VITOR DE OLIVEIRA BALDO

**Compósitos de uso direto tratados termicamente:
avaliação da estabilidade de cor após armazenamento em corantes**

São Paulo

2020

VITOR DE OLIVEIRA BALDO

**Compósitos de uso direto tratados termicamente:
avaliação da estabilidade de cor após armazenamento em corantes**

Versão Corrigida

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia (Biomateriais) para obter o título de Mestre em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Igor Studart
Medeiros

São Paulo
2020

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 da Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Baldo, Vitor de Oliveira.

Compósitos de uso direto tratados termicamente: avaliação da estabilidade de cor após armazenamento em corantes / Vitor de Oliveira Baldo; orientador Igor Studart Medeiros. -- São Paulo, 2020.

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

Dissertação (Mestrado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de concentração: Biomateriais. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida.

1. Resinas compostas. 2. Tratamento térmico. 3. Cor. 4. Grau de conversão. 5. Dureza. 6. Resistência à flexão. I. Medeiros, Igor Studart. II. Título.

Baldo VO. Compósitos de uso direto tratados termicamente: avaliação da estabilidade de cor após armazenamento em corantes. Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Aprovado em: 07 / 08 / 2020

Banca Examinadora

Prof^a. Dr^a. Carmem Silvia Costa Pfeifer

Instituição: Oregon Health and Science University

Julgamento: Aprovado

Prof^a. Dr^a. Marcela Charantola Rodrigues

Instituição: Universidade Cruzeiro do Sul

Julgamento: Aprovado

Prof. Dr. Rafael Ratto de Moraes

Instituição: Universidade Federal de Pelotas

Julgamento: Aprovado

Dedico este trabalho aos meus pais, Véra e José Mario,
à minha esposa, Vanessa e à minha irmã, Taiana.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus pais, **José Mario** e **Véra**, por sempre me orientarem e apoiarem incondicionalmente. Meus exemplos na vida e na odontologia. Tudo o que conquistei até hoje devo a vocês.

Agradeço à minha esposa, **Vanessa**. Seu amor, suporte e respeito me motivam a crescer cada dia mais. Sonhamos os mesmos sonhos e dividimos nossa vida. Nada disso seria possível sem você e sem a família linda que ganhamos juntos.

Agradeço à minha irmã, **Taiana**. Sempre cuidando de mim e dividindo minhas angústias. Obrigado por sempre acreditar em mim junto com o **Daniel**, a **Laís** e agora o **Davi**.

À **Vó Nenê**, **Vô Antônio** (*in memorian*), **Vó Dora** (*in memorian*) e **Vô Mario** (*in memorian*). Dos senhores vieram todos os valores que hoje me guiam e me fazem sentir orgulho e admiração a cada lembrança.

Agradeço à toda minha família, de Santos e São José dos Campos, em especial ao meu padrinho **Maurílio Malavasi**, que me apoiou e aconselhou nos caminhos da odontologia, às tias, tios, primas e primos, exemplo de união e fraternidade. Amo todos vocês.

Aos meus amigos de infância de Santos, **Bruno Perillo**, **Bruno Reis**, **Felipe Moreno**, **Filipe Gatti**, **Gustavo Vaz**, **Luíza Alves**, **Rafael Tuca**, **Vasco Ginde**, **Vitor Gatti**, entre tantos outros que marcaram minha história e me acompanham até hoje, obrigado pelo companheirismo todos esses anos.

Agradeço também aos colegas de Bauru e da **XLVI**, em especial ao **Vinícius Marques**, **Gabriela Pierami**, **João Paulo**, **Rafael Ávila** e **Thiago Lima**, que começaram na odontologia comigo em 2007 e se tornaram queridos amigos e exemplos de profissionais.

Agradeço especialmente ao meu orientador **Igor Studart Medeiros**, pela dedicação, confiança e por todos os ensinamentos para que compreendesse e gostasse cada vez mais de materiais dentários. Mais que um orientador nessa jornada, ganhei um amigo.

Agradeço aos amigos que fiz durante a pós-graduação, especialmente a **Alice Natsuko, Letícia Morgado, Marlus Pedrosa e Sandra Almeida**. Vocês fizeram meus dias muito mais leves e felizes. Obrigado!

Aos professores do departamento de Biomateriais e Biologia Oral **Carlos Francci, Josete Barbosa, Paulo César, Paulo Capel, Leonardo Eloy, Rafael Ballester, Roberto Braga e Fernando Neves**, muito obrigado por todo o conhecimento compartilhado.

À **Rosinha, Eli, Fran e Antônio**, meu muito obrigado por toda a ajuda e simpatia com que me acolheram no departamento. Vocês foram imprescindíveis nessa trajetória.

A todos aqueles que direta ou indiretamente me ajudaram a atingir esse objetivo, meu mais profundo agradecimento.

“Não há nada como o sonho para criar o futuro”

Victor Hugo

RESUMO

Baldo VO. Compósitos de uso direto tratados termicamente: avaliação da estabilidade de cor após armazenamento em corantes [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2020. Versão Corrigida.

Este estudo avaliou as propriedades mecânicas e ópticas pós-cura de quatro resinas compostas (Estelite Omega, Filtek z100, Filtek z350 e Empress Direct) após o tratamento térmico (TT) imediato a 100 e 170°C por 10 min em forno seco. O grau de conversão (GC) foi avaliado por espectroscopia no infra-vermelho próximo; microdureza Knoop (KHN); resistência à flexão biaxial (RFB) em máquina de ensaios universal e a razão de contraste (RC), diferença da razão de contraste (ΔRC) e diferença de cor (ΔE) em espectrofotômetro através do sistema Cie $L^*a^*b^*$ após o TT e após o armazenamento por 7 dias em água, café e vinho. Os dados, normais e homocedásticos, foram avaliados por análise de variância e teste de Tukey ($p < 0,05$). O TT acarretou aumento nos valores de GC e KHN para todas as resinas. A RFB foi melhorada após o TT nas resinas z350 e Empress Direct. Todos os TT causaram um aumento significativo na RC e no ΔE , principalmente no eixo $-L^*$ (escurecimento) e $+b^*$ (amarelamento). O TT acarretou em uma diminuição da ΔRC após o armazenamento em café e vinho em todas as resinas, exceto para a Estelite Omega em vinho, e apenas para a z100 após armazenamento em água. Houve diminuição significativa do ΔE de todas as resinas após o armazenamento em vinho e café. Não houve diferença significativa no ΔE após os 7 dias em água para todas as resinas, exceto para a z100 que apresentou redução nos grupos TT. O presente trabalho concluiu que, em geral, o TT melhora as propriedades mecânicas e ópticas das resinas compostas após sua polimerização.

Palavras-chave: Resinas compostas. Tratamento térmico. Estabilidade de cor. Grau de conversão. Dureza. Resistência à flexão.

ABSTRACT

Direct-use composites heat treated: evaluation of color stability after storage in dyes [dissertation]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2020. Versão Corrigida.

This study evaluated the post-curing mechanical and optical properties of four dental composites (Estelite Omega, z100, z350 and Empress Direct) after immediate heat treatment (HT) at 100 and 170° C for 10 min in a dry oven. The degree of conversion (DC) was assessed by spectroscopy in the near infrared; Knoop microhardness (KHN); biaxial flexural strength (BFS) in a universal testing machine and the contrast ratio (CR), difference in contrast ratio (ΔRC) and color difference (ΔE) in spectrophotometer through the CIE $L^*a^*b^*$ system after TT and after storage for 7 days in water, coffee and wine. The data, normal and homoscedastic, were evaluated by ANOVA and Tukey's test ($p < 0.05$). HT led to an increase in DC and KHN values for all resins. BFS was improved after HT on z350 and Empress Direct. All HT resulted in a significant increase in CR and ΔE , mainly in the $-L^*$ (darkening) and $+b^*$ (yellowing) axis. HT resulted in a decrease in ΔRC after storage in coffee and wine in all resins, except for Estelite Omega in wine, and only for z100 after storage in water. There was a statistically significant decrease in ΔE of all resins after storage in wine and coffee. There was no significant difference in ΔE after 7 days in water for all resins, except for z100 that showed a reduction in HT groups. The present work concluded that, in general, HT improves the mechanical and optical properties of composite resins after polymerization.

Keywords: Dental composite. Post-cure heat. Color stability. Degree of conversion. Microhardness. Biaxial flexural strenght.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Quadro 4.1	Descrição das resinas compostas de uso direto de acordo com os fabricantes.....	41
Figura 5.1	Médias e desvios padrão obtidos para os graus de conversão (GC). Letras iguais indicam médias estatisticamente semelhantes. Comparação realizada entre os grupos da mesma resina.	51
Figura 5.2	Médias e desvios padrão da resistência à flexão biaxial (RFB). Letras iguais indicam semelhanças estatísticas e a análise comparativa ocorreu entre os grupos da mesma resina.....	52
Figura 5.3	Médias e desvios padrão de microdureza Knoop (KHN). Letras iguais indicam médias estatisticamente semelhantes e a análise comparativa ocorreu entre os grupos da mesma resina.....	53
Figura 5.4	Médias e desvios padrão da diferença de cor (ΔE) dos grupos avaliados antes e após o tratamento térmico. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental.	54
Figura 5.5	Médias e desvios padrão da diferença no eixo L^* ($L-L'$) dos grupos avaliados antes e após o tratamento térmico. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental	56
Figura 5.6	Escala cromática indicativa da magnitude da diferença nos eixos a^* e b^* entre as condições experimentais das resinas compostas Estelite Omega, z100, z350 e Empress Direct antes e após o tratamento térmico. Valores menores que 0,15 não foram apresentados na figura	57
Figura 5.7	Médias e desvios padrão da razão de contraste (RC) dos grupos avaliados após o tratamento térmico. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental	59

Figura 5.8	Médias e desvios padrão da variação da razão de contraste (Δ RC) dos grupos avaliados antes e após o tratamento térmico. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental. 60
Figura 5.9	Médias e desvios padrão da diferença de cor (ΔE) dos grupos avaliados. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental..... 62
Figura 5.10	Médias e desvios padrão da diferença no eixo L^* ($L-L'$) dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em água por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental..... 64
Figura 5.11	Escala cromática indicativa da magnitude da diferença nos eixos a^* e b^* entre as condições experimentais das resinas compostas Estelite Omega, z350, z100 e Empress Direct antes e após o armazenamento em água por 7 dias. Valores inferiores a 0,15 não foram representados na figura.65
Figura 5.12	Médias e desvios padrão da diferença no eixo L^* ($L-L'$) dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em café por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental..... 68
Figura 5.13	Escala cromática indicativa da magnitude da diferença nos eixos a^* e b^* entre as condições experimentais da resina composta z350 antes e após o armazenamento em café por 7 dias 69
Figura 5.14	Médias e desvios padrão da diferença no eixo L^* ($L-L'$) dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em vinho por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental..... 71
Figura 5.15	Escala cromática indicativa da magnitude da diferença nos eixos a^* e b^* entre as condições experimentais das resinas Estelite Omega, z100, z350 e Empress Direct antes e após o armazenamento em vinho por 7 dias. 73
Figura 5.16	Médias e desvios padrão da razão de contraste (RC) dos grupos avaliados após armazenamento em água. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental..... 75

Figura 5.17	Médias e desvios padrão da diferença da razão de contraste (ΔRC) dos grupos avaliados imediatamente e após 7 dias de armazenamento em água. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental..... 76
Figura 5.18	Médias e desvios padrão da razão de contraste (RC) dos grupos avaliados. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental após o período de armazenamento em café 77
Figura 5.19	Médias e desvios padrão da diferença razão de contraste (ΔRC) dos grupos avaliados imediatamente e após 7 dias de armazenamento em café. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental antes e após o armazenamento. 78
Figura 5.20	Médias e desvios padrão da razão de contraste (RC) dos grupos avaliados. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental após o período de armazenamento em vinho.. 79
Figura 5.21	Médias e desvios padrão da diferença da razão de contraste (ΔRC) dos grupos avaliados imediatamente e após 7 dias de armazenamento em vinho. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental antes e após o armazenamento.80

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1	Médias e desvios padrão das diferenças no eixo L^* , a^* e b^* dos grupos avaliados antes e após o tratamento térmico. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental 55
Tabela 5.2	Médias e desvios padrão das diferenças nos eixos L^* , a^* e b^* dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em água por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental. 63
Tabela 5.3	Médias e desvios padrão das diferenças nos eixos L^* , a^* e b^* dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em café por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental.. 67
Tabela 5.4	Médias e desvios padrão das diferenças nos eixos L^* , a^* e b^* dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em vinho por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental 70

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ΔE	Diferença de cor
ΔRC	Diferença de razão de contraste
ANOVA	Análise de variância
Bis-EMA	Bisfenol-etoxi metacrilato
Bis-GMA	Bisfenol-glicidil A metacrilato
CAD/CAM	Computer-aided design/computer-aided manufacturing
CIE	Comissão Internacional de Iluminação
cp	Corpo de prova
DSC	Calorimetria diferencial
GC	Grau de conversão
KHN	Microdureza Knoop
LED	Luz emissora de diodo
n	Número de espécimes por grupo
OH	Grupamento hidroxila
RC	Razão de contraste
RFB	Resistência à flexão biaxial
TEGDMA	Trietilenoglicol dimetacrilato
TGA	Termogravimetria
Tg	Temperatura de transição vítrea
TT	Tratamento térmico
UDMA	Uretano dimetacrilato

LISTA DE SÍMBOLOS

μm	micrômetro
$^{\circ}\text{C}$	graus Celsius
%	por cento
cm	centímetro
cm^{-1}	centímetro recíproco
mm	milímetro
min	minuto
h	hora
nm	nanômetro
mW/cm^2	miliwatt por centímetro quadrado
J/cm^2	joule por centímetro quadrado
$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	grau Celsius por minuto
ml	mililitro
kg	quilograma
s	segundos
$^{\circ}$	graus
mm/min	milímetro por minuto
MPa	mega Pascal
N	Newton
g	grama
L^*	parâmetro L^*
L	parâmetro L inicial
L'	parâmetro L final
a^*	parâmetro a^*
a	parâmetro a inicial
a'	parâmetro a final
b^*	parâmetro b^*
b	parâmetro b inicial
b'	parâmetro b final

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	27
2	REVISÃO DE LITERATURA	29
2.1	RESINAS COMPOSTAS	29
2.2	INDICAÇÕES, LIMITAÇÕES E TÉCNICAS COM RESINAS DIRETAS	31
2.3	TRATAMENTO TÉRMICO PÓS-CURA	32
2.4	ESTABILIDADE DE COR	35
3	PROPOSIÇÃO	39
4	MATERIAL E MÉTODOS	41
4.1	MATERIAIS UTILIZADOS	41
4.2	MÉTODOS	42
4.2.1	Produção dos corpos de prova	42
4.2.2	Tratamento térmico pós-cura (TT)	43
4.2.3	Grau de conversão	43
4.2.4	Resistência à flexão biaxial	44
4.2.5	Microdureza Knoop	45
4.2.6	Propriedades ópticas	46
4.2.6.1	Efeito do tratamento térmico	47
4.2.6.2	Efeito do armazenamento em corantes	48
4.3	ANÁLISE ESTATÍSTICA	48
5	RESULTADOS	50
5.1	GRAU DE CONVERSÃO (GC)	50
5.2	RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL (RFB)	52
5.3	MICRODUREZA KNOOP (KHN)	53
5.4	EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO NAS PROPRIEDADES ÓPTICAS	54
5.4.1	Diferença de cor (ΔE) dos corpos de prova	54
5.4.2	Razão de contraste (RC)	58
5.5	EFEITO DO ARMAZENAMENTO EM CORANTES NAS PROPRIEDADES ÓPTICAS	60

5.5.1	Diferença de cor (ΔE) dos corpos de prova	60
5.5.1.1	Diferença de cor – análise dos eixos $L^*a^*b^*$	63
5.5.1.1.1	Armazenamento em água.....	63
5.5.1.1.2	Armazenamento em café	66
5.5.1.1.3	Armazenamento em vinho	70
5.5.2	Razão de contraste (RC)	74
5.5.2.1	Armazenamento em água.....	74
5.5.2.2	Armazenamento em café	76
5.5.2.3	Armazenamento em vinho	78
6	DISCUSSÃO	81
6.1	GRAU DE CONVERSÃO (GC) E PROPRIEDADES MECÂNICAS (RFB E KHN).....	81
6.2	PROPRIEDADES ÓPTICAS	84
7	CONCLUSÕES	89
	REFERÊNCIAS	91
	ANEXOS	99

1 INTRODUÇÃO

A busca por materiais reabilitadores estéticos, a simplificação dos procedimentos e a necessidade de diminuição dos custos dos procedimentos são alguns dos desafios na odontologia atual. Respeitando as indicações e limitações, a praticidade da técnica e a facilidade no manuseio dos compósitos de uso direto popularizam a sua utilização.

Todavia, o uso da técnica direta em cavidades extensas apresenta diversos problemas como fraturas, perda do contato proximal, manchamento de margens e cáries adjacentes à restauração (1). Além disso, a tensão decorrente da contração de polimerização, mesmo quando se utiliza a técnica incremental, é uma limitação à sua utilização em cavidades amplas (1, 2).

Nestes casos, as restaurações indiretas em compósitos confeccionadas em laboratório tornam-se uma das principais indicações (3). Uma das grandes vantagens dos compósitos indiretos quando comparados com as técnicas diretas é o aumento da resistência mecânica, obtido por meio de tratamentos pós-cura que utilizam luz, pressão e calor para aumentar o grau de conversão (4). No entanto, a necessidade de aparatos laboratoriais onerosos e do envolvimento de técnicos em prótese dental na fase laboratorial gera um maior custo a peças indiretas (5).

Uma alternativa viável para confecção de peças indiretas com compósitos de uso direto é a utilização da técnica direto-indireta (6, 7). Esta técnica consiste na confecção da restauração pelo próprio cirurgião-dentista no modelo de trabalho obtidos a partir de moldagem ou escaneamento do preparo do remanescente dental. Após a escultura da restauração no modelo, o dentista realiza a fotoativação do compósito, seguida de um tratamento térmico relativamente simples (4, 8-12).

Há, todavia, uma grande divergência na literatura acerca da temperatura utilizada para o tratamento térmico, variando de 50° a 170°C (7-9, 11-16), e nas consequências do tratamento térmico nas propriedades físicas dos compósitos. Trabalhos relatam um aumento da resistência à fratura de 7 a 47%, aumento do grau de conversão de 7 a 20% e de microdureza Knoop de 20 a 40% (9, 12-14, 16). Além

da variedade de temperatura de tratamento, não se encontra referência a um equipamento para aquecimento dedicado a esta finalidade, sendo comumente utilizadas estufas comerciais (12) e dispositivos laboratoriais de resinas indiretas (4).

O tratamento térmico do compósito proporciona uma conversão adicional das duplas ligações para a formação de cadeias maiores ou mais reticuladas (16) e, se a temperatura ultrapassar a temperatura de transição vítrea (T_g) do polímero, possibilita uma relaxação das tensões induzidas durante o processo de polimerização (11, 17).

Com a escassez de trabalhos que avaliam a estabilidade de cor de compósitos diretos após o tratamento térmico, a proposta do presente estudo é avaliar a diferença da cor e a razão de contraste de compósitos de uso direto submetidos a tratamento térmico a 100 e 170°C e ao armazenamento em água destilada, café e vinho tinto. Foram também avaliados o grau de conversão, a dureza e a resistência à flexão biaxial. Uma das hipóteses experimentais testadas é a de que o tratamento térmico a 170°C aumenta as propriedades mecânicas e a estabilidade de cor dos compósitos.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Uma melhor compreensão de vários tópicos é necessária para entendermos os resultados alcançados neste estudo. Diante disso, uma revisão de literatura foi realizada acerca da composição monomérica e propriedades (18) das resinas compostas diretas, bem como suas indicações e limitações, da técnica semi-direta para reabilitação e os tratamentos térmicos para melhoria das propriedades mecânicas e ópticas das resinas compostas.

2.1 RESINAS COMPOSTAS

As resinas compostas utilizadas na odontologia como uma alternativa reabilitadora apresentam em sua composição basicamente três componentes principais: uma matriz orgânica altamente cruzada, formada por monômeros dimetacrilatos aromáticos e/ou alifáticos; partículas de carga inorgânica, responsáveis pelo reforço mecânico; e agentes de união silânicos, que promovem a interação química das partículas à matriz. Dentro de sua composição também estão presentes sistemas de iniciadores, que iniciam o processo de cura, estabilizadores de cor e inibidores de polimerização que promovem um maior tempo de validade (19, 20).

O monômero mais comumente usado há mais de 60 anos nas resinas compostas tem sido o bisfenol-glicidil A metacrilato (Bis-GMA) (21). Outros compostos monoméricos têm sido adicionados para alterar suas propriedades, principalmente o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA), o uretano dimetacrilato (UDMA) e o bisfenol-etoxi metacrilato (Bis-EMA).

O Bis-GMA é um monômero muito viscoso com alto peso molecular, anéis fenólicos e grupamentos hidroxila (OH) que fazem ligações de hidrogênio com outras moléculas. Possui também em sua cadeia ligações duplas de carbono reativas em cada extremidade, que fazem polimerização por adição iniciada por radicais livres.

O Bis-GMA, apesar de ter uma baixa taxa de polimerização, apresenta uma menor contração e menor toxicidade se comparada aos demais monômeros (19).

Para melhorar as características de trabalho das resinas, monômeros menores, como o TEGDMA, são adicionados. O TEGDMA é uma molécula menor que não apresenta anéis fenólicos ou grupamentos hidroxila; isso conduz a uma menor viscosidade e menor peso molecular, com reticulação mais estreita (22).

Alguns compósitos comerciais apresentam combinação de BisGMA - TEGDMA em proporções de 50:50 a 70:30 para obter viscosidade da ordem de 1 a 2 Pa e permitir a adição de cargas inorgânicas (22), entretanto a utilização de outros co-monômeros de baixa viscosidade vem ganhando mais espaço.

O UDMA é um análogo estrutural de menor viscosidade do Bis-GMA, principalmente pela ausência de anéis fenólicos. Apresenta maior viscosidade que TEGDMA e Bis-EMA, devido à ligação de hidrogênio entre os grupos -NH- e >C=O= (21). Já o Bis-EMA é um composto geralmente utilizado para controlar a viscosidade dos compósitos. É estruturalmente semelhante ao Bis-GMA, mas sem os dois grupos hidroxila pendentes, responsáveis pela alta viscosidade (19, 20).

O grau de conversão (GC) da resina composta, ou seja, a porcentagem de duplas ligações carbônicas convertidas em ligações simples para estruturar uma resina polimérica (19), é diretamente influenciado pela presença de determinados monômeros e tipo e tamanho das partículas (23, 24). As propriedades mecânicas de uma resina composta apresentam relação direta com a composição da resina, seja com relação ao conteúdo, tamanho e tipo de partículas de carga ou à composição de monômeros, GC e reticulação do polímero (25-35). Considerando os monômeros puros, o GC apresenta-se em ordem crescente: Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA (22), e pode influenciar propriedades mecânicas da resina (36-38).

A relação do GC com o tipo de monômero presente está relacionada com a mobilidade das cadeias na cinética de polimerização, que depende, entre outras coisas, da temperatura de transição vítrea (T_g) da rede formada e do monômero não reagido (21, 22).

A Tg é a temperatura acima da qual ocorre um aumento no coeficiente de expansão térmica, indicando um aumento da mobilidade molecular, uma redução da viscosidade e do módulo de elasticidade (19, 39). A quantidade do grau de reticulação, da densidade de ligações cruzadas, da própria composição e de outros fatores faz a Tg variar pra cada material. Estudos relatam que um aquecimento acima da Tg, provavelmente, seria capaz de promover relaxação de tensões geradas durante a fotoativação, aumentando as propriedades mecânicas (11, 12, 17, 40).

2.2 INDICAÇÕES, LIMITAÇÕES E TÉCNICAS COM RESINAS DIRETAS

Há muitos anos na odontologia, as resinas diretas fotopolimerizáveis (41) são estudadas e suas indicações e limitações demonstradas na literatura. Elas podem ser utilizadas desde selantes e núcleos de preenchimento até cimentos resinosos e cimentos endodônticos (42). Apresentam-se como material restaurador de maior utilização principalmente pela estética e possibilidade de reparos (43).

Usadas amplamente como material restaurador direto, as resinas compostas quando utilizadas nessa técnica, especialmente em cavidade extensas, apresentam em suas maiores complicações desenvolvimento de lesão de cáries adjacentes à restauração, em casos de falha ao longo do tempo, ou fraturas, em casos precoces (1, 44). Também são relatados problemas como a perda do contato proximal e o manchamento de margens (1, 10).

Algumas das principais causas para tais complicações são as falhas no processo adesivo e microtrincas (45, 46) oriundas da tensão decorrente da contração de polimerização, especialmente em cavidades amplas, mesmo quando utilizadas técnicas incrementais (1, 2, 47).

Para minimizar a tensão de polimerização (48) e por permitir maior detalhamento na escultura, acesso e polimerização de todas as faces do preparo e maior grau de conversão, as reabilitações indiretas vêm sendo cada vez mais

utilizadas (3, 6), sendo realizadas por técnicas convencionais ou digitais (computer-aided design / computer-aided manufacturing – CAD/CAM) (49).

Por outro lado, o alto custo dos aparelhos e materiais utilizados e a necessidade de serviços de laboratórios de prótese dentária são fatores determinantes da técnica indireta para grande parte do público (5). Neste sentido, as técnicas indiretas em que as restaurações podem ser confeccionadas pelo próprio cirurgião dentista merecem destaque e são conhecidas como técnica direto-indireta ou semi-direta (50). Esta técnica se baseia na produção de uma restauração em um modelo de trabalho obtido após o preparo do remanescente dental. Com o passar do tempo, os métodos de confecção da restauração direto-indireta foram se modificando, desde a confecção sobre modelos convencionais (6) e/ou modelos de silicone (5, 7), até técnicas onde não há necessidade de modelos, sendo confeccionadas diretamente na boca (50).

2.3 TRATAMENTO TÉRMICO PÓS-CURA

Relatos na literatura também apontam para tentativas de aperfeiçoamento da técnica com o intuito de melhorar as propriedades mecânicas e ópticas da resina composta. Muitos trabalhos apontam a fotoativação, seguida do uso de aparelhos que associam luz, calor e/ou pressão (4), mas sem um consenso sobre os parâmetros utilizados.

Asmussen e Peudzfeldt investigaram o efeito do tratamento térmico por uma hora a 37, 100, 125, 150, 175 e 200°C utilizando quatro resinas experimentais com variações monoméricas. Foi relatado um aumento médio de resistência à flexão e dureza de 9%, além de uma alteração de cor a 175°C que foi mais pronunciada a 200°C. A temperatura de aquecimento a 150°C mostrou os melhores resultados, apesar do aumento das propriedades mecânicas ser modesto (8).

Ferracane e Condon avaliaram propriedades mecânicas de compósitos comerciais e experimentais submetidos a tratamento térmico a 120°C,

imediatamente após a fotopolimerização, por período de dez minutos e três horas. Foi testado também um grupo tratado termicamente a 120°C por três horas, após o corpo-de-prova ficar armazenado em água por 24h. Foi relatado um aumento médio na resistência à fratura de 25%, um aumento da microdureza Knoop entre 20 e 40% e um aumento do grau de conversão de 7 a 9% nas resinas experimentais e 10 a 20% nas convencionais (9).

Covey et al. investigaram as propriedades mecânicas de resinas comerciais submetidas a tratamento térmico de 120°C por 7 minutos, 10 minutos após a fotopolimerização. Os autores constataram um aumento na resistência à compressão diametral de 16% e que os compósitos com um maior conteúdo de partículas inorgânicas demonstraram maior resistência à tração do que os compósitos microparticulados e híbridos (14).

Bagis e Rueggeberg estudaram o tratamento térmico por 30 segundos, 1, 3, 5 ou 7 minutos a 50, 75, 100 e 125°C de uma resina composta comercial imediatamente após a fotoativação. Os resultados indicaram que a temperatura utilizada foi mais influente que a duração do aquecimento e que, quanto mais a temperatura se aproximava da Tg, maior a mobilidade de um segmento de cadeia (16).

Ferracane et al. estudaram as variações nos graus de conversão de compósitos para provar sua relação com o desgaste e falha marginal. Para isso, foram utilizados diferentes tempos de polimerização: 9, 12, 25 e 40 segundos, sendo esse último adicionado a um tratamento térmico de 10 minutos a 120°C. Os autores concluíram que para se atingir maior resistência ao desgaste deve-se buscar um maior grau de conversão. Relataram também que o tratamento térmico após a fotopolimerização resultou em menor falha marginal para compósitos microparticulados (10).

Loza-Herrero et al também avaliaram se o tempo após a fotopolimerização (5 min, 30 min, 6h, 24h, 48h, 72h, 96h e 120h) influenciava o resultado do tratamento térmico nas resinas compostas aquecidas a 100°C por 7 minutos. Os autores encontraram que as propriedades mecânicas demonstraram melhora nos tempos de

5 e 30 minutos e que houve aumento da conversão monomérica nos tempos até 6h após a cura (51).

A avaliação de monômeros residuais foi o foco do estudo de Bagis e Rueggeberg. Os autores utilizaram tratamentos térmicos a 50, 75, 100 e 125°C por 7 min, e demonstraram que, a partir de 50°C, houve uma redução na quantidade de monômeros residuais da ordem de 80% para o monômero TEGDMA, 75% para Bis-GMA e 77% para BISEMA. Também relataram que, mesmo com o aquecimento, há a presença de grupos de metacrilatos não reagentes que poderiam ser responsáveis por uma alteração na cor (15).

Peutzfeldt e Asmussen avaliaram o efeito de diferentes métodos de tratamento pós cura no grau de conversão e propriedades mecânicas de duas resinas. Foram utilizados 3 dispositivos para tratamento pós-cura com os seguintes protocolos: tratamento térmico a 40°C por 10 min, a 70°C e 110°C por 10 min, 1, 6 e 24h. Os autores relataram que a maioria dos métodos aumentou o grau de conversão das duas resinas, mas as propriedades mecânicas de apenas uma das resinas. Relatam ainda que o tratamento térmico mais promissor dentre os utilizados foi o 110°C de 10 a 60 min (13).

Diante dos resultados positivos demonstrando melhoras nas propriedades mecânicas e ópticas das resinas aquecidas após a polimerização, diversos autores buscaram justificar a seleção da temperatura através de análises físico-químicas dos materiais (11, 12, 52).

Através de análises de termogravimetria (TGA) e calorimetria diferencial (DSC), Miyazaki, em sua tese, constatou que a temperatura de transição vítrea (T_g) das resinas compostas avaliadas encontrou-se acima de 157°C e abaixo de 170°C, além de relatar perda de massa acima dos 180°C (52). Em 2009, Miyazaki et al., investigou o tratamento térmico a 5, 10 e 15min, utilizando a temperatura de 170°C, o que resultou em um aumento da resistência à flexão em todas as condições testadas (11).

No estudo de Santana et al., duas resinas compostas foram submetidas à caracterização por TGA e DSC para determinação de suas T_g . Com valores de T_g de 159 e 162°C e com degradação a partir de 180°C, foi ratificada a temperatura de

aquecimento pós cura de 170°C por 10min. Os autores relataram que houve melhora na resistência à flexão, mas não na dureza dos materiais (12). Em ambos os estudos de Miyazaki et al. e Santana et al., as resinas foram tratadas termicamente 48h após sua polimerização.

Almeida-Chetti et al. estudaram o aquecimento de resinas compostas diretas e indiretas a 135°C por 20min para 3 resinas e a 170°C por 25min para outra, de acordo com o fabricante. Os autores relataram um aumento significativo na resistência à flexão, tanto nas resinas para uso direto, quanto para indireto, e no módulo de elasticidade para as indiretas (4).

Esteves et al. avaliaram a influência da formulação e do tratamento térmico em diversas propriedades mecânicas de 6 compósitos experimentais, utilizando o tratamento térmico a 170°C por 10min e relataram que o tratamento térmico melhorou todas as propriedades estudadas em todos os materiais. Em relação à composição, os autores concluíram que a resina com relação Bis-GMA:TEGDMA de 1:1 apresentou propriedades superiores à razão 7:3, devido à maior concentração de TEGDMA reduzir a viscosidade do Bis-GMA, aumentando a mobilidade molecular e facilitando a polimerização da resina (53).

2.4 ESTABILIDADE DE COR

Paralelamente às propriedades mecânicas, as propriedades ópticas também foram avaliadas nas resinas compostas e diversos estudos surgiram para determinar métodos de mensuração da cor dessas resinas, especialmente através da translucidez e da diferença de cor (54-57). Relações entre as propriedades ópticas e a formulação das resinas também foram abordadas por diversos estudos, especialmente relacionando as propriedades ópticas às composições (58-61) e reticulação polimérica e grau de reticulação polimérica (62), principal sistema de cor utilizado foi definido pela Comissão Internationale de l'Eclairage (Comissão Internacional de Iluminação - CIE). Publicado em 1986, a CIE definiu o espaço CIE-Lab em termos de coordenadas colorimétricas (L^* , a^* e b^*) e iluminantes, de modo a

possibilitar a padronização e quantificação da cor do objeto. Nesse sistema, a coordenada L^* representa a luminosidade, a coordenada a^* o conteúdo de vermelho a verde e a coordenada b^* o conteúdo de amarelo a azul (63-67).

A partir da análise da cor, diversos estudos tentaram definir valores clinicamente aceitáveis para variações de cor, entretanto sem um consenso absoluto na literatura. O valor mais aceito e, portanto, utilizado também no nosso estudo, define como 3,3 o valor máximo aceitável de diferença de cor (68-72).

Lee et al. revisaram a influência dos métodos de mensuração nas coordenadas de cor e relataram que, geralmente, os estudos são realizados sobre anteparos brancos e que as coordenadas podem variar de acordo com a referência de iluminação (73).

Leite et al. avaliaram a cor e a rugosidade da superfície de duas resinas compostas após o armazenamento em água destilada, suco de açaí, suco de uva e vinho tinto por 1, 2, 4, 8 e 12 semanas. Os autores relataram que houve alteração da cor em todos os grupos, menos na água destilada. A resina nanoparticulada e que contém TEGDMA, z350, foi a mais susceptível a manchamento e o armazenamento em vinho tinto foi o que proporcionou mais alteração dos corantes (72).

Uchimura et al. avaliaram a semelhança de cor de diferentes resinas compostas em relação à escalas de cor, em função do tempo e armazenamento: saliva artificial ou seca. Após as análises dos resultados, os autores concluíram que o tempo teve efeito significativo na alteração de cor, mas o tipo de armazenamento não. Foi ressaltado nesse experimento que o fundo branco garante as condições experimentais mais confiáveis e constantes, em contraste ao fundo preto que sofreu descoloração (74).

Poggio et al., também avaliaram a estabilidade de cor de quatro diferentes resinas compostas após exposição a diferentes corantes: café, refrigerante de cola e vinho tinto, e concluíram que as coordenadas L^* e b^* sofreram alterações para todos os materiais. Os autores evidenciaram que o armazenamento em café alterou significativamente todas as resinas compostas, enquanto o vinho em apenas uma delas. Também relataram que o compósito nanoparticulado demonstrou a maior

variação de ΔE , em café e vinho, enquanto o compósito microparticulado demonstrou o menor valor (70).

Nair et al. compararam a estabilidade de cor entre resinas nano-particuladas flow e convencionais. Armazenadas em café por 3, 6, 9, 12, 15, 18 e 21 dias, foi utilizado o sistema CIE-Lab para análise. Os autores concluíram que a resina flow apresentou menor estabilidade em relação às convencionais e relataram que o tipo de partícula de carga influenciava as propriedades de estabilidade de cor (75).

Apesar dos estudos com estabilidade de cor serem amplos, poucos são os registros na literatura do efeito do tratamento térmico pós-cura na alteração de cor dos compósitos diretos atualmente utilizados.

Uma referência importante é o trabalho de Rueggeberg et al., que apresenta uma análise da cor de compósitos a base de Bis-GMA e Bis-GMA/uretano, aquecidos por 5min em onze temperaturas entre 100°C e 300°C. Neste trabalho, foi realizada a análise de cor com parâmetros do sistema CIE-Lab, ΔE e uma avaliação subjetiva da diferença de cor avaliada por 21 indivíduos. Os autores concluíram que a variação da cor estava mais relacionada com a fração do conteúdo orgânico e inorgânico do que com a composição monomérica. Foi relatado também que quando o ΔE era maior do que 3, mais da metade dos observadores distinguiram alguma diferença na cor e que, acima de 175°C, ocorreu maior variação de ΔE (76).

Mais recentemente, Rodrigues Júnior, em sua tese de doutorado, relatou que não houve variação no parâmetro de translucidez, apesar de haver variação na cor após o tratamento térmico por 10 min a 170°C em resinas bulk-fill, indicando assim o tratamento térmico pós-cura com finalidade indireta (77).

3 PROPOSIÇÃO

Proposição Geral: Avaliar as propriedades mecânicas e ópticas de resinas compostas diretas após a fotoativação, tratamento térmico e armazenamento em bebidas com corantes.

Os objetivos específicos deste estudo foram estabelecer uma análise comparativa do efeito do tratamento térmico de resinas compostas diretas comerciais quanto:

- Ao grau de conversão, resistência à flexão biaxial e microdureza Knoop
- À diferença de cor e razão de contraste após tratamento térmico
- À diferença de cor e razão de contraste após armazenamento em corantes

As hipóteses experimentais foram que o tratamento térmico a 170°C:

- aumenta o grau de conversão, a resistência à flexão biaxial e a microdureza Knoop;
- não altera a cor ou a razão de contraste;
- reduz a alteração de cor após o armazenamento em corantes.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Para a realização do estudo foram utilizadas quatro resinas compostas de uso diretos: Filtek z350 XT (3M ESPE, St. Paul, MN, Estados Unidos), Filtek z100 (3M ESPE, St. Paul, MN, Estados Unidos), Estelite Omega (Tokuyama Dental Corporation, Tóquio, Japão) e Empress Direct (Ivoclar Vivadent, Schann, Liechtenstein), descritas no quadro 4.1. Todas as resinas compostas foram de cor A2 esmalte e, para a Z100, cor A2.

Quadro 4.1 - Descrição das resinas compostas de uso direto de acordo com os fabricantes

Resinas Compostas	Marca	Tipo	Composição da Matriz	% carga (peso / vol)
Estelite Omega	Tokuyama Dental Corporation	Nano-híbrida	Bis-GMA; TEGDMA	82 / 71
Filtek z100	3M ESPE	Micro-híbrida	Bis-GMA; TEGDMA	84,5 / 66
Filtek z350 XT	3M ESPE	Nano-particulada	Bis-GMA; Bis-EMA; UDMA; TEGDMA	78,5 / 71
Empress Direct	Ivoclar Vivadent	Nano-híbrida	Bis-GMA; UDMA; dimetacrilato de triciclodocano-dimetanol	75-79 / 52-59

Fonte: O autor

4.2 MÉTODOS

Para o presente estudo, avaliou-se uma amostra de 312 corpos de prova (cp), sendo 78 cps confeccionados com cada uma das 4 resinas compostas comerciais avaliadas. Os 78 cps de cada uma das 4 resinas compostas foram aleatoriamente divididos em 3 grupos de 26 cps, sendo o primeiro grupo sem TT, o segundo grupo submetido a TT a 100°C e o terceiro grupo submetido a TT a 170°C.

4.2.1 Produção dos corpos de prova

Duzentos e setenta e seis cps foram confeccionados em uma matriz de poliacetal de 12mm de diâmetro por 1mm de altura, acondicionados entre duas lâminas de vidro para regularização da superfície, em sala com temperatura controlada (23°C). Foi realizada a fotoativação com um aparelho de LED (Bluephase G2, Ivoclar, Vivadent, Liechtenstein), com um espectro de emissão de luz, segundo o fabricante, de 395 a 415nm e 440 a 480nm, e irradiância constante de 1200mW/cm². O aparelho fotopolimerizador foi posicionado no espaçador para avaliação da irradiância com um radiômetro LED (SDI, Victoria, Austrália). O cálculo do tempo de irradiação foi realizado baseado nas recomendações dos fabricantes e literatura científica (41), para obtenção da dose de 20J/cm². Após a irradiação de cada cp, as medidas de altura e diâmetro foram aferidas com auxílio de um paquímetro digital de precisão de 1 µm (Mitutoyo, EUA).

4.2.2 Tratamento térmico pós-cura (TT)

Os cps, após sua polimerização, foram submetidos ao TT a seco em forno resistivo desenvolvido no Departamento de Biomateriais e Biologia Oral da FOUSP com apoio da empresa VRC equipamentos. O forno apresenta uma taxa de aquecimento de 50°C/min e uma estabilização na temperatura desejada com variação entre 1 e 2°C; é constituído por uma resistência elétrica embutida em uma cúpula de cerâmica e na base apresenta um apoio em refratário onde eram colocados os cps. O forno era previamente aquecido na temperatura desejada para o TT e aguardava-se 10min para a estabilização da temperatura antes da colocação dos cps no forno.

Os cps foram submetidos a TT por 10min a 100°C ou 170°C. O grupo sem TT foi mantido a 24°C pelo mesmo período de tempo do TT.

4.2.3 Grau de conversão (n=3)

O grau de conversão (GC) foi avaliado em 36 cps – 9 cps para cada uma das 4 resinas compostas avaliadas (3 cps para cada grupo – sem TT, TT 100°C e TT 170°C), em uma matriz específica para este ensaio.

O GC das resinas foi determinado através de espectroscopia no infravermelho próximo (Vertex 70, Bruker Optik GmbH, Ettlingen, Alemanha). Os cps foram confeccionados utilizando-se uma matriz de silicone com espessura de 1,0mm e orifício central com diâmetro de 7,0mm. A resina foi inserida na matriz e prensada entre duas lâminas de microscópio. O conjunto foi estabilizado com fitas adesivas nas duas extremidades e então posicionado perpendicularmente ao feixe de infravermelho. O espectro foi determinado com a co-adição de 32 varreduras no intervalo de comprimentos entre 4000 e 9800 cm⁻¹, com resolução de 16 cm⁻¹.

O primeiro espectro foi realizado com o material não polimerizado. Logo em seguida, a resina foi polimerizada de acordo com o método já descrito e foram realizados os TT. Um segundo espectro foi coletado e o cp foi armazenado em uma estufa seca a 37°C por 24h. Transcorrido esse período, um terceiro espectro foi obtido.

O software Opus v.6 (Bruker Optics Ltd, Coventry, Reino Unido) foi utilizado para a montagem e análise dos espectros. Foi realizada a correção da linha base, a normalização da curva, aumentando sua intensidade e facilitando a visualização e foi feito o cálculo da área sob a banda de absorção da ligação vinílica localizada a 6165cm⁻¹. O GC foi calculado a partir da razão do espectro polimerizado pelo não polimerizado, para os espectros polimerizados obtidos imediatamente e após 24h, segundo a equação:

$$GC = \left(1 - \frac{\text{polimerizado}}{\text{não polimerizado}} \right) . 100$$

4.2.4 Resistência à Flexão Biaxial (n=8)

A resistência à flexão biaxial (RFB) foi avaliada em 96 cps – 24 cps para cada uma das 4 resinas compostas avaliadas (8cps para cada grupo – sem TT, TT 100°C e TT 170°C), 24h após o TT. Neste período, os corpos de prova foram armazenados em água destilada a 37°C. Os cps de prova utilizados no ensaio de RFB já haviam sido utilizados no dia anterior no ensaio óptico do efeito do TT, que será explicado na seção de propriedades ópticas. O teste foi realizado em um dispositivo do tipo “pistão sobre três bolas”, cuja base apresenta esferas de aço de 2,5mm de diâmetro dispostas em um círculo com 10mm de diâmetro a 120° uma da outra. O dispositivo foi então posicionado em uma máquina de ensaios universal (modelo 5565, Instron Corp, Canton MA, EUA) com os cps centralizados sobre as esferas com a face irradiada correspondendo à superfície na qual ocorreu o carregamento. A carga foi aplicada no centro do cp com um pistão de ponta plana e 1,2 mm de diâmetro.

O teste foi realizado com uma taxa de carregamento de 0,5mm/min. A RFB, em MPa, foi calculada utilizando as seguintes equações:

$$RFB = -0,2387 P (X-Y) / b^2$$

$$X = (1+\nu) \ln (r_2/r_3)^2 + [(1-\nu)/2](r_2/r_3)^2$$

$$Y = (1+\nu)[1 + \ln(r_1/r_3)^2] + (1-\nu)(r_1/r_3)^2 ,$$

onde P é a carga máxima de fratura (em N); b é a espessura do disco (em mm); ν é o coeficiente de Poisson; r1 é o raio do círculo em que estão posicionadas as esferas de aço (5,0mm); r2 é o raio da ponta do pistão ou da área de aplicação da carga (0,6mm); r3 é o raio do disco (em mm). O coeficiente de Poisson adotado foi de 0,30 para todos os materiais (18).

4.2.5 Microdureza Knoop (n=8)

A microdureza Knoop (KHN) foi avaliada nos fragmentos obtidos após o ensaio de RFB, 24h após o TT, período que os cps permaneceram armazenados em água destilada a 37°C. Foram avaliados também 96 cps – 24 cps para cada uma das 4 resinas compostas avaliadas (8cps para cada grupo – sem TT, TT 100°C e TT 170°C). Utilizou-se a ponta Knoop com uma carga equivalente a 50g por 15s no microdurômetro (modelo HMV-2/2 T, Shimadzu Corporation, Tóquio, Japão). Para cada cp o valor de KHN foi a média de 3 medições, com uma distância mínima de 200 μ m entre cada medida.

4.2.6 Propriedades ópticas

- Diferença de cor (ΔE)

Os cps foram analisados em um espectrofotômetro CM-3770 (Konica Minolta, Japão), que opera na faixa de comprimento de onda (λ) da luz visível (360 a 740 nm). Os testes foram realizados utilizando-se anteparo branco, e utilizou-se glicerina como aglutinante para acoplar o espécime ao anteparo. Foram realizadas 3 medidas em cada cp e a média destas medidas foi utilizada para as análises estatísticas.

A diferença de cor (ΔE) foi calculada a partir da fórmula (63):

$$\Delta E = [(L^* - L)^2 + (a^* - a)^2 + (b^* - b)^2]^{1/2}$$

na qual os parâmetros L , a e b foram determinados pelo sistema de cor criado pela Comissão Internationale de l'Eclair (CIE-Lab). O espaço de cor $L^*a^*b^*$ determina de modo quantitativo a cor do objeto, com a coordenada L^* representando o brilho (lightness), a^* representando a coordenada cromática vermelho-verde e b^* representando a coordenada cromática amarelo-azul. As diferenças de cor foram avaliadas por reflectância em fundo branco (73, 74).

Para um maior detalhamento da variação de cor, foram analisadas as variações em cada eixo separadamente: L^* , a^* e b^* . Os valores negativos de L^* representam um escurecimento da resina composta. No eixo a^* , valores positivos indicam aumento do vermelho e os negativos, o verde. Já para o eixo b^* , valores positivos, o amarelo e negativos, o azul.

- Razão de contraste (RC)

Também foi determinada a razão de contraste (RC) dos materiais, obtida pela reflectância da amostra sobre o fundo preto (Y_b) e a reflectância da mesma amostra sobre o fundo branco (Y_w), onde $RC = Y_b/Y_w$. A RC pode variar de 0 a 1, sendo RC = 0 considerado transparente e RC = 1 considerado opaco (57). Foi avaliada a RC obtida após a avaliação final dos ensaios do efeito do tratamento térmico e do armazenamento em corantes. Para uma maior compreensão, foi utilizada também a diferença dos valores da RC final e da RC inicial (ΔRC) dos ensaios do efeito do tratamento térmico e do armazenamento em corantes.

4.2.6.1 Efeito do tratamento térmico (n=8)

Para o estudo do efeito do TT foram avaliados 96 cps – 24 cps para cada uma das 4 resinas compostas avaliadas (8 cps para cada grupo – sem TT, TT 100°C e TT 170°C), que posteriormente seriam utilizados nos ensaios de RFB e KHN. Após a preparação dos cps de acordo com a metodologia previamente descrita, as leituras referentes ao efeito do TT foram realizadas 10 min após sua fotoativação (medidas “iniciais”) e 5 min após o tratamento a 100 e 170°C (medidas “finais”). Para o grupo sem TT, aguardou-se o mesmo tempo de duração do TT com o cp a 24°C para a realização das medidas “finais”. Após o ensaio do efeito do tratamento térmico, os cps foram armazenados em água em estufa por 24h para os ensaios mecânicos previamente descritos.

4.2.6.2 Efeito do armazenamento em corantes (n=5)

Para o estudo do efeito do armazenamento em corantes foram avaliados 180cps – 45cps para cada uma das 4 resinas compostas avaliadas (15cps para cada grupo – sem TT, TT 100°C e TT 170°C). Após a preparação dos cps de acordo com a metodologia descrita no item 4.2.1, e, 5 min após o TT foi realizada a primeira leitura de cor (“inicial”). Os cps foram armazenados em corantes ou água destilada e mantidos em estufa a 37°C por 7 dias. Após a lavagem dos cps, a segunda leitura de cor foi realizada (“7 dias”).

Os cps foram armazenados individualmente pelo período de 7 dias, mantidos em uma estufa a 37°C, em 3 meios: água destilada, café (Nescafé Original, Nestlé, SP, Brasil) e vinho tinto (13% vol. álcool – Aurora, Brasil – Cabernet Sauvignon, 2018). Para a preparação do café foram utilizados 3g do pó do café para cada 100ml de água destilada a temperatura ambiente. As soluções foram trocadas a cada 2 dias.

Após o período de 7 dias, os cps foram submetidos a uma limpeza em água corrente durante 30s por face e a um ciclo de 6min imersos em água destilada em uma cuba ultrassônica antes da análise de cor.

4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados dos testes foram submetidos ao teste de aderência à curva normal e ao teste de homogeneidade de variância. A análise estatística foi realizada para cada resina composta separadamente, usando o Software GraphPad Prism 8.0 (GraphPad Software, San Diego, CA, Estados Unidos) e um nível global de significância de 5% ($\alpha = 0,05$).

Na avaliação do grau de conversão (GC), foi utilizada uma análise de variância de dois fatores (tempo x tratamento térmico), sendo as diferenças entre as

médias identificadas através do teste de Tukey. Para os ensaios de Microdureza Knoop, Resistência à Flexão Biaxial e Diferença de Cor (ΔE), foi aplicado uma análise de variância de um fator (TT), com as diferenças entre as médias identificadas através do teste de Tukey.

No ensaio de Razão de Contraste (RC), duas análises foram realizadas utilizando-se a análise de variância de um fator (TT) individualmente para cada resina e para a diferença entre as RC iniciais e finais (ΔRC), para cada resina composta em cada condição experimental (sem TT, 100°C e 170°C).

5 RESULTADOS

5.1 GRAU DE CONVERSÃO (GC)

Os dados de GC foram normais e homocedásticos. Para todas as resinas, a análise de variância de dois fatores (tempo e TT) apresentou diferenças significativas para os fatores principais e para a interação. As diferenças entre as médias foram identificadas através do teste de Tukey (figura 5.1).

De modo geral, as resinas apresentaram um aumento do GC com o aumento da temperatura. Para as resinas z100, z350 e Empress Direct, 24h, os grupos tratados a 100°C e o grupo sem TT apresentaram médias estatisticamente semelhantes. O GC dos grupos tratados a 170°C foi superior aos grupos tratados a 100°C e aos grupos sem TT, no tempo de 24h. Não houve diferença significativa nos grupos imediatos e após 24h quando tratados a 170°C.

Figura 5.1 - Médias e desvios padrão obtidos para os graus de conversão (GC). Letras iguais indicam médias estatisticamente semelhantes. Comparação realizada entre os grupos da mesma resina

Fonte: O autor

5.2 RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL (RFB)

Os dados de RFB foram normais e homocedásticos. Para todas as resinas, a análise de variância de um fator (TT) apresentou diferenças estatisticamente significativas e as diferenças entre as médias foram identificadas através do teste de Tukey (figura 5.2).

Figura 5.2 - Médias e desvios padrão da resistência à flexão biaxial (RFB). Letras iguais indicam semelhanças estatísticas e a análise comparativa ocorreu entre os grupos da mesma resina

Fonte: O autor

O tratamento térmico aumentou a RFB das resinas z350 e Empress Direct e não produziu efeito na RFB das resinas z100 e Estelite Omega.

5.3 MICRODUREZA KNOOP (KHN)

Os dados de KHN foram normais e homocedásticos. Para todas as resinas, a análise de variância de um fator (ANOVA One-way) apresentou diferenças estatisticamente significativas e as diferenças entre as médias foram identificadas através teste de Tukey (figura 5.3).

Figura 5.3 - Médias e desvios padrão de microdureza Knoop (KHN). Letras iguais indicam médias estatisticamente semelhantes e a análise comparativa ocorreu entre os grupos da mesma resina

Fonte: O autor

Todas as resinas apresentaram um aumento significativo da KHN com o aumento da temperatura, exceto para a resina Empress que apresentou microdureza semelhante para os grupos 100°C e sem TT.

5.4 EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO NAS PROPRIEDADES ÓPTICAS

5.4.1 Diferença de cor (ΔE) dos corpos de prova

Os dados da diferença de cor (ΔE , L^* , a^* e b^*) dos materiais comparando antes e após o TT (100 e 170°C) apresentaram diferenças estatisticamente significativas quando submetidos à análise de variância (ANOVA One-way) e teste de Tukey (figura 5.4).

Todos os TT acarretaram um aumento significativo na diferença de cor. De maneira geral, o tratamento térmico a 170°C aumenta a diferença de cor quando comparado com o tratamento a 100°C, exceto para a resina z100.

Figura 5.4 - Médias e desvios padrão da diferença de cor (ΔE) dos grupos avaliados antes e após o tratamento térmico. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Fonte: O autor

A análise da diferença do eixo L^* demonstra um “escurecimento” estatisticamente significativo de todas as resinas compostas após o TT a 100°C e uma diminuição desse escurecimento quando a resina é submetida ao TT a 170°C, retornando a valores semelhantes aos da resina sem tratamento térmico, exceto para a Estelite Omega, que apresentou um valor de 170°C maior que o de 100°C (tabela 5.1 e figura 5.5)

Tabela 5.1 - Médias e desvios padrão das diferenças no eixo L^* , a^* e b^* dos grupos avaliados antes e após o tratamento térmico. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Material	Condição Experimental	Parâmetro		
		L^*	a^* ($a-a'$)	b^* ($b-b'$)
Estelite Omega	Sem TT	$0,04 \pm 0,19$ A`	$0,00 \pm 0,03$ a	$0,10 \pm 0,14$ A
	100°C	$-0,48 \pm 0,12$ B`	$-0,03 \pm 0,04$ a	$1,52 \pm 0,10$ B
	170°C	$-1,18 \pm 0,25$ C`	$0,01 \pm 0,03$ a	$5,58 \pm 0,66$ C
z100	Sem TT	$-0,07 \pm 0,09$ A`	$-0,06 \pm 0,01$ a	$0,12 \pm 0,11$ A
	100°C	$-1,53 \pm 0,28$ B`	$0,15 \pm 0,03$ b	$3,75 \pm 0,34$ B
	170°C	$-0,22 \pm 0,19$ A`	$-0,53 \pm 0,22$ c	$3,29 \pm 0,50$ C
z350	Sem TT	$-0,05 \pm 0,11$ A`	$-0,04 \pm 0,02$ a	$0,06 \pm 0,09$ A
	100°C	$-0,75 \pm 0,39$ B`	$-0,03 \pm 0,06$ a	$0,41 \pm 0,56$ A
	170°C	$-0,27 \pm 0,24$ A`	$-0,15 \pm 0,20$ a	$1,69 \pm 0,20$ B
Empress Direct	Sem TT	$-0,06 \pm 0,12$ A`	$0,01 \pm 0,03$ a	$0,06 \pm 0,15$ A
	100°C	$-0,33 \pm 0,17$ B`	$-0,25 \pm 0,06$ b	$1,08 \pm 0,13$ B
	170°C	$-0,12 \pm 0,15$ A`	$-0,52 \pm 0,06$ c	$2,14 \pm 0,21$ C

Fonte: O autor

Figura 5.5 - Médias e desvios padrão da diferença no eixo L* (L-L') dos grupos avaliados antes e após o tratamento térmico. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Fonte: O autor

Os parâmetros a^* e b^* também foram avaliados (tabela 5.1). A figura 5.6 representa as alterações nos eixos a^* e b^* para as resina Estelite Omega, z100, z350 e Empress Direct no sistema de cor de Munsell. O sentido e o tamanho da seta indicam a magnitude das alterações de cor nos respectivos eixos para os diferentes TT (tratados a 100 e 170°C ou sem TT).

Figura 5.6 - Escala cromática indicativa da magnitude da diferença nos eixos a^* e b^* entre as condições experimentais das resinas compostas Estelite Omega, z100, z350 e Empress Direct antes e após o tratamento térmico. Valores menores que 0,15 não foram apresentados na figura

Fonte: O autor

A análise dos dados no eixo a^* (tabela 5.1) demonstrou que as resinas Estelite Omega e z350 não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre os grupos tratados. A resina z100 demonstrou uma intensificação do vermelho no grupo tratado a 100°C, retornando ao verde a 170°C. A Empress Direct apresentou um aumento da intensidade do verde com o aumento da temperatura de TT.

A análise dos dados do eixo b^* (tabela 5.1) demonstrou uma intensificação estatisticamente significativa do amarelo nas duas temperaturas de TT para todas as resinas compostas, exceto para a z350 a 100°C que apresentou-se semelhante ao grupo sem TT.

5.4.2 Razão de Contraste (RC)

A análise de variância (ANOVA One-way) e o teste de Tukey que compara a RC entre os grupos após o TT apresentaram diferenças estatisticamente significativas (figura 5.7). As resinas Estelite Omega e z350 apresentaram uma maior RC quanto maior a temperatura do TT. A RC da resina z100 apresentou semelhança estatística entre os grupos tratados a 100 e a 170°C, que foram superiores ao grupo sem TT. A resina Empress Direct não apresentou diferença estatística entre o grupo sem TT e o tratado a 170°C, mas apresentou uma diminuição da RC no grupo tratado a 100°C.

Figura 5.7 - Médias e desvios padrão da razão de contraste (RC) dos grupos avaliados após o tratamento térmico. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Fonte: O autor

A análise de variância (ANOVA One-way) e teste de Tukey para a diferença da razão de contraste (Δ RC) de cada material considerando os valores antes e após o TT apresentou diferença estatisticamente significativa somente para as resinas Estelite Omega no TT 170°C e z100 no TT 100°C (figura 5.8).

Figura 5.8 - Médias e desvios padrão da variação da razão de contraste (ΔRC) dos grupos avaliados antes e após o tratamento térmico. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Fonte: O autor

5.5 EFEITO DO ARMAZENAMENTO EM CORANTES NAS PROPRIEDADES ÓPTICAS

5.5.1 Diferença de cor (ΔE) dos corpos de prova

Os dados de diferença de cor (ΔE) dos materiais antes e após o armazenamento em corantes foram normais e homocedásticos. Para todas as resinas, a análise de variância de um fator (ANOVA One-way) apresentou diferenças estatisticamente significativas e o contraste entre as médias foi feito por meio do teste de Tukey (figura 5.9).

Quando armazenadas em vinho e café, todas as resinas tratadas a 100 e 170°C apresentaram menor ΔE quando comparados ao grupo sem tratamento térmico, exceto para as resinas Estelite Omega e Empress Direct que, quando

armazenadas em café, não demonstraram diferença significativa entre grupos sem tratamento e tratados a 100°C. Para todas as resinas, o tratamento térmico a 170°C possibilitou menor ΔE que os grupos tratados a 100°C e sem TT, exceto para a resina Estelite Omega, armazenada em vinho, que não apresentou diferença entre o tratamento de 100 e 170°C.

O armazenamento em água influenciou de modo semelhante o ΔE de todos os grupos das resinas Empress Direct e z350. A resina z100 apresentou redução do ΔE com o aumento da temperatura de tratamento térmicos e a resina Estelite Omega apresentou maior ΔE para o grupo tratado a 170°C.

Figura 5.9 - Médias e desvios padrão da diferença de cor (ΔE) dos grupos avaliados. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Fonte: O autor

5.5.1.1 Diferença de cor – análise dos eixos L*a*b*

5.5.1.1.1 Armazenamento em água

A análise dos valores do eixo L* (L-L') demonstrou que as resinas Estelite Omega e a Empress Direct não apresentaram diferença significativa entre os grupos com TT e sem TT. Ressalta-se que os valores numéricos dos grupos com TT foram inferiores aos dos respectivos grupos sem TT (tabela 5.2).

Tabela 5.2 - Médias e desvios padrão das diferenças nos eixos L*, a* e b* dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em água por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Material	Condição Experimental	Parâmetro		
		L*	a*	b*
Estelite Omega	Sem TT	- 0,40 ± 0,55 A`	0,06 ± 0,04 a	0,54 ± 0,13 A
	100°C	0,21 ± 0,28 A`	0,12 ± 0,07 a	- 0,66 ± 0,19 B
	170°C	- 0,18 ± 0,07 A`	0,33 ± 0,04 b	- 1,40 ± 0,23 C
z100	Sem TT	- 1,37 ± 0,13 A`	- 0,24 ± 0,04 a	3,82 ± 0,20 A
	100°C	- 0,31 ± 0,23 B`	- 0,49 ± 0,08 b	1,06 ± 0,32 B
	170°C	- 0,44 ± 0,06 B`	- 0,22 ± 0,01 a	- 0,15 ± 0,16 C
z350	Sem TT	- 0,27 ± 0,91 AB`	- 0,20 ± 0,04 a	0,66 ± 0,40 A
	100°C	0,73 ± 0,45 A`	0,01 ± 0,05 b	- 0,17 ± 0,44 B
	170°C	- 0,54 ± 0,38 B`	0,28 ± 0,08 c	- 1,02 ± 0,46 C
Empress Direct	Sem TT	- 0,50 ± 0,69 A`	0,77 ± 0,11 a	- 0,15 ± 0,60 A
	100°C	- 0,05 ± 0,28 A`	1,08 ± 0,09 b	- 1,22 ± 0,45 B
	170°C	- 0,25 ± 0,18 A`	1,03 ± 0,15 b	- 1,33 ± 0,12 B

Fonte: O autor

A resina z100 demonstrou uma diminuição estatisticamente significativa no escurecimento após os TT nas duas condições quando comparados com o grupo sem TT, porém sem diferença estatística entre os grupos tratados a 100 e 170°C. A resina z350 apresentou diferença estatisticamente significativa entre os dois grupos tratados a 100 e a 170°C (figura 5.10).

Figura 5.10 - Médias e desvios padrão da diferença no eixo L* (L-L') dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em água por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Fonte: O autor

Os parâmetros a^* e b^* , além de descritos na tabela 5.10, também foram representados na figura 5.11, que apresenta as alterações nos eixos a^* e b^* para as resinas Estelite Omega, z100, z350 e Empress no sistema de cor de Munsell. O sentido e o tamanho da seta indicam a magnitude das alterações de cor nos respectivos eixos para os diferentes TT (tratados a 100 e 170°C ou sem TT).

Figura 5.11 - Escala cromática indicativa da magnitude da diferença nos eixos a^* e b^* entre as condições experimentais das resinas compostas Estelite Omega, z350, z100 e Empress Direct antes e após o armazenamento em água por 7 dias. Valores inferiores a 0,15 não foram representados na figura

Fonte: O autor

A análise dos dados no eixo a^* (vermelho-verde) das resinas compostas demonstrou que a resina Estelite Omega apresentou diferença estatisticamente para o TT a 170°C, com maior intensidade de vermelho. As resinas Empress Direct e z350 apresentaram um aumento estatisticamente significativo da intensidade do vermelho para o TT a 100 e 170°C em relação ao grupo sem TT. Para a Empress Direct, não

houve diferença entre os dois grupos TT, ao passo que, na z350, houve um aumento estatisticamente significativo da intensidade do vermelho para o TT a 170°C em relação ao TT a 100°C. A resina z100 apresentou valores negativo (intensidade de verde) para todos os grupos, com valor estatisticamente superior para o TT 100°C (tabela 5.2).

Os dados da variação do eixo b^* (amarelo-azul) demonstraram valores negativos (intensidade de azul) estatisticamente significativos para os TT em todas as resinas. A exceção foi para a z100 no TT 100°C que apresentou valor positivo, mas estatisticamente inferior ao grupo sem TT.

5.5.1.1.2 *Armazenamento em café*

Para o eixo L^* , referente à luminosidade, a análise da diferença entre os valores iniciais e após o armazenamento em café demonstrou uma redução estatisticamente significativa no escurecimento para todas as resinas compostas com TT 170°C em comparação ao grupo sem TT. Os grupos TT 100°C apresentaram uma redução do escurecimento estatisticamente significativa em relação ao sem TT apenas para a resina z350. Todas as resinas também apresentaram redução estatisticamente significativa para os grupos TT 170°C se comparado aos TT 100, exceto para a Estelite Omega (tabela 5.3 e figura 5.12).

Tabela 5.3 - Médias e desvios padrão das diferenças nos eixos L*, a* e b* dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em café por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Material	Condição Experimental	Parâmetro		
		L*	a*	b*
Estelite Omega	Sem TT	- 6,13 ± 1,25 A`	2,66 ± 0,15 a	10,65 ± 2,44 AB
	100°C	- 5,09 ± 0,89 AB`	2,34 ± 0,33 ab	11,36 ± 0,54 A
	170°C	- 4,57 ± 0,42 B`	2,17 ± 0,20 b	8,14 ± 0,76 B
z100	Sem TT	- 5,07 ± 0,29 A`	1,11 ± 0,15 a	9,94 ± 0,67 A
	100°C	- 4,21 ± 0,74 A`	0,84 ± 0,35 a	6,12 ± 0,57 B
	170°C	- 2,64 ± 1,03 B`	0,30 ± 0,20 b	4,98 ± 0,96 B
z350	Sem TT	-15,58 ± 0,51 A`	6,05 ± 0,22 a	16,39 ± 0,19 A
	100°C	- 12,95 ± 1,57 B`	5,31 ± 0,80 a	13,33 ± 0,51 B
	170°C	- 10,96 ± 0,78 C`	4,42 ± 0,31 b	11,95 ± 0,72 C
Empress Direct	Sem TT	- 25,30 ± 0,41 A`	7,37 ± 0,23 a	9,14 ± 0,43 A
	100°C	- 25,58 ± 1,10 A`	7,11 ± 0,55 a	6,81 ± 0,83 B
	170°C	-21,85 ± 2,03 B`	6,85 ± 0,67 a	7,35 ± 0,66 B

Fonte: O autor

Figura 5.12 - Médias e desvios padrão da diferença no eixo L* (L-L') dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em café por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Fonte: O autor

A diferença dos valores iniciais e após o armazenamento em café dos parâmetros a^* e b^* também foram analisados (figura 5.13). Os valores positivos no eixo a^* (vermelho-verde) para todas as condições experimentais em todas as resinas demonstraram deslocamento para o lado vermelho, porém com diferentes intensidades. Todas as resinas testadas apresentaram uma redução estatisticamente significativa na intensidade de vermelho para o TT 170°C quando comparadas com o grupo sem TT e TT 100°C, exceto para a Empress Direct que não apresentou diferença estatisticamente significativa entre as condições experimentais e para a Estelite Omega que não demonstrou diferença estatisticamente significativa entre os grupos TT 100°C e TT 170°C. Para todas as resinas, os grupos TT 100°C apresentaram-se estatisticamente semelhantes ao grupo sem TT.

Figura 5.13 - Escala cromática indicativa da magnitude da diferença nos eixos a^* e b^* entre as condições experimentais da resina composta z350 antes e após o armazenamento em café por 7 dias

Fonte: O autor

Na análise do parâmetro b^* (amarelo-azul), todas as resinas apresentaram valores positivo (tendência ao amarelamento). As resinas z100, z350 e Empress Direct demonstraram que os grupos TT 100°C e TT 170°C foram semelhantes estatisticamente entre si e com menor intensidade de amarelo em relação ao grupo sem TT, exceto para a z350 que apresentou valores estatisticamente inferiores para TT 170°C se comparados ao TT 100°C. A resina Estelite Omega não apresentou

diferença entre o grupo sem TT com os grupos TT 100°C e TT 170°C, estes últimos diferentes entre si com uma acentuação no amarelamento no TT 100°C.

5.5.1.1.3 Armazenamento em vinho

Foram realizadas análises separadamente dos parâmetros L^* , a^* e b^* após o armazenamento em vinho por 7 dias (tabela 5.4).

Tabela 5.4 - Médias e desvios padrão das diferenças nos eixos L^* , a^* e b^* dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em vinho por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Material	Condição Experimental	Parâmetro		
		L^*	a^*	b^*
Estelite Omega	Sem TT	- 9,45 ± 0,48 A`	3,34 ± 0,28 a	6,71 ± 0,19 A
	100°C	- 7,70 ± 0,53 B`	3,00 ± 0,17 b	3,24 ± 0,54 B
	170°C	- 7,39 ± 0,60 B`	2,94 ± 0,07 b	1,73 ± 0,35 C
z100	Sem TT	- 7,45 ± 1,21 A`	1,23 ± 0,22 a	10,70 ± 1,13 A
	100°C	- 5,76 ± 0,80 B`	1,10 ± 0,25 a	6,00 ± 0,54 B
	170°C	- 6,98 ± 0,74 AB`	2,00 ± 0,37 b	1,43 ± 1,00 C
z350	Sem TT	- 21,30 ± 0,70 A`	8,31 ± 0,38 a	26,28 ± 1,61 A
	100°C	- 18,74 ± 0,38 B`	5,99 ± 0,53 b	21,43 ± 0,99 B
	170°C	- 13,51 ± 1,23 C`	3,56 ± 0,90 c	21,45 ± 1,12 B
Empress Direct	Sem TT	- 24,21 ± 0,89 A`	11,54 ± 0,56 a	29,30 ± 1,02 A
	100°C	- 23,30 ± 2,44 A`	9,50 ± 0,66 b	26,05 ± 2,03 B
	170°C	- 17,77 ± 1,39 B`	6,55 ± 0,73 c	22,70 ± 0,89 C

Fonte: O autor

A análise do eixo L^* demonstrou uma redução estatisticamente significativa no escurecimento para todas as resinas com TT 170°C e TT 100°C em comparação ao grupo sem TT, exceto para a resina z100 (TT 170°C-sem TT) e Empress Direct (TT 100°C-sem TT). A comparação entre os grupos TT 100°C e TT 170°C demonstrou que não houve diferença estatisticamente significativa para as resinas Estelite Omega e z100, ao passo que, para as resinas z350 e Empress Direct, houve uma redução no escurecimento no grupo TT 170°C (figura 5.14).

Figura 5.14 - Médias e desvios padrão da diferença no eixo L^* ($L-L'$) dos grupos avaliados antes e após o armazenamento em vinho por 7 dias. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Fonte: O autor

Os parâmetros a^* e b^* também foram avaliados separadamente após o armazenamento em vinho (figura 5.15). A diferença entre os valores do parâmetro a^* (vermelho-verde) das resinas após o armazenamento em vinho demonstrou uma tendência ao vermelho (valores positivos) para todas as resinas e todas as condições experimentais. Todas as resinas apresentaram uma redução estatisticamente significativa do “avermelhamento” nos grupos TT 100°C e TT 170°C em comparação ao grupo sem TT, exceto a resina z100 que apresentou semelhança estatística entre o grupo TT 100°C e sem TT, e o grupo TT 170°C apresentou uma maior tendência ao “avermelhamento”. As resinas z350 e Empress Direct apresentaram redução estatisticamente significativa da intensidade de vermelho com o aumento da temperatura (TT 100°C e TT 170°C). A resina Estelite Omega também demonstrou redução estatisticamente significativa do grupo TT 100°C em relação ao grupo sem TT, porém com semelhança estatística entre os dois grupos TT.

Figura 5.15 - Escala cromática indicativa da magnitude da diferença nos eixos a^* e b^* entre as condições experimentais das resinas Estelite Omega, z100, z350 e Empress Direct antes e após o armazenamento em vinho por 7 dias

Fonte: O autor

Na análise do parâmetro b^* (amarelo-azul), os dados da diferença entre valores iniciais e após armazenamento em vinho apresentaram valores positivos (tendência ao “amarelamento”) para todas as resinas. As resinas Estelite Omega, z100 e Empress Direct apresentaram uma redução estatisticamente significativa dos valores de amarelo com o aumento da temperatura de TT. A resina z350 apresentou redução

estatisticamente significativa dos valores de amarelo para os grupos com TT comparados ao grupo sem TT, mas não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos com TT (tabela 5.4).

5.5.2 Razão de contraste (RC)

5.5.2.1 Armazenamento em água

Os dados de RC após o armazenamento em água foram normais e homocedásticos. A análise de variância de um fator (ANOVA One-way) para os materiais após o TT apresentou diferenças estatisticamente significativas para todas as resinas, exceto para a z350, e as diferenças entre as médias foram identificadas através teste de Tukey (figura 5.16). O TT não influenciou a RC para a resina z350. Para as demais resinas, se comparados à RC do grupo sem TT, os valores de RC foram estatisticamente superiores: a 100°C para a z100, a 100 e a 170°C para a resina Empress Direct e a 170°C para a Estelite Omega.

Figura 5.16 - Médias e desvios padrão da razão de contraste (RC) dos grupos avaliados após armazenamento em água. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Fonte: O autor

A análise de variância (ANOVA One-way) e o teste de Tukey para a diferença da razão de contraste (Δ RC) de cada material considerando os valores antes e após o armazenamento em água apresentaram diferença estatisticamente significativa somente para a resina z100 TT100 e TT170°C (figura 5.17). Vale ressaltar que as diferenças numéricas foram muito pequenas (da ordem de um centésimo).

Figura 5.17 - Médias e desvios padrão da diferença da razão de contraste (ΔRC) dos grupos avaliados imediatamente e após 7 dias de armazenamento em água. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental

Fonte: O autor

5.5.2.2 Armazenamento em café

Os dados de RC após o armazenamento em café foram normais e homocedásticos. A análise de variância de um fator (TT) apresentou diferenças estatisticamente significativas somente para as resinas Estelite Omega e z350. A resina Estelite Omega apresentou uma redução na RC para os grupos tratados a 100 e a 170°C, porém sem diferença estatística entre estes. Para a resina z350, a RC do TT 100°C foi superior ao TT 170°C (figura 5.18).

Figura 5.18 - Médias e desvios padrão da razão de contraste (RC) dos grupos avaliados. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental após o período de armazenamento em café

Fonte: O autor

A comparação das diferenças da razão de contraste (ΔRC) demonstram uma redução estatisticamente significativa para Estelite Omega TT 100°C e para todas as resinas compostas no TT 170°C, exceto para a Z350 (figura 5.19).

Figura 5.19 - Médias e desvios padrão da diferença razão de contraste (ΔRC) dos grupos avaliados imediatamente e após 7 dias de armazenamento em café. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental antes e após o armazenamento

Fonte: O autor

5.5.2.3 Armazenamento em vinho

Os dados de RC após o armazenamento em vinho por 7 dias foram normais e homocedásticos. A análise de variância de um fator (TT) apresentou diferenças estatisticamente significativas somente para a z350, e as diferenças entre as médias foram identificadas através do teste de Tukey (figura 5.20). Para a resina z350, houve redução da RC para o grupo tratado a 170°C se comparada à RC dos demais grupos.

Figura 5.20 - Médias e desvios padrão da razão de contraste (RC) dos grupos avaliados. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental após o período de armazenamento em vinho

Fonte: O autor

A ΔRC para o armazenamento em vinho indicou: para z100 uma redução apenas para o TT 100°C, enquanto as resinas z350 e Empress Direct apresentaram uma redução do ΔRC nos grupos TT 170 °C. Não houve diferença entre os grupos da resina Estelite Omega (figura 5.21).

Figura 5.21 - Médias e desvios padrão da diferença da razão de contraste (ΔRC) dos grupos avaliados imediatamente e após 7 dias de armazenamento em vinho. Letras iguais indicam semelhança estatística. A comparação foi realizada entre os grupos de uma mesma resina e uma mesma condição experimental antes e após o armazenamento

Fonte: O autor

6 DISCUSSÃO

6.1 GRAU DE CONVERSÃO (GC) E PROPRIEDADES MECÂNICAS (RFB E KHN)

A hipótese experimental de que o TT a 170°C aumenta o GC das resinas compostas foi aceita. O GC foi avaliado através da espectroscopia no infra-vermelho próximo (NIR), uma das metodologias mais aplicadas para a obtenção do GC (22, 25, 53).

O TT a 170°C para a maior parte das resinas conduziu a GC superior que as demais condições. O aumento médio do GC das resinas TT a 100°C em relação aos grupos sem TT foi de 5%, ao passo que o grupo tratado a 170°C demonstrou um aumento médio em relação ao grupo sem TT de 14%. Essa relação positiva entre maior GC e TT também foi demonstrada na literatura (9, 16).

Bagis e Rueggeberg argumentaram que quanto mais a temperatura do TT se aproxima da temperatura da Tg do material, maior seria a possibilidade de mobilidade de um segmento da cadeia (16), especialmente em resinas fotoativadas, que possuem terminações polimerizáveis aprisionadas no interior da rede polimérica (40). A ideia de que o aquecimento acima da Tg permitiria uma redução das ligações secundárias e uma rotação de radicais não reagidos e uma maior relaxação da tensão também foi abordada em outros estudos (11, 12, 53). Portanto, a variação no resultado do GC a 100 e 170°C deste trabalho é um importante argumento de validação da hipótese de que o TT além da Tg pode conduzir a melhores resultados mecânicos.

Desconsiderando os outros fatores que interferem no GC, as resinas que possuem o monômero TEGDMA em sua matriz polimérica apresentaram os maiores valores de GC, favorecido pelo seu reduzido peso molecular e alta mobilidade durante a polimerização (22, 37). No presente estudo, a resina z350 que é composta por UDMA, com viscosidade maior que o TEGDMA, combinado ao Bis-EMA, que tem reduzida capacidade de formar ligações de hidrogênio, foram os prováveis responsáveis pelo valor intermediário no seu grau de conversão (21, 37).

Além do TT, estudos indicam que o tipo e o tamanho das partículas presentes influenciam no GC e que resinas microhíbridas ou microparticuladas apresentam valores maiores de GC que as nanoparticuladas (23, 24), fato que também explicaria os valores inferiores encontrados na Empress Direct. A relação entre essas duas variáveis necessita, entretanto, de mais estudos.

No que se refere à RFB, a hipótese de que o TT a 170°C aumenta a RFB das resinas compostas foi “parcialmente” aceita. As resinas z350 e a Empress Direct apresentaram um aumento da RFB estatisticamente significativo após o TT 170°C .

Estudos demonstraram que a resistência à flexão é diretamente influenciada pela composição (37) e grau de conversão (26) das resinas compostas, e representa a tensão máxima que o material suporta antes de fraturar (19). Neste sentido, a resistência mecânica é resultado de combinações complexas de fatores como composição (tipo, tamanho e conteúdo de carga e de monômeros) e microestrutura (grau de conversão, polimerização, reticulação) que podem variar no processo de fabricação e processamento da resina composta e não podem ser considerados de forma isolada na avaliação da RFB (30).

Neste sentido, os trabalhos que correlacionam unicamente o GC com RFB apresentam resultados controversos (26, 31). No presente estudo, foi possível observar que as condições experimentais das resinas z100 e z350 que apresentaram os maiores valores de GC, também apresentaram os maiores valores de RFB, apesar das limitações no presente trabalho.

Com relação à composição monomérica e GC, alguns trabalhos indicam que as resinas compostas que apresentam BisGMA podem apresentar menor RFB, pois apesar deste monômero possuir interações intermoleculares fortes, apresenta um GC baixo e que resinas a base de UDMA apresentam RFB comparativamente maior (37, 38). Asmussen et al. (38) indicaram que a RFB aumentou quando o monômero BisGMA ou TEGDMA era substituído por UDMA. No presente estudo, as resinas que apresentam UDMA em sua composição, z350 e Empress Direct, na condição sem TT, apresentaram valores intermediários de RFB, reforçando a hipótese de que deve-se considerar a influência da interação entre a composição e a microestrutura nas propriedades mecânicas (30).

A relação entre o TT e a resistência dos materiais foi abordada por diversos autores que, apesar da falta de padronização em temperaturas e condições experimentais, encontraram um aumento significativo das propriedades mecânicas com as temperaturas mais elevadas, considerando o limite de 170°C. Foram relatados aumentos médios de resistência à tração diametral de 11 a 16,6% (13, 14) e de RFB de 9 a 27%, com aumento máximo relatado de até 47% (4, 8, 9, 12, 13). Esses dados corroboram os encontrados no presente estudo que indicou aumento até 41,7% para a z350 quando realizado o TT a 170°C.

Quanto à KHN, a hipótese de que o TT aumenta a microdureza das resinas compostas foi aceita. Os dados obtidos neste estudo apontam uma relação direta em que microdureza aumentou com a temperatura do TT. Após o TT, as resinas apresentaram um aumento médio da KHN de 9% a 100°C e de 19% a 170°C, que chegou a 23% para a Estelite Omega. Esse aumento é compatível com a literatura, que aponta aumentos de 13 a 40% na KHN das resinas compostas após o TT (9, 12).

Além dos aspectos relacionados à composição e ao GC, o aumento da KHN com o TT pode ser explicado por uma possível relaxação de tensão e aumento da reticulação do polímero (11, 12, 59, 62).

A tensão interna em uma resina composta decorre da contração ocorrida durante a polimerização. Possivelmente, quando as ligações entre os monômeros são formadas, muitas cadeias apresentam ligações primárias fora da distância de equilíbrio que podem levar a distorções no formato da cadeia e à geração de tensões, principalmente entre a matriz polimérica e a carga, que é um componente rígido e inerte durante a polimerização. A tensão induzida pode sofrer relaxação pela acomodação, deslizamento e rotação de cadeias e grupos laterais (11, 12). A relaxação das tensões é dependente do tempo e da temperatura que apresentam relação inversa (11, 17). Neste sentido, as maiores temperaturas de TT podem produzir a relaxação de tensões mesmo quando realizadas em períodos mais curtos de tempo.

Além dos mecanismos supracitados, o TT pode conduzir ao aumento da reticulação do polímero, uma vez que o aumento da temperatura leva a um aumento da energia cinética e maior amplitude vibracional da cadeia segmentar, permitindo que

os radicais vizinhos próximos e os grupos metacrilato colidam, aumentando assim a conversão de monômeros (17, 26, 30).

6.2 PROPRIEDADES ÓPTICAS

A hipótese experimental de que o TT a 170°C não altera a cor e a RC da resina composta foi rejeitada

A diferença de cor (ΔE) foi calculada com base no sistema CieLAB, por meio da avaliação dos parâmetros L^* , a^* e b^* , antes e após o TT e antes e após o armazenamento por 7 dias em água, café e vinho. O cálculo do ΔE permite quantificar a variação de cor, de modo que se torna possível uma comparação objetiva entre os resultados obtidos (63).

Vários autores tentaram demonstrar quais valores de ΔE seriam aceitáveis ou perceptíveis, entretanto não há uma concordância (65, 67, 69). Estudos relataram que 3,7 é o limite de percepção de alteração de cor (65), que um ΔE maior que 2 (69) ou que 2,7 (67) já foi perceptível a todos os observadores e valores inferiores a esses seriam aceitáveis (67).

Os limites de ΔE que foram utilizados como referência para diversos trabalhos (69-72), incluindo o presente estudo, estão referenciados no trabalho de Vichi et al. (68). Os autores relataram que valores de ΔE abaixo de 1 não seriam observados pelo olho humano, ao passo que o ΔE entre 1 e 3,3 seria perceptível para um profissional ou indivíduo treinado e acima de 3,3, perceptível para observadores leigos. Lee et al. avaliaram os eixos $L^*a^*b^*$ individualmente e relataram que as variações aceitáveis eram de 1,1 para o eixo a^* (vermelho-verde) e 2,1 para o eixo b^* (azul-amarelo) (66).

Baseado nestes parâmetros, pode-se constatar que o TT a 170°C promoveu alteração de cor, todavia com o ΔE das resinas z350 e Empress Direct abaixo do limite de percepção, $\Delta E=3,3$ para a resina z100 e ΔE acima do limite de aceitação para a Estelite Omega (figura 5.4). A avaliação dos parâmetros L^* , a^* e b^* isoladamente, demonstrou que a variação no eixo a^* encontra-se dentro do aceitável ($<1,1$) para

todas as resinas após o TT, ao passo que a variação no eixo b^* foi aceitável apenas para as resinas z350 e Empress Direct. De modo geral, as maiores variações ocorreram no parâmetro b^* , no sentido positivo, o que indica uma tendência ao amarelamento das resinas após o TT (tabela 5.1).

As resinas compostas possuem em sua formulação fotoiniciadores e co-iniciadores, em geral canforoquinona (CQ) e aminas, respectivamente, para iniciar o processo de polimerização, além dos monômeros e partículas de carga (19). Altas concentrações de CQ resultam em efeitos indesejáveis que incluem o escurecimento e cor mais amarelada na aparência estética final do material. Para minimizar estes efeitos e aumentar a eficiência da fotoativação, os fabricantes associam a CQ a um sistema de co-iniciadores a base de aminas. Embora a canforoquinona apresente redução do seu amarelamento após a polimerização, as aminas que são co-iniciadoras apresentam um efeito contrário e produzem um maior amarelamento das resinas compostas com o tempo (61). As aminas são conhecidas por formar subprodutos, durante a polimerização, responsáveis pela coloração amarelada ou amarronzada sob a influência da luz ou do calor (60, 61). Deste modo, parece justificável a maior variação para o amarelo ($+b^*$) após o TT das resinas compostas no presente estudo.

Uma das propriedades que compõem as características ópticas de um material é a translucidez, que representa a passagem de luz pelo interior de um material, porém com dispersão parcial de modo que objetos não podem ser completamente vistos através do material (20). Em resinas compostas, a translucidez é influenciada pela espessura do material, pelo tamanho, forma e conteúdo das partículas e pelo índice de refração de luz da matriz orgânica e das partículas (54-56). Um dos parâmetros utilizados para avaliar a translucidez do material é a RC, na qual o valor 0 representa um material translúcido e o valor 1 um material opaco.

Estudos sugerem que a presença de uma maior quantidade de Bis-GMA na composição de resinas experimentais aumenta a sua translucidez, possivelmente devido ao índice de refração deste monômero, 1,55, ser mais próximo aos das partículas de sílica, bário e zircônia, também 1,55. O índice de refração dos monômeros TEGDMA e UDMA são da ordem de 1,46 e 1,48, respectivamente (58).

Isto pode explicar os mais altos valores da RC da resina Empress Direct que apresenta UDMA e uma menor quantidade de Bis-GMA.

Embora alguns estudos indiquem que o aumento no GC e na reticulação da matriz polimérica possam conduzir a uma alteração no índice de refração da matriz resinosa (59, 62), no presente estudo, houve um aumento numericamente muito discreto (de centésimos) do ΔRC somente para as resinas Estelite Omega TT 170°C e z100 TT 100°C. Estes resultados são apoiados pelo estudo de Rodrigues Júnior que avaliou resinas bulk-fill tratadas termicamente e não observou alteração nos seus parâmetros de translucidez (77).

A hipótese inicial de que o TT 170°C reduz a diferença de cor (ΔE) e o ΔRC após o armazenamento em corantes foi aceita. A análise dos dados após os armazenamentos em corantes demonstrou que, em geral, a RC das resinas compostas não foi alterada. Neste sentido, sugere-se que o aumento do grau de conversão e, possivelmente, do grau de reticulação das resinas compostas após o TT 170°C garantiu menores diferenças de RC quando armazenada em corantes. Observou-se uma semelhança ou redução da ΔRC em todas as resinas submetidas ao TT, armazenadas em café ou vinho.

Para o armazenamento em água, todas as resinas termicamente tratadas demonstraram um valor de ΔE dentro do limite de aceitação. Quando armazenadas em café e vinho, todas apresentaram-se acima dos limites de percepção ($\Delta E > 3,3$). No entanto, as resinas compostas dos grupos TT 170°C apresentaram uma redução estatisticamente significativa no ΔE .

O manchamento das resinas por corantes está relacionada à sorção de água, à composição química e ao GC.

A sorção de água, além de causar uma descoloração pela lixiviação dos monômeros, pode plastificar o componente resinoso, hidrolisar o silano e produzir microtrincas, o que acarretaria em um maior manchamento nas resinas compostas (72).

Com relação à composição monomérica, resinas que apresentam Bis-GMA podem aumentar de 3 a 6% a absorção de água (70). No presente estudo, não foi possível relacionar o ΔE após o armazenamento com a composição monomérica da resina. Seguramente, houve influência dos outros fatores como grau de polimerização, qualidade polimérica, tipo, tamanho e fração volumétrica das partículas de reforço, quantidade e tipo de fotoiniciador e co-iniciadores, entre outros (70, 71, 75).

Com relação ao GC e qualidade do polímero, observou-se que as resinas Estelite Omega, z100, z350 e Empress Direct, todas TT a 170°C, apresentaram redução no ΔE de 24%, 49%, 28% e 14% após o armazenamento em café, e de 32%, 43%, 27% e 26%, para o armazenamento em vinho, respectivamente (Figura 5.9). Neste sentido, o aumento do grau de conversão, o aumento da reticulação polimérica e a relaxação de tensões parecem ser as possíveis explicações para esse fenômeno (11, 12, 17, 53).

7 CONCLUSÕES

A partir dos achados do presente estudo e observando suas limitações, concluiu-se que o tratamento térmico a 170°C promove um aumento no grau de conversão, na microdureza e estabilidade de cor das resinas compostas diretas utilizadas de modo indireto.

REFERÊNCIAS¹

1. Pallesen U, Qvist V. Composite resin fillings and inlays. An 11-year evaluation. *Clin Oral Investig*. 2003;7(2):71-9.
2. Spreafico RC, Krejci I, Dietschi D. Clinical performance and marginal adaptation of class II direct and semidirect composite restorations over 3.5 years in vivo. *J Dent*. 2005;33(6):499-507.
3. Lynch CD, Opdam NJ, Hickel R, Brunton PA, Gurgan S, Kakaboura A, et al. Guidance on posterior resin composites: Academy of Operative Dentistry - European Section. *J Dent*. 2014;42(4):377-83.
4. Almeida-Chetti VA, Macchi RL, Iglesias ME. Effect of post-curing treatment on mechanical properties of composite resins. *Acta Odontol Latinoam*. 2014;27(2):72-6.
5. Torres CRG, Zanatta RF, Huhtala MFRL, Borges AB. Semidirect posterior composite restorations with a flexible die technique: A case series. *J Am Dent Assoc*. 2017;148(9):671-6.
6. Ozakar-Ilday N, Zorba YO, Yildiz M, Erdem V, Seven N, Demirbuga S. Three-year clinical performance of two indirect composite inlays compared to direct composite restorations. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2013;18(3):e521-8.
7. Alharbi A, Rocca GT, Dietschi D, Krejci I. Semidirect composite onlay with cavity sealing: a review of clinical procedures. *J Esthet Restor Dent*. 2014;26(2):97-106.
8. Asmussen E, Peutzfeldt A. Mechanical properties of heat treated restorative resins for use in the inlay/onlay technique. *Scand J Dent Res*. 1990;98(6):564-7.
9. Ferracane JL, Condon JR. Post-cure heat treatments for composites: properties and fractography. *Dent Mater*. 1992;8(5):290-5.
10. Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. *J Dent Res*. 1997;76(8):1508-16.

¹ De acordo com Estilo Vancouver..

11. 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.
12. 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.
13. Peutzfeldt A, Asmussen E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. *J Dent.* 2000;28(6):447-52.
14. Covey DA, Tahaney SR, Davenport JM. Mechanical properties of heat-treated composite resin restorative materials. *J Prosthet Dent.* 1992;68(3):458-61.
15. 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.
16. Bagis YH, Rueggeberg FA. Effect of post-cure temperature and heat duration on monomer conversion of photo-activated dental resin composite. *Dent Mater.* 1997;13(4):228-32.
17. Trujillo M, Newman SM, Stansbury JW. Use of near-IR to monitor the influence of external heating on dental composite photopolymerization. *Dent Mater.* 2004;20(8):766-77.
18. Chung SM, Yap AU, Koh WK, Tsai KT, Lim CT. Measurement of Poisson's ratio of dental composite restorative materials. *Biomaterials.* 2004;25(13):2455-60.
19. Anusavice KJ. Phillips` Science of Dental Materials. 12 ed ed2013.
20. Craig RG, Sakaguchi RL, Powers JM. Craig's Restorative Dental Materials 13 ed ed2012. p. 400 p.
21. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997;105(2):97-116.

22. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2002;23(8):1819-29.
23. Ribeiro BC, Boaventura JM, Brito-Gonçalves J, Rastelli AN, Bagnato VS, Saad JR. Degree of conversion of nanofilled and microhybrid composite resins photo-activated by different generations of LEDs. *J Appl Oral Sci*. 2012;20(2):212-7.
24. Gomes MN. Tratamento térmico pré e pós cura de diferentes compósitos: análise térmica, residência à flexão e grau de conversão: University of São Paulo; 2008.
25. Neves AD, Discacciati JA, Orêfice RL, Jansen WC. [Correlation between degree of conversion, microhardness and inorganic content in composites]. *Pesqui Odontol Bras*. 2002;16(4):349-54.
26. Gonçalves F, Boaro LC, Miyazaki CL, Kawano Y, Braga RR. Influence of polymeric matrix on the physical and chemical properties of experimental composites. *Braz Oral Res*. 2015;29(1):S1806-83242015000100307.
27. Scribante A, Bollardi M, Chiesa M, Poggio C, Colombo M. Flexural Properties and Elastic Modulus of Different Esthetic Restorative Materials: Evaluation after Exposure to Acidic Drink. *Biomed Res Int*. 2019;2019:5109481.
28. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dent Mater*. 2007;23(1):51-9.
29. Watanabe MU. Avaliação da resistência à flexão e do módulo de elasticidade de diferentes materiais restauradores poliméricos tratados ou não termicamente após a fotoativação: Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP; 2016.
30. Rodrigues Junior SA, Zanchi CH, Carvalho RV, Demarco FF. Flexural strength and modulus of elasticity of different types of resin-based composites. *Braz Oral Res*. 2007;21(1):16-21.
31. Chung KH, Greener EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. *J Oral Rehabil*. 1990;17(5):487-94.

32. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater.* 1985;1(1):11-4.
33. Poggio C, Lombardini M, Gaviati S, Chiesa M. Evaluation of Vickers hardness and depth of cure of six composite resins photo-activated with different polymerization modes. *J Conserv Dent.* 2012;15(3):237-41.
34. Cao L, Zhao X, Gong X, Zhao S. An in vitro investigation of wear resistance and hardness of composite resins. *Int J Clin Exp Med.* 2013;6(6):423-30.
35. Thomé T, Steagall W, Tachibana A, Braga SR, Turbino ML. Influence of the distance of the curing light source and composite shade on hardness of two composites. *J Appl Oral Sci.* 2007;15(6):486-91.
36. Ferracane JL, Greener EH. Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins--methods comparison. *J Dent Res.* 1984;63(8):1093-5.
37. Gajewski VE, Pfeifer CS, Fróes-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. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater.* 1998;14(1):51-6.
39. Truffier-Boutry D, Demoustier-Champagne S, Devaux J, Biebuyck JJ, Mestdagh M, Larbanois P, et al. A physico-chemical explanation of the post-polymerization shrinkage in dental resins. *Dent Mater.* 2006;22(5):405-12.
40. Santana IL. Estudo da influência do tratamento por calor em propriedades mecânicas de resinas compostas [tese de Doutorado]: University of São Paulo; 2005.
41. Daugherty MM, Lien W, Mansell MR, Risk DL, Savett DA, Vandewalle KS. Effect of high-intensity curing lights on the polymerization of bulk-fill composites. *Dent Mater.* 2018;34(10):1531-41.
42. Ferracane JL. Resin composite--state of the art. *Dent Mater.* 2011;27(1):29-38.

43. Kanzow P, Wiegand A. Retrospective analysis on the repair vs. replacement of composite restorations. *Dent Mater.* 2020;36(1):108-18.
44. Demarco FF, Corrêa MB, Cenci MS, Moraes RR, Opdam NJ. Longevity of posterior composite restorations: not only a matter of materials. *Dent Mater.* 2012;28(1):87-101.
45. Ferracane JL. Developing a more complete understanding of stresses produced in dental composites during polymerization. *Dent Mater.* 2005;21(1):36-42.
46. Cramer NB, Stansbury JW, Bowman CN. Recent advances and developments in composite dental restorative materials. *J Dent Res.* 2011;90(4):402-16.
47. Lutz E, Krejci I, Oldenburg TR. Elimination of polymerization stresses at the margins of posterior composite resin restorations: a new restorative technique. *Quintessence Int.* 1986;17(12):777-84.
48. Dejak B, Młotkowski A. A comparison of stresses in molar teeth restored with inlays and direct restorations, including polymerization shrinkage of composite resin and tooth loading during mastication. *Dent Mater.* 2015;31(3):e77-87.
49. Tunac AT, Celik EU, Yasa B. Two-year performance of CAD/CAM fabricated resin composite inlay restorations: A randomized controlled clinical trial. *J Esthet Restor Dent.* 2019;31(6):627-38.
50. Fahl N. Direct-Indirect Class V Restorations: A Novel Approach for Treating Noncarious Cervical Lesions. *J Esthet Restor Dent.* 2015;27(5):267-84.
51. 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.
52. Miyazaki CL. Thermal characterization, degree of conversion, flexural strength and Knoop hardness of heat treated commercial composites: University of São Paulo; 2010.
53. Esteves RA, Boaro LCC, Gonçalves F, Campos LMP, Silva CM, Rodrigues-Filho LE. Chemical and Mechanical Properties of Experimental Dental Composites as a Function of Formulation and Postcuring Thermal Treatment. *Biomed Res Int.* 2018;2018:9845427.

54. Son SA, Park JK, Seo DG, Ko CC, Kwon YH. How light attenuation and filler content affect the microhardness and polymerization shrinkage and translucency of bulk-fill composites? *Clin Oral Investig*. 2017;21(2):559-65.
55. Kim JJ, Moon HJ, Lim BS, Lee YK, Rhee SH, Yang HC. The effect of nanofiller on the opacity of experimental composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2007;80(2):332-8.
56. Arikawa H, Fujii K, Kanie T, Inoue K. Light transmittance characteristics of light-cured composite resins. *Dent Mater*. 1998;14(6):405-11.
57. Powers JM, Dennison JB, Koran A. Color stability of restorative resins under accelerated aging. *J Dent Res*. 1978;57(11-12):964-70.
58. Azzopardi N, Moharamzadeh K, Wood DJ, Martin N, van Noort R. Effect of resin matrix composition on the translucency of experimental dental composite resins. *Dent Mater*. 2009;25(12):1564-8.
59. Nakamura T, Saito O, Mizuno M, Tanaka H. Changes in translucency and color of particulate filler composite resins. *Int J Prosthodont*. 2002;15(5):494-9.
60. Shin DH, Rawls HR. Degree of conversion and color stability of the light curing resin with new photoinitiator systems. *Dent Mater*. 2009;25(8):1030-8.
61. Janda R, Roulet JF, Kaminsky M, Steffin G, Latta M. Color stability of resin matrix restorative materials as a function of the method of light activation. *Eur J Oral Sci*. 2004;112(3):280-5.
62. Johnston WM, Reisbick MH. Color and translucency changes during and after curing of esthetic restorative materials. *Dent Mater*. 1997;13(2):89-97.
63. CIE C. Cie publication no. 15.2. Central Bureau of the CIE, Vienna, 6. 1986.
64. Oliveira DF. Confiabilidade metrológica e validação de procedimentos espectralradiométricos para medição de fontes luminosas: Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro; 2006.
65. Johnston WM, Kao EC. Assessment of appearance match by visual observation and clinical colorimetry. *J Dent Res*. 1989;68(5):819-22.

66. Lee YK, Powers JM. Comparison of CIE lab, CIEDE 2000, and DIN 99 color differences between various shades of resin composites. *Int J Prosthodont*. 2005;18(2):150-5.
67. Paravina RD, Ghinea R, Herrera LJ, Bona AD, Igiel C, Linninger M, et al. Color difference thresholds in dentistry. *J Esthet Restor Dent*. 2015;27 Suppl 1:S1-9.
68. Vichi A, Ferrari M, Davidson CL. Color and opacity variations in three different resin-based composite products after water aging. *Dent Mater*. 2004;20(6):530-4.
69. Lee YK. Comparison of CIELAB DeltaE(*) and CIEDE2000 color-differences after polymerization and thermocycling of resin composites. *Dent Mater*. 2005;21(7):678-82.
70. Poggio C, Ceci M, Beltrami R, Mirando M, Wassim J, Colombo M. Color stability of esthetic restorative materials: a spectrophotometric analysis. *Acta Biomater Odontol Scand*. 2016;2(1):95-101.
71. Nasim I, Neelakantan P, Sujeer R, Subbarao CV. Color stability of microfilled, microhybrid and nanocomposite resins--an in vitro study. *J Dent*. 2010;38 Suppl 2:e137-42.
72. Leite MLAE, Silva FDSD, Meireles SS, Duarte RM, Andrade AKM. The effect of drinks on color stability and surface roughness of nanocomposites. *Eur J Dent*. 2014;8(3):330-6.
73. Lee YK, Yu B, Lee SH, Cho MS, Lee CY, Lim HN. Variation in instrument-based color coordinates of esthetic restorative materials by measurement method-A review. *Dent Mater*. 2010;26(11):1098-105.
74. Uchimura JY, Sato F, Bianchi G, Baesso ML, Santana RG, Pascotto RC. Color stability over time of three resin-based restorative materials stored dry and in artificial saliva. *J Esthet Restor Dent*. 2014;26(4):279-87.
75. Nair SR, Niranjana NT, Jayasheel A, Suryakanth DB. Comparative Evaluation of Colour Stability and Surface Hardness of Methacrylate Based Flowable and Packable Composite -In vitro Study. *J Clin Diagn Res*. 2017;11(3):ZC51-ZC4.
76. Rueggeberg FA, Harvey DK, Evans AL. Color changes in post-cure heat-treated resin composites. *Am J Dent*. 1991;4(4):171-6.

77. Rodrigues Júnior EC. Grau de conversão, propriedades ópticas e mecânicas de resinas compostas bulk-fill em função de dois aparelhos fotopolimerizadores e de tratamento térmico: University of São Paulo; 2019.

ANEXOS

Tabela 8.1 – Resultado da comparação entre os grupos quanto ao grau de conversão (GC) após aplicação de análise de variância de dois fatores (tempo e TT) e teste de Tukey.

Material	p		
	Interação	Tempo	TT
Estelite Omega	0,0047*	0,0002*	<0,0001*
z100	0,004*	0,0031*	<0,0001*
z350	0,0006*	<0,0001*	<0,0001*
Empress Direct	0,0384*	0,0048*	<0,0001*

*p<0,05

Fonte: O autor

Tabela 8.2 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à resistência à flexão biaxial (RFB) após aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	p
Estelite Omega	0,2938
z100	0,0479*
z350	0,0002*
Empress Direct	<0,0001*

*p<0,05

Fonte: O autor

Tabela 8.3 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à microdureza Knoop (KHN) após aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	p
Estelite Omega	<0,0001*
z100	<0,0001*
z350	<0,0001*
Empress Direct	<0,0001*

*p<0,05

Fonte: O autor

Tabela 8.4 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à diferença de cor e parâmetros (ΔE , L^* , a^* e b^*) após o tratamento térmico e aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	P			
	ΔE	L^*	a^*	b^*
Estelite Omega	<0,0001*	<0,0001*	0,1308	<0,0001*
z100	<0,0001*	<0,0001*	<0,0001*	<0,0001*
z350	<0,0001*	<0,0001*	0,1107	<0,0001*
Empress Direct	<0,0001*	0,0039*	<0,0001*	<0,0001*

*p<0,05

Fonte: O autor

Tabela 8.5 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à razão de contraste (RC) e diferença da razão de contraste (Δ RC) após o tratamento térmico e aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	p	
	RC	Δ RC
Estelite Omega	<0,0001*	<0,0001*
z100	0,0259*	0,0037*
z350	<0,0001*	0,2202
Empress Direct	0,0030*	0,8419

*p<0,05

Fonte: O autor

Tabela 8.6 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à diferença de cor (ΔE) após o armazenamento em água, café e vinho por 7 dias e aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	p		
	Água	Café	Vinho
Estelite Omega	0,0002*	0,0060*	<0,0001*
z100	<0,0001*	<0,0001*	<0,0001*
z350	0,4617	<0,0001*	<0,0001*
Empress Direct	0,0443*	0,0007*	<0,0001*

*p<0,05

Fonte: O autor

Tabela 8.7 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à diferença de cor dos parâmetros (L^* , a^* e b^*) após o armazenamento em água por 7 dias e aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	p		
	L^*	a^*	b^*
Estelite Omega	0,0604	<0,0001*	<0,0001*
z100	<0,0001*	<0,0001*	<0,0001*
z350	0,0226*	<0,0001*	0,0002*
Empress Direct	0,1852	0,0027*	0,0018*

* $p < 0,05$

Fonte: O autor

Tabela 8.8 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à diferença de cor dos parâmetros (L^* , a^* e b^*) após o armazenamento em café por 7 dias e aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	p		
	L^*	a^*	b^*
Estelite Omega	0,0545	0,0204*	0,0136*
z100	0,0009*	0,0009*	<0,0001*
z350	<0,0001*	0,0011*	<0,0001*
Empress Direct	0,0015*	0,3196	0,0003*

* $p < 0,05$

Fonte: O autor

Tabela 8.9 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à diferença de cor dos parâmetros (L^* , a^* e b^*) após o armazenamento em vinho por 7 dias e aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	p		
	L^*	a^*	b^*
Estelite Omega	0,0001*	0,0129*	<0,0001*
z100	0,0382*	0,0006*	<0,0001*
z350	<0,0001*	<0,0001*	<0,0001*
Empress Direct	0,0001*	<0,0001*	<0,0001*

*p<0,05

Fonte: O autor

Tabela 8.10 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à razão de contraste (RC) e diferença da razão de contraste (ΔRC) após o armazenamento em água por 7 dias e aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	p	
	RC	ΔRC
Estelite Omega	0,0283*	0,2602
z100	0,0352*	0,0007*
z350	0,6904	0,1104
Empress Direct	0,0008*	0,9092

*p<0,05

Fonte: O autor

Tabela 8.11 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à razão de contraste (RC) e diferença da razão de contraste (Δ RC) após o armazenamento em café por 7 dias e aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	p	
	RC	Δ RC
Estelite Omega	0,0006*	<0,0001*
z100	0,0475*	0,0066*
z350	0,0188*	0,0110*
Empress Direct	0,1430	0,0239*

*p<0,05

Fonte: O autor

Tabela 8.12 – Resultado da comparação entre os grupos quanto à razão de contraste (RC) e diferença da razão de contraste (Δ RC) após o armazenamento em vinho por 7 dias e aplicação de análise de variância de um fator (TT) e teste de Tukey.

Material	p	
	RC	Δ RC
Estelite Omega	0,7789	0,0716
z100	0,0584	0,0008*
z350	<0,0001*	0,0002*
Empress Direct	0,9938	0,0051*

*p<0,05

Fonte: O autor