INÉS MARÍA VILLACÍS ALTAMIRANO

Estudo de propriedades de compósitos do tipo *Bulk Fill* e convencionais em função da profundidade de polimerização e modo de obtenção dos espécimes submetidos ou não a tratamento térmico e protocolo de envelhecimento

São Paulo

2018

INÉS MARÍA VILLACÍS ALTAMIRANO

**Estudo de propriedades de compósitos do tipo *Bulk Fill* e convencionais
em função da profundidade de polimerização e modo de obtenção dos
espécimes submetidos ou não a tratamento térmico e protocolo de
envelhecimento**

Versão Corrigida

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia (Biomateriais e Biologia Oral), para obter o título de Doutor em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Leonardo Eloy Rodrigues Filho

São Paulo
2018

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catálogo-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Villacis Altamirano, Ines Maria.

Estudo de propriedades de compósitos do tipo *Bulk Fill* e convencionais em função da profundidade de polimerização e modo de obtenção dos espécimes submetidos ou não a tratamento térmico e protocolo de envelhecimento / Ines Maria Villacis Altamirano; orientador Leonardo Eloy Rodrigues Filho -- São Paulo, 2018.

110 p. : fig., tab. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Biomateriais e Biologia Oral. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida

1. Materiais compósitos. 2. Polimerização. 3. Tratamento térmico. 4. Envelhecimento acelerado. 5. Resinas compostas. 6. Dureza. I. Rodrigues Filho, Leonardo Eloy. II. Título.

Villacis Altamirano IM. Estudo de propriedades de compósitos do tipo *Bulk Fill* e convencionais em função da profundidade de polimerização e modo de obtenção dos espécimes submetidos ou não a tratamento térmico e protocolo de envelhecimento
Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Aprovado em: 6 / dezembro /2018

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). Igor Studart Medeiros

Instituição: Universidade de São Paulo Julgamento: Aprovada

Prof(a). Dr(a). Miriam Lacalle Turbino

Instituição: Universidade de São Paulo Julgamento: Aprovada

Prof(a). Dr(a). Caroline Lumi Miyazaki

Instituição: Julgamento: Aprovada

Este trabalho será dedicado à (às)/ ao (aos)

Minhas guerreiras, Ine Sabina e Nara, porque sem saber o que estava acontecendo elas se sacrificaram, deixando seus brinquedos e confortos para acompanhar a mamãe em seu sonho.

Minha segunda mãe Amparito, porque seu amor e paciência foram incondicionais, por não hesitou duas vezes em passar 9 meses fora de casa.

Meu parceiro de vida, Rubén, porque você é minha asa e me permitiu voar para longe, sua compreensão e apoio foram fundamentais na realização deste trabalho. EU TE AMO!

Meus pais, Inés e Fernando, porque eles têm sido o meu exemplo, o amor e o apoio deles em todos os sentidos me ajudaram a atingir meus objetivos na vida.

Minha irmã Vero, meu cunhado Sandyno e Zoe Milena, porque suas mensagens de incentivo estavam sempre presentes.

Meus cunhados Gaby, Francisco, Victor Hugo, Diana, meu Sogro Herrnán e meus sobrinhos Josué, Emilio, Danna, Aldahir, porque seu amor e apoio eu sempre senti.

AGRADECIMENTOS

Eu sou muito grata à vida, por me dar esses pais, Inés e Fernando, os quais nunca pouparam esforços para que eu pudesse cumprir meus objetivos, o meu amor é eterno por vocês.

Ruben eu te agradeço porque mesmo que você estivesse fisicamente longe, você sempre me fez sentir como se estivesse andando ao meu lado, obrigado por me dar forças quando eu estava desanimando. Obrigada também por fazer dos meus sonhos os seus sonhos

Agradeço à Universidad Central del Ecuador pelo apoio em geral, por nos permitir um crescimento acadêmico, profissional e pessoal.

Agradeço à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo por esta oportunidade, que foi muito enriquecedora em todos os aspectos.

Agradeço ao Departamento de Biomateriais e Biologia Oral, por me disponibilizar todos os meios de tornar este doutorado possível.

Agradeço imensamente aos professores: Rafael, Igor, Fernando, Braga, Josete, André, Carlos, PC, porque antes de serem professores foram amigos. Obrigada pela qualidade humana e por compartilharem seus conhecimentos que, direta ou indiretamente, fazem parte do meu crescimento profissional.

Agradeço especialmente ao meu professor-orientador Leonardo Eloy Rodrigues Filho por me ensinar a aprender de uma maneira diferente da que eu estava acostumada. Obrigada por me ensinar como você diz: “Para CONSTRUIR CONHECIMENTO”. Eu sempre vou lembrar de você.

Agradeço às funcionárias Rosinha, Eli e Dona Fran, que sempre estiveram presentes e dispostas a ajudar, vocês foram muito importantes para mim, obrigada porque quando eu estava perdendo as energias vocês estavam lá me encorajando.

Agradeço em especial ao funcionário Antônio, porque foi um ombro amigo, que sempre esteve presente e disposto a me ajudar de todas formas possíveis. Além de ter sido um dos grandes responsáveis pela realização deste trabalho.

Agradeço a meus amigos do DINTER: Blanqui Real, Katy Zurita, Raquel Guillen, Nilda Navarrete, Pablo Garrido, Fabricio Cevallos, Edu Cepeda, Edu Garrido,

Roberto Romero, Klever Vallejo, Guillermo Lanas, Franklin Quel, que mais que amigos foram uma família para mim, além de minhas filhas e minha sogra.

Agradeço aos amigos do departamento de Biomateriais e Biologia Oral: Amanda Cavalcante, Sabrina Vargas, Alice Natsuko, Diego Manarão, Kelli Monteiro, Pavel Capetillo, Pedro Albuquerque, Ranulfo Miranda, Stéphanie Favero, Sandra Almeida, Leticia, Vitor Mariana Basilio, pela ajuda e as palavras de encorajamento, e pelo companheirismo, que sempre senti no departamento

Meu agradecimento à pessoas que mais que amigos, realmente foram irmãos, Jomara e Paulo Capel, obrigada pelo recebimento sempre carinhoso e por me ajudar sempre que eu precisei.

Meu agradecimento à Juliana Aguiar, mais que uma amiga você foi um Anjo, desde o primeiro dia que a gente chegou você sempre esteve lá disponível para ajudar-nos. Aprendi muito com você. Muito obrigada!

Agradeço em especial ao amigo Marcelo Cascante, por ter sido um verdadeiro amigo, por todas as horas de laboratório compartilhadas, por estar nos momentos de alegria e ainda mais nos momentos de tristeza e estresse. Além disso, saiba que sempre poderá contar com minha amizade. Muito obrigada!!

“A experiência humana não seria tão rica e gratificante se não existissem obstáculos a superar. O cume ensolarado de uma montanha não seria tão maravilhoso se não existissem vales sombrios a atravessar”.

(Helen Keller)

RESUMO

Villacis Altamirano IM. Estudo de propriedades de compósitos do tipo *Bulk Fill* e convencionais em função da profundidade de polimerização e modo de obtenção dos espécimes submetidos ou não a tratamento térmico e protocolo de envelhecimento [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2018. Versão Corrigida.

O presente estudo teve como objetivo avaliar as propriedades de dois compósitos convencionais [Charisma Diamond (CD) e Filtek Z250XT (FZ250XT)] e dois do tipo Bulk Fill [Aura Bulk Fill, (ABF) e Filtek Bulk Fill (FBF)] em função da profundidade de polimerização e modo de obtenção (O) dos espécimes submetidos ou não a tratamento térmico (TT, 170°C x 10 min)) e um protocolo de envelhecimento acelerado (C, 150000 ciclos, 14,7 N). Para a obtenção dos corpos de prova em forma de disco (10 mm diâmetro e 1 mm espessura) utilizou-se dois tipos de molde de poliéster (segmentado e não segmentado). Foram fotoativados (1000 mW/cm² X 20 s) nas espessuras de 2 mm (convencionais) e 5 mm (Bulk Fill.). As propriedades avaliadas foram: Grau de conversão (GC), dureza (KHN) e resistência à flexão biaxial (RFB). A análise estatística do GC % para as resinas convencionais mostrou diferença no fator Condição (imediato 58,8 %, sem TT 24h 66,3 %, com TT 83,8 %), na interação Marca X Tratamento Térmico a CD com TT (88,1 %) > FZ250XT (79,6 %) mas nas outras condições foi semelhante. Quanto às resinas do tipo Bulk, a FBF (73,5 %) > ABF (71,8 %), o GC em função da profundidade diminuiu, os primeiros dois milímetros foram semelhantes 1 mm (77,0 %), 2 mm (77,4 %) > 3 mm (72,1 %) e 4 mm (70,8 %), semelhantes entre si, e o 5 mm obteve o menor GC (66,2 %). Comparado o 5 mm, a ABF (61,1 %) < FBF (71,4 %). No fator Condição o GC aumenta em 24 h (70,2 %) comparada com o imediato (61,7 %) e com o tratamento térmico aumenta ainda mais (86,2 %). Com o tratamento térmico, a FBF foi a que obteve o maior aumento (88,4 %), ABF (84,1 %), mas as duas sem tratamento térmico não apresentaram diferença significativa ABF (69,9 %), FBF (70,5 %). Os valores de KHN tanto para as resinas convencionais como para as resinas do tipo *Bulk Fill* variaram em função da marca; resinas convencionais FZ250XT (64,8 KHN) > CD (50,8 KHN) e resinas do tipo *Bulk Fill* FBF (47,2 KHN) > ABF (33,1 KHN); em função da Forma de Obtenção, resinas convencionais Bloco-topo (61,7 KHN) < Fatia-topo (67,3 KHN),

Bloco-base (54,0 KHN) > Fatia-base (48,2 KHN), e as resinas do tipo *Bulk Fill* Bloco-topo (44,5 KHN) < Fatia-topo (48,1 KHN), Bloco-base (38,0 KHN) > Fatia-base (29,9 KHN); e em função do Tratamento Térmico, resinas convencionais com TT (54,15 KHN) > sem TT (53,23 KHN) e resinas do tipo *Bulk Fill* com TT (44,4 KHN) > sem TT (35,9 KHN). Quanto à RFB, o fator Forma de Obtenção apresentou diferenças significativas para as quatro resinas; o Tratamento térmico aumentou à RFB nas 4 resinas estudadas, a porcentagem de aumento foi de 16,1 % para a resina CD, de 4,7 % para a FZ250XT, de 14,1 % para a ABF e de 28,3 % para a FBF. Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que: maior grau de conversão conduziu à maior resistência à flexão; O tratamento térmico conduziu a um aumento de todas as propriedades estudadas. A ciclagem mecânica, utilizada como protocolo de envelhecimento, permitiu a diferenciação dos materiais.

Palavras chave: Resinas compostas, resinas tipo *bulk fill*, grau de conversão, dureza, resistência à flexão biaxial, tratamento térmico, envelhecimento acelerado.

ABSTRACT

Villacis Altamirano IM. Study of the properties of Bulk Fill and conventional composites in function of the depth of polymerization and the way of obtaining the specimens submitted or not to heat treatment and aging protocol [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2018. Correct version.

The aim of this study was to evaluate the properties of two conventional composites [Charisma Diamond (CD) e Filtek Z250XT (FZ250XT)] and two bulk fill composites Fill [Aura Bulk Fill, (ABF) e Filtek Bulk Fill (FBF)] regarding the depth of polymerization and the mode of acquisition (O) of the specimens which were submitted or not submitted to heat treatment (HT, 170 °C x 10 min) and a protocol of accelerated aging (C, 150,000 cycles, 14.7 N). For the acquisition of the samples in disc format (10 mm in diameter and 1 mm in thickness) two different polyester molds were used (segmented and non-segmented). The samples were light cured in the thickness of 2 mm (conventional composites) and 5 mm (Bulk Fill composites). The properties evaluated were degree of conversion (DC %), hardness (KHN) and biaxial flexural strength (BFS). Statistical analyses of the DC % for the conventional composites showed differences for the factors Condition (immediate 58.8 % < without HT 24h 66.3 % < with HT 83.8 %), in the interaction Brand X Heat Treatment the group CD with HT (88.1 %) was higher than FZ250XT (79.6 %) but for all other conditions the results were similar. As for the Bulk Fill resins, the DC% for FBF (73.5 %) showed higher DC % when compared to ABF (71.8 %). The DC% in function of depth decreased: for the first two millimeters the results were similar: 1 mm (77.0 %) = 2 mm (77.4 %) > 3 mm (72.1 %) = 4 mm (70.8 %), and the 5 mm obtained the lowest DC % (66.2 %). Comparing the 5 mm level among brands, ABF (61.1 %) was lower than FBF (71.4 %). For the factor Condition the DC % increases in 24h (70.2 %) compared to immediate (61.7 %) and with the HT increases even more (86.2 %). With the HT FBF obtained the highest increase (88.4 %), ABF (84.1 %), but both without HT present no statistically significant difference: ABF (69.9 %), FBF (70.5 %). The KHN values for both the conventional composites and the bulk fill ones varied based on the brand; conventional composites: FZ250XT (64,8 KHN) > CD (50.8 KHN) and Bulk Fill resins: FBF (47,2 KHN) > ABF (33,1 KHN); for the mode of acquisition, conventional resins block-top (61.7 KHN) lower than slice-top (67.3KHN), block-base (54.0 KHN) higher

than slice-base (48.2 KHN); the bulk fill resins presented the results block-top (44.5 KHN) lower than slice-top (48.1 KHN), block-base (38.0 KHN) higher than slice-base (29.9 KHN); and regarding the HT, conventional resins with HT (54.15 KHN) higher than no HT (53.23 KHN) and bulk fill resins with HT (44.4 KHN) higher than without HT (35.9 KHN). Regarding BFS the factor mean of acquisition presented statistically significant differences for the 4 composites; heat treatment increased the BFS for all resins tested. 16.1 % was the percentage of increase for the CD resin, 4.7 % for FZ250XT, 14.1 % for ABF and 28.3 % for FBF. Based on the results obtained it can be concluded that: the higher conversion rate led to higher flexural strength resistance; the heat treatment led to an increase of all properties evaluated. Mechanical cycling, used as aging protocol, permitted the differentiation of materials.

Key words: resins composite, bulk fill composites, degree of conversion, hardness, biaxial flexural strength, thermal treatment, aging.

LISTA DE FIGURAS

Figura 4.1 – Molde de poliacetal não segmentado.....	40
Figura 4.2 – Três momentos da confecção dos corpos de prova molde não segmentado	41
Figura 4.3 – Molde de poliacetal segmentado.....	42
Figura 4.4 – Confecção dos corpos de prova no molde segmentado	43
Figura 4.5 – Fotoativação. A: molde segmentado B: Molde não segmentado	44
Figura 4.6 – Processo para extrair e identificar os corpos de prova com o molde segmentado	44
Figura 4.7 – Separação dos corpos de prova do molde não segmentado	45
Figura 4.8 – Corte dos cilindros para obtenção dos corpos de prova	46
Figura 4.9 – Cicladora Mecânica.....	47
Figura 4.10 – A: espectrofotômetro; B: detalhe do suporte com o espécime sendo atravessado pela luz	48
Figura 4.11 – Microdurômetro	50
Figura 4.12 – Ilustração representativa das indentações realizadas nos espécimes	50
Figura 4.13 - Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial	52
Figura 5.1 - Médias e desvios padrões do grau de conversão (%) para as resinas convencionais (CD e FZ250XT) do fator Condição. Letras iguais indicam semelhança estatística (5%)	56
Figura 5.2 - Gráfico de médias de GC (%) da interação dupla Marca X Condição para as resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras diferentes indicam diferença significativa pelo teste de Tukey (5%)	57

Figura 5.3 - Gráfico de médias de GC (%) dos fatores principais para as resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras diferentes indicam diferença significativa pelo teste de Tukey (5%)	58
Figura 5.4 - Gráfico de médias do grau de conversão (%) para interação Marca X Profundidade das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística.....	60
Figura 5.5 - Gráfico de médias do grau de conversão (%) para interação Marca X Condição. das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística	61
Figura 5.6 - Gráfico de médias do grau de conversão (%) para interação Profundidade X Condição das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística.....	62
Figura 5.7 - Gráfico de médias do grau de conversão (%) para interação tripla Marca X Profundidade X Condição. Letras iguais indicam semelhança estatística	64
Figura 5.8 - Gráfico de médias de Dureza (KHN) dos fatores principais (Marca, Forma de Obtenção, Tratamento Térmico) das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística	66
Figura 5.9 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla Marca X Forma de Obtenção das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística.....	68
Figura 5.10 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla não significativa Marca X Tratamento térmico das resinas convencionais (CD e FZ250XT)	68
Figura 5.11 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla não significativa Forma de Obtenção X Tratamento térmico das resinas convencionais (CD e FZ250XT).	69
Figura 5.12 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla Marca X Tratamento Térmico das resinas de tipo Bulk Fill. Letras iguais indicam semelhança estatística.....	71
Figura 5.13 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla não significativa Marca X Forma de Obtenção das resinas de tipo Bulk Fill. Letras iguais indicam semelhança estatística.....	72

- Figura 5.14 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla não significativa Forma de Obtenção X Tratamento Térmico das resinas de tipo Bulk Fill. Letras iguais indicam semelhança estatística72
- Figura 5.15 - Gráfico de médias da resistência a flexão (MPa) para o fator Forma de Obtenção da resina CD. Letras iguais indicam semelhança estatística 74
- Figura 5.16 - Gráfico de médias da resistência a flexão (MPa) para o fator Tratamento Térmico da resina CD. Letras iguais indicam semelhança estatística ...75
- Figura 5.17 - Gráfico de médias de resistência à flexão (MPa) para interação dupla não significativa Forma de Obtenção X Ciclagem da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística79
- Figura 5.18 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla não significativa Tratamento Térmico X Ciclagem da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística80
- Figura 5.19 - Gráfico de médias de resistência à flexão da interação dupla não significativa da resina ABF Forma de Obtenção X Tratamento Térmico 82
- Figura 5.20 - Gráfico de médias de resistência a flexão da interação dupla não significativa da resina ABF Forma de Obtenção-Região X Ciclagem.....83

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Resinas e informações dadas pelos fabricantes	39
Tabela 5.1 - Análise da variância para o grau de conversão (%) das resinas convencionais (CD e FZ250XT).....	56
Tabela 5.2 - Médias ($\pm$ desvio padrão) da interação dupla Marca X Condição para as resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística	56
Tabela 5.3 - Análise de Variância para o grau de conversão (%) das resinas tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF)	58
Tabela 5.4 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Marca para grau de conversão (%).das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF) Letras iguais indicam semelhança estatística.....	59
Tabela 5.5 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Profundidade para grau de conversão (%) das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística	59
Tabela 5.6 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Condição para grau de conversão (%) das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística	59
Tabela 5.7 - Média ($\pm$ desvio padrão) do grau de conversão (%) para a interação Marca X Profundidade das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística	60
Tabela 5.8 - Média ($\pm$ desvio padrão) do grau de conversão (%) para a interação Marca X Condição das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística.	61
Tabela 5.9 - Média($\pm$ desvio padrão) do grau de converso (%) para a interação Profundidade X Condição das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística.....	62

Tabela 5.10 - Média ($\pm$ desvio padrão) do grau de conversão (%) da interação tripla Marca X Profundidade X Condição das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística	63
Tabela 5.11 - Análise da variância para dureza (KHN) das resinas convencionais (CD e FZ250XT)	65
Tabela 5.12 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Marca para a dureza (KHN) das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística	66
Tabela 5.13 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a dureza (KHN) das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística	66
Tabela 5.14 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a dureza (KHN) das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística	67
Tabela 5.15 - Média ($\pm$ desvio padrão) da dureza (KHN) para interação dupla Marca X Forma de Obtenção das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística	67
Tabela 5.16 - Análise da variância para dureza (KHN) das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF)	70
Tabela 5.17 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Marca para a dureza (KHN) das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística	70
Tabela 5.18 - Médias ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a dureza (KHN) das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística	70
Tabela 5.19 - Médias ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a dureza (KHN) das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística	70
Tabela 5.20 - Médias da dureza (KHN) para interação Marca X Tratamento Térmico das resinas de tipo <i>Bulk Fill</i> (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística	71

Tabela 5.21 - Análise da variância para Resistencia a Flexão (MPa) da Resina Charisma Diamond	73
Tabela 5.22 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a resistência à flexão (MPa) da resina CD. Letras iguais indicam semelhança estatística	74
Tabela 5.23 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a resistência à flexão (MPa) da resina CD. Letras iguais indicam semelhança estatística	74
Tabela 5.24 - Médias ($\pm$ desvio padrão) da interação tripla Forma de Obtenção-Região X Tratamento térmico X Ciclagem para a resistência a flexão (MPa) da resina CD. Letras iguais indicam semelhança estatística	76
Tabela 5.25 - Análise da variância para Resistencia à Flexão (MPa) da Resina Filtek Z250XT	77
Tabela 5.26 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a resistência à flexão (MPa) da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística.....	77
Tabela 5.27 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a resistência à flexão (MPa) da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística.....	77
Tabela 5.28 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Ciclagem para a resistência à flexão (MPa) da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística	78
Tabela 5.29 - Médias ($\pm$ desvio padrão) da interação Forma de Obtenção X Tratamento Térmico da resistência a flexão (MPa) da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística.....	78
Tabela 5.30 - Análise da Variância da Resistência à Flexão (MPa) da Resina Aura Bulk Fill	81
Tabela 5.31 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a resistência à flexão (MPa) da resina ABF. Letras iguais indicam semelhança estatística.....	81

Tabela 5.32 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a resistência à flexão (MPa) da resina ABF. Letras iguais indicam semelhança estatística	81
Tabela 5.33 - Análise de Kruskal Wallis da resistência à flexão (MPa) para a resina Filtek <i>Bulk Fill</i>	83
Tabela 5.34 - Médias ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a resistência a flexão (MPa). De resina FBF. Letras iguais indicam semelhança estatística	84
Tabela 5.35 - Médias ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a resistência à flexão (MPa) da resina FBF. Letras iguais indicam semelhança estatística	84
Tabela 5.36 - Médias ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção-Região, Tratamento Térmico, Ciclagem para a resistência à flexão (MPa).....	85

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABF	Aura Bulk Fill
ANOVA	Análises de variância
Bis-EMA	Bisfenol A etoxilado dimetacrilato
BisGMA	Bisfenol A glicidil dimetacrilato
C	Ciclagem mecânica
CD	Charima Diamond
Co	Condição
DDDMA	Decanodioldimetacrilato
FBF	Filtek Bulk Fill
FTIR	Espectroscopia por transformada de Fourier
FZ250XT	Filtek Z 250 XT
GC %	Grau de conversão
GMA	Glicidil éster dimetacrilato
KHN	Dureza Knoop
M	Marca
n	Número de espécimes por grupo
O	Forma de Obtenção-Região
P	Profundidade
PEGDMA	Polietileno-co-glicol metacrilato

LISTA DE SÍMBOLOS

%	Porcentagem
°C	Graus Celsius
min	Minuto (s)
N	Newton (s)
mm	Milímetro(s)
μm	Micrômetro
nm	Nanômetro
J/cm ²	Joule por centímetro quadrado
mW/cm ²	Miliwatt por centímetro quadrado
Hz	Hertz
cm ⁻¹	Centímetro a menos um
MPa	Mega Pascal

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	29
2	REVISÃO DA LITERATURA	33
2.1	RESINAS COMPOSTAS	33
3	PROPOSIÇÃO	37
4	MATERIAL E MÉTODOS	39
4.1	DESENHO DO EXPERIMENTO	39
4.2	CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	40
4.2.1	Preenchimento dos moldes não segmentados	40
4.2.2	Preenchimento dos moldes segmentados	41
4.2.3	Fotoativação e extração dos espécimes	43
4.2.4	Corte dos espécimes do molde não segmentado	45
4.2.5	Tratamento térmico	46
4.2.6	Envelhecimento acelerado	46
4.2.7	Grau de conversão (GC)	47
4.2.8	Dureza (KHN)	49
4.2.9	Resistência à flexão biaxial (RFB)	51
4.3	ANÁLISE ESTATÍSTICA	53
5	RESULTADOS	55
5.1	RESULTADOS DA VARIÁVEL GRAU DE CONVERSÃO (GC)	55
5.1.1	Resinas convencionais	55
5.1.2	Resinas do tipo <i>Bulk Fill</i>	57
5.2	RESULTADOS DA VARIÁVEL DUREZA (KHN)	64
5.2.1	Resinas convencionais	64
5.2.2	Resinas do tipo <i>Bulk Fill</i>	69
5.3	RESULTADOS DA VARIÁVEL RESISTÊNCIA À FLEXÃO Biaxial (RFB)	73
5.3.1	Charisma Diamond	73
5.3.2	Resina Filtek Z250 XT	76
5.3.3	Resina Aura <i>Bulk Fill</i>	80
5.3.4	Resina Filtek <i>Bulk Fill</i>	83
6	DISCUSSÃO	87
6.1	GRAU DE CONVERSÃO	88

6.2	DUREZA	91
6.3	RESISTÊNCIA À FLEXÃO.....	94
7	CONCLUSÕES	99
	REFERÊNCIAS	101

1 INTRODUÇÃO

Resinas compostas fotopolimerizáveis tornaram-se o material de escolha para restaurações diretas, o que pode ser atribuído às características adesivas que ela apresenta, ao permitir restaurações mais conservadoras e com boa estética (1, 2).

A resina composta em odontologia foi introduzida por Bowen no século passado e provocou uma virada na história da profissão. Inicialmente foi usada apenas para os dentes anteriores, mas logo progrediu e teve indicação ampliada para o uso em dentes posteriores. Mas, devido principalmente a suas baixas propriedades mecânicas, particularmente a resistência ao desgaste, este uso foi muito questionado. Para superar estas inconveniências, o material experimentou mudanças significativas, o que conduziu os compósitos dentários a um novo patamar de qualidade.

A conversão de monômeros em polímeros, grau de conversão, pode ser mensurada pela comparação da quantidade de ligações insaturadas remanescentes em relação à quantidade inicial, verificada antes da ativação, e expressa em porcentagem (3). A qualidade do polímero formado pode ser influenciado pela composição do conteúdo orgânico (4-7), da fração inorgânica (5, 7, 8), da temperatura (9-12), viscosidade da massa (7), protocolo de fotoativação (4, 7, 13-16) e tratamentos secundários de cura (17-20). O grau de conversão das resinas pode variar muito, da ordem de 30 a 80%, com aumento espontâneo bastante expressivo (até 36%) nas primeiras 6 a 24 horas (21). Cabe ressaltar, porém, que nenhum compósito dentário é capaz de ser totalmente convertido em polímero. Assim, sempre há monômeros não reagidos presentes na massa, diminuindo a resistência do material (7, 21) e podendo ser liberados para o meio (22), diminuindo a biocompatibilidade da restauração (23, 24).

A profissão ainda busca um material que preencha um maior número de requisitos para alcançar uma condição mais próxima do ideal. No entanto, hoje, a utilização de resinas compostas em dentes posteriores é uma realidade inquestionável, e vem aumentando em função dos avanços obtidos, tanto na formulação, quanto nas técnicas de utilização dessa classe de material.

De qualquer forma, ao longo do tempo, muitas das modificações introduzidas, seja no conteúdo da matriz orgânica e dos ativadores de polimerização como no conteúdo inorgânico dos compósitos, além dos avanços com relação às moléculas

fotoativadoras, conduziram à possibilidade de melhor desempenho clínico, principalmente através da melhora na qualidade do polímero obtido, com aumento no grau de conversão. Dessa forma, as indicações para o uso de compósitos acabaram se ampliando, incluindo restaurações maiores, mais complexas e sujeitas a maiores solicitações mecânicas, como acontece com as restaurações do tipo “onlay”. Neste caso, o uso de compósitos para a confecção de restaurações indiretas, se apresentam algumas vantagens, como o fato de que a contração inerente ao processo de polimerização ocorrer fora da boca. Este fato traz uma vantagem, que pode conduzir a uma melhor condição de interface dente restauração, já que o problema da tensão interfacial, decorrente da contração de polimerização, fica restrito ao pequeno volume da linha de cimentação (25, 26). Existe também a facilidade de que a restauração indireta facilita a reconstrução da forma anatômica ideal, com melhor condição de restabelecimento dos pontos de contato e oclusão e, sobretudo, mais possibilidades de alcançar um alto e homogêneo grau de conversão, com a fotoativação podendo ser feita por mais tempo e por todas as faces da restauração, bem como pelo uso de tratamentos adicionais, que podem associar luz e/ou calor e/ou pressão.

Existem no mercado diversos sistemas com compósitos especialmente designados para restaurações indiretas. Entre eles, aqueles que são fornecidos em blocos já polimerizados para serem utilizados com equipamentos do tipo CAD (“computer assisted design”) / CAM (“Computer Aided Machine”), e aqueles que preconizam o uso de equipamentos especiais, como unidades de fotoativação especiais, que chegam ao detalhe do controle de atmosfera sem oxigênio durante a polimerização, mas que obrigam a que o produto final alcance um custo bastante elevado.

Contudo, as resinas indicadas para a utilização com esses equipamentos apresentam, essencialmente, a mesma composição que as de uso direto. Por este motivo, as resinas indicadas para uso direto também passaram a ser investigadas com o propósito verificar a possibilidade de uso estendido. Com esta finalidade, foram desenhados protocolos de tratamento por calor durante ou após a ativação, que conseguiram aumento do grau de conversão e de propriedades mecânicas mais altas (27-29).

Com relação à polimerização, tem sido demonstrado que a polimerização deficiente pode levar à diminuição das propriedades gerais, tendo como consequência

a maior facilidade de degradação da resina composta, propriedades mecânicas e biológicas adversas devido à liberação de monômeros que não foram polimerizados. A polimerização deficiente também pode causar falha prematura de uma restauração ou afetar o tecido pulpar (30, 31). As resinas de preenchimento em massa ainda são consideradas uma novidade no mercado odontológico, que requer mais pesquisa quanto às propriedades mecânicas e químicas.

Este estudo abordou o efeito do tratamento térmico, além da forma de obtenção dos espécimes e de um protocolo de envelhecimento acelerado, no comportamento de materiais de tipo *Bulk Fill*. E para efeito de comparação, também usou - se resinas do tipo convencional.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 RESINAS COMPOSTAS

Os compósitos utilizados para restaurações dentárias são constituídos por uma matriz orgânica, tipicamente à base de dimetacrilatos, partículas inorgânicas de vidro radiopaco e um agente de união entre as fases orgânica e inorgânica, além de iniciadores e moduladores da reação de polimerização (2, 32). O monômero mais comumente empregado na formulação dos compósitos dentários continua sendo o Bisfenol A glicidil dimetacrilato (Bis-GMA)(33) , resultado da reação do bisfenol A com o glicidil éster dimetacrilato (GMA) (34) , conforme proposto por Bowen, em 1963 (35). Devido ao seu peso molecular bastante alto e à sua alta viscosidade (36, 37), que restringem a movimentação durante a reação de polimerização, foi necessária a adição de monômeros menores, como o trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA) e o uretano dimetacrilato (UDMA), que melhoram a reatividade e aumentam o grau de conversão (37, 38), com consequente aumento das propriedades de resistência mecânica.

A fase inorgânica (35, 39, 40) influencia decisivamente as propriedades físico mecânicas, através da composição, natureza e proporção das partículas presentes na matriz (11). Ajuda a reduzir a contração de polimerização e o coeficiente de expansão térmica; aumenta a radiopacidade e facilita a manipulação, podendo melhorar a estética (1, 2, 8).

As partículas usadas comumente como carga inorgânica são os vidros com bário ou estrôncio, ou partículas de zircônia (2), bem como sílica coloidal. O quartzo foi usado no desenvolvimento inicial de compósitos, mas sua forma e dureza dificultam o acabamento e polimento das restaurações, além de propiciar grandes desgastes da própria restauração e danos por abrasão às superfícies adjacentes (40).

Os vidros à base de sílica geralmente são dopados com óxidos metálicos de bário, estrôncio ou zircônio, que fornecem radiopacidade. As partículas de sílica coloidal por serem bem pequenas, cerca de 40 nm, apresentam uma área grande de contato com a matriz resinosa, o que aumenta a viscosidade da pasta antes da polimerização (2, 5, 33, 40).

A união química entre a matriz orgânica e a carga inorgânica é dada pelo silano (40), que é uma molécula bifuncional a qual, por meio de ligações covalentes, liga-se à sílica da carga numa extremidade da molécula, enquanto a outra extremidade fica disponível para se ligar aos monômeros que formarão a matriz polimerizada (2, 19, 33). Os agentes de ligação com a matriz, por conseguir a ligação química descrita, também permitem uma diminuição da energia de superfície da carga, diminuindo uma via de acesso para a degradação hidrolítica (40).

A maioria das restaurações são feitas com resinas compostas. Uma das desvantagens é que, no caso de restaurações de grande volume, o tempo clínico é muito aumentado, já que precisa de uma técnica incremental para reduzir os efeitos da contração de polimerização e permitir que a cura da resina seja adequada.

Em face às dificuldades técnicas para a confecção de restaurações em compósitos, a indústria colocou no mercado, em 2009 (41), a primeira das resinas conhecidas como *Bulk Fill*. A ideia, e principal apelo, seria a possibilidade de tornar mais rápido o procedimento técnico com utilização de porções grandes, de até 4 ou 5 mm de espessura, com garantia de bom processo de cura, baixa contração e geração de baixa tensão na interface adesiva (42, 43). As mudanças de composição para alcançar tal meta seriam, principalmente, o uso de novos monômeros (44-46), maior translucidez (31, 45), uso de dupla ativação (47) e de moduladores reológicos (48, 49). Nesses materiais, o conteúdo de carga pode variar entre 61 e 85%, em peso, e o grau de conversão ficar entre 44 e 77% (46, 50). Ainda assim, a contração de polimerização desses materiais fica entre 1,8 e 3,4% (41-43).

As resinas de tipo *Bulk Fill* guardam semelhanças em composição em relação às resinas convencionais: a matriz contém monômero de base de Bis-GMA, TEGDMA, EBPDMA ou modificações do monômero de Bowen por monômeros com viscosidade mais baixa (31, 51). Algumas resinas *Bulk Fill* inovaram certos componentes como o sistema iniciador de fotopolimerização no caso da resina TetricEvo Ceram Bulkfill (Ivoclar vivadent), que utiliza o Ivocerin, este é um iniciador à base de germânio, tem faixa de absorção entre 400 e 450 nm, mais próximo ao violeta. O que poderia ajudar na polimerização em profundidade devido à sua maior reatividade à luz (44). Em outros casos foram introduzidos monômeros com pesos moleculares mais elevados (50).

Em relação à proporção de carga, as resinas *Bulk Fill* apresentam porcentagens um pouco menores que as convencionais micro ou nanoparticuladas. Explica-se que a menor proporção de carga, associada com o aumento de tamanho

da carga (20 μ m) podem aumentar a profundidade de alcance da luz e de polimerização pela diminuição da diferença entre índices de refração da carga e da matriz, bem como pela diminuição do número de vezes em que a luz atravessa alguma interface (31).

Além da importância da composição nas propriedades das resinas compostas a matriz também desempenha um papel importante no grau de conversão.

O grau de conversão é definido como a proporção de duplas ligações que se transformam em ligações simples e indica que os monômeros passam a formar o polímero. Essa medida é expressada em porcentagem (3).

O grau de conversão das resinas odontológicas atuais varia entre 30 e 80% (21, 52). É importante saber que um maior grau de conversão confere às resinas melhores propriedades mecânicas, mas com a desvantagem de uma maior contração de polimerização. Considera-se que uma taxa de conversão adequada seria 55% (53). A presença de monômeros não reagidos ou radicais livres ativos tem um efeito amolecedor no polímero, pelo que se pode estabelecer uma relação entre o grau de conversão dos monômeros e as propriedades mecânicas do compósito (42).

Outra das propriedades é a dureza, definida como a resistência que tem um material à deformação permanente produzida por penetração ou por riscos. Tanto os testes Vickers como o Knoop são usados para avaliar os compósitos (33, 54). É uma variável bastante utilizada com as resinas compostas, já que, muitas vezes é identificada como correlação com o grau de conversão (12, 42, 46, 55, 56).

Um outro parâmetro utilizado para avaliar as resinas compostas é a resistência à flexão biaxial. Esta é calculada a partir da carga máxima aplicada para provocar a fratura de um disco carregado no centro por um pistão e apoiado sobre três esferas distribuídas a 120 graus (33).

Tensões complexas são comuns em situações clínicas, que os materiais dentários devem suportar repetidamente. Uma alta resistência a essas tensões, especialmente às de tração e cisalhamento, é desejada, (57). No ensaio de resistência à flexão biaxial aparece uma deformação (alongamento horizontal das dimensões) que gera tensões de tração na região inferior do disco e por compressão na face contatada pelo pistão (58).

Com a finalidade de melhorar as propriedades dos compósitos o uso de tratamento térmico e outros tratamentos adicionais foi proposto por vários autores (27,

29, 59-62). O tratamento térmico, após a fotoativação, leva a uma cura secundária (20, 63, 64).

É sabido que, após a fotoativação, há um aumento de conversão do polímero fotoativado, que continua durante algumas horas (60, 65). Por isto, quando o tratamento térmico é feito dentro das seis primeiras horas após a fotoativação, enquanto ainda existem radicais livres que só não conseguem reagir por causa da falta de mobilidade decorrente do endurecimento da matriz, o efeito deste tratamento é maior (no que se refere à conversão do polímero), já que não depende tanto da formação de novos radicais eventualmente gerados pelo aumento da temperatura (66)

Além da cura adicional existe um outro benefício, que seria a libertação de tensões residuais desenvolvidas pela contração de polimerização da matriz como a que ocorre em volta à carga, que não contrai. O escoamento ou reposicionamento do polímero promovido pelo calor, pode eliminar esta tensão tanto na interface carga/matriz como em outros sítios mediante a relaxação interna (67).

3 PROPOSIÇÃO

Estudar a influência do modo de obtenção/profundidade, tratamento térmico e um protocolo de envelhecimento acelerado por ciclagem mecânica, nas propriedades de Grau de conversão, Dureza e Resistência a Flexão Biaxial de dois compósitos do tipo *Bulk Fill* e de dois convencionais.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 DESENHO DO EXPERIMENTO

O experimento foi desenhado para investigar a influência de quatro fatores sobre as propriedades:

Marca de resina, em quatro níveis (ver Tabela 4.1 para nomes e características); os critérios para escolher as resinas para este estudo foram:

- 1) Que o fabricante indique o mesmo tempo de foto ativação: neste caso todas (convencionais e de tipo Bulk Fill) têm a indicação de 20 segundos;
 - 2) A profundidade máxima preconizada pelos fabricantes: no caso das resinas convencionais, 2 mm; para as de tipo *Bulk Fill*, 5 mm.;
- Tratamento térmico: com ou sem tratamento a 170°C por 10 minutos;
 - Envelhecimento (Ciclagem mecânica): com ou sem aplicação de 150.000 ciclos de carga de 14,7 N;
 - Modo de obtenção dos espécimes, com dois níveis: fotoativando a resina em um único bloco ou em porções separadas por tiras de poliéster.

Tabela 4.1 - Resinas e informações dadas pelos fabricantes

RESINA	FABRICANTE	COR / LOTE	MATRIZ	CARGA / TAMANHO / PROPORÇÃO	INCREMENTO
CHARISMA DIAMOND (CD)	Heraeus Kulzer	A1 / 010047 ^a	TCD-DI-HEA UDMA.	Vidro de fluoreto de Ba e de Al 5nm- 20 µm – média de 0,6 µm 81% em peso, 64% em volume.	2mm
FILTEK Z250 XT (FZ)	3M ESPE	A1 / 1711000408	Bis-GMA UDMA Bis-EMA TEG-DMA PEGDMA	Zircônia tamanho 20 nm e Sílica tamanho 0,1-10 µm 81,8% em peso, 67,8% em volume.	2mm
AURA BULK FILL (ABF)	SDI	Universal / 161084	Bis-EMA UDMA TEG-DMA	Vidro borossilicato de Ba e Al 0,4 µm Sílica 0,02 – 0,04 µm, , 81% em peso, 65% em volume.	5mm
FILTEK BULK FILL (FBF)	3M ESPE	A1 / N879140	UDMA DDDMA AUDMA AFM	Partículas não aglom. / agregadas: ➤ Sílica (20nm) ➤ Zircônia (4 a 11nm) Aglomerados de ➤ zircônia (20nm) e sílica (4 a 11nm), ➤ trifluoreto de itérbio (100nm). 76,5% em peso, 58,4% em volume.	5mm

Fonte: a autora

4.2 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

4.2.1 Preenchimento dos moldes não segmentados

Foram confeccionados corpos de prova em moldes de poliacetal cilíndricos com 10 mm de diâmetro e 2 ou 5 mm de altura. (Tabela 4.1).

Figura 4.1 – Molde de poliacetal não segmentado

Fonte: a autora

Para a colocação e acomodação das resinas foi utilizada uma espátula para inserção de resina número 1. O espaço do molde foi preenchido com um ligeiro excesso e, uma vez acomodada a resina, se colocou uma tira de poliéster, pressionada com a ajuda de uma lâmina de vidro para que o pequeno excesso escoasse para fora do molde; depois, retirou-se o vidro e procedeu-se à ativação por luz (Figura 4.2).

Figura 4.2 – Três momentos da confecção dos corpos de prova molde não segmentado

Fonte: a autora

4.2.2 Preenchimento dos moldes segmentados

Foram confeccionados corpos de prova cilíndricos de 10 mm de diâmetro e 1 mm de altura com empilhamento de dois ou de cinco espécimes simultaneamente. Partiu-se de um molde de poliacetal (

Figura 4.3) com a parede lateral segmentada em cinco anéis numerados, cada um com 1 mm de altura. Um alinhador externo, constituído por um anel metálico, manteve os segmentos em posição, alinhados e paralelos.

Figura 4.3 – Molde de poliacetal segmentado

Fonte: a autora

O anel de poliacetal de número 5 foi colocado dentro do anel de aço e assentado sobre uma tira de poliéster. O molde foi então preenchido com resina e, uma vez colocada a resina, colocou-se outra tira de poliéster. Com a ajuda de um vidro circular exerceu-se uma ligeira pressão para que o pequeno excesso de resina escoasse por completo para fora do molde. Depois, retirou-se o vidro, colocou-se o molde seguinte, o de número 4, e repetiram-se todos os passos anteriores, até completar duas ou cinco camadas, dependendo da resina composta utilizada (

Figura 4.4).

Figura 4.4 – Confeção dos corpos de prova no molde segmentado

Fonte: a autora

4.2.3 Fotoativação e extração dos espécimes

Os corpos de prova foram fotoativados com o aparelho LED Valo Cordless (Ultradent – South Jordan, Estados Unidos), com ponta de 10 mm de diâmetro ativo. O aparelho foi colocado sobre um apoio (Figura 4.5) confeccionado com silicone de condensação (Optosil® Comfort Putty). Este molde permitiu que a ponta do aparelho se posicionasse centrada sobre o corpo de prova. A fotoativação foi realizada em um único período, padronizado em 20 segundos (seguindo a indicação do fabricante das resinas em estudo), com irradiância de 1000 mW/cm², densidade de 20 J/cm².

Figura 4.5 – Fotoativação. A: molde segmentado B: Molde não segmentado

Fonte: A autora

Após a fotoativação, os excessos de material foram removidos com o auxílio de uma lâmina de bisturi nº 11 (Advantive, Jiangsu-China). Em seguida, os espécimes foram separados, no caso do molde segmentado, e identificados (caneta de tinta permanente IDENTI-PEN Sakura of America) na face voltada para a irradiação, no que se refere a sua distância da fonte de luz (Figura 4.6).

Figura 4.6 – Processo para extrair e identificar os corpos de prova com o molde segmentado

Fonte: a autora

No caso do molde não segmentado, o bloco foi separado do molde e identificado com a mesma caneta de tinta permanente na face voltada para a irradiação (topo) e a face mais afastada da irradiação (base) Figura 4.7.

Figura 4.7 – Separação dos corpos de prova do molde não segmentado

Fonte: a autora

4.2.4 Corte dos espécimes do molde não segmentado

Como os espécimes para teste das propriedades precisavam ter apenas 1 mm de altura, e o corte da resina foi feito com disco diamantado que desgastava uma espessura de aproximadamente 0,35 mm, para conseguir obter cada corpo de prova a partir do molde não segmentado com 2 mm de altura, foi necessário confeccionar 2 cilindros de compósito: um para obter o espécime do primeiro milímetro do topo e outro para obter o espécime com um milímetro da resina da base.

Para obter os dois corpos de prova do molde de 5mm de profundidade foi confeccionado apenas um cilindro, já que, de um único cilindro foi possível cortar um corpo de prova do primeiro milímetro de espessura (do topo) e outro corpo de prova do último milímetro (da base).

Para o corte, os cilindros obtidos do molde não segmentado foram colados com cera (PK KOTA Brasil) em um cano de PVC preenchido com acrílico para serem cortados com um disco de 0,35 mm de espessura (Buehler). Os cortes foram feitos com uma máquina Isomet 1000 (Buehler Lake Bluff.USA) Figura 4.8.

Figura 4.8 – Corte dos cilindros para obtenção dos corpos de prova

Fonte: a autora

4.2.5 Tratamento térmico

Os espécimes controle, sem tratamento térmico, foram apenas fotoativados conforme ao protocolo descrito no item 4.2.3.

Para o TT, após um período de 6 horas da fotoativação, os espécimes foram levados a uma estufa de precisão (Orion 520, Fanem - São Paulo, Brasil) pré aquecida a 170°C. Com auxílio de uma bandeja metálica, os cilindros foram posicionados no centro da grade. A partir desse momento, foram contados 10 minutos, e, a seguir, a bandeja com os corpos de prova foi retirada para resfriarem até a temperatura ambiente.

4.2.6 Envelhecimento acelerado

A forma de envelhecimento acelerado utilizado neste estudo foi a ciclagem mecânica: após fotoativação e 24 horas do armazenamento a seco em uma estufa a

37°C, tempo suficiente para os procedimentos de obtenção dos espécimes com tratamento térmico; metade dos corpos de prova foi colocada na máquina de ciclagem mecânica (Figura 4.9), com a face que recebeu a irradiação para cima. Eles foram ciclados por 150.000 vezes, a 2 Hz, com uma carga de 14,7 N e imersos em água à temperatura ambiente.

A metade da amostra não submetida a este protocolo de envelhecimento ficou, no período correspondente, armazenada a seco em temperatura ambiente.

Figura 4.9 – Cicladora Mecânica

Fonte: a autora

4.2.7 Grau de conversão (GC)

Para a análise do grau de conversão ($n=3$), foi utilizada a técnica de espectroscopia no infra-vermelho com transformada de Fourier (FT-IR Vertex70, Brüker Optik GmbH – Reino Unido), com os parâmetros de leitura/resolução de 4cm^{-1} , 32 varreduras na faixa de 2000 a 100 cm^{-1} e potência de 100 mW . A correção da linha base e a normalização da curva foram feitas com auxílio do programa OPUS Brüker Optik), aumentando a sua intensidade e facilitando a visualização (Figura 4.10).

As alturas dos picos das bandas de 1610 e 1640 cm^{-1} foram mensuradas para utilização da equação que determina o grau de conversão (GC):

$$GC = 100 \times \left[1 - \left(\frac{(\text{alifático/aromático}) \text{ curado}}{(\text{alifático/aromático}) \text{ não curado}} \right) \right]$$

Figura 4.10 – A: espectrofotômetro; B: detalhe do suporte com o espécime sendo atravessado pela luz

Fonte: a autora

Para este teste foi utilizada a matriz de poliacetal segmentada:

- 1) Para a leitura na condição não curada (não polimerizada), uma porção de resina, suficiente para preencher o molde, foi colocada no molde número 1, sobre uma placa de vidro, e a resina foi acomodada. Colocou-se então uma outra lâmina de vidro, presa por fita adesiva (Figura 4.10), e se fez a leitura.
- 2) Para a leitura na condição curada imediata, o molde foi preenchido seguindo os passos 4.2.1. Utilizando a matriz completa, ativou-se a resina de acordo com o descrito no item 4.2.3. Imediatamente a matriz foi desmontada e procedeu-se, sempre pela ordem, à leitura do grau de conversão de cada fatia, iniciando pela fatia mais distante da ponteira de fotoativação terminando pela mais próxima. O tempo decorrido entre a primeira e a quinta leitura foi de, aproximadamente, dez minutos.

Para a condição tratamento térmico a leitura foi feita 24 horas após fotoativação, os espécimes foram armazenados à temperatura ambiente, divididos em dois grupos:

- a) Metade dos espécimes, após seis horas da fotoativação, foi submetida ao tratamento térmico descrito em 4.2.5 (página 46).
- b) A outra metade permaneceu à temperatura ambiente durante todo o tempo até a leitura.

4.2.8 Dureza (KHN)

Os espécimes para o ensaio de dureza Knoop ($n=3$) foram obtidos conforme já descrito no item 4.2.1. Os espécimes tiveram então as faces irradiadas e as opostas polidas em politriz (EcoMet/Automet 300, Buehler – Lake Bluff, Estados Unidos) sob irrigação, com lixa número 4000 por 2 minutos, sob carga de 20 N e 70 rpm do prato.

Os espécimes foram identificados com caneta marcadora permanente na face irradiada. Foram levados a um microdurômetro (Shimadzu HVM-2–Tóquio, Japão), onde foram feitas as endentações com carga de 100 g por 20 segundos (Figura 4.11).

As mensurações de dureza foram efetuadas na metade dos espécimes em 6 regiões duas no lado esquerdo, duas no centro e duas no lado direito de cada face dos espécimes a saber:

No lado esquerdo, a 1 mm da borda se fez a primeira endentação. A segunda foi feita a 0,5mm. No centro do disco: duas medidas foram tomadas, uma a 0,5 mm para a esquerda e outra a 0,5 mm para a direita. A primeira medida do lado direito foi a 1mm da borda e a outra a 0,5 mm da primeira medida (Figura 4.12).

Figura 4.11 – Microdurômetro

Fonte: a autora

Figura 4.12 – Ilustração representativa das indentações realizadas nos espécimes

Fonte: a autora

4.2.9 Resistência à flexão biaxial (RFB)

Para obtenção dos espécimes (n=10) a serem utilizados no ensaio de resistência à flexão, foram utilizados os moldes como anteriormente descrito no tópico 4.2, as dimensões dos espécimes obtidos foram tabuladas; aferidas por meio de um paquímetro digital (Mitutoyo, Japão) e registradas.

Para o ensaio de resistência à flexão propriamente dita, usou-se um dispositivo do tipo pistão sobre três bolas, a base apresenta três esferas de aço de 2,5mm de diâmetro dispostas num círculo com 8 mm de diâmetro. Este dispositivo foi colocado numa máquina de ensaios mecânicos universal (modelo SS65, Instron Corp Canton, Estados Unidos) com célula de carga de 1000 N. A taxa de carregamento foi de 0,5 mm/min⁻¹, com ação incidente na face irradiada (Figura 4.13). Os valores de resistência à flexão (MPa), foram calculados por meio da seguinte fórmula:

$$\sigma_{BI} = \frac{-0,2387 P (X-Y)}{b^2} \quad (1)$$

Onde P é a carga máxima de fratura (em N); b é a espessura do disco (em mm); ν é o coeficiente de Poisson (0,25); X e Y descritos nas fórmulas (2) e (3).

$$X = (1 + \nu) \ln \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 + \left[\left(\frac{1-\nu}{2} \right) \right] \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \quad (2)$$

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2 \quad (3)$$

Onde r_1 é o raio do círculo em que estão posicionadas as esferas de aço (4 mm); r_2 é o raio da ponta do pistão ou da área de aplicação da carga (0.6 mm), r_3 é o raio do disco (em mm).

Figura 4.13 - Ensaio de Resistência à Flexão Biaxial

Fonte: a autora

4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os programas estatísticos utilizados foram o Minitab statistical software 7 (Minitab Inc., Pennsylvania, USA) e o BioEstat 5.0 (Instituto de Desenvolvimento Sustentável Mamirauá - IDSMM / MCT / CNPq).

Para a análise estatística do grau de conversão (%), com os dados tendo aderência à curva normal e sendo homocedásticos, foram feitas duas análises de variância de três fatores:

- Uma para as resinas convencionais (marca [CD, FZ250XT]; profundidade [1 mm, 2 mm]; condição [imediato, 24h sem TT, e 24h com TT]);
- Outra para as resinas do tipo *Bulk Fill* (marca [ABF, FBF]; profundidade [1mm, 2mm, 3mm, 4mm, 5mm] condição [imediato, 24h sem TT, e 24h com TT]).

O teste de Tukey (5%) foi utilizado para comparações entre as médias.

Para a análise estatística da dureza (KHN), os dados foram normais e homocedásticos, duas análises de variância de três fatores foram realizadas, uma para cada tipo de resina:

- Uma para as resinas convencionais (marca [CD, FZ250XT]; Forma de Obtenção-Região [Topo Fatia, Base Fatia, Topo Bloco, Base Bloco]; tratamento térmico [Sem TT, Com TT])
- Outra para as resinas *Bulk Fill* (marca [ABF, FBF]; Forma de Obtenção-Região [Topo Fatia, Base Fatia, Topo Bloco, Base Bloco]; tratamento térmico [Sem TT, Com TT]); O teste de Tukey (5%) foi utilizado para comparações entre as médias.

Para a resistência à flexão, após os valores de resistência (MPa) terem sido submetidos ao teste de normalidade e homocedasticidade, verificou-se que as resinas convencionais e a Aura *Bulk Fill* apresentaram aderência à curva normal e homocedasticidade, o que não ocorreu com a resina Filtek *Bulk Fill*. Por isso foram realizadas três análises de variância de três fatores, uma para cada uma das resinas com aderência à curva normal (Charisma Diamond, Filtek Z250 XT, Aura *Bulk Fill*). Já a resina Filtek *Bulk Fill* foi avaliada pelo teste não paramétrico de Kruskal Wallis em três análises, uma para cada fator: Forma de Obtenção-Região, tratamento térmico e ciclagem.

5 RESULTADOS

5.1 RESULTADOS DA VARIÁVEL GRAU DE CONVERSÃO (GC)

5.1.1 Resinas convencionais

A Tabela 5.1 apresenta a análise de variância para o grau de conversão das resinas convencionais, dos três fatores avaliados; material (CD, FZ250XT), profundidade (1mm, 2mm) e condição, que é a conjugação de período com tratamento (imediato, 24h sem TT, e 24h com TT). A análise evidenciou significância apenas para o fator condição ($p=0,000$) e para a interação Material X Condição ($p=0,006$); isto quer dizer que o efeito da condição depende da marca, ou que não todas as marcas respondem do mesmo modo à condição de tratamento. De fato, a leitura da Figura 5.2 (na página 57) permite afirmar que o grau de conversão é semelhante para as duas resinas, tanto para a condição “Imediato” como para “Sem TT”; mas é significativamente mais alto para a resina CD que para a FZ250XT quando se aplica o tratamento térmico. Isto quer dizer que CD se beneficia significativamente mais com o tratamento. Por outro lado, basta aguardar 24 horas (Sem TT) para que o grau de conversão de FZ250XT melhore significativamente, o que não acontece com a resina CD, pelo menos não na mesma magnitude.

O teste de Tukey do fator Condição (Figura 5.1) revelou haver diferenças significantes entre as médias das três condições. As médias e os contrastes pelo teste de Tukey para a interação dupla (Material X Condição) estão apresentados na Tabela 5.2 e Figura 5.2.

Tabela 5.1 - Análise da variância para o grau de conversão (%) das resinas convencionais (CD e FZ250XT)

Fonte de variação	GL	Quadrados médios	R.Q.M.	p
Marca (M)	1	48,49	3,18	0,087
Profundidade (P)	1	23,50	1,54	0,227
Condição (Co)	2	1975,73	129,40	0,000
M X P	1	49,71	3,26	0,084
M X Co	2	98,47	6,45	0,006
P X Co	2	14,06	0,92	0,412
M X P X Co	2	5,24	0,34	0,713
Resíduo	24	15,27		
Variação Total	35			

Fonte: a autora.

Figura 5.1 - Médias e desvios padrões do grau de conversão (%) para as resinas convencionais (CD e FZ250XT) do fator Condição. Letras iguais indicam semelhança estatística (5%)

Fonte: a autora

Tabela 5.2 - Médias ($\pm$ desvio padrão) da interação dupla Marca X Condição para as resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística

Condição	Marca					
	CD			FZ250XT		
Imediato	59,6	($\pm 4,1$)	D	58,1	($\pm 5,9$)	D
Sem TT	64,8	($\pm 3,4$)	CD	67,8	($\pm 4,6$)	C
Com TT	88,1	($\pm 3,13$)	A	79,6	($\pm 0,9$)	B

Fonte: a autora

Figura 5.2 - Gráfico de médias de GC (%) da interação dupla Marca X Condição para as resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras diferentes indicam diferença significativa pelo teste de Tukey (5%)

Fonte: a autora

5.1.2 Resinas do tipo *Bulk Fill*

A análise de variância do grau de conversão das resinas do tipo *Bulk Fill* está apresentada na Tabela 5.3. Pode-se observar que todos os fatores, assim como as interações foram significantes. As médias dos fatores principais são apresentadas nas Tabela 5.5 e Tabela 5.6.

Como todas as interações foram significantes, não é possível generalizar a respeito da influência de nenhum dos fatores principais (Figura 5.3), que sempre dependerá da ação dos outros fatores. Por exemplo: a Figura 5.4 (página 60) mostra que, dentro de cada profundidade, não houve diferenças significativas entre os graus de conversão das duas marcas estudadas, exceto na profundidade de 5 mm, em que a marca ABF apresentou grau de conversão significativamente menor.

Tabela 5.3 - Análise de Variância para o grau de conversão (%) das resinas tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF)

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	R.Q.M.	p
Marca (M)	1	62,57	6,49	0,013
Profundidade (P)	4	389,79	40,44	0,000
Condição (Co)	2	4656,33	483,08	0,000
M X P	4	120,58	12,51	0,000
M X Co	2	37,95	3,94	0,025
P X Co	8	38,85	4,03	0,001
M X P X Co	8	34,15	3,54	0,002
Resíduo	60	9,64		
Variação Total	89			

Fonte: a autora.

Figura 5.3 - Gráfico de médias de GC (%) dos fatores principais para as resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras diferentes indicam diferença significativa pelo teste de Tukey (5%)

Fonte: a autora

Tabela 5.4 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Marca para grau de conversão (%). das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF) Letras iguais indicam semelhança estatística

Marca	Média ($\pm$ DP)
FBF	73,5 ($\pm$ 11,8)
ABF	71,8 ($\pm$ 12,2)

Fonte: a autora

Tabela 5.5 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Profundidade para grau de conversão (%) das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Profundidade	Média ($\pm$ DP)	Tukey (5%)
1 mm	77,0 ($\pm$ 10,0)	α
2 mm	77,4 ($\pm$ 9,5)	α
3 mm	72,1 ($\pm$ 11,2)	β
4 mm	70,8 ($\pm$ 10,9)	β
5 mm	66,2 ($\pm$ 14,7)	σ

Fonte: a autora

Tabela 5.6 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Condição para grau de conversão (%) das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Condição	Média ($\pm$ DP)	Tukey (5%)
Imediato	61,7 ($\pm$ 8,8)	C
24 h sem TT	70,2 ($\pm$ 4,8)	B
24 h com TT	86,2 ($\pm$ 3,9)	A

Fonte: a autora

As médias da interação Marca X Profundidade estão apresentadas na Tabela 5.7 e na Figura 5.4, as médias da interação Marca X Condição, na

Tabela 5.8 e Fonte: a autora

Figura 5.5, as médias da interação Profundidade X Condição, na Tabela 5.9 e na Figura 5.6. As médias da interação tripla, Marca X Profundidade X Condição estão apresentadas na Tabela 5.10 e na Figura 5.7.

Tabela 5.7 - Média ($\pm$ desvio padrão) do grau de conversão (%) para a interação Marca X Profundidade das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Profundidade	Marca					
	ABF			FBF		
1 mm	76,0	($\pm$ 10,3)	AB	78,0	($\pm$ 10,2)	A
2 mm	78,7	($\pm$ 8,04)	A	76,1	($\pm$ 11,1)	AB
3 mm	71,8	($\pm$ 10,6)	BC	72,4	($\pm$ 12,4)	BC
4 mm	71,7	($\pm$ 8,0)	BC	69,8	($\pm$ 13,7)	C
5 mm	61,1	($\pm$ 16,1)	D	71,4	($\pm$ 11,8)	BC

Fonte: a autora

Figura 5.4 - Gráfico de médias do grau de conversão (%) para interação Marca X Profundidade das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

Tabela 5.8 - Média ($\pm$ desvio padrão) do grau de conversão (%) para a interação Marca X Condição das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística.

Condição	Marca					
	ABF			FBF		
Imediato	61,6	($\pm 11,8$)	D	61,8	($\pm 4,8$)	D
24h Sem TT	69,9	($\pm 6,0$)	C	70,5	($\pm 3,4$)	C
24h Com TT	84,1	($\pm 3,7$)	B	88,4	($\pm 2,6$)	A

Fonte: a autora

Figura 5.5 - Gráfico de médias do grau de conversão (%) para interação Marca X Condição. das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

Tabela 5.9 - Média(±desvio padrão) do grau de converso (%) para a interação Profundidade X Condição das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística.

Profundidade	Condição					
	Imediato		24h Sem TT		24h Com TT	
1 mm	67,7 (±5,0)	DE	73,6 (±2,1)	CD	89,7 (±1,8)	A
2 mm	69,0 (±7,8)	CDE	74,9 (±2,2)	C	88,4 (±2,0)	AB
3 mm	61,3 (±2,9)	F	68,3 (±1,5)	DE	86,7 (±2,0)	AB
4 mm	59,7 (±4,2)	F	68,6 (±3,5)	CDE	84,0 (±3,6)	AB
5 mm	50,7 (±9,1)	G	65,6 (±6,0)	EF	82,9 (±4,0)	B

Fonte: a autora

Figura 5.6 - Gráfico de médias do grau de conversão (%) para interação Profundidade X Condição das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

Tabela 5.10 - Média ($\pm$ desvio padrão) do grau de conversão (%) da interação tripla Marca X Profundidade X Condição das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Profundidade	Condição	Marca	
		AU	FB
1mm	Imediato	67,0 ($\pm 7,4$) GHIJK	68,8 ($\pm 2,1$) GHIJ
	24h Sem TT	73,0 ($\pm 3,2$) EFGH	73,9 ($\pm 0,7$) EFGH
	24h Com TT	88,0 ($\pm 0,8$) ABC	91,2 ($\pm 0,1$) A
2mm	Imediato	73,0 ($\pm 9,8$) EFGH	64,7 ($\pm 0,8$) HIJKL
	24h Sem TT	76,0 ($\pm 1,9$) DEFG	73,7 ($\pm 2,1$) EFGH
	24h Com TT	87,0 ($\pm 1,2$) ABC	89,9 ($\pm 1,5$) AB
3mm	Imediato	62,0 ($\pm 3,7$) IJKL	60,2 ($\pm 2,0$) JKL
	24h Sem TT	68,0 ($\pm 1,8$) GHIJK	68,9 ($\pm 1,0$) GHIJ
	24h Com TT	85,0 ($\pm 1,3$) ABCD	88,0 ($\pm 1,9$) ABC
4mm	Imediato	63,0 ($\pm 2,9$) IJKL	56,4 ($\pm 1,4$) L
	24h Sem TT	71,0 ($\pm 3,0$) EFGHI	66,1 ($\pm 1,4$) GHIJKL
	24h Com TT	81,0 ($\pm 1,2$) BCDE	87,1 ($\pm 1,5$) ABC
5mm	Imediato	42,7 ($\pm 3,1$) M	58,8 ($\pm 1,3$) KL
	24h Sem TT	61,4 ($\pm 5,6$) IJKL	69,8 ($\pm 2,6$) FGHIJ
	24h Com TT	79,2 ($\pm 1,2$) CDEF	85,6 ($\pm 2,7$) ABCD

Fonte: a autora

Figura 5.7 - Gráfico de médias do grau de conversão (%) para interação tripla Marca X Profundidade X Condição. Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: autora

5.2 RESULTADOS DA VARIÁVEL DUREZA (KHN)

Para este ensaio foi feita uma análise de variância de três fatores (Marca, Forma de Obtenção e Tratamento Térmico), o fator Forma de obtenção é a conjugação da técnica de confecção (Fatia ou Bloco) e com a profundidade (Topo ou Base)

5.2.1 Resinas convencionais

Os resultados obtidos da análise de variância das resinas convencionais são apresentados na Tabela 5.11. Todos os fatores principais (Figura 5.8) apresentam significância: Marca Tabela 5.12, Forma de Obtenção Tabela 5.13 e Tratamento Térmico Tabela 5.14. A média e desvio padrão da interação Marca X Forma de Obtenção, que mostrou significância, esta apresentada na Tabela 5.15 (pagina 67).

Na Figura 5.9 (pagina 68), no gráfico de médias da interação, pode-se observar que o motivo da significância está em que, quando os espécimes da resina CD e FZ250XT foram obtidos por fatias, a dureza da Fatia – Base foi significativamente menor que a da Fatia – Topo. Porém, quando os espécimes foram confeccionados em bloco, a dureza não variou significativamente entre o Topo e a Base para a resina FZ250XT, mas variou significativamente para a resina CD, que apresentou dureza menor na Base. Também pode-se observar que a diferença nos valores de dureza entre Fatia – Topo e Fatia – Base é bem maior quando comparada com Bloco – Topo e Bloco – Base. As interações que não foram significantes são apresentadas na

Figura 5.10 (página 68) e Figura 5.11 (página 69).

Tabela 5.11 - Análise da variância para dureza (KHN) das resinas convencionais (CD e FZ250XT)

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	R.Q.M.	p
Marca (M)	1	2514,37	180,95	0,000
Forma de Obtenção (O)	3	867,64	62,44	0,000
Tratamento Térmico (TT)	1	905,42	65,16	0,000
M X O	3	158,52	11,41	0,000
M X TT	1	1,07	0,08	0,783
O X TT	3	9,22	0,66	0,581
M X O X TT	3	6,19	0,45	0,722
Resíduo	32	13,90		
Variação Total	47			

Fonte: a autora

Figura 5.8 - Gráfico de médias de Dureza (KHN) dos fatores principais (Marca, Forma de Obtenção, Tratamento Térmico) das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

Tabela 5.12 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Marca para a dureza (KHN) das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística

Marca	Média ($\pm$ DP)
F250XT	64,8 ($\pm$ 8,2)
CD	50,8 ($\pm$ 11,4)

Fonte: a autora

Tabela 5.13 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a dureza (KHN) das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística

Forma de Obtenção	Média ($\pm$ DP)	Tukey (5%)
Fatia-Topo	67,3 ($\pm$ 8,6)	α
Fatia-Base	48,2 ($\pm$ 14,3)	σ
Bloco-Topo	61,7 ($\pm$ 7,2)	β
Bloco-Base	54,0 ($\pm$ 8,3)	γ

Fonte: a autora

Tabela 5.14 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a dureza (KHN) das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística

Tratamento Térmico	Média ($\pm$DP)
Sem TT	53,2 ($\pm$ 11,4)
Com TT	54,2 ($\pm$ 11,3)

Fonte: a autora

Tabela 5.15 - Média ($\pm$ desvio padrão) da dureza (KHN) para interação dupla Marca X Forma de Obtenção das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística

Forma de Obtenção-	Marca			
	CD		FFZ250XT	
Fatia-Topo	60,8 ($\pm$ 6,1)	BC	73,9 ($\pm$ 4,6)	A
Fatia- Base	35,9 ($\pm$ 4,4)	E	60,6 ($\pm$ 7,8)	BC
Bloco- Topo	57,8 ($\pm$ 6,1)	C	65,5 ($\pm$ 6,3)	B
Bloco- Base	48,7 ($\pm$ 7,4)	D	59,3 ($\pm$ 5,6)	BC

Fonte: a autora

Figura 5.9 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla Marca X Forma de Obtenção das resinas convencionais (CD e FZ250XT). Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

Figura 5.10 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla não significativa Marca X Tratamento térmico das resinas convencionais (CD e FZ250XT)

Figura 5.11 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla não significativa Forma de Obtenção X Tratamento térmico das resinas convencionais (CD e FZ250XT).

5.2.2 Resinas do tipo *Bulk Fill*

Os resultados da análise de variância das resinas *Bulk Fill* são apresentados na Tabela 5.16. Todos os fatores principais apresentaram significância. As médias e os desvios padrão dos fatores principais estão apresentados nas Tabela 5.17, Tabela 5.18, e Tabela 5.19. Quanto às interações, apenas Marca X Tratamento Térmico apresentou significância. A Figura 5.12 (página 71) evidencia que a resina Filtek *Bulk Fill* foi beneficiada significativamente pelo tratamento térmico, mesmo apresentando uma dureza significativamente maior que a ABF em todos os casos.

Tabela 5.16 - Análise da variância para dureza (KHN) das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF)

Fonte de variação	GL	Quadrados médios	R.Q.M.	p
Marca (M)	1	2576,18	151,99	0,000
Forma de Obtenção (O)	3	760,87	44,89	0,000
Tratamento Térmico (TT)	1	999,57	58,97	0,000
M X O	3	38,14	2,25	0,101
M X TT	1	208,89	12,32	0,001
O X TT	3	23,74	1,40	0,261
M X O X TT	3	7,55	0,45	0,722
Resíduo	32	16,95		
Variação Total	47			

Fonte: a autora

Tabela 5.17 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Marca para a dureza (KHN) das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Marca	Média ($\pm$ DP)
FBF	47,2 ($\pm$ 9,9)
ABF	33,1 ($\pm$ 9,2)

Fonte: a autora

Tabela 5.18 - Médias ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a dureza (KHN) das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Forma de Obtenção	Média ($\pm$ DP)	Tukey (5%)
Fatia-Topo	48,1 ($\pm$ 7,8)	α
Fatia-Base	29,9 ($\pm$ 11,4)	σ
Bloco-Topo	44,5 ($\pm$ 9,5)	β
Bloco-Base	38,0 ($\pm$ 10,2)	γ

Fonte: a autora

Tabela 5.19 - Médias ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a dureza (KHN) das resinas de tipo *Bulk Fill* (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Tratamento Térmico	Média ($\pm$ DP)
Sem TT	35,9 ($\pm$ 9,1)
Com TT	44,4 ($\pm$ 12,7)

Fonte: a autora

Tabela 5.20 - Médias da dureza (KHN) para interação Marca X Tratamento Térmico das resinas de tipo Bulk Fill (ABF e FBF). Letras iguais indicam semelhança estatística

Tratamento Térmico	Marca	
	AURA BF	FILTEK FBF
Sem TT	31,2 ($\pm 9,7$) C	40,5 ($\pm 5,7$) B
Com TT	35,0 ($\pm 9,8$) C	53,8 ($\pm 7,1$) A

Fonte: a autora

Figura 5.12 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla Marca X Tratamento Térmico das resinas de tipo Bulk Fill. Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

A seguir são apresentados os gráficos correspondentes às interações não significantes Marca X Forma de Obtenção (Figura 5.13), Obtenção X Tratamento térmico (Figura 5.14)

Figura 5.13 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla não significativa Marca X Forma de Obtenção das resinas de tipo Bulk Fill. Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

Figura 5.14 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla não significativa Forma de Obtenção X Tratamento Térmico das resinas de tipo Bulk Fill. Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

5.3 RESULTADOS RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL (RFB)

Foram feitas as análises de variância individualmente, para cada resina que obteve homocedasticidade e aderência à curva normal (CD, FZ250XT e ABF) e Kruskal Wallis para a resina FBF. O Fator Ciclagem é a forma de envelhecimento acelerado que foi utilizada (150000 X 14,7N). O fator Forma de Obtenção é a conjugação da técnica de confecção (Fatia ou Bloco) e com a profundidade (Topo ou Base)

5.3.1 Charisma Diamond

A Tabela 5.21 apresenta a análise de variância para a resina Charisma Diamond, que evidenciou significância para dois dos fatores principais, cujas médias são apresentadas na Tabela 5.22 (Forma de Obtenção) e na Tabela 5.23 (Tratamento Térmico). A Tabela 5.24 apresenta as médias da interação tripla, também significativa.

Tabela 5.21 - Análise da variância para Resistência a Flexão (MPa) da Resina Charisma Diamond

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	R.Q.M.	p
Forma de Obtenção (O)	3	6419,5	7,74	0,000
Tratamento Térmico (TT)	1	46420,6	55,94	0,000
Ciclagem mecânica (C)	1	1800,7	2,17	0,143
O X TT	3	871,4	1,05	0,372
O X C	3	605,5	0,73	0,536
TT X C	1	2809,3	3,39	0,068
O X TT X C	3	3240,3	3,90	0,010
Resíduo	144	829,9		
Variação Total	159			

Fonte: a autora

Tabela 5.22 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a resistência à flexão (MPa) da resina CD. Letras iguais indicam semelhança estatística

Forma de Obtenção	Média ($\pm$ DP)	Tukey (5%)
Fatia-Topo	239,7 ($\pm$ 31,7)	A
Fatia-Base	211,4 ($\pm$ 42,9)	B
Bloco-Topo	236,1 ($\pm$ 26,4)	A
Bloco-Base	226,2 ($\pm$ 34,6)	AB

Fonte: a autora

Figura 5.15 - Gráfico de médias da resistência a flexão (MPa) para o fator Forma de Obtenção da resina CD. Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

Tabela 5.23 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a resistência à flexão (MPa) da resina CD. Letras iguais indicam semelhança estatística

Tratamento Térmico	Média ($\pm$ DP)
Com TT	245,4 ($\pm$ 32,7)
Sem TT	211,3 ($\pm$ 30,4)

Fonte: a autora

Figura 5.16 - Gráfico de médias da resistência a flexão (MPa) para o fator Tratamento Térmico da resina CD. Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

Tabela 5.24 - Médias ($\pm$ desvio padrão) da interação tripla Forma de Obtenção-Região X Tratamento térmico X Ciclagem para a resistência a flexão (MPa) da resina CD. Letras iguais indicam semelhança estatística

Marca	Formas de obtenção Região	Tratamento térmico	Ciclagem	Resistência a flexão Média (DP)	Tukey (5%)
CD	Fatia topo	SEM	SEM	220,9 ($\pm 26,0$)	AB
			COM	233,4 ($\pm 24,9$)	AB
		COM	SEM	255,1 ($\pm 28,8$)	A
			COM	249,5 ($\pm 37,6$)	A
	Fatia base	SEM	SEM	212,7 ($\pm 33,6$)	ABC
			COM	174,7 ($\pm 30,5$)	C
		COM	SEM	214,9 ($\pm 44,2$)	ABC
			COM	243,3 ($\pm 36,0$)	A
	Bloco topo	SEM	SEM	228,0 ($\pm 26,0$)	AB
			COM	215,0 ($\pm 44,2$)	ABC
		COM	SEM	256,0 ($\pm 24,1$)	A
			COM	245,3 ($\pm 11,6$)	A
	Bloco base	SEM	SEM	213,8 ($\pm 17,7$)	ABC
			COM	192,0 ($\pm 18,8$)	BC
		COM	SEM	252,2 ($\pm 27,5$)	A
			COM	246,7 ($\pm 32,8$)	A

Fonte: a autora

5.3.2 Resina Filtek Z250 XT

A Tabela 5.25 apresenta a análise da variância para a resina Filtek Z250XT, observou-se significância estatística para todos os fatores principais. A Tabela 5.26 apresenta as médias do Fator Forma de Obtenção. Pode-se dizer que a base, quando foi obtida pelo molde segmentado apresentou uma resistência à flexão menor do que o topo, mas quando os espécimes foram obtidos com o molde não segmentado, em bloco, os valores do Topo e a Base foram semelhantes. Quanto ao tratamento térmico (Tabela 5.27), observou-se que há um aumento da resistência à flexão quando os

espécimes foram submetidos ao calor. Quando os espécimes foram submetidos à ciclagem mecânica tiveram diminuição da resistência (Tabela 5.28). As médias da interação que foi significativa, Forma de Obtenção X Tratamento Térmico, estão apresentadas na Tabela 5.29. Nesta tabela pode-se ver que o valor mais baixo foi o apresentado pela Fatia – Base quando não recebeu tratamento térmico; a fatia topo com tratamento térmico foi a condição que obteve os valores mais altos.

Tabela 5.25 - Análise da variância para Resistência à Flexão (MPa) da Resina Filtek Z250XT

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	R.Q.M.	p
Forma de Obtenção-Region (O)	3	3233,2	4,48	0,005
Tratamento Térmico (TT)	1	3781,5	5,24	0,024
Ciclagem (C)	1	7809,0	10,82	0,001
O X TT	3	2262,2	3,13	0,028
O X C	3	116,6	0,16	0,922
TT X C	1	1638,5	2,27	0,134
O X TT X C	3	555,5	0,77	0,513
Resíduo	144	722,0		
Varição Total	159			

Fonte: a autora

Tabela 5.26 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a resistência à flexão (MPa) da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística

Forma de Obtenção	Média ($\pm$ DP)	Tukey (5%)
Fatia-Topo	219,0 ($\pm$ 29,5)	A
Fatia-Base	200,0 ($\pm$ 30,9)	B
Bloco-Topo	210,7 ($\pm$ 30,3)	AB
Bloco-Base	219,0 ($\pm$ 22,1)	A

Fonte: a autora

Tabela 5.27 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a resistência à flexão (MPa) da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística

Tratamento Térmico	Média ($\pm$ DP)
Com TT	217,1 ($\pm$ 30,9)
Sem TT	207,3 ($\pm$ 26,7)

Fonte: a autora

Tabela 5.28 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Ciclagem para a resistência à flexão (MPa) da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística

Ciclagem	Média (MPa) $\pm$ desvio padrão
Com C	219,2 ($\pm$ 32,2)
Sem C	205,2 ($\pm$ 24,1)

Fonte: a autora

Tabela 5.29 - Médias ($\pm$ desvio padrão) da interação Forma de Obtenção X Tratamento Térmico da resistência a flexão (MPa) da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística

Forma de Obtenção	Tratamento Térmico	
	Sem TT	Com TT
Fatia-Topo	206,6 ($\pm$ 30,3) ^{ABC}	231,4 ($\pm$ 23,4) ^A
Fatia – Base	193,7 ($\pm$ 32,9) ^C	206,5 ($\pm$ 28,1) ^{ABC}
Bloco – Topo	216,3 ($\pm$ 18,2) ^{ABC}	205,2 ($\pm$ 38,6) ^{BC}
Bloco - Base	212,9 ($\pm$ 17,7) ^{ABC}	225,2 ($\pm$ 24,6) ^{AB}

Fonte: a autora

Figura 5.17 - Gráfico de médias de resistência à flexão (MPa) para interação dupla não significativa Forma de Obtenção X Ciclagem da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

Figura 5.18 - Gráfico de médias de dureza (KHN) para interação dupla não significativa Tratamento Térmico X Ciclagem da resina FZ250XT. Letras iguais indicam semelhança estatística

Fonte: a autora

5.3.3 Resina Aura *Bulk Fill*

Não foi possível, com a utilização da resina Aura *Bulk Fill*, a obtenção de espécimes na condição Fatia Base Sem TT com ciclagem. Por este motivo, o grupo bloco base sem TT com ciclagem, apesar de fornecer os corpos de prova, foi excluído, para a análise de variância ser utilizada. A Tabela 5.30 apresenta os resultados da análise da variância para a resistência à flexão (MPa), que evidenciou significância para dois dos fatores principais, cujas médias são apresentadas nas Tabela 5.31 e 5.33. Com relação à forma de obtenção, se evidenciou que quando os espécimes são obtidos com o molde não segmentado a resistência à flexão foi semelhante entre topo e base. Quanto ao tratamento térmico, (Tabela 5.32) pode-se dizer que agiu aumentando os valores de resistência.

Tabela 5.30 - Análise da Variância da Resistência à Flexão (MPa) da Resina Aura *Bulk Fill*

Fonte de variação	GL	Quadrados Médios	R.Q.M.	p
Obtenção-Região (O)	3	11893,8	114,37	0,000
Tratamento Térmico (TT)	1	2691,2	25,88	0,000
Ciclagem mecânica (C)	1	6,3	0,06	0,806
O X TT	3	180,0	1,73	0,165
O X C	3	162,0	1,56	0,204
Resíduo	108	104,0		
Variação Total	119			

Fonte: a autora

Tabela 5.31 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a resistência à flexão (MPa) da resina ABF. Letras iguais indicam semelhança estatística

Forma de Obtenção	Média ($\pm$ DP)	Tukey (5%)
Fatia-Topo	105,6 ($\pm$ 12,0)	A
Fatia-Base	51,3 ($\pm$ 13,5)	B
Bloco-Topo	98,1 ($\pm$ 9,7)	A
Bloco-Base	95,6 ($\pm$ 10,5)	A

Fonte: a autora

Tabela 5.32 - Média ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a resistência à flexão (MPa) da resina ABF. Letras iguais indicam semelhança estatística

Tratamento Térmico	Média ($\pm$ DP)
Com TT	91,4 ($\pm$ 24,4)
Sem TT	80,1 ($\pm$ 22,3)

Fonte: a autora

Somente como forma de ilustração, para uma melhor visualização dos resultados, seguem as figuras 5-23 e 5-24, referentes às interações não significantes Forma de Obtenção X Tratamento Térmico e Forma de Obtenção X Ciclagem.

Figura 5.19 - Gráfico de médias de resistência à flexão da interação dupla não significativa da resina ABF Forma de Obtenção X Tratamento Térmico

Fonte: a autora

Figura 5.20 - Gráfico de médias de resistência a flexão da interação dupla não significativa da resina ABF Forma de Obtenção-Região X Ciclagem

5.3.4 Resina Filtek *Bulk Fill*

Para os dados obtidos neste ensaio, o teste de Kruskal Wallis apresentou significância para os fatores principais: Forma de Obtenção, Tratamento Térmico e Ciclagem (Tabela 5.33). As médias e respectivos desvios padrão para todas as condições do experimento estão apresentadas na Tabela 5.36. São apresentadas também as tabelas com as médias do fator Forma de Obtenção (5-35) e do fator Tratamento Térmico (5-36).

Tabela 5.33 - Análise de Kruskal Wallis da resistência à flexão (MPa) para a resina Filtek *Bulk Fill*

Fonte de variação	GL	H	p
Obtenção-Região (O)	3	51,1	0,000
Tratamento Térmico (TT)	1	64,8	0,000
Ciclagem mecânica (C)	1	2,3	0,126

Tabela 5.34 - Médias ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção para a resistência a flexão (MPa). De resina FBF. Letras iguais indicam semelhança estatística

Forma de Obtenção	Média ($\pm$DP)	Student-Newman-keuls
Fatia-Topo	217,6 ($\pm$ 40,0)	A
Fatia-Base	157,6 ($\pm$ 20,9)	C
Bloco-Topo	191,6 ($\pm$ 32,7)	B
Bloco-Base	181,6 ($\pm$ 24,4)	B

Fonte: a autora

Tabela 5.35 - Médias ($\pm$ desvio padrão) do fator Tratamento Térmico para a resistência à flexão (MPa) da resina FBF. Letras iguais indicam semelhança estatística

Tratamento Térmico	Média ($\pm$DP)
Com TT	210,6 ($\pm$ 44,4)
Sem TT	164,2 ($\pm$ 30,4)

Fonte: a autora

Tabela 5.36 - Médias ($\pm$ desvio padrão) do fator Forma de Obtenção-Região, Tratamento Térmico, Ciclagem para a resistência à flexão (MPa).

Marca	Formas de obtenção Região	Tratamento térmico	Ciclagem	Resistência a flexão Média (DP)	Student-Newman-keuls
FBF	Fatia topo	SEM	SEM	198,0 ($\pm 8,2$)	BCD
			COM	165,9 ($\pm 17,5$)	FGH
		COM	SEM	256,2 ($\pm 10,9$)	A
			COM	250,2 ($\pm 15,8$)	A
	Fatia base	SEM	SEM	150,3 ($\pm 12,9$)	GH
			COM	133,3 ($\pm 15,1$)	H
		COM	SEM	174,6 ($\pm 11,0$)	DEFG
			COM	171,7 ($\pm 10,6$)	EFG
	Bloco topo	SEM	SEM	192,0 ($\pm 11,1$)	BCDEF
			COM	144,4 ($\pm 17,5$)	GH
		COM	SEM	208,7 ($\pm 11,4$)	AC
			COM	221,9 ($\pm 16,4$)	AB
	Bloco base	SEM	SEM	155,2 ($\pm 12,7$)	GH
			COM	171,1 ($\pm 17,7$)	EFG
		COM	SEM	194,5 ($\pm 12,5$)	BCDE
			COM	207,1 ($\pm 12,0$)	AC

Fonte: a autora

6 DISCUSSÃO

Um desafio da odontologia atual é reduzir o tempo nos procedimentos clínicos. E, quando se trabalha com compósitos, é necessário que fiquem com as melhores propriedades físico-mecânicas possíveis, de modo a aumentar a longevidade e as possibilidades de indicações. As resinas do tipo *Bulk fill* ou de polimerização em bloco ajudam a economizar tempo clínico, já que a foto polimerização pode ser feita em incrementos entre quatro e cinco milímetros, sem o prejuízo inerente à contração de polimerização (21, 68, 69).

Para diminuir alguns dos efeitos da contração de polimerização, indicam-se peças indiretas. Nestas, ainda é possível melhorar as propriedades mediante tratamento térmico e/ou pressão (com ou sem atmosfera controlada) (29, 62, 70, 71) aplicado aos materiais de restauração. Assim, mesmo que os fabricantes os tenham recomendado para uso direto, podem ser usados como materiais para técnicas indiretas de construção de *onlay* ou *inlay* (2), o que diminui também o custo da restauração. Quando um compósito é aquecido a uma temperatura acima da transição vítrea (T_g), se produz um aumento na mobilidade e na reatividade das cadeias que ainda contém radicais livres ativos (20, 72), passíveis de se ligarem à rede polimérica. Estudos já mostraram que o efeito da temperatura de 170 °C em compósitos convencionais promoveu melhoras nas propriedades mecânicas (28), e que um tempo curto de tratamento térmico (10 min) é suficiente para que sua influência se manifeste (20, 27). Este estudo abordou o efeito do tratamento térmico, além da forma de obtenção dos espécimes e de um protocolo de envelhecimento acelerado, no comportamento de materiais de tipo *Bulk Fill*. E para efeito de comparação, também usou - se resinas do tipo convencional.

A discussão de cada parâmetro estudado se iniciará na ordem dos resultados obtidos.

6.1 GRAU DE CONVERSÃO

Um dos fatores importantes para garantir o máximo desempenho clínico dos materiais é o grau de conversão. A deficiência de polimerização é geralmente associada com propriedades físico-mecânicas inferiores, maior solubilidade, suscetibilidade à abrasão e desgaste (16, 30, 73, 74), instabilidade de cor e sensibilidade pós-operatória atribuídas também ao monômero não polimerizado.(26).

O fato de que as resinas convencionais (CD e FZ250XT) não tenham apresentado diferença estatística significativa para grau de conversão, mas com uma interação significativa entre os fatores Marca e Condição, pode estar relacionado com as pequenas diferenças de composição (Tabela 4.1, na página 39). As médias da interação (Tabela 5.2 página 56) mostram semelhança de grau de conversão entre todos os grupos da mesma condição, exceto para o tratamento térmico. Ou seja: os fabricantes conseguiram ajustar os detalhes do sistema de ativação por luz para conseguir o que seria o maior grau possível de polimerização pode obter sem calor adicional. Porém, quando o calor adicional é aplicado, a marca FZ250XT melhora significativamente em relação à condição sem TT (de 67,8% para 79,6%), mas a marca CD apresenta uma melhora para um valor de grau de conversão significativamente ainda maior (de 64,8% para 88,1%). Isto pode ser devido ao fato da presença do monômero Bis - GMA e Bis – EMA na FZ250XT, que é mais rígido e não deve ganhar tanta mobilidade como os monômeros (34) da resina CD (TCD-DI-HEA e UDMA), com o aumento da temperatura.

Para as resinas do tipo *Bulk Fill*, o fator Marca foi significativo (Tabela 5.3 página 58); ou seja: influi no grau de conversão. De fato, a resina FBF obteve, de modo geral, os valores mais altos de grau de conversão (73,5 %) quando comparada com a resina ABF (71,9 %). Esta diferença nas médias gerais parece ser devida, principalmente, à diferença nas maiores profundidades. A Tabela 5.7 e a Figura 5.4 evidenciam a semelhança de médias, exceto para o quinto milímetro de profundidade da resina ABF. A diferença na maior profundidade pode ser atribuída à diferença de translucidez, não medida neste estudo, porém evidentemente maior para FBF. Isto é coerente com a composição informada pelos fabricantes, já que a FBF apresenta um valor menor de carga em peso e volume (peso: 76,5% contra 81%; volume: 58,4% contra 65%): supondo que as partículas de carga apresentem tamanhos semelhantes

e semelhante poder de dispersão da luz, a que tiver maior proporção de carga, será mais opaca. É conhecido que a transmissão de luz melhora com a semelhança entre os índices de refração das partículas de carga e da matriz orgânica (75), o que favorece a polimerização em maior profundidade. Além disto, os monômeros de ABF (especialmente o Bis-EMA) tendem a apresentar menor grau de conversão, devido à menor mobilidade molecular (34, 35, 37). O resultado concorda com um outro estudo realizado (69), em que a resina ABF obteve os menores valores de grau de conversão, quando comparada com outras resinas do tipo *Bulk Fill*.

O fator Profundidade não apresentou significância estatística para as resinas convencionais, mas sim para as resinas de tipo *Bulk Fill*. A Tabela 5.1, na página 56, mostra falta de significância para Profundidade e suas interações, o que pode ser interpretado como função da indicação de um máximo de profundidade de 2 mm pois, nesta espessura é possível conseguir uma polimerização uniforme. Porém, na Tabela 5.5 página 59, referente ao grau de conversão das resinas *Bulk fill*, as comparações das médias evidenciam grau de polimerização significativamente menor a partir do terceiro milímetro, diminuindo ainda mais no quinto milímetro. A interação dos fatores Marca X Profundidade (Tabela 5.7 página 60) demonstra claramente uma queda maior no quinto milímetro para a resina ABF, de aparência mais opaca, o que não acontece com a FBF, daí a interação ser significativa (ver o ponto mais baixo nos gráficos da Figura 5.4, página 60). Isto quer dizer que os fabricantes das resinas do tipo *Bulk Fill*, ao recomendar o uso em profundidades acima de 4 mm, em função de menor geração de tensões pela polimerização, podem levar a uma situação não uniforme no grau de conversão, porém com suficiente polimerização para a indicação clínica (45, 76, 77). As observações que acabaram de ser feitas ainda são demasiado generalizantes, já que a Tabela 5.10, página 63, das médias da última interação, evidencia diferenças significativas de grau de conversão (dentro da mesma marca) entre o primeiro e o quinto milímetros, nas condições imediato e 24 horas sem tratamento térmico. Mas quando comparamos o primeiro milímetro com o quinto milímetro na condição Com Tratamento Térmico, pode-se observar que o último milímetro da FBF já não apresenta diferença estatística, o que não ocorreu com a resina ABF que mesmo com o tratamento térmico continuou com diferença entre o primeiro e o quinto milímetro.

Vários autores afirmam que o grau em que os materiais são polimerizados, dentro de limites, é proporcional à intensidade de luz e total de energia a que foram expostos (56, 76-79). Dessa forma, a tabela Tabela 5.10 página 63 mostra que a

energia com que foram ativadas as resinas ABF e FBF não conseguiu polimerizar até o quinto milímetro com uniformidade. Outros estudos também encontraram diferenças significantes quando avaliaram o grau de conversão em diferentes profundidades das resinas *Bulk Fill* (80, 81).

O significado clínico da falta de uniformidade de cura detectada pelo teste estatístico, com apenas a ativação pela luz, precisa ainda ser discutida, a falta de uniformidade indica que, em alguma região da resina, não foi obtida a máxima cura possível com aquele modo de ativação. Mas o grau de conversão atingido pode proporcionar propriedades que garantam ainda um desempenho clínico aceitável. Por outro lado, nem todo o volume da restauração precisaria ter a mesma propriedade; por exemplo, a resistência à abrasão só precisa ser elevada em regiões expostas a este tipo de desafio, mas não em regiões profundas. Poderia acontecer que o incremento de propriedades conseguido com uma cura melhor não se refletisse, por exemplo, em uma maior longevidade da restauração. Mas esta é uma estimativa muito subjetiva e difícil de se justificar; o clínico pensa sempre em como manipular os materiais de modo a obter suas melhores qualidades. Segundo Silikas (77), materiais com uma taxa mínima entre 55 e 65% seria suficiente para garantir uma boa resistência à abrasão em compósitos. De qualquer forma, vale aqui ressaltar que para a resina ABF o grau de conversão imediato no quinto milímetro não atingiu o mínimo tido como aceitável, entre 55% e 65%, porém, após o período de 24 h o patamar estabelecido foi alcançado, chegando a um valor médio de 61%.

Comparando-se os dois tipos de compósitos estudados no que se refere ao fator Condição, tanto para as resinas convencionais (Figura 5.1 página 56) como para as *Bulk Fill* (Tabela 5.6 página 59), como era esperado, pela cinética da reação desencadeada pela ativação por luz, para todas as marcas se evidenciou um aumento de grau de conversão significativo (convencionais, de 58,8% para 66,3%; *Bulk Fill* de 61,7% para 70,2%) entre as condições imediato e 24 horas. Isto concorda com outros estudos que afirmam que, depois de uma resina ter recebido a fotoativação, ainda continua polimerizando seus monômeros por períodos até superiores a 24 horas (21, 76, 82). Quando os espécimes foram submetidos ao tratamento térmico, pode se observar que o efeito é de aumento do grau de conversão, corroborando com estudos anteriores. (19, 20, 23, 27, 83).

6.2 DUREZA

Para facilitar a análise optou-se por conjugar os fatores Forma de Obtenção e Região, tanto para as resinas convencionais como para as *Bulk Fill*; de modo a realizar uma análise com apenas três fatores: Marca, Forma de Obtenção-Região e Tratamento térmico.

A marca foi um dos fatores que apresentaram diferença significativa na dureza, tanto para as resinas convencionais quanto para as resinas do tipo *Bulk Fill*. Isto era esperado, pois é sabido que a dureza é uma consequência da composição de cada marca, que apresentaram diferenças entre si. Confirma-se que, entre marcas diferentes, não se encontra relação entre dureza e grau de conversão, já que, por exemplo, a resina convencional que obteve o maior grau de conversão não foi a mais dura (FZ250XT apresentou médias gerais de KHN 64,8 e de grau de conversão 68,5%, contra CD, que apresentou KHN 50,8 e grau de conversão 70,8%). Porém, nas resinas do tipo *Bulk Fill*, a que obteve o maior grau de conversão foi a mais dura (FBF apresentou KHN 47 e grau de conversão 73,5%, contra ABF, que apresentou KHN 33,1 e grau de conversão 71,9%). As diferenças de dureza parecem mais ligadas ao tipo de carga presente, resinas com carga de zircônia terminam apresentando maior dureza. Isto é corroborado com estudos que afirmam que existe uma correlação positiva entre conteúdo e a natureza da carga e dureza (28, 84).

Por isto, parece mais pertinente focar a discussão relacionada à dureza com os outros fatores, como Forma de Obtenção e Tratamento Térmico.

O fator Forma de Obtenção foi altamente significativa ($p=0,000$) tanto para resinas convencionais (Tabela 5.13 página 66) quanto para as resinas do tipo *Bulk Fill* (Tabela 5.18 página 70). Quando os espécimes foram obtidos de um molde não segmentado existiu maior uniformidade, tanto para as resinas convencionais (Bloco-Topo :61,7 KHN e Bloco-Base:54,0 KHN) como para as resinas do tipo Bulk Fill (Bloco-Topo :44,5 KHN e Bloco-Base:38,0 KHN). Quando comparadas, as médias, com as obtidas com a condição de molde segmentado: (resinas convencionais Fatia-Topo: 67,3 KHN Fatia-Base: 48,24 KHN resinas de tipo *Bulk Fill* Fatia-Topo: 48,1 KHN Fatia-Base: 29,9 KHN).

O parâmetro de dureza usado por vários autores (30, 50, 85, 86) para avaliar como aceitável a profundidade de polimerização alcançada por estes materiais na

relação Topo/Base é de 80%. Ou seja, até a profundidade onde a dureza é de pelo menos 80% daquela verificada no topo do espécime, que é a região mais próxima na ativação por luz. Partindo desta afirmação pode-se observar que a relação de dureza para a Fatia-Topo/Base é de 71,6% e para o Bloco-Topo/Base é de 87,5%; e nas resinas do tipo *Bulk Fill* Fatia-Topo/Base é de 62,16% e para o Bloco-Topo/Base é de 85,4%. Num estudo realizado por Kim (2015) (45) avaliando a dureza em função da profundidade, em corpos de prova obtidos em bloco, o resultado foi de que as resinas do tipo *Bulk Fill* alcançaram os parâmetros aceitáveis (80%), nas profundidades indicadas pelos fabricantes. Porém, vale aqui ressaltar que a forma de obtenção dos espécimes conduz a resultados, de certa forma, discrepantes, já que os valores de dureza obtidos de corpos de prova segmentados, inicialmente separados por tiras de poliéster, foram menores que aqueles obtidos dos espécimes da polimerização em blocos únicos para as regiões mais afastadas da fonte de luz. É importante lembrar também, que o método de obtenção de corpos de prova com separação prévia é bastante comum, por ser mais fácil e rápido. Contudo, tal conduta pode conduzir a resultados subestimados. Já que a tira de poliéster colocada para separar as fatias podem ter influenciado na cinética da reação de polimerização (87). Uma vez colocadas as tiras separadoras, a propagação radicalar é interrompida de um segmento para ou outro, e a polimerização nas diversas profundidades vai depender fundamentalmente da dose de energia recebida, diferente do que ocorre no bloco. Além disso, pode haver alguma dispersão da luz quando atingida a região da tira de separação (88, 89).

Quando os espécimes foram submetidos ao tratamento térmico, tanto as resinas do tipo convencional (Tabela 5.14 página 67) quanto as do tipo *Bulk Fill* (Tabela 5.19 página 70) tiveram os valores de dureza aumentados. Esse aumento é coerente com aquele verificado no grau de conversão dos compósitos submetidos às mesmas condições de tratamento, e é sabido que, para um mesmo compósito, o aumento do grau de conversão pode conduzir a um aumento nas propriedades gerais, inclusive na dureza (28, 29, 83). Além disso, é sabido que as tensões geradas pelo processo de polimerização podem ser dissipadas pelo tratamento térmico, o que também pode se refletir num aumento dos valores de dureza aferidos (20, 29, 83, 90).

Para as resinas do tipo convencional, a interação Marca X Forma de Obtenção foi altamente significativa. Pode-se inferir que as diferenças de composição conduziram a essa situação (91). De maneira geral, os valores obtidos com a

utilização da resina CD foram inferiores aos obtidos com a FZ250XT (Tabela 5.15 página 67), conforme já observado para o fator Marca isoladamente. No caso da interação, enquanto a condição Fatia Topo obteve valores maiores em relação à Fatia Base, na condição Bloco isso só ocorreu com a resina CD, enquanto a FZ250 obteve valores semelhantes para topo e base. Além disso, o que pode se dizer é que a cinética da reação de polimerização influenciou nos espécimes do molde não segmentado, ajudando o processo nas regiões mais afastadas da luz. Além disso, o que se pode dizer desta interação é que, no caso da resina FZ250XT, os valores das médias de dureza foram mais uniformes quando foram obtidos no molde não segmentado (Bloco-Topo 65,5; Bloco-Base 59,3), quando comparado com as médias de dureza obtidos com o molde segmentado (Fatia-Topo 73,9; Fatia-Base 60,6). O que pode se inferir, é que a cinética da reação de polimerização influenciou nos espécimes do molde não segmentado, ajudando o processo nas regiões mais afastadas da luz. Na resina CD, estatisticamente as médias são diferentes tanto para a Fatia- Topo/Base (Topo: 60,8/Base: 35,9) quanto para o Bloco-Topo/Base (Topo: 57,8; /Base 48,7), mas pode-se observar que, numericamente, maior é a diferença entre a Fatia-Topo/Base do que entre o Bloco-Topo/Base, o que corrobora com a ideia anteriormente expressada.

Quanto às resinas do tipo *Bulk Fill*, verifica-se que, diferentemente do que ocorreu com as resinas convencionais, a interação Marca X Forma de Obtenção não foi significativa (Tabela 5.16 página 70). Na Figura 5.11 página 69 pode se observar claramente, em contraste com a Figura 5.9 página 68, como houve uma distribuição com certo paralelismo de médias. De qualquer forma, mais uma vez aqui se verifica que a condição de obtenção de espécimes com o molde segmentado, com a separação por tiras de poliéster, conduziu a valores de dureza menos homogêneos, com maior diferença entre topo e base. O que poderia confirmar que o uso de um molde não segmentado deve ajudar na obtenção de resultados mais realistas.

Com respeito à interação significativa Material X Tratamento Térmico, para a variável dureza das resinas do tipo *Bulk Fill* pode-se considerar que, talvez, o número de repetições tenha sido insuficiente (o n para as médias da interação é igual a 3, com um coeficiente de variação alto). Enquanto para a resina FBF o tratamento térmico conduziu a valores de dureza maiores, de 40,5KHN para 53,8 KHN, a diferença numérica com a resina ABF (de 31,2 para 35,0 KHN) foi menor, e não permitiu discriminação após o Tratamento Térmico, o que é, de certa forma, surpreendente, já

que o grau de conversão, como já anteriormente, comentado, aumentou significativamente para esta resina com o tratamento térmico, com o mesmo número de repetições. No caso das resinas convencionais a interação não foi significativa, o que quer dizer que o tratamento térmico atuou da mesma maneira para as duas marcas, conduzindo a um aumento significativo nos valores de dureza após o tratamento. O que é coerente com os resultados apresentados em diversos estudos anteriores (61, 74, 83).

6.3 RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Para o estudo da resistência à flexão, mais precisamente flexão biaxial, os corpos de prova, obtidos tanto do molde segmentado quanto os provenientes do bloco único, tinham a forma de disco, de 10 mm de diâmetro. Isto se deveu, primeiramente, pelo fato de que a fotoativação fosse a mais homogênea possível, já que a ponta do fotoativador coincidia com a forma da superfície dos espécimes, e, além disso, fosse possível a aplicação do protocolo de envelhecimento adotado, com a ciclagem mecânica.

As propriedades dos compósitos resinosos podem ser alteradas em resposta à exposição a diferentes fatores (20, 92) e, de maneira geral, se deterioram em função do tempo de utilização, já que no meio oral estes estão expostos a forças mastigatórias e tensões complexas em um meio úmido, por este motivo, em ensaios laboratoriais procura-se uma maneira de mimetizar tais esforços como protocolo de envelhecimento.

Por conta dos resultados obtidos, optou-se pela realização de análise de variância para três resinas (CD, FZ250XT, ABF), para a resina FBF, por não ter apresentado normalidade nem homocedasticidade, o teste utilizado foi o Kruskal Wallis com o post hoc Student-Newman. Assim, como foi feito para a variável dureza, para a resistência à flexão a forma de obtenção e região foram conjugados para formar um só fator.

Desse modo, observou-se que o fator Forma de Obtenção apresentou diferenças significativas para as quatro resinas. Quando os corpos de prova foram obtidos pelo molde não segmentado, tanto o Bloco-Topo como o Bloco-Base

apresentam resultados semelhantes de resistência à flexão (CD Tabela 5.22 página 74, FZ250XT Tabela 5.26 página 77, ABF Tabela 5.31 página 81, FBF Tabela 5.34 página 84). Na dureza aconteceu algo similar com o mesmo fator para as quatro resinas. Isto pode confirmar que quando a polimerização é feita em bloco é muito mais homogênea, já que não depende só da dose de luz (93) (Tabela 5.13 página 66 e Tabela 5.18 página 70). Vários autores afirmam que as propriedades mecânicas das resinas do tipo *Bulk Fill* dependem da composição, da translucidez do material e da intensidade de energia da fonte ativadora (78, 81, 94, 95). Dessa forma, os fabricantes têm colocado no mercado resinas do tipo *Bulk Fill* com grande translucidez, com balanceamento de iniciadores e monômeros que permitam a reação até maiores profundidades, e conteúdo inorgânico que tenha pouca refração de luz (45, 93). Neste trabalho, os indicadores aceitos tanto para grau de conversão (55%) (77) quanto para dureza (80% para base em relação ao topo) (30, 50, 85, 86) foram alcançados. Quando se considera os valores obtidos no ensaio de resistência a flexão, também foi possível observar a mesma tendência verificada para os outros parâmetros, com diminuição evidente para os corpos de prova obtidos das Bases, especialmente na condição Fatia e com a resina ABF. Com as resinas ditas convencionais observou-se o mesmo, menor resistência das Fatias Base. Isto corrobora com a afirmação de que a propagação radicalar da reação de polimerização tem um papel fundamental na qualidade do polímero obtido. Essa propagação é interrompida no caso da interposição da tira de poliéster entre as camadas.

Como já anteriormente observado, o tratamento térmico das resinas compostas aumentou o grau de conversão e, em especial o tratamento utilizado neste trabalho, melhorou as propriedades mecânicas de resistência avaliadas (19, 20, 28, 29, 83). Isto se deu também no presente estudo.

É conhecido que quando as resinas compostas são fotopolimerizadas ocorre uma contração de polimerização, e que esta contração produz tensões. O que ocorre quando estes materiais são submetidos ao calor é que, além do aumento da conversão há um relaxamento das tensões, por meio de um pequeno movimento das cadeias poliméricas (96). Assim, o calor permitiria uma vibração e movimentação dos monômeros não reagidos aumentando o grau de conversão e permitindo a libertação de tensões (97). Num estudo realizado por Miyazaki (2010) (28) foi observada uma correlação entre grau de conversão e resistência à flexão de 20 a 50%, o que está de acordo com este estudo em que as resinas que apresentaram maior grau de

conversão, o que ocorreu na condição tratamento térmico, obtiveram os maiores valores em resistência à flexão. Assim para CD (88,1 % GC e RF 245,4 MPa), para a FZ250XT (79,6% GC e RF 217,1 MPa), para ABF (84,1% GC e 91,4 MPa) e para a FBF (88,4% GC e RF 210,6). As médias e desvio padrão para o fator Tratamento Térmico são apresentadas na Tabela 5.23 página 74 (CD), Tabela 5.27 página 77 (FZ250XT), Tabela 5.32 página 81 (ABF) e Tabela 5.35 página 84 (FBF). A seguir, é possível comparar a porcentagem de incremento entre as resinas sem tratamento térmico e com tratamento térmico. Na resina CD o aumento foi de 16,1 %, na FZ250XT foi de 4,7 %, na ABF foi de 14,1% e na FBF 28,3%.

É possível notar, que o grau de conversão aumentado pelo tratamento térmico chegou a valores de mesma ordem para todos os compósitos, convencionais ou do tipo *Bulk Fill*, de 80 a 88%. Entretanto, o mesmo não ocorreu com os valores de resistência à flexão, enquanto as resinas CD e FZ250XT (convencionais) e a FBF (*Bulk Fill*) alcançaram os valores de 245, 217 e 211 MPa, respectivamente, a resina ABF chegou a uma média de apenas 91 MPa, com 84 % de grau de conversão. Pelo exposto, parece bastante claro que o grau de conversão é muito importante nas propriedades de resistência mecânica das resinas, mas, por si só, não é suficiente. Certamente há outros fatores muito importantes (80), como a qualidade do polímero formado, que carece de maior investigação. É possível, por exemplo, que para diminuir as tensões geradas no processo de polimerização os fabricantes de resina do tipo *Bulk Fill* podem produzir um material que formaria um polímero com menor reticulado, menor número de ligações cruzadas, o que sabidamente tem influência direta nas propriedades de resistência (46, 50, 98).

Os fabricantes buscam, constantemente, aperfeiçoar seus produtos e, por isso, novos lançamentos são feitos frequentemente no mercado. Uma resposta definitiva a respeito do desempenho desses materiais só é possível com a história clínica, o que demanda muito tempo. Uma maneira de tentar ajudar na previsão do desempenho clínico dos materiais restauradores é com a utilização da caracterização do produto em ensaios laboratoriais (99, 100). Especialmente os ensaios de envelhecimento acelerado são formulados na tentativa do entendimento de como se comportaria o material durante seu uso no desafiador meio bucal. Evidentemente a mimetização dessas condições é praticamente impossível, no entanto é válida a procura de um protocolo que contribua nesse sentido. São diversos os protocolos utilizados pelos pesquisadores; ciclagem térmica, armazenamento em soluções diversas (101-104),

até ensaio de fadiga e associações (105). Neste trabalho optou-se pela realização da ciclagem mecânica em meio aquoso, como meio de aproximação das condições clínicas, pelo menos de umidade e tensões complexas geradas no material. Por isso utilizamos os corpos de prova forma de discos, colocados em três apoios com aplicação de carga no centro. A carga aplicada durante a ciclagem (14,7N) correspondeu a uma média inferior a 70% da carga requerida para a fratura dos espécimes de condição menos resistente, de tal sorte que seria possível, após a aplicação dos 150000 ciclos, causar uma diminuição de resistência que poderia diferenciar o desempenho entre as condições estudadas; Marca, Forma de Obtenção (profundidade/região), e Tratamento Térmico. De certa forma, apesar das limitações do desenho experimental, esse objetivo foi alcançado, já que foi possível fazer algumas discriminações. No caso das resinas convencionais, que de maneira geral apresentaram valores de resistência mais altos, ajudadas também pelo fato de que os corpos de prova originados da base ficavam a apenas 2 mm da fonte de luz, ainda assim pode-se notar uma tendência de menor resistência após a ciclagem para os espécimes Fatia Base sem tratamento Térmico: 174,7 MPa para CD e 193 MPa para FZ250XT. No caso das resinas do tipo *Bulk Fill*, também foi possível identificar a condição citada acima com a mais enfraquecida. Especificamente, para a resina ABF não foi possível a obtenção dos corpos de prova na condição Fatia Base sem Tratamento Térmico porque estes quebraram antes de completar os 150 000 ciclos. Este fato corrobora também com os dados referentes ao Tratamento Térmico e seu efeito no aumento das propriedades de resistência, conforme resultado apontado nas análises estatísticas de todos os materiais estudados.

Quanto à ciclagem mecânica utilizada como protocolo para este trabalho, além daquilo que já foi comentado, vale tecer algumas considerações sobre os dados que ficaram mais obscuros. Assim sendo, quando observamos a Tabela 5.25 página 77 referente à resina FZ250XT ciclada ou não, a significância verificada pela análise de variância (Tabela 5.25 página 77) demonstra que a média Com Ciclagem (219,2 MPa) é maior que na condição Sem Ciclagem (205,2 MPa), ou seja 6% menor na condição sem ciclagem. Apesar de que a diferença numérica não parece ser tão grande, o fato é que existe a diferença. Portanto, é cabível fazer algumas outras considerações. Em primeiro lugar, a resina convencional FZ250XT foi utilizada somente até a profundidade de 2 mm, onde não se observa grandes discrepâncias nos parâmetros de análise, que sempre apontaram para valores altos. Além disso, para esta resina, a

carga aplicada na ciclagem, que seguiu o mesmo protocolo geral, deve ter sido inferior ao necessário para a propagação de qualquer falha. Deve ser lembrado aqui também, que os corpos de prova que não foram utilizados para a ciclagem mecânica, que foi realizada em meio úmido, ficaram armazenados, pelo período correspondente, em ambiente seco. Essa diferença pode ter contribuído para o resultado encontrado, supondo-se, por exemplo, que a água absorvida durante o ensaio de ciclagem mecânica pode ter ajudado a remover componentes que não participaram da reação e até possibilitado a rotação de radicais que por ventura estivessem em situações de acúmulo de energia. Dessa forma conduzindo a uma situação de maior estabilidade.

Como consideração final pode-se dizer que os protocolos de envelhecimento acelerado continuam como um capítulo aberto, devendo ser ainda muito mais explorado, com vistas a uma maior aproximação da previsão de desempenho clínico.

7 CONCLUSÕES

- Não houve uma relação direta entre grau de conversão e dureza para as resinas convencionais.
- Para as resinas do tipo *Bulk Fill* o grau de conversão e a dureza diminuíram em função da profundidade, ainda assim essas resinas obtiveram valores considerados clinicamente aceitáveis.
- A forma de obtenção fatia, quando considerada a região da base, conduziu a menores valores de dureza e resistência à flexão para todas as resinas, o que não ocorreu para a forma de obtenção bloco.
- Para as quatro resinas utilizadas, o tratamento térmico conduziu a um aumento dos valores das propriedades estudadas.
- Para todas as resinas estudadas, o maior grau de conversão conduziu a maiores valores de resistência à flexão biaxial.
- As resinas podem ser discriminadas pelo protocolo de ciclagem mecânica, já que houve condição, da conjugação Marca e Forma de Obtenção-Região, que não foi capaz de fornecer corpos de prova, outras onde a resistência à flexão biaxial foi diminuída e outras onde não se verificou alteração.

REFERÊNCIAS¹

1. Alcaraz MGR, Veitz-Keenan A, Sahrman P, Schmidlin PR, Davis D, Iheozor-Ejiofor Z. Direct composite resin fillings versus amalgam fillings for permanent or adult posterior teeth. *Cochrane Database Syst Rev*. 2014(3).
2. Ferracane JL. Resin composite--state of the art. *Dent Mater*. 2011;27(1):29-38.
3. Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G. Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency. *Dent Mater*. 2013;29(2):139-56.
4. Imazato S, McCabe J, Tarumi H, Ehara A, Ebisu S. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. *Dent Mater*. 2001;17(2):178-83.
5. Gonçalves F, Azevedo CL, Ferracane JL, Braga RR. BisGMA/TEGDMA ratio and filler content effects on shrinkage stress. *Dent Mater*. 2011;27(6):520-6.
6. Ogliari FA, Ely C, Zanchi CH, Fortes CB, Samuel SM, Demarco FF, et al. Influence of chain extender length of aromatic dimethacrylates on polymer network development. *Dent Mater*. 2008;24(2):165-71.
7. Conditt M, Leinfelder K. Improving the polymerization of composite resins. *Pract Proced Aesthet Dent*. 2006;18(3):169.
8. Gonçalves F, Kawano Y, Braga R. Contraction stress related to composite inorganic content. *Dent Mater*. 2010;26(7):704-9.
9. Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA, Braga RR. Effect of temperature on composite polymerization stress and degree of conversion. *Dent Mater*. 2014;30(6):613-8.
10. McCabe J. Cure performance of light-activated composites by differential thermal analysis (DTA). *Dent Mater*. 1985;1(6):231-4.

¹ De acordo com Estilo Vancouver.

11. Freedman G, Krejci I. Warming up to composites. *Compend Contin Educ Dent*. 2004;25(5):1-4.
12. Price RB, Whalen J, Price TB, Felix CM, Fahey J. The effect of specimen temperature on the polymerization of a resin-composite. *Dent Mater*. 2011;27(10):983-9.
13. Braga R, Ferracane J. Contraction stress related to degree of conversion and reaction kinetics. *J Dent Res*. 2002;81(2):114-8.
14. Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA, Braga RR. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system. *Dent Mater*. 2008;24(9):1164-8.
15. Lu H, Stansbury J, Bowman C. Impact of curing protocol on conversion and shrinkage stress. *J Dent Res*. 2005;84(9):822-6.
16. Ferracane J, Mitchem J, Condon J, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. *J Dent Res*. 1997;76(8):1508-16.
17. Ferracane J. Elution of leachable components from composites. *J Oral Rehabil*. 1994;21(4):441-52.
18. Yap A, Han V, Soh M, Siow K. Elution of leachable components from composites after LED and halogen light irradiation. *Oper Dent*. 2004;29(4):448-53.
19. Esteves RA. Influência da composição da matriz orgânica, conteúdo inorgânico e tratamento térmico sobre diferentes propriedades de compósitos experimentais [tese]: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2013.
20. Ferracane J, Condon J. Post-cure heat treatments for composites: properties and fractography. *Dent Mater*. 1992;8(5):290-5.
21. Alshali RZ, Silikas N, Satterthwaite JD. Degree of conversion of bulk-fill compared to conventional resin-composites at two time intervals. *Dent Mater*. 2013;29(9):e213-e7.

22. Lovelth L, Newman S, Bowman C. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J Dent Res*. 1999;78(8):1469-76.
23. Caughman WF, Caughman GB, Shiflett RA, Rueggeberg F, Schuster GS. Correlation of cytotoxicity, filler loading and curing time of dental composites. *Biomaterials*. 1991;12(8):737-40.
24. Bagis YH, Rueggeberg FA. The effect of post-cure heating on residual, unreacted monomer in a commercial resin composite. *Dent Mater*. 2000;16(4):244-7.
25. Terry DA, Touati B. Clinical considerations for aesthetic laboratory-fabricated inlay/onlay restorations: a review. *Pract Proced Aesthet Dent*. 2001;13(1):51-8; quiz 60.
26. Ruyter I. Types of resin-based inlay materials and their properties. *Int Dent J*. 1992;42(3):139-44.
27. Miyazaki CL, Medeiros IS, Santana IL, Matos Jdo R, Rodrigues Filho LE. Heat treatment of a direct composite resin: influence on flexural strength. *Braz Oral Res*. 2009;23(3):241-7.
28. Miyazaki CL. Caracterização térmica, grau de conversão, resistência à flexão e dureza de compósitos comerciais tratados termicamente [tese]: Universidade de São Paulo; 2010.
29. Santana IL, Lodovici E, Matos JR, Medeiros IS, Miyazaki CL, Rodrigues-Filho LE. Effect of experimental heat treatment on mechanical properties of resin composites. *Braz Dent J*. 2009;20(3):205-10.
30. Flury S, Hayoz S, Peutzfeldt A, Hüsler J, Lussi A. Depth of cure of resin composites: is the ISO 4049 method suitable for bulk fill materials? *Dent Mater*. 2012;28(5):521-8.
31. Corral-Núñez C, Vildósola-Grez P, Bersezio-Miranda C, Campos A-D, Fernández Godoy E. STATE OF THE ART OF BULK-FILL RESIN-BASED COMPOSITES: A REVIEW. *Revista Facultad de Odontología Universidad de Antioquia*. 2015;27(1):177-96.
32. Ibarra ET, Lien W, Casey J, Dixon SA, Vandewalle KS. Physical properties of a new sonically placed composite resin restorative material. *Gen Dent*. 2015;63(3):51-6.

33. Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. Phillips' science of dental materials: Elsevier Health Sciences; 2013.
34. Sideridou I TV, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2002.
35. Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc*. 1963;66(1):57-64.
36. Kalachandra S, Taylor D, DePorter C, Grubbs H, McGrath J. Polymeric materials for composite matrices in biological environments. *Polymer*. 1993;33(1):467-8.
37. Gajewski VE, Pfeifer CS, Froes-Salgado NR, Boaro LC, Braga RR. Monomers used in resin composites: degree of conversion, mechanical properties and water sorption/solubility. *Braz Dent J*. 2012;23(5):508-14.
38. Khatri CA, Stansbury JW, Schultheisz CR, Antonucci JM. Synthesis, characterization and evaluation of urethane derivatives of Bis-GMA. *Dent Mater*. 2003;19:584-8.
39. Baldión P, Vaca D, Álvarez C, Agaton D. Comparative study of the mechanical properties of different types of composite resin. *Rev Col Inv Odont*. 2011;1(3):51-9.
40. Nazhat SN. Composites for dental applications. In: Ambrosio L, editor. *Biomedical Composites*: Elsevier; 2010. p. 201-9.
41. Łagocka R, Jakubowska K, Chlubek D, Buczkowska-Radlińska J. Elution study of unreacted TEGDMA from bulk-fill composite (SDR™ Dentsply) using HPLC. *Adv Med Sci*. 2015;60(2):191-8.
42. Benetti AR, Havndrup-Pedersen C, Honoré D, Pedersen MK, Pallesen U. Bulk-fill resin composites: polymerization contraction, depth of cure, and gap formation. *Oper Dent*. 2015;40(2):190-200.
43. Furness A, Tadros MY, Looney SW, Rueggeberg FA. Effect of bulk/incremental fill on internal gap formation of bulk-fill composites. *J Dent*. 2014;42(4):439-49.

44. Ilie N, Bucuta S, Draenert M. Bulk-fill resin-based composites: an in vitro assessment of their mechanical performance. *Oper Dent*. 2013;38(6):618-25.
45. Kim E-H, Jung K-H, Son S, Hur B, Kwon Y-H, Park J-K. Effect of resin thickness on the microhardness and optical properties of bulk-fill resin composites. *Restor Dent Endod*. 2015;40(2):128-35.
46. Fronza BM, Ayres A, Pacheco RR, Rueggeberg FA, Dias C, Giannini M. Characterization of Inorganic Filler Content, Mechanical Properties, and Light Transmission of Bulk-fill Resin Composites. *Oper Dent*. 2017;42(4):445-55.
47. Fill-Up! C. [descrição de produto] [updated 22/Nov/2017. Available from: <https://www.coltene.com/products-coltenewhaledent/adhesives-restoration/fillingmaterials/fill-up>.
48. Toh W, Yap A, Lim S. In vitro biocompatibility of contemporary bulk-fill composites. *Oper Dent*. 2015;40(6):644-52.
49. Scotti N, Comba A, Gambino A, Paolino DS, Alovise M, Pasqualini D, et al. Microleakage at enamel and dentin margins with a bulk fills flowable resin. *Eur J Dent*. 2014;8(1):1.
50. Leprince JG, Palin WM, Vanacker J, Sabbagh J, Devaux J, Leloup G. Physico-mechanical characteristics of commercially available bulk-fill composites. *J Dent*. 2014;42(8):993-1000.
51. Fugolin APP. Análise das propriedades físico-químicas de compósitos auto-adesivos e bulk-fill= Analysis of physical-chemical properties of self-adhering and bulk-fill composites [Tese]: Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba; 2015.
52. Rodriguez G. Douglas R PSNA. Evolución tendencias resinas compuestas.pdf>. *Acta Odont Venez*. 2008.
53. Ferracane JL, Stansbury J, Burke FJT. Self-adhesive resin cements—chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil*. 2011;38(4):295-314.
54. Poskus LT, Placido E, Cardoso PEC. Influence of placement techniques on Vickers and Knoop hardness of class II composite resin restorations. *Dent Mater*. 2004;20(8):726-32.

55. Correr AB, Sinhoreti MA, Sobrinho LC, Tango RN, Schneider LF, Consani S. Effect of the increase of energy density on Knoop hardness of dental composites light-cured by conventional QTH, LED and xenon plasma arc. *Braz Dent J.* 2005;16(3):218-24.
56. Rueggeberg F, Craig R. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res.* 1988;67(6):932-7.
57. Meenakumari C, Bhat K, Bansal R, Singh N. Evaluation of mechanical properties of newer nanoposterior restorative resin composites: An In vitro study. *Contemp Clin Dent.* 2018;9(5):142-6.
58. Rueggeberg FA, Cole MA, Looney SW, Vickers A, Swift EJ. Comparison of manufacturer-recommended exposure durations with those determined using biaxial flexure strength and scraped composite thickness among a variety of light-curing units. *J Esthet Restor Dent.* 2009;21(1):43-61.
59. Wendt SL, Leinfelder KF. The clinical evaluation of heat-treated composite resin inlays. *J Am Dent Assoc.* 1990;120(2):177-81.
60. Gomes MN. Tratamento térmico pré e pós-cura de diferentes compósitos: análise térmica, resistência à flexão e grau de conversão [Tese]: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2008.
61. Tanoue N, Matsumura H, Atsuta M. Comparative evaluation of secondary heat treatment and a high intensity light source for the improvement of properties of prosthetic composites. *J Oral Rehabil.* 2000;27(4):288-93.
62. Muniz GR, Souza EM, Raposo CC, Santana IL. Influence of heat treatment on the sorption and solubility of direct composite resins. *Indian J Dent Res.* 2013;24(6):708-12.
63. Reinhardt J, Boyer D, Stephens N. Effects of secondary curing on indirect posterior composite resins. *Oper Dent.* 1994;19:217-.
64. Poskus LT, Latempa AM, Chagas MA, Silva EM, Leal MP, Guimaraes JG. Influence of post-cure treatments on hardness and marginal adaptation of composite resin inlay restorations: an in vitro study. *J Appl Oral Sci.* 2009;17(6):617-22.

65. Estrada MM, López BÁ. Dinámica de polimerización enfocada a reducir o prevenir el estrés de contracción de las resinas compuestas actuales. Revisión bibliográfica. *Avances en odontoestomatología*. 2017;33(6):263-74.
66. Loza-Herrero MA, Rueggeberg FA, Caughman WF, Schuster GS, Lefebvre CA, Gardner FM. Effect of heating delay on conversion and strength of a post-cured resin composite. *J Dent Res*. 1998;77(2):426-31.
67. Dionysopoulos P, Watts D. Dynamic mechanical properties of an inlay composite [Tese]: Universidade Federal de Santa Catarina, Faculdade de Odontologia; 1989.
68. Marigo L, Spagnuolo G, Malara F, Martorana GE, Cordaro M, Lupi A, et al. Relation between conversion degree and cytotoxicity of a flowable bulk-fill and three conventional flowable resin-composites. *Eur Rev Med Pharmacol Sci*. 2015;19(23):4469-80.
69. Goncalves F, Campos LMP, Rodrigues-Junior EC, Costa FV, Marques PA, Francci CE, et al. A comparative study of bulk-fill composites: degree of conversion, post-gel shrinkage and cytotoxicity. *Braz Oral Res*. 2018;32:e17.
70. Souza SMd. Influência do método de pós-polimerização sobre propriedades mecânicas de restaurações indiretas de resina composta. 2003.
71. Lucena-Martin C, Gonzalez-Lopez S, Navajas-Rodriguez de Mondelo JM. The effect of various surface treatments and bonding agents on the repaired strength of heat-treated composites. *J Prosthet Dent*. 2001;86(5):481-8.
72. Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF, Giudici R. Polymerization kinetics of pre-heated composite. *J Dent Res*. 2006;85(1):38-43.
73. Alrahlah A, Silikas N, Watts D. Post-cure depth of cure of bulk fill dental resin-composites. *Dent Mater*. 2014;30(2):149-54.
74. Soares CJ, Pizi EC, Fonseca RB, Martins LR. Mechanical properties of light-cured composites polymerized with several additional post-curing methods. *Oper Dent*. 2005;30(3):389-94.
75. Shortall AC, Palin WM, Burtscher P. Refractive index mismatch and monomer reactivity influence composite curing depth. *J Dent Res*. 2008;87(1):84-8.

76. Al-Ahdal K, Ilie N, Silikas N, Watts DC. Polymerization kinetics and impact of post polymerization on the Degree of Conversion of bulk-fill resin-composite at clinically relevant depth. *Dent Mater.* 2015;31(10):1207-13.
77. Silikas N, Eliades G, Watts D. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dent Mater.* 2000;16(4):292-6.
78. Yearn JA. Factors affecting cure of visible light activated composites. *Int Dent J.* 1985;35(3):218-25.
79. Sakaguchi RL, Douglas WH, Peters MC. Curing light performance and polymerization of composite restorative materials. *J Dent.* 1992;20(3):183-8.
80. Tsujimoto A, Barkmeier WW, Takamizawa T, Latta MA, Miyazaki M. Depth of cure, flexural properties and volumetric shrinkage of low and high viscosity bulk-fill comonomers and resin composites. *Dent Mater J.* 2017;36(2):205-13.
81. Reis AF, Vestphal M, Amaral RCD, Rodrigues JA, Roulet JF, Roscoe MG. Efficiency of polymerization of bulk-fill composite resins: a systematic review. *Braz Oral Res.* 2017;31(suppl 1):e59.
82. Aromaa MK, Vallittu PK. Delayed post-curing stage and oxygen inhibition of free-radical polymerization of dimethacrylate resin. *Dent Mater.* 2018;34(9):1247-52.
83. Rodrigues Júnior EC. Estudo de propriedades de resinas compostas bulk fill [Tese]: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2015.
84. Zorzin J, Maier E, Harre S, Fey T, Belli R, Lohbauer U, et al. Bulk-fill resin composites: polymerization properties and extended light curing. *Dent Mater.* 2015;31(3):293-301.
85. Bouschlicher MR, Rueggeberg FA, Wilson BM. Correlation of bottom-to-top surface microhardness and conversion ratios for a variety of resin composite compositions. *Oper Dent.* 2004;29(6):698-704.
86. Erickson RL, Barkmeier WW. Curing characteristics of a composite. part 2: the effect of curing configuration on depth and distribution of cure. *Dent Mater.* 2014;30(6):e134-45.

87. Pereira AC. Influência da profundidade e de um processo de envelhecimento acelerado em propriedades de resinas bulk fill [Tese]: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2017.
88. Fan P, Stanford C, Stanford W, Leung R, Stanford J. Effects of backing reflectance and mold size on polymerization of photo-activated composite resin. *J Dent Res*. 1984;63(10):1245-7.
89. Erickson RL, Barkmeier WW, Halvorson RH. Curing characteristics of a composite - part 1: cure depth relationship to conversion, hardness and radiant exposure. *Dent Mater*. 2014;30(6):e125-33.
90. Xu HH, Smith DT, Schumacher GE, Eichmiller FC, Antonucci JM. Indentation modulus and hardness of whisker-reinforced heat-cured dental resin composites. *Dent Mater*. 2000;16(4):248-54.
91. CHUNG KH, Greener E. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. *J Oral Rehabil*. 1990;17(5):487-94.
92. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water- -effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *J Biomed Mater Res*. 1998;42(3):465-72.
93. Bucuta S, Ilie N. Light transmittance and micro-mechanical properties of bulk fill vs. conventional resin based composites. *Clin Oral Investig*. 2014;18(8):1991-2000.
94. AlShaafi MM. Factors affecting polymerization of resin-based composites: A literature review. *Saudi Med J*. 2017;29(2):48-58.
95. Kesrak P, Leevailoj C. Surface hardness of resin cement polymerized under different ceramic materials. *Int J Dent*. 2012;2012.
96. De Gee A, Pallav P, Werner A, Davidson C. Annealing as a mechanism of increasing wear resistance of composites. *Dent Mater*. 1990;6(4):266-70.
97. Rueggeberg FA, Ergle JW, Lockwood PE. Effect of photoinitiator level on properties of a light-cured and post-cure heated model resin system. *Dent Mater*. 1997;13(5-6):360-4.

98. Czasch P, Ilie N. In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites. *Clin Oral Investig*. 2013;17(1):227-35.
99. Prochnow EP, Amaral M, Bergoli CD, Silva TB, Saavedra G, Valandro LF. Microtensile bond strength between indirect composite resin inlays and dentin: effect of cementation strategy and mechanical aging. *J Adhes Dent*. 2014;16(4):357-63.
100. Bottino MA, Baldissara P, Valandro LF, Galhano GA, Scotti R. Effects of mechanical cycling on the bonding of zirconia and fiber posts to human root dentin. *J Adhes Dent*. 2007;9(3):327.
101. Lodovici E, Reis A, Geraldeli S, Ferracane J, Ballester R, Filho L. Does adhesive thickness affect resin-dentin bond strength after thermal/load cycling? *Oper Dent*. 2009;34(1):58-64.
102. Medeiros IS, Gomes MN, Loguercio AD, ER Filho L. Diametral tensile strength and Vickers hardness of a composite after storage in different solutions. *J Oral Sci*. 2007;49(1):61-6.
103. Soares FZM. Estudo comparativo de sistemas adesivos de fabricação nacional e importados: resistência de união à dentina, resistência à tração e micromorfologia [Tese]: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2007.
104. Özcan M, Barbosa SH, Melo RM, Galhano GAP, Bottino MA. Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions. *Dent Mater*. 2007;23(10):1276-82.
105. Arola D, Bajaj D, Ivancik J, Majd H, Zhang D. FATIGUE OF BIOMATERIALS: HARD TISSUES. *Int J Fatigue*. 2010;32(9):1400-12.