a 1600  $\text{cm}^{-1}$  comparando resultado obtido da RC Opallis Lab antes da fotopolimerização ao G3. 41
- Figura 15** – Endentação produzida no CP produzida pela ponta de diamante piramidal (ponta Vickers) com visualização de objetiva com aproximação de 20 vezes. 43
- Figura 16** – Endentação produzida no CP produzida pela ponta de diamante piramidal (ponta Vickers) com visualização de objetiva com aproximação de 40 vezes. 43
- Figura 17** – Gráfico apresentando a microdureza Vickers dos corpos de prova em cada grupo experimental testado neste estudo. Cada coluna representa a média e a barra o desvio padrão da média. \* Diferença significativa em relação ao G1 (pós-teste de Tukey,  $p < 0,05$ ). \*\* Diferença significativa em relação ao grupo G1 e G2 (pós-teste de Tukey,  $p < 0,05$ ). 45

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> – Tipo e composição das RC utilizadas.	28
<b>Tabela 2</b> – Divisão dos grupos dos CG antes e após polimerização.	28
<b>Tabela 3</b> – Tamanho do incremento e tempo de fotopolimerização da RC.	30
<b>Tabela 4</b> – Resultados referentes ao GC dos corpos de prova.	40
<b>Tabela 5</b> – Resultados referentes a média dos valores de microdureza dos corpos de prova.	42
<b>Tabela 6</b> – Resultados referentes à microdureza Vickers dos corpos de prova em cada grupo experimental testado neste estudo.	44

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AMFs	Microfibras de alumina
Bis-EMA	Bisfenol A dimetacrilato etoxilado
Bis-GMA	Bisfenol glicidil dimetacrilato
BPA	Bisfenol-A
CIV	Cimento de ionômero de vidro
CNFs	Nanopartículas de cério
CP	Corpo de prova
CQ	Canforoquinona
FT-IR	Fourier-transform infrared spectroscopy
GC	Grau de Conversão
HPMA	Hidroxipropil metacrilato
LED	Diodos emissores de luz
MEK	Metil-etil-cetona
PPD	Fenil propanodiona
PPGDMA	Polipropileno glicol dimetacrilato
RC	Resina composta
RPM	Rotação por minuto
SMFs	Microfibras de seda
TEGDMA	Trietileno glicol dimetacrilato
UDMA	Uretano dimetacrilato
VHN	Vickers hardness number

## LISTA DE SIMBOLOS

%	Por cento
cm	Centímetro
g	Gramma
h	Hora(s)
KHz	Quilohertz
mg	Miligramma
min	Minuto(s)
mm	Milímetros
mW/cm <sup>2</sup>	Miliwatt por centímetro quadrado
N	Newton
°C	Graus Celsius
s	Segundo(s)

## SUMARIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	17
<b>2</b>	<b>REVISÃO DE LITERATURA</b>	20
<b>3</b>	<b>OBJETIVOS</b>	27
3.1	Objetivo Geral	27
3.2	Objetivos Específicos	27
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E METODOS</b>	28
4.1	Polimerização Adicional	31
4.2	Polimento	32
4.3	Grau de Conversão	33
4.4	Microdureza	34
<b>5</b>	<b>ANÁLISE ESTATÍSTICA</b>	35
<b>6</b>	<b>RESULTADOS</b>	36
6.1	Grau de Conversão	37
6.2	Microdureza	40
<b>7</b>	<b>DISCUSSÃO</b>	46
<b>8</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	51
<b>9</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS</b>	52

## 1 INTRODUÇÃO

As resinas compostas (RC) começaram a ser utilizadas como compósitos restauradores na odontologia na década de 1960. Por serem uma alternativa estética no reestabelecimento da forma e função dos dentes, passaram a ser alvo de investigações científicas a fim de aprimorar suas propriedades físicas e mecânicas. As RC atualmente são empregadas tanto na devolução da estética do sorriso de maneira natural, como na confecção de restaurações em dentes posteriores, aliando baixo custo, confiabilidade e longevidade do procedimento (LIMA et al., 2016).

A constante busca por parte dos pacientes por restaurações estéticas levaram esse material a ser amplamente utilizado na confecção de restaurações posteriores. Esse tipo de procedimento pode ser feito de forma direta, semidireta ou indireta (HIRATA, 2000). As restaurações indiretas tipo inlay/onlay visam amenizar as falhas clínicas por oferecerem maior controle sobre a tensão gerada pela contração de polimerização, melhorando assim a adaptação marginal e facilitando o acabamento e polimento. Outra vantagem das restaurações indiretas é a possibilidade da associação de métodos adicionais de polimerização, com intuito de melhorar suas propriedades mecânicas. Contudo, este tipo de procedimento indireto demanda maior tempo, devido a etapa laboratorial, maior número de visitas do paciente ao consultório, o que acarreta em maior custo financeiro (SILVA et al., 2007; SOUZA et al., 2009).

A correta polimerização das RC visa proporcionar uma melhoria nas propriedades físicas, mecânicas e biológicas do material. As propriedades físico-mecânicas estão associadas a dureza do material, a resistência a fratura, a resistência ao desgaste e à flexão ou à tração, influenciando diretamente na retenção do material e na infiltração marginal (SCHNEIDER et al., 2006). Uma sub polimerização pode favorecer a solubilidade da resina comprometendo a estética, a biocompatibilidade, ocasionando sensibilidade pós-operatória e prejudicando a durabilidade do procedimento (DENIS et al., 2016).

A polimerização incompleta pode ser influenciada por características dos compósitos, como a composição química da matriz, tipo, tamanho e quantidade de partículas de carga, cor, grau de opacidade, e por fatores relativos a luz, como tipo e intensidade da fonte luminosa, duração da irradiação, comprimento de onda da luz emitida e distância do compósito a fonte de luz (FIROOZMAND et al., 2009).

Visando melhorar as propriedades físico-mecânicas dos compósitos, técnicas de polimerização adicional utilizando calor seco, luz e calor ou calor sob pressão são utilizadas em restaurações semidiretas e indiretas afim de complementar a técnica de fotopolimerização tradicional. A pós polimerização pode ser feita com o auxílio de equipamentos laboratoriais ou ainda pela utilização de micro-ondas ou autoclave. A utilização desses equipamentos convencionais visa diminuir custos, pois elimina a necessidade de maquinário especial. O uso do calor nas técnicas de pós polimerização além de melhorar as propriedades das RC, proporciona o aumento da conversão dos monômeros em polímeros, elevando assim o grau de conversão (GC) da resina, de forma que as propriedades físicas do material sejam melhoradas (OLIVEIRA et al., 2016). Ocorre um aumento da biocompatibilidade da restauração, devido a diminuição na quantidade de monômeros residuais que são potencialmente danosos e a diminuição da tensão gerada pela contração de polimerização, pois esta ocorre fora da boca (ARAÚJO et al., 2009).

Dentre as técnicas utilizadas para medir a polimerização dos compósitos odontológicos a mais utilizada é espectroscopia infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), que avalia o GC, ou seja, quanto de ligações simples de carbono são convertidas em ligações duplas, refletindo a eficácia da polimerização. Uma baixa conversão desse compósito resulta em monômeros livres, o que pode ocasionar a degradação do material quando em ambiente úmido, comprometendo a longevidade da restauração. Um maior GC confere ao material restaurador uma melhor propriedade mecânica de dureza (STANSBURY et al., 2000).

A dureza é uma propriedade que avalia a resistência ao desgaste desses materiais restauradores e é medida através da capacidade de resistência do material a penetração por ponta dura. Materiais com baixa dureza de superfície são mais susceptíveis a trincas e falhas. Os métodos mais utilizados para verificar a microdureza são: Vickers e Knoop, pois utilizam uma pequena área de material e pouca profundidade. A medida de dureza Vickers é feita de forma linear, não em profundidade e devem ser consideradas em áreas que realizam grandes esforços mastigatórios, pois está relacionada ao desgaste do material.

Diante deste cenário, o presente trabalho avaliou o GC e a microdureza Vickers de diferentes RC de uso direto e indireto, sendo um dos grupos associado a um tipo de polimerização adicional, a fim de verificar sua aplicabilidade na realização de restaurações posteriores extensas, que exige uma maior resistência mecânica e

menor desgaste do material, aliado ao baixo custo e facilidade de execução e analisar se há correlação do aumento do GC com a elevação da microdureza.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

Kildal e Ruyter, em 1994, realizaram um trabalho para investigar a diferença no GC de diferentes resinas utilizando variados métodos de polimerização, utilizando luz e calor como forma de polimerização adicional, imediatamente após a polimerização e 24 h depois. O grupo que só recebeu fotopolimerização teve CG por volta de 42% e esta aumentou para aproximadamente 55% após o período de armazenamento. Já os demais grupos, que receberam o procedimento de pós polimerização, apresentaram média de GC de 65% sem variação com o período de armazenamento. Essa investigação demonstrou que o GC pode ser alterado dependendo do método de polimerização utilizado, sendo que quando é realizado procedimentos de pós polimerização o GC aumenta e se mantém estável com o passar do tempo.

Com a intenção de buscar uma alternativa restauradora para casos de ampla destruição dentária, Hirata et al., em 2000, analisaram os tipos de sistemas de RC laboratoriais estabelecendo sua correta indicação, as formas de polimerização e propriedades físicas. As RC de uso indireto têm como principal diferença a polimerização mais efetiva. Quanto a composição, a evolução desses sistemas está no emprego de fibras de reforço visando um aumento das suas propriedades físicas. A polimerização complementar desses sistemas resulta no aumento da dureza e outras propriedades, porém não altera o desgaste. A polimerização adicional geralmente é feita através de tratamento térmico e esse procedimento pode ser utilizado em qualquer tipo de RC para melhorar suas características físicas e mecânicas. Concluíram assim que esses sistemas são uma forma criativa e conservadora para solucionar os problemas clínicos.

A fim de avaliar a influência da densidade da luz utilizada na polimerização das RC, Schneider et al., em 2006, realizaram um estudo utilizando 3 tipos de aparelhos fotopolimerizadores e verificaram o GC da RC após 24 h da fotopolimerização com armazenamento a seco e 1 mês após. Foi utilizado a técnica FTIR. Perceberam que o GC para os corpos de prova (CP) que receberam 20 s de luz halógena ou LED não tiveram diferença estatística, ficando em torno de 47%, enquanto os CP que receberam 3 s de luz xênon com potência 3 vezes superior as outras luzes, apresentaram GC menores, 42%. Esses valores aumentaram com o

passar de 1 mês, em torno de 50%, porém ainda se mantendo inferior para a luz xênon, 46%. Esses achados confirmam que fornecendo alta intensidade de luz em pouco tempo criam uma polimerização rápida, o que pode transformar poucos monômeros em polímeros causando baixos valores de GC.

Com o objetivo de avaliar a influência da pós-polimerização na resistência a flexão de uma resina composta, Galafassi et al., em 2006, realizaram um estudo comparativo entre grupo controle e diferentes grupos onde foram associados a polimerização tradicional um método de polimerização adicional, sendo realizada em polimerizadora laboratorial, ciclo de autoclave ou forno micro-ondas caseiro. Concluíram assim que, apesar dos resultados para o grupo de pós-polimerização em ciclo de autoclave terem apresentado maior média numérica de resistência, não houve diferença estatisticamente significativa entre nenhum grupo, o que coloca em dúvida a capacidade de métodos de pós-polimerização em melhorar as propriedades mecânicas das resinas compostas.

Herbstrith Segundo et al., em 2007, realizaram um estudo com a finalidade de comparar a influência de diferentes tipos de polimerização em um tipo de resina microhíbrida armazenada em água destilada. Foram realizadas polimerizações com fonte de luz halógena, LED e luz halógena associado a ciclo em autoclave. Os testes de microdureza foram realizados em três tempos, sendo a primeira avaliação feita após 24h da confecção dos CP, a segunda 7 dias após e a terceira depois de 14 dias. Desta forma, os autores concluíram que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos polimerizados com LED e luz halógena em nenhum dos tempos de armazenagem, média de 63, havendo apenas diferença estatisticamente significativa com o regime de polimerização associado de luz halógena com ciclo em autoclave mostrando um acréscimo nos valores da microdureza, média de 79, sendo o maior valor apresentado no tempo de 7 dias desse grupo, com valor acima de 82.

Souza et al., em 2009, propuseram avaliar a microdureza Vickers de diferentes resinas compostas de uso direto e indireto. Foram utilizadas no estudo 3 resinas compostas de uso direto e 4 resinas compostas de uso indireto. Após o teste de microdureza foi possível afirmar que os valores de microdureza das resinas compostas diretas não diferiram estatisticamente entre si, ficando em média de 85 Kgf/mm<sup>2</sup>, e que o mesmo não pode ser afirmado para as resinas compostas indiretas, pois houve diferença entre as resinas avaliadas e apenas uma das resinas diretas

obteve valor de dureza Vickers superior as demais resinas indiretas, sendo de 52 Kgf/mm<sup>2</sup> e as demais em média 29 Kgf/mm<sup>2</sup>.

Para determinar o grau de conversão de resinas compostas associado a diferentes métodos de fotopolimerização, Borges et al., em 2009, realizaram um estudo combinando a fotopolimerização feita com fonte de luz halógena e LED a quatro tipos de resinas compostas. Foram realizados testes de microdureza Vickers no topo e na base dos espécimes, afim de calcular o ratio da microdureza. Foi considerado o valor de 0,80 como mínimo para uma polimerização adequada. Os compósitos fotopolimerizados com a fonte de luz LED não tiveram diferença estatisticamente significativa no ratio da microdureza, com média de 88, com exceção da Suprafil que apresentou ratio mais baixo, 81. Já para a fonte de luz halógena, o compósito Z250 obteve um ratio de microdureza estatisticamente superior aos demais compósitos, 97. Com isso, os autores concluíram que houve uma correta fotopolimerização de todos os grupos experimentais e que a utilização do LED (800mW/cm<sup>2</sup>) permitiu reduzir o tempo de exposição.

Devido a crescente exigência estética, Firoozmand et al., em 2009, realizaram um estudo de microdureza Vickers variando a opacidade das RC. Comparou a resina convencional a uma opaca quando fotopolimerizadas com diferentes fontes de luz, halógena e LED, nas distancias de 0 mm e 2 mm de profundidade. Observaram que independentemente do tipo de luz, os valores médios de microdureza para a superfície são superiores aos obtidos na base, já a relação entre a opacidade e a profundidade de polimerização é dependente do tipo de aparelho utilizado, sendo inferior para o LED, 42 e para luz halógena 57. Concluíram assim que há diferença estatisticamente significativa entre os valores de microdureza da RC conforme há variação na sua opacidade e que com o aumento da profundidade os valores da microdureza ficam ainda mais reduzidos.

Araújo et al., em 2009, realizaram um estudo para verificar a dureza de RC após procedimento de polimerização complementar. Foram estudadas duas resinas, Filtek Z350 (nanoparticulada) e Filtek P60 (hibrida), ambas 3M ESPE, e os métodos de ativação foram: fotoativação convencional exclusiva para o grupo controle e fotoativação convencional associada a estufa, micro-ondas a seco e micro-ondas úmido para os demais grupos. Concluíram que os diversos métodos de ativação complementar resultaram em um aumento da dureza para a Filtek P60, com melhores resultados para o grupo de micro-ondas em meio úmido, de 79 para 90. Os autores

acreditam que isso ocorreu devido a composição dessa resina, Bis-GMA, UDMA e Bis-EMA, não contendo TEGDMA como a Filtek Z350, que se manteve em média de 74, e a agitação das moléculas de água contendo no meio úmido que gerou um maior GC dos monômeros em polímeros.

A fim de avaliar a influência do pico padrão sobre o GC para resinas a base de metacrilato através do FTIR, Collares et al., em 2014, realizaram um estudo preparando amostras diferentes misturando Bis-GMA/Bis-EMA e Bis-GMA-TEGDMA a proporções de 0 a 100% e verificaram se as misturas influenciam os padrões internos do GC e se a base usada para medir a altura do pico pode alterar o GC. O GC foi calculado relacionando a altura do pico de  $1637\text{ cm}^{-1}$  com diferentes picos internos, antes e após a polimerização. A conversão de dupla ligação de C=C teve altos índices de variação, entre 32,75% a 78,50%, o que indica que os padrões internos podem afetar a medida do GC, assim como a base utilizada.

Borges et al, em 2015, verificaram a influência da duplicação do tempo e da distância da fonte de luz ao compósito durante a fotopolimerização, através da determinação do ratio de microdureza. Fabricaram 160 CP divididos entre 4 RC e distâncias de fotoativação de 0, 2, 4 e 6 mm. A microdureza foi medida no topo e na base dos espécimes. Observaram que a microdureza foi influenciada pela distância da fonte de luz e pelo tipo de compósito, mas o tempo de exposição não apresentou influência sobre estes valores. Concluíram assim que o aumento da distância acima de 4 mm diminui a capacidade de polimerização dos espécimes e acima de 6 mm está se torna deficiente e que a duplicação do tempo indicado pelo fabricante não apresentou diferença nos valores de microdureza.

Nesse estudo *in vitro*, Contreras et al., em 2015, buscaram avaliar a microdureza Vickers de 4 tipos de RC, sendo duas microhíbridas, uma nanohíbrida e uma híbrida. A resina nanohíbrida apresentou o maior valor de dureza, acima de 71%, o que se deve ao tamanho de suas partículas inorgânicas. Outro fator que pode influenciar a microdureza das RC é a profundidade de cura, que por sua vez pode ser influenciada por diversos fatores inerentes ao material e a fonte polimerizadora. De acordo com os resultados, todas as RC avaliadas apresentam valores de microdureza que podem suportar as forças mastigatórias, podendo serem usadas para tratamento restauradores.

Com a intenção de avaliar a influência de diferentes métodos de polimerização complementar na microdureza de duas resinas compostas de uso direto, Dimer et al.,

em 2015, realizaram um estudo utilizando luz adicional ou autoclave como métodos de pós de polimerização e verificaram a microdureza Vickers das resinas após 1 semana da confecção do CP comparando os resultados a uma resina laboratorial. Perceberam que a resina Opallis quando pós polimerizada em autoclave foi a única a apresentar diferença em relação a seu grupo controle, aumentando a dureza de 17 para 21. Porém, não foi o suficiente para atingir a dureza da RC laboratorial, que ficou em 30. Além disso, a polimerização adicional com aumento de tempo de luz não produziu efeito sobre a dureza das resinas.

Magne et al., em 2015, realizaram um estudo com objetivo observar o GC de RC de uso direto e indireto submetidas a procedimento de pós polimerização. Foi utilizado o calor como forma de pós polimerização e foi feita a medição imediatamente após a polimerização e 24 h depois. Todas as RC atingiram maior GC após 24 h e os grupos que receberam pós polimerização apresentaram um GC significativamente maior do que o grupo controle, passando de 51% imediato para 53% após 24 h para a Filtek Z100 e de 61% para 72% para a Premise Indirect nos grupos de pós polimerização. Porém o grupo composto pela RC Filtek Z100 não obteve diferença estatística quando recebeu ou não o procedimento de pós polimerização.

A fim de testar resinas a base de UDMA, Phan et al., em 2015, realizaram um estudo aplicando pós polimerização de alta temperatura e pressão variável e determinaram o GC destas para verificar sua aplicabilidade em sistemas CAD/CAM. Verificaram que os compósitos que receberam pós polimerização apresentaram maior GC, o que sugere que o procedimento de pós polimerização associando calor e pressão leva a uma polimerização mais homogênea dos compósitos.

Denis et al., em 2016, realizaram um estudo com intenção observar o GC e a taxa polimerização de RC contendo um ou mais tipo de fotoiniciadores, associados a diferentes fontes de luz. Foram utilizados os fotoiniciadores canforoquinona (CQ) e fenil propanodiona (PPD) isolados e em associação, expostos a luz halógena e LED. A resina contendo os dois fotoiniciadores apresentou menor GC quando comparada a resina contendo CQ. As diferentes fontes de luz apresentaram diferença estatisticamente significante somente para a resina contendo PPD, onde a taxa de polimerização se mostrou mais alta.

Na busca por novos materiais dentários com melhor desempenho clínico, Zhang et al., em 2016, estudaram sistemas de resinas com menos toxicidade reforçado por fibra, livre de Bis-GMA. Investigaram o GC em três resinas a base de

UDMA, hidroxipropil metacrilato (HPMA) e compararam o GC dessas resinas UDMA-HPMA ao de RC tradicionais com base Bis-GMA e se existe correlação entre a concentração do monômero e o GC da resina. O método FTIR foi utilizado em diferentes tempos pós polimerização dos CP e verificaram que os grupos experimentais possuem maior GC do que o grupo controle, porém quanto maior a concentração do monômero UDMA menor o GC, e o aumento no GC diminuiu com o tempo em todos os grupos estudados, o que sugere uma taxa de reação decrescente de polimerização. Sendo assim, as resinas com base UDMA-HPMA podem ser consideradas uma alternativa para os sistemas resinosos tradicionais.

Oliveira et al., em 2016, realizaram uma pesquisa com duas resinas, uma do tipo microhíbrida e outra nanoparticulada, associando estas a pós polimerização em micro-ondas e autoclave afim de observar o GC relacionando-o a rugosidade de superfície. O GC foi medido através do FTIR e para os dois métodos de pós-cura mostrou-se mais eficiente em relação ao protocolo de fotopolimerização tradicional, sem comprometer a rugosidade da superfície. Atribuíram esse fato considerando a estabilidade térmica dos materiais, pois estas RC quando expostas a temperaturas elevadas inferiores a 60°C melhoram suas propriedades mecânicas devido ao aumento das ligações cruzadas, criando assim um polímero mais estável.

Em busca de propriedades físicas ideais e o melhor desempenho clínico de uma RC, Lima et al., em 2016, realizaram um estudo afim de avaliar o GC e a dureza de resinas compostas fotoativadas com diferentes potências e tempos de polimerização. Para isso foram confeccionados 80 corpos de provas e separados em grupos de 10 que receberam fotopolimerização em diferentes intensidades, variando de 100 a 1.000mW/cm<sup>2</sup>, e nos tempos de 20 e 40 segundos. Posteriormente aos testes, foi observado que as resinas polimerizadas com potências mais baixas (100mW/cm<sup>2</sup>) tiveram o pior resultado tanto em relação ao GC, quanto a dureza, podendo comprometer o desempenho do material restaurador. Observaram também que não houve diferença estatística em relação ao tempo das polimerizações. Concluindo assim que quanto maior a potência do aparelho, maior será o grau de conversão e dureza das resinas.

Fonseca et al., em 2017, realizaram um estudo substituindo a base convencional das resinas, Bis-GMA, por diferentes monômeros: Bis-EMA, Bis-EMA 30 e dois monómeros baseados em UDMA associados ao TEGDMA como co-monómero e verificaram sua influência sobre as características finais das resinas. Usando a

técnica de FTIR, verificaram o GC dos materiais formulados e verificaram que a RC contendo Bis-GMA apresentou o menor GC, 62%, e que o valor mais alto para essa característica se deu quando utilizado o monômero de Bis-EMA 30, 95%. Concluíram assim que a composição química e a estrutura do monómero base influenciam o GC e demais características da resina. Considerando os resultados é possível afirmar que nem todos os monômeros apresentaram melhorias nas propriedades finais dos materiais, e que o monômero a base BisEMA misturado com o co-monômero TEGDMA apresentou o melhor desempenho em termos de todos os parâmetros testados.

Liu et al., em 2018, criaram uma resina dentária com o propósito de obter menos absorção de água e reduzir a exposição a derivados de Bifenol-A (BPA). Sintetizaram um monômero de acrilato-fluorado (4-TF-PQEA) sem estrutura de BPA e misturou ao TEGDMA em diferentes proporções. Dentre as medidas realizadas, verificaram o GC empregando a técnica de FTIR e a microdureza Vickers. Concluíram que a nova fórmula de resina apresenta valores de GC mais elevados do que as resinas tradicionais à base de Bis-GMA, variando de 48% até 59% de GC, e valores similares em relação a microdureza Vickers, aproximadamente 20, sendo assim a 4-TF-PQEA apresenta menor citotoxicidade devido a menor sorção de água e se torna um potencial monômero de resina alternativa para aplicação na odontologia.

### **3 OBJETIVOS**

#### **3.1 OBJETIVO GERAL**

- Avaliar comparativamente as propriedades físico-mecânicas de resinas compostas fotopolimerizadas por método tradicional e polimerização adicional.

#### **3.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- Avaliar o GC das resinas compostas através a técnica de Espectroscopia na região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR);
- Avaliar a microdureza das resinas compostas utilizando do método de Vickers.
- Comparar o GC e a microdureza de uma resina fotopolimerizada de acordo com as recomendações do fabricante a uma resina com polimerização adicional de ciclo em autoclave.
- Verificar se a RC laboratorial de uso indireto tem propriedades semelhantes as RC de uso direto quando submetidas a procedimento de fotopolimerização exclusiva.

#### 4 MATERIAL E METODOS

No presente trabalho foram avaliados dois tipos de RC, conforme descritos na **Tabela 1**, em relação a microdureza e GC destas, sendo todas na cor A2 e do mesmo fabricante: FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil, as resinas utilizadas foram: Opallis – G1, Opallis Lab – G3 e um terceiro grupo formado pela RC Opallis e que recebeu uma polimerização adicional em autoclave – G2, **Tabela 2**. A escolha das resinas se deu pela indicação dos fabricantes para utilização destas em restaurações estéticas de dentes anteriores e posteriores, extensas, do tipo overlay e reconstrução de coroa.

**Tabela 1** – Tipo e composição das RC utilizadas.

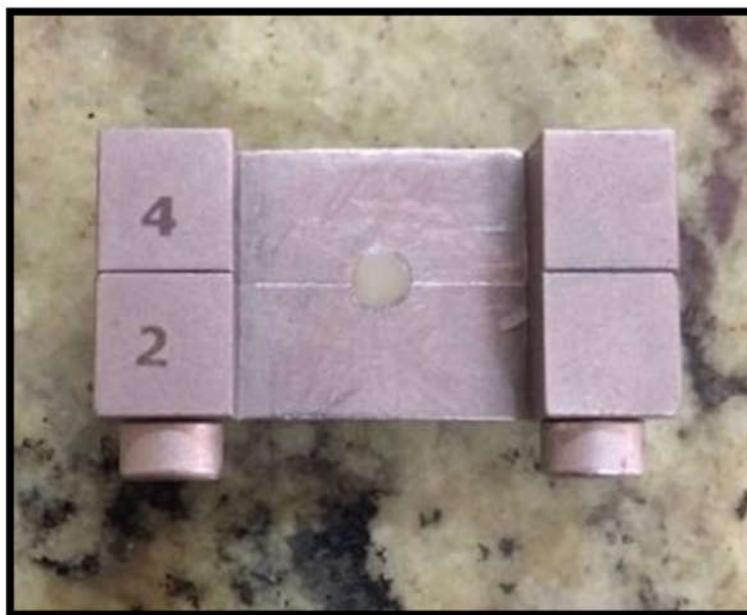
Compósito	Produto	Composição
Nanohíbrida	Opallis	Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA, Diuretano dimetacrilato, Cerâmica Silanizada, Dióxido de Silício Silanizado, Canforquinona, Etil 4-dimetilaminobenzoato.
Microhíbrida	Opallis Lab	Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA, Diuretano dimetacrilato, Vidro de Bário Silanizado, Dióxido de Silício Silanizado, Canforquinona, Etil 4-dimetilaminobenzoato.

**Tabela 2** – Divisão dos grupos dos CP antes e após a polimerização.

Antes da Polimerização	Após a Polimerização	Polimerização Adicional
	G1	Não
Opallis	G2	Sim
Opallis Lab	G3	Não

Os CP foram confeccionados a partir de uma matriz redonda de aço inox, bipartida, com uma perfuração central de 4,0mm de diâmetro x 2,0mm de espessura

(ISO 4049:2000), **Figura 1**. Esses CP foram confeccionados sobre uma placa de vidro previamente limpa com álcool 70%. A RC foi distribuída e espalhada com o auxílio de uma espátula para resina, acomodada em duas camadas de aproximadamente 1mm cada, de forma que se obteve o total preenchimento da cavidade. Após a inserção da última camada de RC, esta foi coberta com uma matriz de poliéster e foi exercida uma força de 500 g por 30 segundos para melhor acomodação do material, após esse procedimento as amostras foram fotopolimerizadas.



**Figura 1:** Matriz de aço inox utilizada para confecção dos corpos de prova.

Para os procedimentos de fotopolimerização, em todos os grupos, foram utilizados o aparelho de Emissão de Luz de Diodo: LED Emitter D (Schuster, Santa Maria/RS) com densidade de potência média de  $980 \text{ mW/cm}^2$ , mensurada por meio de um radiômetro digital comercial RD-7 (ECEL – Ribeirão Preto/SP), antes de cada procedimento de polimerização, com ponteira de polímero, **Figura 2**. A fotopolimerização foi realizada inicialmente sobre a matriz de poliéster por 20 segundos, depois essa matriz foi retirada e a fotopolimerização foi feita com a ponta do fotoativador em contato direto sobre o CP pelo tempo preconizada pelo fabricante apresentado na **Tabela 3**.

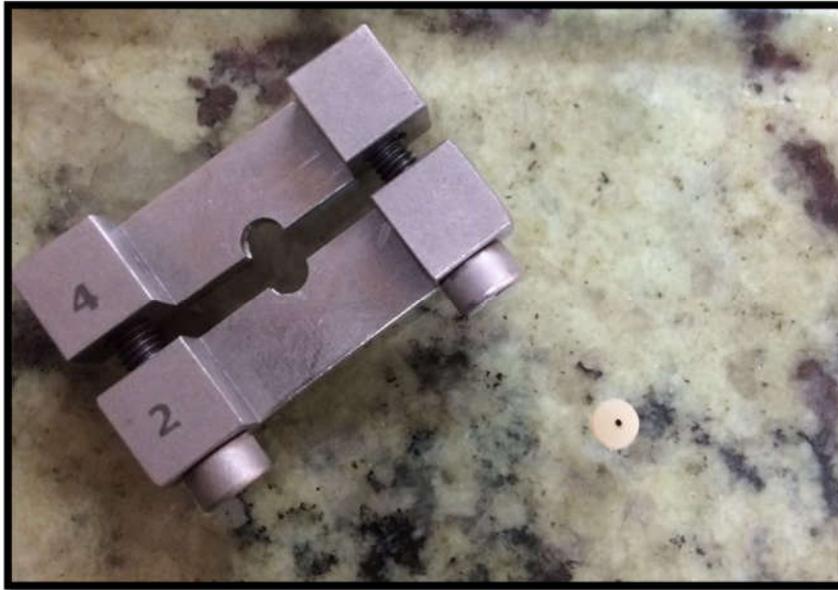


**Figura 2:** Aparelho LED Emitter D sendo mensurada sua potência por meio de um radiômetro digital comercial RD-7.

**Tabela 3 –** Tamanho do incremento e tempo de fotopolimerização da RC de acordo com o fabricante.

Resina Composta	Tamanho do incremento	Tempo de fotopolimerização
Opallis (FGM)	Até 1,5 mm	20 s
Opallis Lab (FGM)	Até 1,5 mm	1 min

Feito isso, os CP foram removidos cautelosamente da matriz, com leve pressão digital, com o intuito de evitar a ocorrência de fraturas, trincas, ou ambas, na superfície da amostra e foi feita uma marcação com caneta marcador para retroprojeto tinta permanente com ponta média de 2,0mm na parte inferior do CP (local onde não recebeu a luz direta), **Figura 3**. Os CP foram armazenados em recipiente individual e mantidos a temperatura ambiente.



**Figura 3:** Remoção do CP da matriz de aço inox e marcação da base com caneta de tinta permanente.

O G2, após confecção dos CP, foi levado a autoclave em frasco de vidro, individual, fechado com gaze, para uma polimerização adicional.

#### **4.1 POLIMERIZAÇÃO ADICIONAL**

Usualmente realizada em restaurações indiretas, a polimerização adicional é feita através da aplicação de uma segunda fonte de polimerização, normalmente o calor e/ou pressão, foi realizada em ciclo de autoclave D700 (Dabi Atlante – Ribeirão Preto/SP) dentro de recipiente de vidro, individual, fechado com gaze, com pressão de  $2,3 \text{ kgf/cm}^3 \pm 0,2$ ; tempo de aquecimento 30 minutos; tempo de esterilização 15 minutos em  $134^\circ\text{C} \pm 1$ ; tempo de secagem 30 minutos.

## 4.2 POLIMENTO

Aguardado o período de 24 h, as amostras foram lixadas e polidas em polidora Politriz, **Figura 4**, sob refrigeração (Struers Tegrapol-11, Ballerup-Dinamarca) com lixas d'água (3M, Campinas, SP-Brasil) em sequência de granulação (tempo): 600 (30s), 1200 (60s) e 2000 (120s), com carga de 10 N e rotação de 150 RPM. Entre cada troca de lixa, as amostras foram lavadas em ultrassom (Embrasol Tec, Itanhaém, SP-Brasil) com frequência de 25KHz, durante 10 min, para impedir que os grãos da lixa anterior interferissem na quantidade do polimento da lixa seguinte. Após o término do polimento, os CP foram novamente limpos em ultrassom, por 10 min.



**Figura 4:** Polidora Politriz.

### 4.3 GRAU DE CONVERSÃO

O GC do monômero em polímero foi determinado por espectroscopia de infravermelho, a qual determina quanto de ligações duplas de carbono dos grupos metacrilatos no estado não polimerizado são convertidas em ligações simples no estado polimerizado. Para cada amostra, um espectro foi coletado no intervalo de frequência de  $4000\text{ cm}^{-1}$  a  $400\text{ cm}^{-1}$ , realizando 65 varreduras (scans) com resolução de  $4\text{ cm}^{-1}$  no modo reflexão atenuada. O espectro de uma amostra de compósito não polimerizado foi obtido e utilizado como uma referência para o cálculo do GC.

O teste do GC foi realizado no Laboratório de Ótica do Instituto de Física da UFMS. Foi utilizado o equipamento PerkinElmer Spectrum 100 FTIR spectrometer, **Figura 5**, através do método de espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR) conforme sugerido pela literatura. Os CP foram previamente moídos com gral e pistilo de ágata até formar um pó fino.



**Figura 5:** Equipamento PerkinElmer Spectrum 100 FTIR spectrometer acoplado a microcomputador servidor.

Considerando a intensidade do pico de transmitância do anel aromático C=C em  $1610\text{ cm}^{-1}$  como um padrão interno, pois esta se mantém intacta durante o processo de polimerização, e a cadeia alifática em  $1637\text{ cm}^{-1}$ , foram utilizados para acompanhar as mudanças ocorridas antes e depois da polimerização na estrutura das ligações C=C da RC. O GC correspondente foi calculado pela subtração dessa taxa de 100% (MAGNE et al., 2015; DENIS et al., 2016) conforme equação (1).

$$(\%C = C) = \frac{Abs(1.637\text{ cm}^{-1})/Abs(1.610\text{ cm}^{-1})\text{ polimero}}{Abs(1.637\text{ cm}^{-1})/Abs(1.610\text{ cm}^{-1})\text{ monomero}} \times 100 \quad (1)$$

#### 4.4 MICRODUREZA

A microdureza foi avaliada pelo método de Vickers, que utiliza uma pequena área do material e pouca profundidade. A dureza é uma propriedade que avalia a resistência ao desgaste desses materiais.

A microdureza Vickers é medida pela aplicação de uma força no CP, que produz uma indentação de forma quadrada, cujas diagonais são mensuradas pelo microscópio. O aparelho possui duas objetivas, uma com aproximação de 20 vezes e outra de 40 vezes, uma ponta de diamante piramidal (ponta Vickers) que define a profundidade, área e largura da indentação produzida no CP. Este equipamento está conectado a um computador que através de um *software* mede as diagonais da indentação, transformando em valores de dureza Vickers. As dimensões das indentações são relacionadas com os valores tabulados de dureza e variam inversamente a resistência à penetração do material resinoso.

O teste de microdureza foi realizado no Laboratório Multiusuário de Materiais, do Instituto de Física da UFMS. Foi utilizado o equipamento Microdurometro (HMV 2000 Shimadzu, Osaka, Japão), com penetrador diamantal piramidal, tipo Vickers, com carga de 50g e tempo de penetração de 30s, **Figura 6**. Foram realizadas 3 medições na superfície de cada corpo de prova e posteriormente realizada uma média com os valores encontrados e determinado o número resultante da dureza Vickers (VHN – Vickers hardness number) para cada espécime.



**Figura 6:** Equipamento Microdurometro.

## **5 ANÁLISE ESTATÍSTICA**

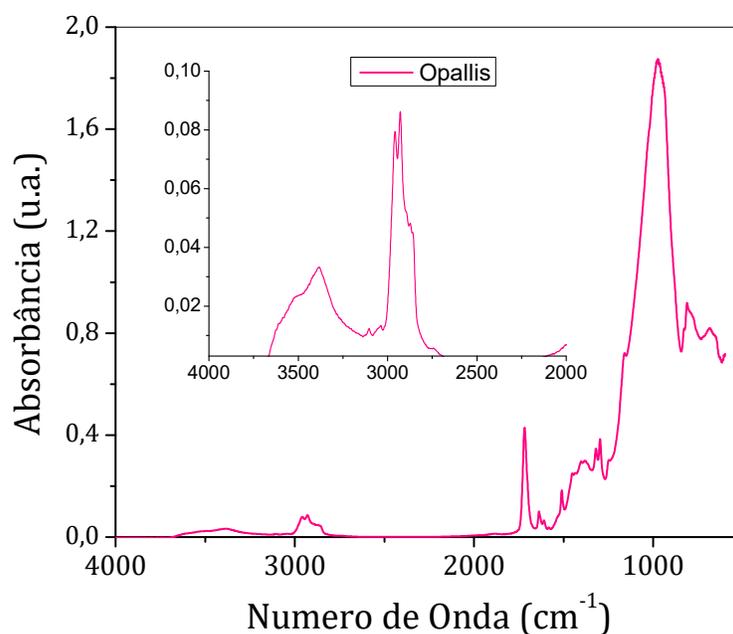
Após realizada a coleta dos dados da microdureza, estes foram submetidos a análise estatística por meio do teste ANOVA de uma via, seguido pelo pós-teste de Tukey. Os demais resultados deste estudo foram apresentados na forma de estatística descritiva ou na forma de tabela e gráfico. A análise estatística foi realizada por meio do programa estatístico SigmaPlot, versão 12.0, considerando um nível de significância de 5%.

## 6 RESULTADOS

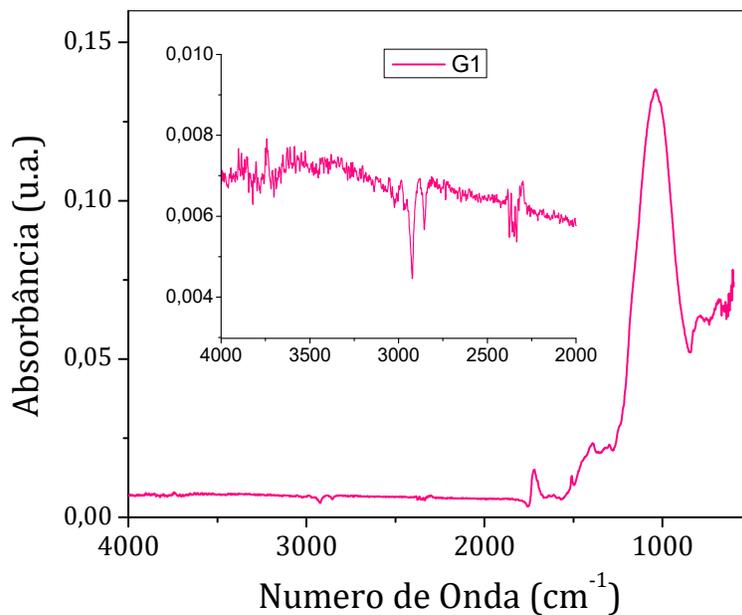
### 6.1 GRAU DE CONVERSÃO

O GC avalia as propriedades mecânicas do compósito formado e reflete a eficácia da polimerização. O mesmo pode variar em função da estrutura dos monômeros envolvidos e da capacidade dos metacrilatos de se difundirem através da matriz polimérica e reagir com radicais terminais das cadeias. Um maior GC visa conferir ao material restaurador melhor propriedade físico-mecânica, como: resistência ao desgaste, à compressão, ao cisalhamento e também maior dureza (STANSBURY, 2000; MAGNE et al., 2015).

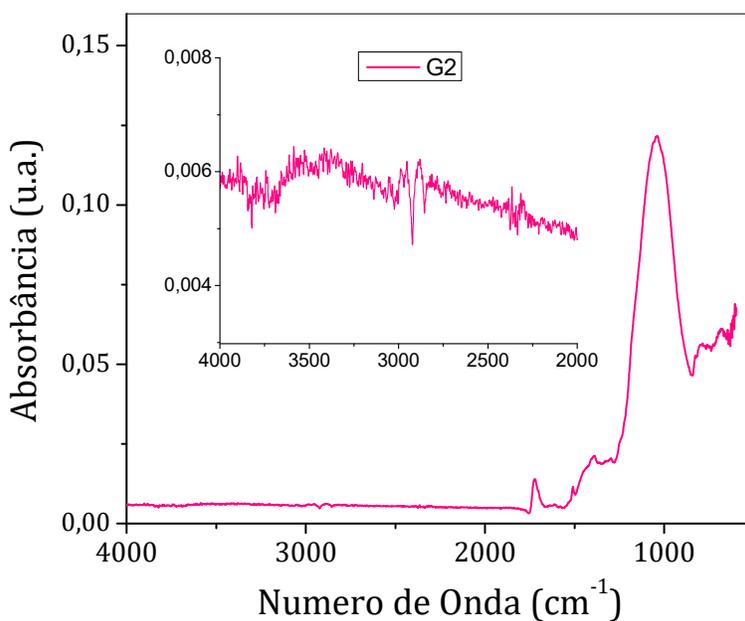
As figuras abaixo ilustram os espectros obtidos para as amostras analisadas. O GC foi estimado a partir da equação 1, descrita previamente.



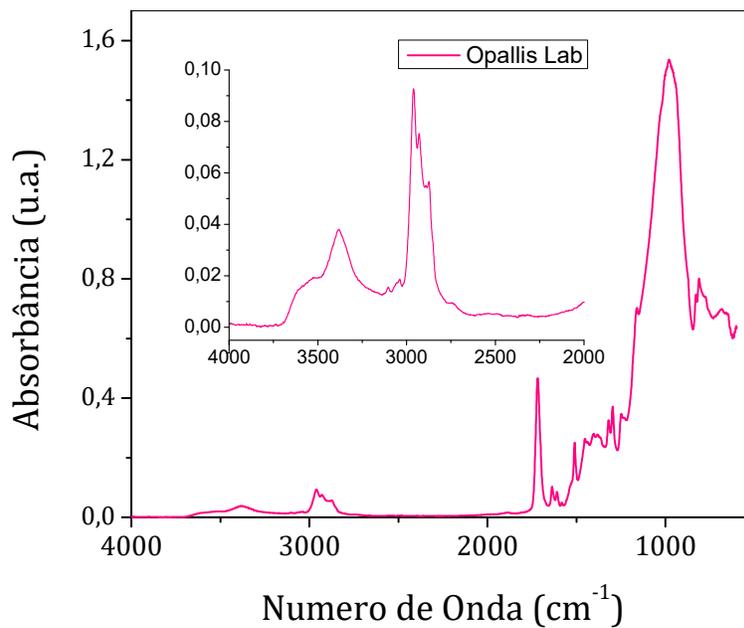
**Figura 7:** Espectro obtido da RC Opallis antes da fotopolimerização com ênfase na faixa de 4000 a 2000  $\text{cm}^{-1}$ .



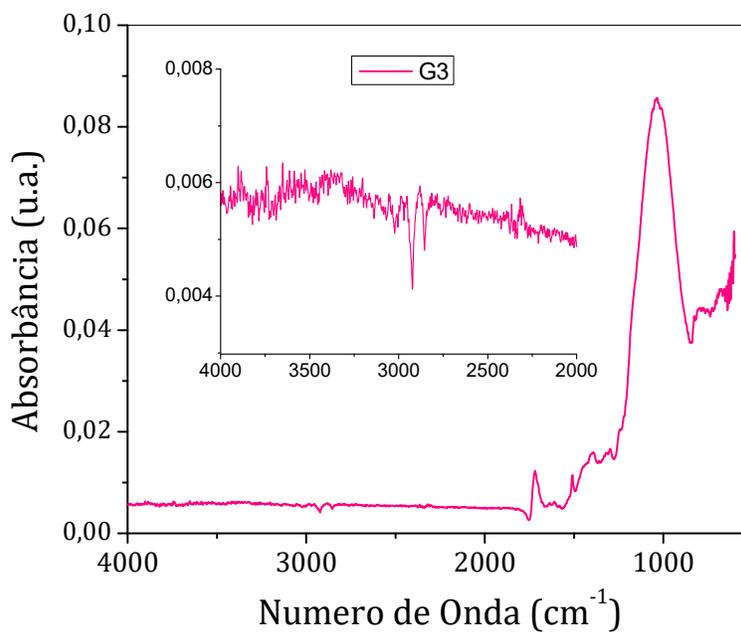
**Figura 8:** Espectro obtido do G1 com ênfase na faixa de 4000 a 2000  $\text{cm}^{-1}$ .



**Figura 9:** Espectro obtido do G2 com ênfase na faixa de 4000 a 2000  $\text{cm}^{-1}$ .



**Figura 10:** Espectro obtido da RC Opallis Lab antes da fotopolimerização com ênfase na faixa de 4000 a 2000 cm<sup>-1</sup>.



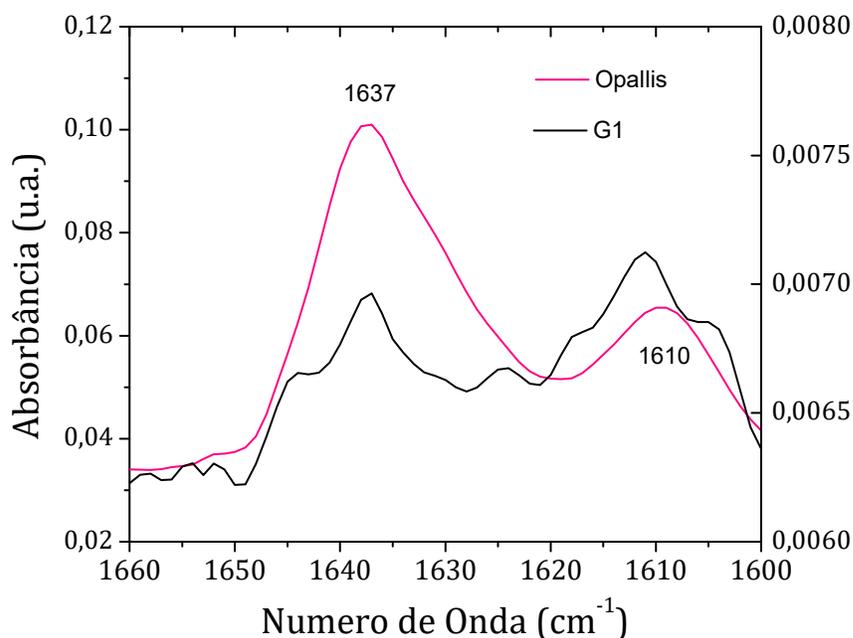
**Figura 11:** Espectro obtido do G3 com ênfase na faixa de 4000 a 2000 cm<sup>-1</sup>.

Os resultados do GC obtidos para as amostras estudadas estão resumidos na **Tabela 4**, abaixo:

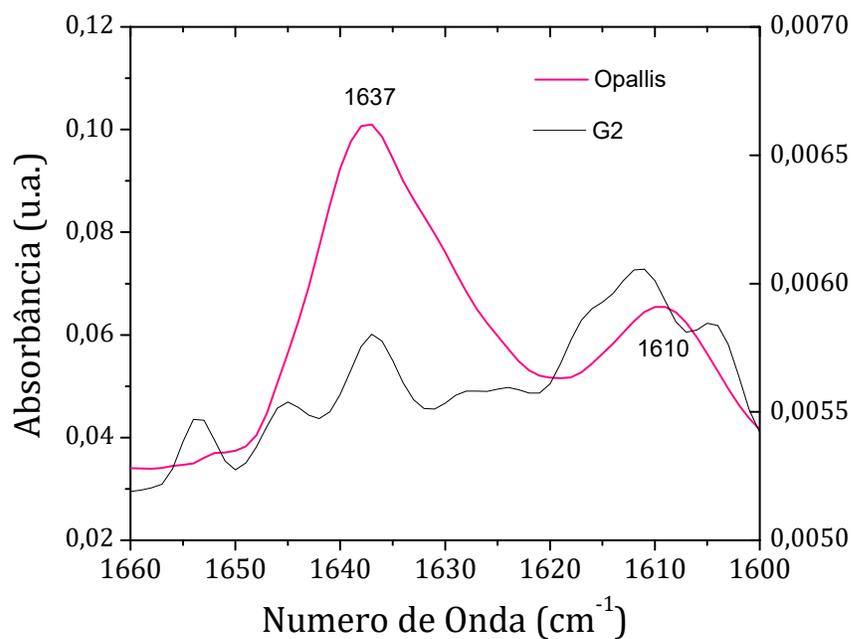
**Tabela 4** – Resultados referentes ao GC dos corpos de prova.

Amostra	GC (%)
G1	63,67%
G2	62,54%
G3	79,68%

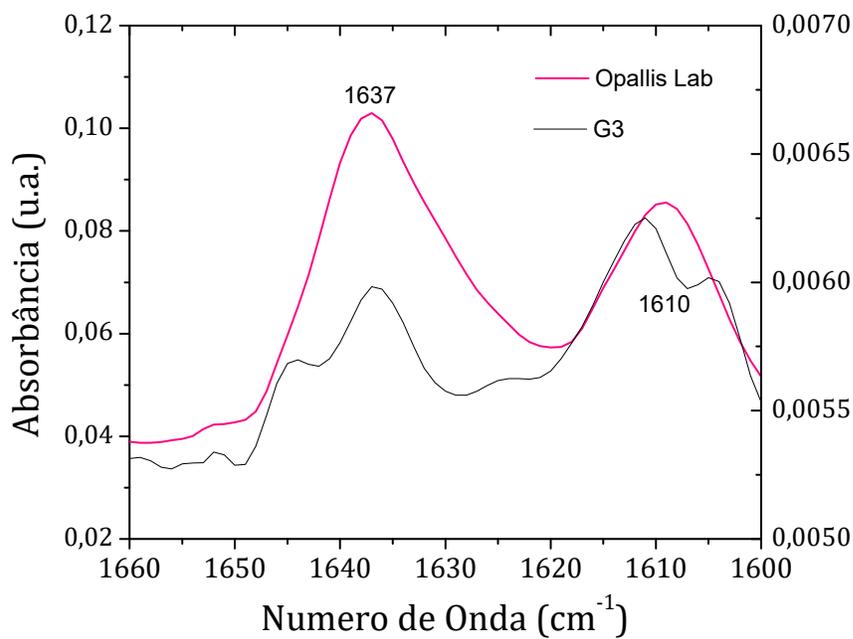
Os resultados obtidos indicam um alto GC para todas as amostras analisadas. Estes valores são superiores aqueles usualmente observados na literatura para RC Opallis, que está em torno de 55,55 % para polimerização em luz Halógena (Fontes, 2009). As figuras abaixo mostram como o espectro de absorção no FTIR é alterado após a polimerização para as RC nas faixas estudadas de  $1610\text{cm}^{-1}$  e  $1637\text{cm}^{-1}$ .



**Figura 12:** Espectro com ênfase de  $1660$  a  $1600\text{cm}^{-1}$  comparando resultado obtido da RC Opallis antes da fotopolimerização ao G1.



**Figura 13:** Espectro com ênfase de 1660 a 1600 cm<sup>-1</sup> comparando resultado obtido da RC Opallis antes da fotopolimerização ao G2.



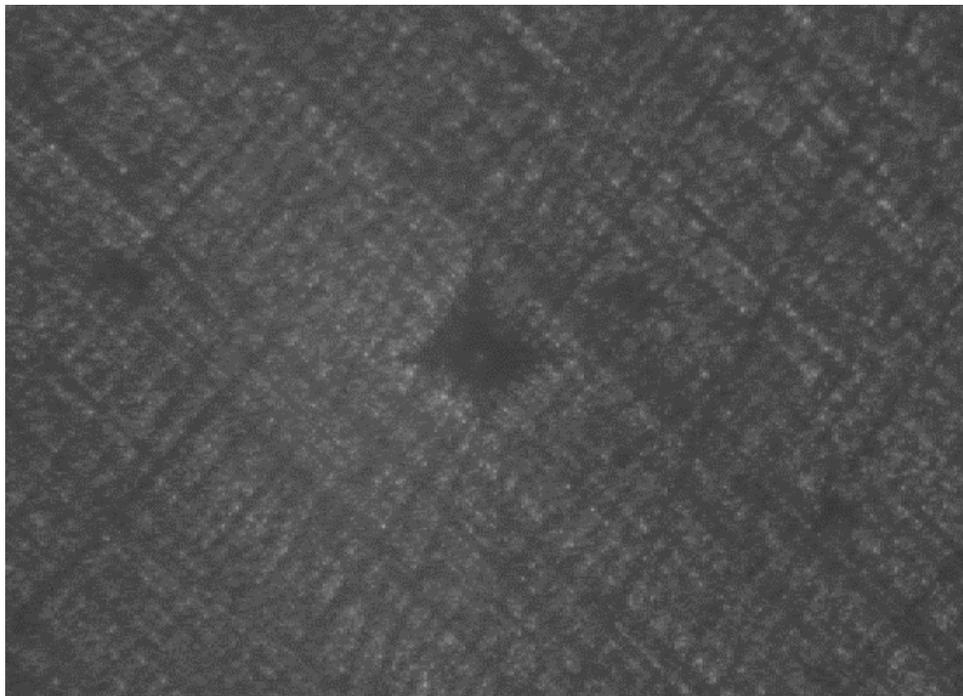
**Figura 14:** Espectro com ênfase de 1660 a 1600 cm<sup>-1</sup> comparando resultado obtido da RC Opallis Lab antes da fotopolimerização ao G3.

## 6.2 MICRODUREZA

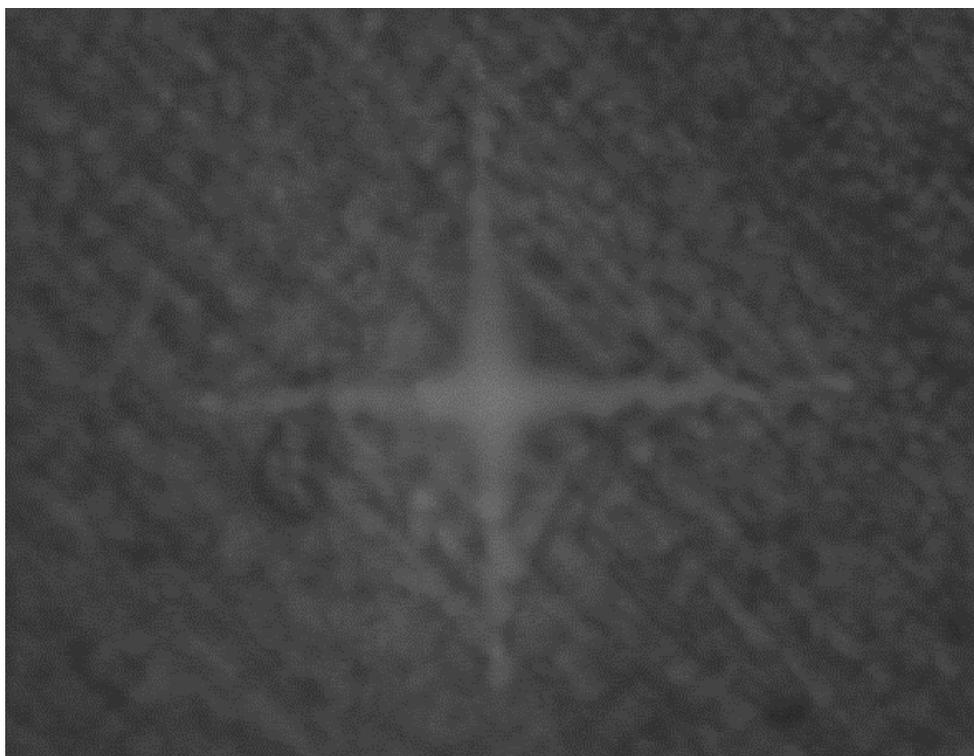
As amostras foram divididas em 3 grupos: G1, G2 e G3, identificadas, diferenciando a superfície de topo e de base e armazenadas por 24 h. Posteriormente ao polimento, foram realizadas três medições da microdureza Vickers no topo (lado que recebeu a luz diretamente) em 10 CP de cada grupo, com carga de 50g e tempo de penetração de 30s. Após foi calculada a média dessas três medidas realizadas na superfície de cada corpo de prova. Os valores médios obtidos estão apresentados na **Tabela 5**.

**Tabela 5** – Resultados referentes a média dos valores de microdureza dos corpos de prova.

<b>Valores Médio da Microdureza Vickers</b>		
<b>G1</b>	<b>G2</b>	<b>G3</b>
85,2	150,3	64,2
83,3	149,3	67,6
85,4	147,0	65,2
85,9	148,0	68,6
84,5	151,0	64,5
87,5	152,3	64,0
86,0	150,3	65,9
85,7	151,3	64,2
85,6	152,3	66,0
84,8	153,0	64,7



**Figura 15:** Endentação produzida no CP produzida pela ponta de diamante piramidal (ponta Vickers) com visualização de objetiva com aproximação de 20 vezes.



**Figura 16:** Endentação produzida no CP produzida pela ponta de diamante piramidal (ponta Vickers) com visualização de objetiva com aproximação de 40 vezes.

**Análise dos dados:** A comparação entre os grupos experimentais (diferentes resinas fotopolimerizáveis e diferentes métodos de polimerização), em relação à microdureza Vickers, foi realizada por meio do teste ANOVA de uma via, seguido pelo pós-teste de Tukey. Os demais resultados deste estudo foram apresentados na forma de estatística descritiva ou na forma de tabela e gráfico. A análise estatística foi realizada por meio do programa estatístico SigmaPlot, versão 12.0, considerando um nível de significância de 5%.

**Referência bibliográfica da análise estatística:** ROWE, Philip. Essential statistics for the pharmaceutical sciences. Chichester, England: John Wiley & Sons Ltda, 2007.

Os resultados referentes à microdureza Vickers em cada grupo experimental testado neste estudo estão apresentados na **Tabela 6**.

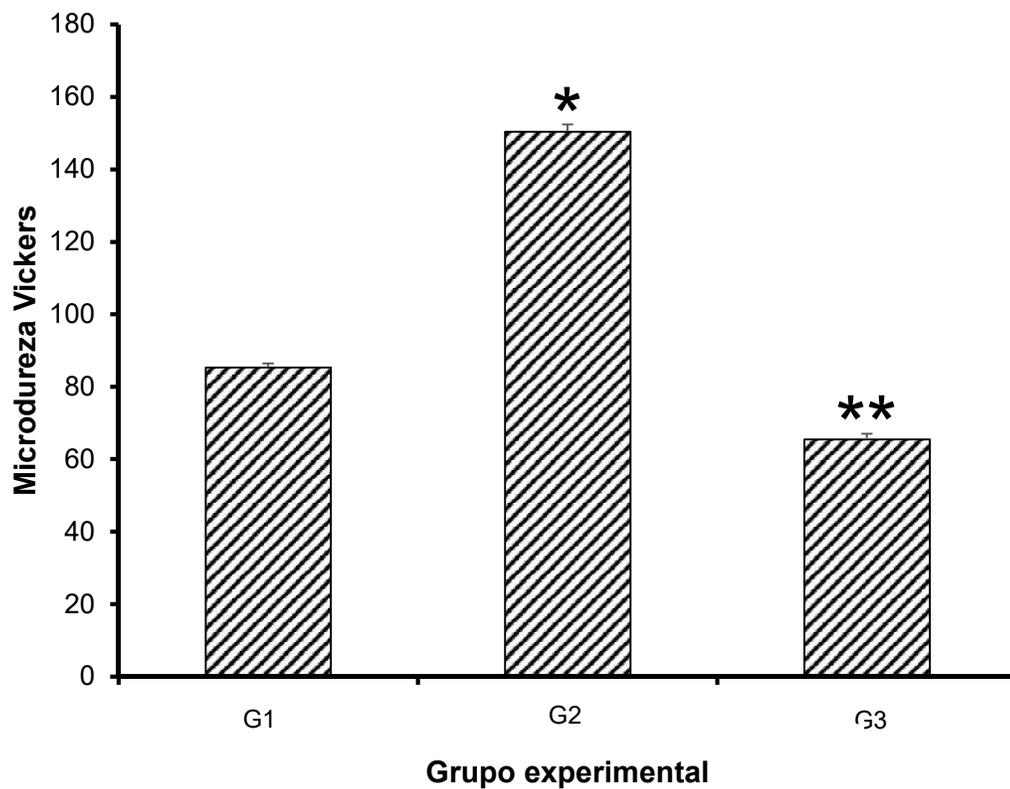
**Tabela 6:** Resultados referentes à microdureza Vickers dos corpos de prova em cada grupo experimental testado neste estudo.

Grupo experimental	Microdureza Vickers	Valor de p
G1	85,38±1,09b	
G2	150,5±1,94a	<0,001
G3	65,473±1,54c	

Os resultados estão apresentados em média±desvio padrão da média. Valor de p no teste ANOVA de uma via. Letras diferentes na coluna representa diferença significativa entre os grupos experimentais (pós-teste de Tukey,  $p < 0,05$ ).

Houve diferença entre os grupos experimentais, em relação à microdureza dos CP (teste ANOVA de uma via,  $p < 0,001$ ).

A microdureza dos CP da resina Opallis que recebeu polimerização adicional em autoclave (G2) foi significativamente maior que aquela observada nos corpos de prova de resina Opallis (G1) e aquela observada nos CP da resina Opallis Lab (G3) (pós-teste de Tukey,  $p < 0,05$ ). O que comprova que a polimerização adicional em autoclave aumentou a microdureza dos CP quando comparados com aqueles de resina Opallis, sem a polimerização adicional (pós-teste de Tukey,  $p < 0,05$ ). Estes resultados estão ilustrados na **Figura 17**.



**Figura 17:** Gráfico apresentando a microdureza Vickers dos corpos de prova em cada grupo experimental testado neste estudo. Cada coluna representa a média e a barra o desvio padrão da média. \* Diferença significativa em relação ao G1 (pós-teste de Tukey,  $p < 0,05$ ). \*\* Diferença significativa em relação ao grupo G1 e G2 (pós-teste de Tukey,  $p < 0,05$ ).

## 7 DISCUSSÃO

O G1 apresentou GC de 63,67%, valor que está acima do considerado mínimo adequado (55%), para uma correta polimerização dos materiais resinosos (LIMA et al., 2016). No presente estudo, o resultado encontrado para o GC do G1 foi superior aos resultados apresentados na literatura por Kildal e Ruyter, em 1994, que encontraram valores de GC de 42% inicial e após 24 h este passou para 55% nas resinas que receberam somente fotopolimerização de acordo com as recomendações do fabricante.

Schneider et al., em 2006, encontraram resultados semelhantes quando realizaram fotopolimerização com dois tipos de luz diferente, LED e halógena, obtendo valores de GC médio de 50%, considerando o método utilizado no presente trabalho, nossos resultados se mostraram superiores aos valores apresentados para CP fotopolimerizados com luz LED, isso devido a utilização de um aparelho de última geração que apresenta elevada potência.

O G2 apresentou valor de GC de 62,54%, em concordância com os valores encontrados por Kildal e Ruyter, em 1994, para as RC que receberam procedimento de pós polimerização. Magne et al., em 2015, obteve valores acima de 61% imediatamente após o procedimento de fotopolimerização associado a pós polimerização para o composto nanohíbrido, estes valores estão em conformidade com os encontrados nesse estudo.

Uma das maneiras de elevar o GC é através do emprego de uma segunda fonte de polimerização, que neste caso foi utilizada a técnica de autoclavar os CP. O processo de autoclavagem atua aplicando sobre a amostra elevada temperatura e pressão. O uso de calor como procedimento de pós polimerização faz com que as moléculas do monômero que ainda não foram convertidas, reajam formando novas ligações C=C, elevando assim a conversão em polímero (MAGNE et al., 2015). Essa reação de polimerização tardia pode ser afetada pelo tipo de matriz presente na resina (KILDAL e RUYTER, 1994; COLLARES et al., 2014). Uma hipótese que pode explicar a não diferenciação do GC observado antes e após a polimerização complementar (G1 e G2), no presente estudo, se deve a utilização de uma fonte de fotopolimerização com luz LED, mais atual, com elevada potência quando comparada com os primeiros equipamentos do tipo. Isto ocasionou a alta conversão dos monômeros em polímeros,

assim reduzindo a reação promovida pelo emprego adicional de calor (MAGNE et al., 2015).

Magne et al., em 2015, avaliando a resina indireta Premise Indirect, encontraram valores de GC em torno de 62%, enquanto a RC indireta Opallis LAB, utilizada neste estudo (G3), apresentou valores de GC de 79,68%, resultado muito superior ao dos referidos autores. Essa diferença de valores está associada a diferença na composição da matriz das resinas avaliadas.

Considerando a composição das resinas estudadas no presente trabalho, sendo elas a base de Bis-GMA, os resultados obtidos vão de acordo com as amostras de mesma matriz estudadas por Fonseca et al., em 2017, que encontraram valores de GC acima de 62% e acima dos valores encontrados por Liu et al., em 2018, de GC médio de 49%.

Collares et al., em 2014, realizou estudos em amostras de diferentes composições, encontrando valores de GC entre 32 e 72%, concluindo que nem todas as proporções de Bis-GMA/Bis-EMA e Bis-GMA-TEGDMA são eficientes para serem empregadas como materiais restauradores. As concentrações de Bis-GMA na matriz das resinas podem influenciar diretamente em seu GC devido a mudanças na viscosidade da resina, diminuindo a mobilidade das partículas para reagirem e formarem os polímeros.

A dureza é uma propriedade importante nos materiais restauradores dentários, especialmente quando estes são empregados em áreas de grandes esforços mastigatórios. O ensaio de microdureza é um teste laboratorial, que utiliza uma impressão no material com pequena área e pouca profundidade, capaz de fornecer dados representativos da propriedade mecânica do material estudado (DIMER et al., 2015; LIMA et al., 2016). Esta propriedade de dureza está diretamente relacionada a resistência mecânica e a resistência ao desgaste do material, afetando diretamente em sua longevidade clínica (SOUZA et al., 2009).

Os valores de microdureza encontrados nesse estudo mostram uma elevada microdureza para o G2, grupo que recebeu procedimento de pós polimerização em autoclave, acima de 150,5 VHN. Segundo alguns autores o valor considerado ideal para a dureza seria superior a 50 VHN (LIMA et al., 2016). Enquanto o G1, que recebeu fotopolimerização convencional, ficou em torno de 85,38 VHN, considerado ainda uma elevada microdureza.

Os valores encontrados no presente estudo para o composto nanohíbrido Opallis, são superiores aos encontrados por Contreras et al., em 2015, que verificou a dureza de um composto nanohíbrido e obteve resultados de dureza de 71 VHN, fato este que pode ser explicado devido a diferenças na composição da matriz orgânica dos compostos resinoso estudados. Já Borges et al., em 2009, considerou o mínimo adequado para valores de microdureza como 80 VHN e verificaram que a RC Suprafill e Z250, apresentavam valores superiores, ficando em 81 e 97 VHN respectivamente, assim como os valores apresentados neste trabalho.

Considerando a fonte de luz utilizada no presente estudo, Firoozmand et al., em 2009, verificaram valores de microdureza de 42 VHN para resinas fotopolimerizadas por aparelho LED, valores que ficam abaixo dos encontrados neste estudo e do considerado como ideal pela literatura. Novamente, esta diferença pode ser atribuída a potência do aparelho empregado neste estudo.

Herbstrich Segundo et al., em 2007, verificaram que a microdureza Vickers não varia com a fonte luminosa utilizada na fotopolimerização, em torno de 63 VHN. Esse valor aumenta para 79 VHN quando é realizada a pós polimerização em ciclo de autoclave e para 82 VHN depois de 7 dias de realizado os procedimentos de polimerização, isso devido ao fato de que a polimerização não se restringe ao período de tempo em que ocorre a exposição do compósito a luz, esta continua por um certo período após a confecção da restauração (BORGES et al., 2015).

Comparando valores de microdureza Vickers antes e após procedimento de pós polimerização, Araújo et al., em 2009, verificaram que este influencia positivamente as propriedades físico-mecânicas das resinas e dependendo da combinação luz/calor/pressão, pode-se aumentar de 10 a 20% as propriedades das resinas (SOUZA et al., 2009). A RC P60, híbrida, passou de dureza 79 VHN para 90 VHN. Já a resina nanoparticulada Z350 não mudou com pós polimerização, obtendo valor de dureza de 74 VHN (ARAÚJO et al., 2009).

Os resultados de Dimer et al., em 2015, mostraram valores de microdureza para RC abaixo dos encontrados neste trabalho. A RC Opallis obteve diferença nos valores de microdureza Vickers antes e após os procedimentos de pós polimerização, pois este procedimento ocasionou melhora em suas propriedades mecânicas, aumentando sua microdureza, fato também observado no presente estudo, o que se deve especialmente a sua composição contendo Bis-EMA, pois este composto apresenta alto peso molecular, o que confere a resina a possibilidade de aumentar as

ligações duplas com procedimentos de polimerização adicional, conferindo melhoria em suas propriedades mecânicas.

A resina de uso indireto (G3) utilizada nesse trabalho apresentou as menores média para microdureza, apresentando valor de 65,47 VHN resultado que está em conformidade com Souza et al., em 2009, que verificaram que a microdureza Vickers de RC de uso direto são superiores as de uso indireto, isso devido a diferença na quantidade e tamanho de carga presente na matriz orgânica e a composição das diferentes resinas. Em seu trabalho, as resinas de uso direto obtiveram valores de dureza médio de 85 VHN enquanto a resina indireta resilab master obteve 52 VHN e as demais resinas indiretas testadas 29 VHN.

Dimer et al., em 2015, verificaram a microdureza de uma resina laboratorial e obteve valores acima da RC Opallis, que também foi avaliada em seu estudo, obtendo uma dureza de 30 VHN enquanto Lui et al., em 2018, encontraram o valor de 20 VHN para a microdureza de resinas a base de Bis-GMA. Esses valores são inferiores aos encontrados no presente estudo, porem seguem a linha de que as resinas de uso direto apresentam valores de dureza superiores as resinas de uso indireto e que esses valores podem ser melhorados quando há a utilização de procedimentos de pós polimerização.

Todos os grupos apresentaram, em relação a microdureza, um pequeno desvio padrão, o que demonstra que a polimerização de todos os CP foi padronizada e que não houve grandes variações de valores em cada grupo, caracterizando amostras homogêneas.

Embora a literatura apresente uma correlação entre o GC e a microdureza dos compósitos restauradores, no presente trabalho não foi verificada essa correlação. Analisando os resultados obtidos no presente estudo, correlacionando o GC e a microdureza Vickers, pode-se perceber que o G2, que recebeu procedimento de polimerização adicional, teve o menor GC pela ordem numérica de valores, porem a maior microdureza, fato este que demonstra que procedimentos de pós polimerização melhoram as propriedades mecânicas das resinas, sem necessariamente ter influência sobre o GC dos compósitos.

O G3, constituído pela resina laboratorial, obteve o maior GC e a menor microdureza. Demonstrando assim que as características intrínsecas da RC de uso indireto influenciam seu índice de desgaste resultando numa baixa dureza. Porem quando observamos seu GC verificamos que o método de fotopolimerização utilizado

(60 s de fotoativação) foram suficiente para conferir uma boa conversão dos monômeros, não sendo necessária a utilização de aparelhagem específica, como fornos laboratoriais, para a polimerização desta resina.

Novos trabalhos devem ser realizados afim de analisar se procedimentos de pós polimerização em RC de uso indireto podem elevar suas propriedades físico-mecânicas, para que estas sejam melhoradas e indicadas para utilização de confecção de restaurações indiretas em odontologia.

## 8 CONCLUSÃO

- Todos os resultados observados de GC e microdureza Vickers se mostraram superiores aos encontrados na literatura para as mesmas condições de polimerização, o que pode estar associado a elevada potência da fonte LED empregada.
- As amostras submetidas a polimerização adicional em autoclave (G2) exibiram elevada microdureza Vickers, embora um GC menor em relação as amostras que foram apenas fotopolimerizadas (G1).
- As amostras da RC laboratorial (G3), conforme esperado, exibiram menor microdureza quando comparado ao G1, de RC direta, entretanto o GC obtido apresentou resultados significativos, comprovando assim que fotopolimerização, exclusiva, por 60 s é suficiente para polimerização destas RC, não sendo necessário equipamentos especiais.

## 9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Alania Y, Chiari MDS, Rodrigues MC, Chavez VEA, Bressiani AHA, Vichi FM, Braga RR. Bioactive composites containing TEGDMA-functionalized calcium phosphate particles: Degree of conversion, fracture strength and ion release evaluation. *Dent Mater* 2016;32(12):374-81.

Araújo AR, Medeiro LM, Rodrigues CDT, Gonçalves AR. Avaliação de três métodos de ativação complementar sobre a dureza superficial de resinas compostas diretas. *Robrac* 2009;18(47):28-33.

Borges A, Chasqueira F, Portugal J. Grau de conversão de resinas compostas. Influência do método de fotopolimerização. *Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac.*2009;50(4):197-203.

Borges A, Pitta-Lopes J, Portugal J. Influência do tempo de exposição e distancia à luz na capacidade de fotopolimerização de compósitos. *Ver Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac* 2015;53(3):166-72.

Camargo FM, Bona AD, Moraes RR, Souza CRC, Schneider LF. Influence of viscosity and amine content on C=C conversion and color stability of experimental composites. *Dent Mater* 2015;31(5):109-15.

Collares FM, Portella FF, Leitune VCB, Samuel SMW. Discrepancies in degree of conversion measurements by FTIR. *Braz. oral res.* 2014;28(1):9-15.

Contreras RG, Vilchis RJS, Torres LSA, Arroccena CA, Garduño RG, Hernández JF. Vickers microhardness comparison of 4 composite resins with different types of filler. *Journal of Oral Research* 2015;4(5):313-20.

Denis AB, Diagone CA, Plepis AMG, Viana RB. Kinetic parameters during Bis-GMA and TEGDMA monomer polymerization by ATR-FTIR: the influence of photoinitiator and

light curing source. *Journal of Spectroscopy* 2016; vol. 2016, Article ID 6524901, 8 pages

Dimer AR, Arossi GA, Santos LH, Kappaun DR. Effect of different post-cure polymerization treatment on composite resin hardness. *RGO* 2015;63(4):426-31.

Firoozmand LM, Balducci I, Araújo MAM. Influência da fotopolimerização e da cor da resina composta na microdureza. *Pesquisa Brasileira em Odontopediatria e Clínica Integrada* 2009;9(1):37-42.

Fonseca AS, Labruna Moreira AD, Albuquerque PP, Menezes LR, Pfeifer CS, Schneider LF. Effect of monomer type on the CC degree of conversion, water sorption and solubility, and color stability of model dental composites. *Dent Mater* 2017;33(4):394-401.

Galafassi D, Gonçalves LS, Spazzin AO, Carlini Junior B. Analise da influência de três métodos de pós-polimerização sobre a resistência à flexão de um compósito de uso clínico. *Dental Press Estet* 2006;3(3):37-42.

Herbstrith Segundo RM, Mota EG, Oshima HMS, Balbinot CE, Bondan JL, Coelho LFB. Influência do método de polimerização na microdureza de compósitos microhíbridos armazenados em água destilada. *Ver. Odonto Ciênc.* 2007;22(58):317-20.

Hirata R, Mazzetto AH, Yao E. Alternativas clínicas de sistemas de resinas compostas laboratoriais – quando e como usar. *JBC* 2000;4(19):13-21.

ISO. International Organization for Standardization. *Dentistry: Polymer based filling, restorative and luting materials.* 4049, 2000.

Karakis D, Bicer AZY, Dogan A, Koralay H, Cavdar S. Effect of self and dual-curing on degree of conversion and crosslink density of dual-cure core build-up materials. *JPOR* 2016;61(2):210-6.

Kildal EK, Ruyter IE. How different curing methods affect the degree of conversion of resin-based inlay/onlay materials. *Acta Odontol Scand* 1994;52(5):315-22.

Lima ALX, Souza PH, Amorim DMG, Caldas SGFR, Galvão MR. Avaliação do grau de conversão de resinas compostas fotoativadas em diferentes tempos e potências. *RFO* 2016;21(2):219-23.

Liu W, Fu J, Wu X, Ma Y, Liu X, Liao Y, Wang H. Influences of iodonium salts on the properties of a hybrid composite resin containing BisS-GMA and expanding monomer modified epoxy. *J. Wuhan Univ. Technol.-Mat. Sci. Edit.* 2015;30(6):1184-90.

Liu X, Wang Z, Zhao C, Bu W, Zhang Y, Na H. Synthesis, characterization and evaluation of a fluorinated resin monomer with low water sorption. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 2018;77:446-54.

Magne P, Malta DAMP, Enciso R, Monteiro-Junior S. Heat treatment influences monomer conversion and bond strength of indirect composite resin restorations. *The Journal Adhesive Dentistry* 2015;17(6):559-66.

Najafi H, Akbari B, Najafi F, Abrishamkar A, Ramedani A, Yazdanpanah A. Evaluation of relationship among filler amount, degree of conversion, and cytotoxicity: Approaching performance enhancement novel design for dental Bis-GMA/UDMA/TEGDMA composite. *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials* 2017;66(16):844-52.

Nascimento YA, Correia AMO, Lima DM, Griza S, Takeshita WM, Mendonça AAM. Effect of ceramic barriers of different thicknesses on microhardness of light-cured resin cements. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 2017;37(4):204-9.

Oliveira DCRS, Favarão J, Souza-Júnior EJ, Dobson AL, Hirata R, Puppim-Rontani RM, Sinhorette MAC. Influência do método de pós-cura na eficiência da cura e rugosidade de resinas compostas diretas em restaurações indiretas. *J Clin Dent Res* 2016;13(3):84-9.

Phan AC, Béhin P, Stoclet G, Ruse ND, Nguyen JF, Sadoun M. Optimum pressure for the high-pressure polymerization of urethane dimethacrylate. *Dental Materials* 2015;31(4):406-12.

Prejmerean C et al. ATR technique, an appropriate method for determining the degree of conversion in dental comonomers. *Meas. Sci. Technol* 2016;27(12):124008+13.

Rameshbabu AP, Mohanty S, Bankoti K, Ghosh P, Dhara S. Effect of alumina, silk and ceria short fibers in reinforcement of bis-GMA/TEGDMA dental resin. *Composites: Part B Engineering* 2015;70:238-46.

Randolph LD, Palin WM, Leloup G, Leprince JG. Filler characteristics of modern dental resin composites and their influence on physico-mechanical properties. *Dent Mater* 2016;32(12):1586-99.

Schneider LFJ, Consani S, Ogliari F, Correr AB, Sobrinho LC, Sinhorette MAC. Effect of time and polymerization cycle on the degree of conversion of a resin composite. *Oper dent* 2006;31(4):489-95.

Silva CHV, Menezes Filho PF, Souza FB, Guimarães RP. Restauração indireta em resina composta – uso do calor na polimerização adicional. *Odontologia. Clin. – Cientif* 2007;6(1):85-9.

Souza ROA, et al. Avaliação da dureza Vickers de resinas compostas de uso direto e indireto. *Cienc Odontol Bras* 2009;12(1)23-30.

Stansbury JW. Curing dental resins and composites by photopolymerization. *J Esthet Dent* 2000;12(6):300-8.

Wang T, Tsoi JKH, Matinlinna JP. A novel zirconia fibre-reinforced resin composite for dental use. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 2016;53:151-60.

Zhang M, Puska MA, Botelho MG, Säilynoja ES, Matinlinna JP. Degree of conversions and leached monomers of urethane dimethacrylate-hydroxypropyl methacrylate-based dental resin system. *J. Oral Sci.*