



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**EFEITOS DE DIFERENTES LÍQUIDOS SOBRE A MICRODUREZA
SUPERFICIAL DAS RESINAS COMPOSTAS**

Trabalho submetido por
Henri Giard
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

setembro de 2020



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**EFEITOS DE DIFERENTES LÍQUIDOS SOBRE A MICRODUREZA
SUPERFICIAL DAS RESINAS COMPOSTAS**

Trabalho submetido por
Henri Giard
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Professora Doutora Inês Caldeira Fernandes
E coorientado por
Mestre Inês Maria Candeias Carpinteiro

setembro de 2020

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Professora Doutora Inês Caldeira Fernandes, pela sua disponibilidade e ajuda preciosa. A sua orientação na clínica e a sua pedagogia ensinaram-me muito em Dentisteria.

À minha coorientadora, Mestre Inês Maria Carpinteiro, pela sua ajuda e conselhos, muito obrigado.

Muito obrigado ao Professor Mário Polido para a sua ajuda indispensável no laboratório. Obrigado também a toda equipa do laboratório de bioquímica quem são sempre disponíveis e ao Professor Luís Proença para a sua ajuda.

Ao Instituto Universitário Egas Moniz, aos seus docentes e funcionários, por me acolherem e me permitirem aprender os conhecimentos que espero vir a seguir na minha futura vida profissional. Atenção especial às senhoras da farmácia, que todos os dias fazem um trabalho extraordinário.

Je dédie cette thèse à mes parents, sans qui cette longue vie étudiante n'aurait pas été possible. Vous allez enfin pouvoir prendre du bon temps, à nous maintenant d'être là pour vous. Et croyez-moi, vous allez tous les deux avoir les plus belles dents de Châteauroux !

À ma grande fratrie, bien-sûr je vous aime et ce serait sympa d'essayer de lire cette thèse que je vous dédie également ! Une pensée pour François, sans qui cette aventure aurait été beaucoup moins drôle et s'il te plaît, coupes tes cheveux frangin.

Sylvie Lê, j'arrive ! J'espère que tu es prête à me faire une place sur ton étagère à chaussures. Ce travail signe le commencement d'une nouvelle vie, j'ai hâte !
Un grand merci également à toute la famille Lê et à ses petits derniers, on se rapproche enfin !

Au docteur Bastié et à toute l'équipe du cabinet Dentauz' pour ce nouvel horizon. J'espère être à la hauteur !

RESUMO

Objetivo: Avaliar a microdureza de uma resina composta microhíbrida e de uma resina composta Bulk-Fill nanoparticulada após imersão em diferentes líquidos alimentares.

Material e Métodos: Foram preparadas 130 amostras de resina composta Filtek® Z250 (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF), 3M® Espe (Saint Paul, MN, USA), em moldes cilíndricos de aço inoxidável (5x2mm) segundo norma ISO 4049:2019.

As amostras foram fotopolimerizadas 20 segundos e posteriormente divididas aleatoriamente em 6 grupos. Os grupos **RC_{SA}** e **BF_{SA}**, imersos em saliva artificial (SA), **RC_{CC}** e **BF_{CC}** em Coca-Cola® (CC), **RC_{SL}** e **BF_{SL}** em sumo natural de limão (SL), **RC_{AV}** e **BF_{AV}** em sumo de aloe vera (AV), **RC_{VT}** e **BF_{VT}** em vinho tinto (VT), **RC_A** e **BF_A** em álcool a 96% (A) e **RC₀** e **BF₀** o grupo controlo armazenado a seco a 37°C na estufa (Memmert INE400, Schwabach, Alemanha).

No teste de imersão contínuo, as amostras foram continuamente imersas em soluções durante 7 dias e no teste de imersão descontínuo, as amostras foram imersas durante 30 minutos, 3 vezes por dia durante 7 dias.

A microdureza superficial foi medida antes e depois dos 7 dias de imersão e a estatística foi feita com recursos ao teste *Two-way* ANOVA fixando um erro estatístico tipo 1 (alfa) em 0,05.

Resultados: Todos os grupos RC apresentaram uma microdureza superficial superior aos grupos BF (**P=0,0013). O álcool a 96% (A) foi a solução que diminuiu mais a microdureza das resinas compostas (**P=0,0004), seguido de VT (**P<0,0014), SL (**P=0,0060), CC (*P=0,0142) e AV (ns). Os resultados não mostraram diferenças estatisticamente significativas na microdureza entre a imersão contínua e descontínua.

Conclusão: Todos os grupos RC revelaram menos alterações na microdureza antes e após imersão relativamente aos grupos BF. Os líquidos que mais afetaram a microdureza foram A, VT, SL, CC seguidos de AV e SA.

Palavras-chave: Resinas Compostas, Bulk Fill, Microdureza Vickers, Imersão Contínua/Descontínua.

ABSTRACT

Objective: To evaluate the microhardness of a microhybrid composite resin and a Bulk-Fill composite resin after immersion in different food liquids.

Material and Methods: 130 samples of Filtek® Z250 (RC) and Filtek® One Bulk Fill, (BF) 3M® Espe (Saint Paul, MN, USA) composite resin were prepared in stainless steel (5x2mm) cylindrical molds according to ISO 4049:2019.

The samples were photopolymerized 20 and then randomly divided into 6 groups. The groups RC_{SA} and BF_{SA} were immersed in artificial saliva (SA), RC_{CC} and BF_{CC} in Coca-Cola® (CC), RC_{SL} and BF_{SL} in natural lemon juice (SL), RC_{AV} and BF_{AV} in Aloe Vera Juice (AV), RC_{VT} and BF_{VT} in Red Wine (VT), RC_A and BF_A Alcohol 96% (A) and RC₀ and BF₀ the control group stored dry at 37°C in an oven (Mettler INE400, Schwabach, Alemanha).

In the continuous immersion test the samples were continuously immersed in solutions for 7 days and in the discontinuous immersion test the samples were immersed for 30 minutes, 3 times a day for 7 days. Between immersion periods the samples were stored in hermetic box in an oven at 37°C.

The surface microhardness was measured before and after the 7 days of immersion and the statistics were made with resources to the *Two-way* ANOVA test, was setting a statistical error type 1 (alpha) at 0.05.

Results: All RC groups show a higher surface microhardness than BF groups (**P=0,0013). A is the solution that most decreases the microhardness of composite resins (**P=0,0004) and then in descending order: VT (**P=0,0014), SL (**P=0,0060), CC (*P=0,0142) and AV (ns). The results show no statistically significant difference in microhardness between continuous and discontinuous immersion tests.

Conclusion: RC is the material that has undergone the least change and has most conserved its surface microhardness. The most harmful liquids are A, VT, SL, CC, AV and SA.

Keywords: Composite Resins, Bulk Fill, Microhardness Vickers, Continuous/Discontinuous Immersion.

RÉSUMÉ

Objectif : Évaluer la microdureté d'une résine composite microhybride et d'une résine composite Bulk-Fill après immersion dans différents liquides alimentaires.

Matériel et méthodes : 130 échantillons de résine composite Filtek® Z250 (RC) et Filtek® One Bulk Fill (BF), 3M Espe (Saint Paul, MN, USA) ont été préparés dans des moules cylindriques en acier inoxydable (5x2mm) selon la norme ISO 4049:2019.

Les échantillons ont été photopolymérisés pendant 20 secondes, puis divisés au hasard en 6 groupes. Les groupes **RC_{SA}** et **BF_{SA}** ont été immergés dans de la salive artificielle (AS), **RC_{CC}** et **BF_{CC}** dans du Coca-Cola® (CC), **RC_{SL}** et **BF_{SL}** dans du jus de citron naturel (SL), **RC_{AV}** et **BF_{AV}** dans le jus d'Aloe Vera (AV), **RC_{VT}** et **BF_{VT}** dans le vin rouge (VT), **RC_A** et **BF_A** Alcool à 96% (A) et **RC₀** et **BF₀** le groupe de contrôle a été conservé au sec à 37°C dans des boîtes hermétiques en étuve (Memmert INE400, Schwabach, Alemanha).

Dans le test d'immersion continue, les échantillons ont été immergés en continu dans des solutions pendant 7 jours et dans le test d'immersion discontinue, les échantillons ont été immergés pendant 30 minutes, 3 fois par jour pendant 7 jours. Entre les périodes d'immersion, les échantillons sont conservés dans une étuve à 37°C.

La microdureté superficielle a été mesurée avant et après les 7 jours d'immersion et l'étude statistique a été faite avec le test *Two-way* ANOVA, un type d'erreur statistique 1 (alpha) à 0,05.

Résultats : Tous les groupes RC présentent une microdureté de surface plus élevée que les groupes BF (**P=0,0013). A est la solution qui diminue le plus la microdureté des résines composites (**P=0,0004) et ensuite par ordre décroissant : VT (**P=0,0014), SL (**P=0,0060), CC (*P=0,0142) et AS (ns). Les résultats ne montrent aucune différence statistiquement significative de microdureté entre les tests d'immersion continue et discontinue.

Conclusion : RC est le matériau qui a subi le moins de changements et qui a le plus conservé sa microdureté de surface. Les liquides les plus nocifs sont : A, VT, SL, CC, le jus AV et SA.

Mots-clés : Résines composites, Remplissage en vrac, Microdureté Vickers, Immersion continue/discontinue.

ÍNDICE GERAL

Agradecimentos	5
Resumo	1
Abstract	3
Résumé.....	5
Índice geral.....	7
Índice de figuras/gráficos.....	11
Índice de tabelas.....	13
Índice de siglas	15
I.Introdução.....	17
I.1.Resinas compostas convencionais	17
I.1.1.Definição	17
I.1.2.Classificação.....	19
I.1.3.Composição	21
I.1.4.Propriedades	25
I.2.Resina composta Bulk Fill.....	29
I.2.1.Definição	29
I.2.2.Classificação.....	30
I.2.3.Composição	30
I.2.4. Vantagens e Desvantagens	32
II.Objectivos e Hipóteses de estudo.....	35
II.1.Objetivos.....	35
II.2. Hipóteses.....	35
III.Materiais e Métodos.....	37

III.1. Tipo de estudo e local.....	37
III.2. Materiais	37
III.2.1. Resinas compostas.....	37
III.2.2. Norma ISO 4049:2019.....	41
III.2.3. Fotopolimerizador	41
III.2.4. Radiômetro	42
III.2.5. Diferentes líquidos.....	42
III.2.6. Medidor de pH Metrohm® 913 pH Meter	47
III.2.7. Microdurômetro e microdureza Vickers.....	48
III.2.8. Software de estatística GraphPad Prism®.....	48
III.3. Metodologia	49
III.3.1. Descrição do protocolo.....	49
III.3.2. Medição do pH das soluções	50
III.3.3. Realização dos cilindros de resina.....	51
III.3.4. Teste Vickers inicial	53
III.3.5. Imersão contínua/descontínua	55
III.3.6. Teste Vickers final.....	55
III.3.7. Análise estatística	56
IV. Resultados	57
IV.1. Medições de pH	57
IV.2. Repartição das amostras.....	58
IV.3. Microdureza superficial das resinas compostas Filtek® Z250 e Filtek® One Bulk Fill	59
IV.4. Efeitos dos diferentes líquidos sobre a microdureza superficial das resinas compostas	62
IV.5. Diferença de microdureza superficial depois do teste de imersão contínuo e descontínuo.....	66
V. Discussão.....	69

Conclusão	73
Bibliografia.....	75

ÍNDICE DE FIGURAS/GRÁFICOS

Figura 1 - Tamanho das partículas de cargas inorgânicas das resinas compostas adaptado de Jack L. Ferracane 2010.....	19
Figura 2 - Microdurómetro Shimadzu® (Barueri, SP, Brasil) HSV-30.....	26
Figura 3 - Resina composta microhíbrida FILTEK® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) 3M®france.fr,2020.....	38
Figura 4 - Resina composta FILTEK® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) 3M®france.fr,2020.....	40
Figura 5 - COXO® LED sem fio DB-686-1B, coxotec china,2020	41
Figura 6 - Saliva artificial, Fusayma/Meyer solução.....	42
Figura 7 - Solução de Aloé Vera	45
Figura 8 - Metrohm® (Paris, France) 913 pH meter.....	47
Figura 9 - Descrição do protocolo (Resina composta Filtek® Z250 (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF)).....	50
Figura 10 - Medições do pH das soluções.....	51
Figura 11 - Controlo visual das amostras	51
Figura 12 - Medição microdureza Vickers.....	53
Figura 13 - Fórmula da microdureza Vickers.....	54
Figura 14 - Localização indentações Vickers.....	55
Gráfico 1 - Valores da microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) armazenados a seco durante 7 dias	59
Gráfico 2 - Valores da microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) depois 7 dias de imersão descontínuo em diferentes líquidos	61
Gráfico 3 - Valores da microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) depois 7 dias de imersão descontínuo em diferentes líquidos	63

Gráfico 4 - Valores da microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) depois 7 dias de imersão contínuo em diferentes líquidos.....	65
Gráfico 5 - Valores da microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) (RC), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) depois 7 dias de imersão contínuo e de imersão descontínuo em diferentes líquidos	66
Gráfico 6 - Microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® One Bulk Fill (BF), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) depois 7 dias de imersão contínuo e de imersão descontínuo em diferentes líquidos.....	67

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Resina composta Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) 3M®france.fr,2020.....	37
Tabela 2 - Resina composta Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) 3M®france.fr,2020.....	39
Tabela 4 - Composição de Coca Cola®	43
Tabela 5 – Composição do sumo de limão Auchan®	44
Tabela 6 - Composição do sumo de aloé vera	45
Tabela 7 - Composição do vinho tinto.....	46
Tabela 8 - Medições de pH.....	57
Tabela 9 - Teste de Kolmogorov-Smirnov para as amostras RC	58
Tabela 10 - Teste de Kolmogorov-Smirnov para as amostras BF.....	58
Tabela 11 - Análise One-way ANOVA : RC ₀ e BF ₀ (controlo seco).....	59
Tabela 12 - Análise Two-way anova : teste imersão descontínuo	60
Tabela 13 - Análise Two-way anova : Teste imersão descontínuo	62
Tabela 14 - Análise One-way anova : Teste imersão contínuo resina Filtek® Z250 (RC)..	64
Tabela 15 - Análise One-way anova : Teste imersão contínuo resina Filtek® One Bulk Fill (BF).....	64
Tabela 16 - Análise Two-way anova: comparação da imersão contínuo e descontínuo para a resina Filtek® Z250 (RC).....	66
Tabela 17 - Análise Two-way anova : comparação da imersão contínuo e descontínuo para a resina Filtek® One Bulk Fill (BF).....	67

ÍNDICE DE SIGLAS

- A (Álcool 96%)
- SA (Saliva Artificial)
- AT (Amina Terciária)
- AUDMA (Aromático Uretano Dimetacrilato)
- AV (Sumo de Aloe Vera)
- BFCs (Bulk Fill Composites)
- BF (Filtek® One Bulk Fill, 3M® Espe (Saint Paul, MN, USA))
- BF₀ (Grupo control de Filtek® One Bulk Fill)
- BF_A (Grupo Filtek® One Bulk Fill imerso em Álcool 96%)
- BF_{AV} (Grupo Filtek® One Bulk Fill imerso em Sumo de Aloe Vera)
- BF_{CC} (Grupo Filtek® One Bulk Fill imerso em Coca-Cola®)
- BF_{SA} (Grupo Filtek® One Bulk Fill imerso em Saliva Artificial)
- BF_{SL} (Grupo Filtek® One Bulk Fill imerso em Sumo natural de limão)
- BF_{VT} (Grupo Filtek® One Bulk Fill imerso em Vinho tinto)
- Bis-GMA (Bisfenol-Glicidil Metacrilato)
- Bis-EMA (Bisfenol Etoxilado Dimetacrilato)
- Bis-MA (Bis-Metacriloxi Fenil-Propano)
- CC (Coca-Cola®)
- CQ (Canforoquinona)
- DDDMA (1,12-Dodecanediol Dimetacrilato)
- RC (Filtek® Z250, 3M® Espe (Saint Paul, MN, USA))
- RC₀ (Grupo controlo de Filtek® Z250)
- RC_A (Grupo Filtek® Z250 imerso em Álcool 96%)
- RC_{AV} (Grupo Filtek® Z250 imerso em Sumo de Aloe Vera)
- RC_{CC} (Grupo Filtek® Z250 imerso em Coca-Cola®)
- RC_{SA} (Grupo Filtek® Z250 imerso em Saliva Artificial)
- RC_{SL} (Grupo Filtek® Z250 imerso em Sumo natural de limão)
- RC_{VT} (Grupo Filtek® Z250 imerso em Vinho tinto)
- SL (Sumo natural de limão)
- TEGDMA (Trietil Glicol Dimetacrilato)

- UDMA (Uretano Dimetacrilato)
- VT (Vinho tinto)

I.INTRODUÇÃO

I.1.Resinas compostas convencionais

I.1.1.Definição

A resina composta é um material restaurador que por ser estético, é amplamente utilizado em Dentisteria Restauradora. É utilizada para substituir a estrutura dentária perdida por lesão de cárie, fratura ou por motivos estéticos modificando a cor e/ou a forma dos dentes. Pode ser utilizada tanto em técnica direta como indireta.¹

Historicamente os primeiros materiais de restauração estética a serem comercializados foram os cimentos de silicato. As suas limitações foram, a sua grande solubilidade em meio oral e, a sua fraca resistência mecânica, sendo relatados, com frequência, casos de dissolução, perda de translucidez, fissuras na superfície e diminuição acentuada de propriedades mecânicas.²

Os cimentos de silicato foram substituídos por resinas acrílicas, que apresentam uma forte contração de polimerização e um alto coeficiente de expansão térmica, conseqüentemente provocam fendas marginais, microinfiltração marginal e o aparecimento de lesões de cárie secundárias.^{3,4}

Em 1962, o Dr. Bowen desenvolveu um novo tipo de material conhecido como resina composta. A principal inovação foi uma matriz de resina de Bisfenol-A-Glicidil Metacrilato (Bis-GMA) e partículas de cargas (sílica, quartzo, vidro). Esta resina composta veio colmatar os problemas mecânicos encontrados com os materiais anteriormente utilizados, apresentando como principal inovação, a introdução da fase dispersa inorgânica.

As resinas compostas atuais apresentam propriedades mecânicas otimizadas em: menor coeficiente de expansão térmica, maior microdureza, maior estabilidade dimensional, maior resistência à abrasão devido às partículas de carga inorgânica e muito melhores resultados clínicos.^{5,6,7}

As propriedades físicas inerentes a esse material, como a contração de polimerização (varia de 2,5 a 7,1%) e o coeficiente de expansão térmica linear, podem causar falha na

adesão do material, formando fendas na estrutura microscópica da resina, que aumenta o risco de infiltração marginal. Para minimizar a microinfiltração, algumas alternativas são estudadas, como técnicas de inserção, de fotopolimerização, materiais adesivos ou materiais restauradores mais eficientes.⁸

A técnica incremental é a técnica recomendada para minimizar o efeito de contração de polimerização das resinas compostas fotopolimerizáveis. Desta forma conseguimos diminuir o Fator de Configuração, reduzindo assim a tensão marginal.^{4,9,10}

Ao longo dos tempos houve algumas modificações na composição da resina composta convencional, como por exemplo, a adição de fibras de vidro, partículas de vidro ou matriz de BIS-GMA, com a finalidade de aumentar a resistência mecânica das resinas compostas.^{11,12}

Nos últimos anos foram lançadas para o mercado as resinas compostas *Bulk Fill*. Estas resinas compostas têm uma boa resistência mecânica ao desgaste, alta rigidez e alta radiopacidade. Ao contrário das resinas compostas convencionais, estas podem ser aplicadas num único incremento devido à sua alta profundidade de polimerização (5-6mm) e baixa contração de polimerização.^{6,13,14}

I.1.2. Classificação

Atualmente existem inúmeras resinas compostas no mercado e a classificação mais utilizada é segundo o tamanho das partículas.

As Resinas Macroparticuladas, foram as primeiras resinas compostas comercializadas, eram autopolimerizáveis e estavam indicadas para restaurações de classe III, IV, V. Apresentavam entre 60% e 70% em volume de partículas de cargas inorgânicas de grandes dimensões (10 a 50 μm) de forma esférica ou irregular (Figura 1).^{5,13}

As limitações estavam no polimento, na cor, tinham ainda uma fraca resistência ao desgaste e ao longo do tempo notava-se uma tendência à infiltração marginal.¹³

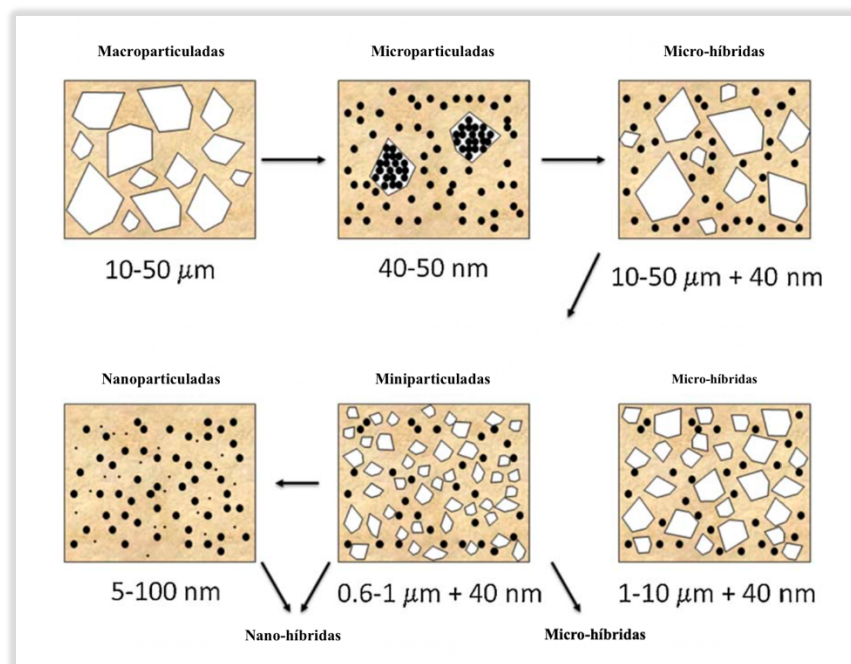


Figura 1 - Tamanho das partículas de cargas inorgânicas das resinas compostas adaptado de Jack L. Ferracane 2010

Nos anos 70 as resinas compostas fotopolimerizáveis começaram a ser comercializadas, e destacavam-se pela sua resistência ao desgaste e apresentavam maior estabilidade de cor, em relação às autopolimerizáveis. A maior resistência ao desgaste deve-se à diminuição de ar incorporado, esse ar contém oxigênio e conseqüentemente há uma inibição de polimerização.⁵

No início dos anos 80, foram introduzidas as Resinas microparticuladas e foram as primeiras resinas compostas com indicação para restaurações estéticas em zonas anteriores. As resinas microparticuladas são mecanicamente mais resistentes ao desgaste, devido à redução do tamanho das partículas de cargas inorgânicas (40 a 50 nm) (Figura 1), e apresentam elevada capacidade de: polimento, resistência ao desgaste (microdureza mais elevada) e estabilidade de cor ao longo do tempo. As resinas compostas microparticuladas podem ser utilizadas para restaurações estéticas de classes III, IV, V e dentes posteriores.^{15,16}

Por volta de 1985, foi dado um importante passo com a introdução das resinas compostas micro-híbridas. Estas resinas têm uma quantidade de partículas de carga inorgânica micro particuladas. Estas resinas compostas híbridas apresentam micropartículas (10 a 50 µm) e nanopartículas (40 nm), e são aconselhadas para todas as classes de restaurações.¹⁶

As resinas micro-híbridas ou resinas híbridas microparticuladas com a redução do tamanho das partículas de carga, apresentam micropartículas (0,6 a 1 µm) e nanopartículas (40 nm) (Figura 1). Estas resinas apresentam ainda melhores propriedades mecânicas que as híbridas iniciais.^{14,16}

Nos últimos anos, foram comercializadas as Resinas Bulk Fill que são indicadas para restaurações de dentes anteriores e posteriores apresentando como grande vantagem, comparadas com as resinas compostas híbridas, o aumento significativo de partículas de cargas inorgânicas com tipos e tamanhos diferentes (5 a 100nm) (Figura 1).

As resinas Bulk Fill têm também alterações químicas na matriz de resina que resultam em: menor contração de polimerização, maior profundidade de penetração da luz, até 5 a 6 mm e maior resistência mecânica ao desgaste (microdureza mais elevada), que permitem reduzir o tempo de tratamento e aumentar a taxa de sucesso clínico, reduzindo o risco de contaminação associado à técnica incremental.^{11,17,18,19,20}

I.1.3.Composição

As resinas compostas apresentam na sua composição a matriz orgânica de resina e a fase dispersa inorgânica (ou partículas de carga) e os agentes de ligação. Apresentam também outros constituintes como os iniciadores, os ativadores, os opacos e os pigmentos.

I.1.3.1.Matriz orgânica

A matriz orgânica de resina é constituída por polímeros, os principais são: Bis-Glicidil Metacrilato (o Bis-GMA) e o Uretano Dimetacrilato (UDMA). Ambos os polímeros contêm em cada extremidade da cadeia um carbono de dupla ligação que podem iniciar a polimerização por adição.^{18,21,22,23}

Devido à grande viscosidade destes polímeros, é necessário adicionar diluentes, de forma a que se consiga atingir a consistência clinicamente aceitável e permitir a sua aplicação. O diluente mais usado é o Trietil Glicol Dimetacrilato (TEGDMA), um composto de baixo peso molecular que apresenta carbono de dupla ligação.^{22,23}

I.1.3.2. Fase dispersa inorgânica

A fase dispersa inorgânica é constituída por partículas de cargas inorgânicas, que reforçam a resina composta melhorando as suas propriedades mecânicas. Idealmente as partículas de cargas permitem às resinas compostas, aproximar a microdureza das estruturas dentárias: vidros de estrôncio, bário, zinco, bismuto, zircônio e lantânio.^{24,25,26}

Estas partículas de cargas inorgânicas, têm como funções de melhorar a resistência mecânica ao desgaste, diminuir as alterações dimensionais térmicas, diminuir a contração de polimerização e melhorar a rádio opacidade indispensável para o controlo radiológico.²⁴

I.1.3.3. Agentes de união

Os agentes de união permitem a adesão entre a matriz orgânica e as partículas de carga inorgânica. Os agentes mais utilizados são os silanos, que são compostos de sílica orgânica.^{16,27}

A superfície das partículas de carga inorgânica é tratada com os silanos, processo a que se chama a silanização. No processo de silanização, ocorre a hidrolização dos seus grupos metoxil, que reagem com os grupos hidroxilos (OH-) das partículas de carga inorgânica.²⁷

Durante a reação de polimerização por adição, o carbono de dupla ligação do silano, reage com a matriz orgânica, promovendo assim a adesão entre as partículas de carga e a matriz.^{16,28}

I.1.3.4. Iniciadores e activadores

A reação de polimerização das resinas compostas é iniciada através de iniciadores químicos ou de iniciadores fotossensíveis, sendo deste modo a resina composta autopolimerizável ou fotopolimerizável.^{18,28}

A polimerização das **resinas compostas autopolimerizáveis** é iniciada quimicamente pela presença de um iniciador químico, o peróxido orgânico, que reage com o ativador, a amina terciária, e resulta na formação de radicais livres que reagem com o carbono de dupla ligação polímeros de baixo peso molecular da matriz de resina orgânica, promovendo a reação de polimerização e formando um polímero de ligações cruzadas.^{29,30}

Como a amina terciária e o peróxido orgânico reagem à temperatura ambiente, é necessário que a resina composta se condicione comercialmente em duas pastas, uma contendo o iniciador químico e outra contendo o ativador químico. Uma vez que são misturados, a reação de polimerização ocorre rapidamente.³⁰

A reação de polimerização da **resina composta dual** pode ser iniciada pela luz (fotopolimerização), através de raios de luz azul de comprimento de onda entre 400nm e 500nm que actuam como iniciadores, absorvidos por as substâncias fotossensíveis, que são adicionadas às resinas compostas. As canforoquinonas são as principais substâncias fotossensíveis usadas, geralmente em percentagens de 0,2% a 1,0%.^{16,18,25,28}

O fotoiniciador mais comum das resinas compostas é a canforoquinona/amina terciária (CQ/AT). Quando CQ absorve a luz (comprimento de onda máximo de absorvência: 468nm), excita e interage com as amins terciárias, forma um fotocomplexo. Neste estado, o CQ interage com um átomo de hidrogénio proveniente das amins terciárias, produzindo radicais livres tanto na CQ como na AT. Os radicais livres formados atacam as duplas ligações (C=C) de monómeros de resinas, resultando na formação de novos radicais com uma cadeia muito mais longa (propagação de radicais). O processo contínuo ao longo da cadeia reativa. O pico de sensibilidade da CQ está próximo dos 470 nm na faixa de comprimento de onda azul.^{16,23,33}

As amins terciárias e as canforoquinonas ficam estáveis no contacto dos polímeros de resina, sendo que não são expostas à luz, as resinas compostas fotopolimerizáveis apresentam-se comercialmente numa única pasta, dentro um condicionamento opaco.^{16,23,26,34}

I.1.3.5. Inibidores de polimerização

Na ausência de oxigénio ambiente e em certas condições de armazenamento (calor, luz, humidade) os monómeros dimetacrilicos (constituintes da matriz de resina orgânica) podem polimerizar espontaneamente. Os inibidores de polimerização são antioxidantes capazes de neutralizar os radicais livres provenientes da reação espontânea de iniciadores. Especialmente em condições de armazenamento extremas, como temperaturas elevadas, por exemplo, durante o transporte e a expedição. Os inibidores impedirão assim o início espontâneo e a propagação da polimerização dos radicais livres, neutralizando rapidamente estes radicais.^{5,30}

Às substâncias fotossensíveis são adicionadas moléculas inibidoras de polimerização como as hidroquinonas (que podem diminuir a estabilidade de cor da resina), o BHT (2, 4, 6-tritercia-butilfenol) ou o éter monometílico de hidroquinona, que são indispensáveis para a conservação da resina composta.³⁰

Deve ter-se especial atenção à presença de Eugenol na constituição de materiais dentários, que são inibidores de polimerização das resinas compostas. Antes de restaurar um dente definitivamente com resina composta, e se é necessário proceder a uma restauração provisória, esta deve ser feita com um cimento de Óxido de Zinco Não Eugenol para não interferir com a polimerização da resina composta. Existem outras substâncias inibidoras das reações de polimerização como a humidade e radicais livres de oxigénio (O₂-).^{5,31}

I.1.3.6.Pigmentos

Os pigmentos, são substâncias adicionadas na constituição das resinas compostas para dar as suas cores e as suas propriedades óticas. A cor pode variar do amarelo ao cinzento, de forma a permitir que os compósitos se assemelhem o mais possível com a cor natural dos dentes.²⁹

A fim de imitar as propriedades cromáticas e o aspeto dos dentes naturais, as resinas compostas contêm pigmentos, geralmente óxidos de ferro (vermelho e amarelo). Os pigmentos opacos como o dióxido de titânio e outros corantes (azul) para efeitos opalescentes. Estes aditivos podem absorver fortemente aos 470 nm e terão efeitos notáveis na transmissão da luz.^{28,29}

I.1.3.7.Compostos radiopacos

Os opacos, são substâncias que são adicionadas aos compósitos de forma a torná-los radiopacos. A radiopacidade é indispensável para os diagnósticos pós-operatórios. Os opacos mais utilizados são os vidros de número atómico elevado, como o zircónio, o bário ou estrôncio.²⁹

I.1.4. Propriedades

I.1.4.1. Fator de conversão

Segundo diversos autores é desejável que uma resina composta converta todos os seus monômeros de resina em polímeros durante a reação de polimerização. As resinas compostas com base de Bis-GMA, sofrem sempre uma concentração significativa das ligações duplas de carbono não reagidas que permanecem. Isto deve-se principalmente por causa das limitações na mobilidade dos constituintes devido à rápida formação da rede de polímeros. O grau de conversão pode desempenhar um papel importante na taxa de sucesso da restauração, desde a extensão da polimerização pode exercer um efeito em quase todas as propriedades físicas da resina composta, como as propriedades mecânicas, a solubilidade, a estabilidade dimensional ou a microdureza.^{32,33,34}

I.1.4.2. Microdureza

A dureza pode ser definida como a resistência de um material à penetração de um corpo duro. Reflete a dificuldade de acabamento e polimento do material, e dá uma indicação da resistência do material à abrasão (deformação local sob carga).^{20,21}

A dureza da resina composta está diretamente relacionada com o seu conteúdo de partículas de cargas inorgânicas (quanto mais o material é denso, maior é a dureza e mais difícil é o seu polimento).

Os valores de microdureza das resinas compostas são geralmente inferiores à microdureza do esmalte (240 a 440 VHN). O material restaurador ideal deve ter um valor de microdureza que se aproxime do esmalte.^{20,21}

As resinas compostas devem atingir uma percentagem mínima de dureza de 80% para considerar a sua polimerização como aceitável, e uma percentagem superior a 90% representará uma polimerização eficaz. O valor de microdureza depende diretamente da composição da resina composta e da intensidade e do tempo de fotopolimerização. Geralmente são utilizados dois protocolos de polimerização: 600 mW/cm² durante 20 segundos ou 1200 mW/cm² durante 10 segundos.⁴⁴

Existem várias técnicas de medição da microdureza. As duas principais são a microdureza Knoop e a microdureza Vickers. A dureza universal é definida como, a força de ensaio dividida pela área aparente da reentrância sob a força de ensaio aplicada e é calculada em Kg/mm^2 .⁷



Figura 2 - Microdurómetro Shimadzu® (Barueri, SP, Brasil) HSV-30

Segundo as normas ISO:4049.2019 a microdureza é medida com o Microdurómetro Vickers (Figura 2). Neste método, uma pirâmide diamantada com ângulo de 136° é comprimida, com uma força de 29,42 N aplicada durante 5 segundos contra a superfície do material. Calcula-se a área da superfície impressa pela medição das suas diagonais.⁹

I.1.4.3. Pigmentação

A estabilidade da cor é um parâmetro importante para os materiais restauradores. Vários fatores influenciam a estabilidade de cor das resinas compostas fotopolimerizáveis, tais como o sistema fotoiniciador ou os monómeros matriciais e os protocolos de fotopolimerização. É estabelecida uma correlação entre a estabilidade da cor e o fator de conversão.^{35,36}

A solubilidade da resina composta pode produzir efeitos deletérios sobre a estrutura e função de uma matriz de resina. Como consequência, há uma diminuição da estabilidade da cor, promovendo uma maior suscetibilidade à pigmentação da restauração.³⁷

A estabilidade de cor da resina composta é multifatorial, incluindo a coloração intrínseca da resina e pigmentação extrínseca. A pigmentação extrínseca está principalmente relacionada com a absorção ou adsorção de substâncias alimentares. Algumas substâncias, tais como os ácidos como ingredientes de bebidas podem afetar as propriedades das resinas compostas, tais como microdureza ou o estado de superfície e causar mais pigmentação.^{35,36,}

38

I.1.4.4.Acabamento

O polimento ajuda a remover os monómeros que não foram convertidos em polímeros e a diminuir a micro porosidade da resina composta promovendo a sua microdureza superficial.²⁰

A relação oclusal deve minimizar o stress em todos os movimentos funcionais da mandíbula. É por isso, que o Médico Dentista deve utilizar o papel de articulação para controlar os pontos de contatos antes de proceder ao polimento da restauração.³⁹

O acabamento das resinas compostas é indispensável, uma vez que está diretamente relacionada com uma resposta positiva dos tecidos. Um bom acabamento deve ter atenção a vários aspetos: o acabamento deve deixar uma superfície lisa e bem polida, com a reflexão da luz de forma semelhante ao esmalte natural dos dentes adjacentes, e por outro e ajuda a diminuir a retenção da placa bacteriana responsável da inflamação do tecido periodontal.^{7,}

40

O contorno da restauração deve ser fisiologicamente aceitável, uma vez que a acumulação da placa bacteriana devido a uma restauração debordante, apresenta um risco de danificar os tecidos periodontais.⁷

Deve ser obtida uma correta adesão e adaptação marginal da resina composta com o ângulo cavo-superficial, para diminuir o risco de infiltração e de lesão de cárie.⁴⁰

O contorno geral da restauração deve restaurar a anatomia do dente, de forma a promover a harmonia e a estética.⁴⁰

I.1.4.5.Biocompatibilidade

As resinas compostas são irritantes pulpares, provocando citotoxicidade e reações inflamatórias moderadas da polpa, geralmente reversíveis. O sistema adesivo permite um bom selamento dos túbulos dentinários diminuindo assim o risco de inflamação pulpar.^{41,42,43}

São sobretudo os monómeros livres, constituintes da matriz de resina, que poderiam causar inflamação local. A biocompatibilidade dos monómeros pode ser avaliada utilizando o conjunto de relações existentes entre o material e o seu ambiente e as consequências locais ou gerais, imediatas ou tardias, reversíveis ou irreversíveis.³⁹

I.1.4.6.Características ideais

As características ideais das resinas composta devem apresentar:

- Estética aceitável
- Resistência à fratura
- Resistência mecânica ao desgaste com uma microdureza semelhante ao esmalte e dentina
- Estabilidade de cor
- Radiopacidade
- Diversas tonalidades
- Viscosidade aceitável para permitir a sua inserção

I.2. Resina composta Bulk Fill

I.2.1. Definição

Para ultrapassar as limitações das resinas composta convencionais, os Bulk Fill têm uma composição modificada para melhorar as propriedades físicas e mecânicas. As resinas Bulk Fill permitem um preenchimento mais rápido de grandes cavidades (até 5-6mm). A fotopolimerização é feita com uma intensidade e um tempo idêntico (20s a 40s) sem o uso da técnica incremental.^{14,16,44}

A técnica incremental apresenta algumas limitações tais como: a probabilidade de incorporação de bolhas de ar ou detritos entre as camadas, aumento da taxa de falhas adesivas entre os incrementos, maior dificuldade de inserção em preparos extremamente conservadores devido ao acesso e aumento do tempo clínico e às necessidades de fotoativação entre cada incremento.⁴⁵

A formulação química das resinas compostas Bulk Fill, foi modificada para corresponder aos requisitos acima mencionados: a fim de reduzir a contração de polimerização, as partículas de cargas inorgânicas são usadas para diminuir a contração de polimerização e permitem um aumento mais lento do módulo de elasticidade durante a polimerização por adição da resina composta, mantendo uma taxa normal de polimerização. A polimerização profunda das resinas compostas Bulk Fill deve-se em parte ao facto de serem constituídas por substâncias fotossensíveis otimizadas e serem mais translúcidas e permitirem a passagem da luz. Infelizmente, a translucidez aumentada dos Bulk Fill comprometem o resultado estético das restaurações.^{14,46,40,47}

As propriedades das resinas compostas Bulk Fill permitem de garantir uma restauração duradoura ao longo do tempo: baixa contração da polimerização, boa adaptação do material às margens da preparação dentária, paredes da cavidade e fundos da cavidade, propriedades físicas e mecânicas adequadas (resistência à flexão, módulo de elasticidade, profundidade de polimerização, etc.) e microdureza aumentada permitindo de aproximar a resistência mecânica do esmalte e da dentina.^{32,46}

I.2.2.Classificação

As resinas compostas Bulk Fill podem ser divididas em dois grupos: os Bulk Fill fluidos de baixa viscosidade e Bulk Fill compactáveis de alta viscosidade.

Segundo Hirata em 2015, ao contrário dos Bulk Fill compactáveis que podem ser aplicados num só incremento, os Bulk Fill fluidos, devem ser cobertos no sentido oclusal, por uma camada superficial de 2 mm de espessura de uma resina composta híbrida convencional, pois devido ao seu baixo conteúdo de partículas de cargas inorgânicas, estas têm propriedades mecânicas mais baixas e não são resistentes à abrasão para suportar as cargas oclusais.^{40,48,49}

I.2.3.Composição

As resinas compostas Bulk Fill, igualmente às resinas compostas convencionais, apresentam na sua composição constituintes maiores: matriz orgânica de resina, ligada às partículas de cargas inorgânicas por agentes de ligação, que otimizam as propriedades mecânicas das resinas. Os constituintes menores são os iniciadores, os ativadores, os opacos e os pigmentos.^{46,40,48}

As mudanças da formulação química estão focadas principalmente na matriz orgânica do material e na otimização das substâncias fotossensíveis. Em especial no desenvolvimento de resinas que aumentam a profundidade de polimerização, reduzam a contração de polimerização, minimizam o índice de tensão de polimerização e que sejam autoadesivas às estruturas dentais.^{32,46}

I.2.3.1. Matriz orgânica

A fase orgânica é constituída por uma matriz de resina representando entre 25 e 50% do volume da mesma. Compreende monómeros de resina similares às resinas compostas convencionais como o Bisfenol-Glicidil Metacrilato (Bis-GMA) e por monómeros diferentes: o Bisfenol Etoxilado Dimetacrilato (Bis-EMA), ou o Bis-metacriloxi Fenil-Propano (Bis-MA). O papel do Bis-GMA é de aumentar a viscosidade das resinas compostas, que dificulta a sua aplicação clínica.^{23,50}

São adicionados diluentes (para diminuir a viscosidade), sistema de polimerização e inibidores de polimerização.¹⁴

I.2.3.2. Fase dispersa

As cargas minerais, com conteúdos volumétricos entre 20 e 77% de peso, reforçam o material. A percentagem de cargas inorgânicas varia com a natureza da resina composta: microparticuladas, híbridas, nanoparticuladas. Estas cargas melhoram as propriedades mecânicas do material, reduzem a sua contração de polimerização e, assim, reduzem as tensões.¹⁴

Nos Bulk Fill, são encontrados 3 tipos de cargas: microparticuladas (40-50nm), híbridas (0,1-0,5 μ m e 40nm) e nanoparticuladas (5-100nm).^{5,16}

Para obter cargas menores, alguns fabricantes, fracionam as micropartículas e obtêm pré-polímeros que se destinam a minimizar a contração de polimerização.⁴

I.2.3.3. Agente de união

Tal como as resinas compostas convencionais, o silano é uma molécula que permite a adesão entre as fases orgânica e mineral, da mesma forma que para as resinas compostas convencionais (a hidrolisação do seu grupo metoxil reage com o grupo hidroxilo (OH-) da partícula de carga inorgânica e o carbono de dupla ligação do Silano reage com o monómero de matriz orgânica).^{16,27}

I.2.3.4. Iniciadores e ativadores

Assim como resinas compostas convencionais, o sistema de fotopolimerização tem uma substância fotossensível, um iniciador e um ativador de polimerização. Canforoquinona (pico de absorção em 468 nm), Ivocerina (pico em 410 nm), Lucerina (pico em 400 nm) e Fenilpropandiona (Pico em 410 nm) são os agentes que compõem o sistema de fotopolimerização. A Ivocerina é um novo foto-iniciador das resinas compostas Bulk Fill mais reativo que os foto-iniciadores convencionais devido à sua alta capacidade de absorver a luz visível.^{16,28}

I.2.3.5. Inibidores de polimerização

Tal como as resinas compostas convencionais, os inibidores de polimerização são indispensáveis para impedir a polimerização espontânea da RC durante o seu armazenamento. Os inibidores de polimerização são: hidroquinona, éter monometílico de hidroquinona, BHT (2, 4, 6- tritercia-butilfenol), derivados do fenol.^{5,30}

I.2.4. Vantagens e Desvantagens

I.2.4.1. Vantagens

De acordo com os fabricantes, as vantagens das resinas compostas Bulk Fill são:

- Alta microdureza superficial que confere uma baixa taxa de desgaste (comparável à microdureza do esmalte e da dentina).⁴⁸

- Manipulação simplificada e diminuição do tempo de tratamento com uma técnica de restauração mais produtiva eliminando incrementos complexos: maior eficiência económica.^{39,51}

- Menos problemas de contaminação nas interfaces muitas vezes imperfeitas (incorporação de bolhas de ar) pela diminuição do número de incrementos.¹⁴

I.2.4.2. Desvantagens

As desvantagens são:

- A profundidade da polimerização é insuficiente quando o tempo de exposição é curto com um fotopolimerizador de baixa intensidade. É sempre necessário respeitar a intensidade e o tempo de polimerização recomendado pelo fabricante.

- A proporção reduzida de cargas minerais dos Bulk Fill de baixa viscosidade leva a maiores sensibilidades à degradação e, têm de ser cobertos com um incremento oclusal de resina composta convencional. Os Bulk Fill compactáveis, tal como o **Filtek® One Bulk Fill (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA)** podem ser aplicados sem ser cobertos com um incremento oclusal de resina composta convencional.^{48,49}

- A alta translucidez do Bulk Fill permite uma maior profundidade de polimerização, mas torna-se menos estético devido a uma opacidade diferente do dente natural adjacente.⁴⁸

II.OBJECTIVOS E HIPÓTESES DE ESTUDO

II.1.Objetivos

Avaliar a microdureza de dois tipos de resina composta Resina composta microhíbrida Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) e Resina Bulk Fill nanoparticulada Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) através do teste de Vickers, antes e após de dois tipos de imersão (contínua e descontínua) em diferentes soluções: saliva artificial, sumo de limão, Coca cola®, sumo de aloe vera, vinho tinto e álcool a 96%.

II.2. Hipóteses

H_0^1 : «Não existem diferenças estatisticamente significativas na microdureza entre as diferentes resinas compostas».

H_1^1 : «Existem diferenças estatisticamente significativas na microdureza entre as diferentes resinas compostas ».

H_0^2 : «Não existem diferenças estatisticamente significativas na microdureza entre resinas compostas após 7 dias de imersão contínua em soluções».

H_1^2 : «Existem diferenças estatisticamente significativas na microdureza entre resinas compostas após 7 dias de imersão contínua em soluções».

H_0^3 : «Não existem diferenças estatisticamente significativas na microdureza entre resinas compostas após 7 dias de imersão intermitente em soluções».

H_1^3 : «Existem diferenças estatisticamente significativas na microdureza entre resinas compostas após 7 dias de imersão intermitente em soluções».

III.MATERIAIS E MÉTODOS

III.1.Tipo de estudo e local

Estudo experimental *in-vitro*. Foi realizado no Laboratório de Biomateriais do Instituto Universitário de Egas Moniz (IUEM, Monte da Caparica, Portugal).

III.2.Materiais

III.2.1.Resinas compostas

III.2.1.1.Resina composta microhíbrida Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA)

A resina composta **Filtek® Z250** (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) é considerada como uma resina composta à base de metacrilato, microhíbrida, fotopolimerizável, radiopaca, indicada para restaurações anteriores e posteriores, diretas ou indiretas (Tabela 1 e Figura 3).^{52,53}

A fase orgânica da resina composta **Filtek® Z250** (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) é constituído por 3 componentes principais: o Bis-GMA, o UDMA e o Bis-EMA. A maioria do TEGDMA foi substituído por uma mistura de UDMA e de Bis-EMA (Tabela 1).^{16,28,54}

A fase inorgânica da resina composta **Filtek® Z250** (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA), principalmente constituído por Zircônio e Silício, 60% em volume com uma faixa de tamanho de partículas de 0,01 a 3,5 µm (Tabela 1).^{16,28,54}

Tabela 1 - Resina composta Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA)
3M@france.fr, 2020

Lote	NA86181 e NA29227
Cor	A2
Classificação	Microhíbrida, compactável, fotopolimerizável, rádio-opaca
Indicação	Restauração anteriores ou posteriores, técnica direta ou indireta
Aplicação	Técnica incremental
Fase orgânica	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, TEGDMA
Fase inorgânica	Zircônio e Silício, 60% em volume com uma faixa de tamanho de partículas de 0,01 a 3,5 µm



Figura 3 - Resina composta microhíbrida FILTEK® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) 3M@france.fr,2020

De acordo com o fabricante, a resina composta **Filtek® Z250** (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA), é aplicada e fotopolimerizada de forma incremental na preparação dentária. A profundidade máxima de polimerização dos incrementos é de 2,5mm com um tempo de polimerização de 20 segundos. Para a maioria das tonalidades, exceto as tonalidades B0.5, C4 e UD que devem ser colocadas em incrementos inferiores a 2.0mm com um tempo de polimerização de 30 segundos.^{26,35}

III.2.1.1 Resina composta Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA)

O **Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA)** é uma resina composta Bulk Fill compactável, nanoparticulada, fotopolimerizável, radiopaca, otimizada para restaurações posteriores simples e rápidas, porque permite restaurar num só incremento. As tonalidades são semi-translúcidas permitindo aumentar a profundidade de polimerização até 5 mm (Tabela 2 e Figura 4).^{22,50,55}

O Filtek® Bulk Fill é também adequado para restaurações anteriores que necessitam de uma tonalidade semi-translúcidas e existe nas tonalidades A1, A2, A3, B1 e C2

Segundo o fabricante 3M® (Espe, MN, USA), a fase orgânica da resina composta **Filtek® One Bulk Fill (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA)** contém os monómeros

matriciais: AUDMA (Aromático Uretano Dimetacrilato), UDMA (Uretano Dimetacrilato) e DDDMA (1,12-Dodecanediol Dimetacrilato) (Tabela 2).

O DDDMA permite obter uma resina de baixa viscosidade de polimerização rápida, de baixa retração e de alta resistência ao desgaste.

O UDMA é um monómero de baixa viscosidade e de elevado peso molecular. Este monómero foi incluído no sistema de resina para reduzir a viscosidade da resina.

O Filtek® One Bulk Fill contém dois novos monómeros de metacrilato que, em combinação, atuam para reduzir a contração de polimerização:

O AUDMA, dimetacrilato aromático de alto peso molecular, diminui o número de grupos reativos na resina permitindo diminuir a contração de polimerização.

O segundo monómero de metacrilato representa uma classe de compostos denominada **monómeros de fragmentação de adição** (AFM). O AFM contém um terceiro grupo funcional que se cliva através de um processo de fragmentação durante a polimerização. Este processo proporciona um mecanismo de relaxamento da rede em polimerização e subsequente alívio de tensões mantendo as propriedades físicas do polímero.⁵⁶

Tabela 2 - Resina composta Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) 3M@france.fr, 2020

Lote	NA98704 e NA72011
Cor	A2
Classificação	Nanoparticulada, compactável, fotopolimerizável, radio-opaca
Indicação	Restauração posteriores ou anterior, técnica direta ou indireta
Aplicação	Técnico de incremento único
Fase orgânica	AUDMA, UDMA, DDDMA, AFM
Fase inorgânica	Sílica não aglomerada/não agregada de 20 nm, zircônio não aglomerado de 4 a 11 nm, carga agregada de zircônio/sílica (Sílica de 20 nm e zircônio de 4 a 11 nm) e carga de trifluoreto de ítrio composta de partículas aglomeradas de 100 nm. (As cargas inorgânicas são de cerca de 58,4% em volume)



Figura 4 - Resina composta FILTEK® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) 3M@france.fr,2020

Além disso, o maior peso molecular reduz eficazmente a retração, ao mesmo tempo que continua a criar uma rede resistente e altamente interligada.

Devido à grande viscosidade destes polímeros, é necessário adicionar-lhes diluentes de forma a que se consiga atingir uma consistência clinicamente aceitável. O diluente é um composto de baixo peso molecular, que apresenta carbono de dupla ligação. São monómeros como o MMA (Metil MetAcrilato), EGDMA (Etileno Glicol DiMetAcrilato), UDMA (DiMetAcrilato de Uretano), DEGDMA (DiEtileno Glicol DiMetAcrilato), TEGDMA (Trietil Glicol DiMetAcrilato).^{14,20,23}

A fase inorgânica da resina composta **Filtek® One Bulk Fill** é constituída por uma combinação de partículas de sílica não aglomerada/não agregada de 20 nm, de zircônio não aglomerado de 4 a 11 nm, carga agregada de zircônio/sílica (composta de sílica de 20 nm e partículas de zircônio de 4 a 11 nm) e carga de trifluoreto de ítrio composta de partículas aglomeradas de 100 nm. As cargas inorgânicas são de cerca de 58,4% em volume (Tabela 2).⁵⁵

III.2.2. Norma ISO 4049:2019

As amostras foram feitas usando um molde metálico em aço inoxidável com um orifício central (5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura) de acordo com a norma ISO 4049, 2019. A fotopolimerização foi realizada através do posicionamento da ponta guia de luz na placa de vidro de 1mm de espessura, para otimizar a polimerização das amostras de resina composta. Os espécimes foram irradiados durante 20 segundos com uma intensidade de 600 mW/cm². Após a fotopolimerização, os espécimes foram retirados dos moldes e armazenados em diferentes líquidos.^{22,54,57}

III.2.3. Fotopolimerizador

Foi utilizado o fotopolimerizador DB-686-1b (Figura 5) diódo emissor de luz (LED) de terceira geração da marca COXO® (Nanhai District, China). Esta lâmpada permite a fotopolimerização de todas as resinas compostas, independentemente do foto-iniciador.

Seguiu-se o protocolo de fotopolimerização de 600 mW/cm² durante 20 segundos.¹⁸



Figura 5 - COXO® LED sem fio DB-686-1B, [coxotec china,2020](http://coxotec.china,2020)

III.2.4. Radiômetro

O radiômetro Optilux (SDS Kerr, Orange, USA) permite verificar a intensidade da lâmpada fotopolimerizadora COXO®. A intensidade foi verificada no início e no fim de cada dia de preparação das amostras.¹⁰

III.2.5. Diferentes líquidos

III.2.5.1. Saliva artificial

A saliva artificial, Fusayma/Meyer solução (Tabela 3 e Figura 6), permite simular o meio oral para a imersão das amostras de controlo negativo e, avaliar o efeito da saliva sobre a microdureza das resinas compostas.^{7,23,58,59}

Tabela 3 - Saliva artificial, Fusayma/Meyer

Constituição iónica	0,4g NaCl ; 0,4g KCL ; 0,906g CaCL₂.H₂O ; 0,39g NaH₂PO₄.H₂O ; 0,142g Na₂HPO₄ ; 0,005g Na₂S.9H₂O
Sistema tampão	1g Ureia em 1000 ml H ₂ O destilada
pH	pH 6,3-6,4



Figura 6 - Saliva artificial, Fusayma/Meyer solução

III.2.5.2.Coca cola®

Trata-se de uma das bebidas não alcoólicas mais consumida em todo o mundo. A presença do gás carbônico na sua composição (Tabela 4), é o agente mais importante que realça o sabor e a sua ação bacteriostática. Foi selecionado este refrigerante pelo seu alto teor em açúcar e o seu pH muito baixo (2,7 de acordo com o fabricante) para avaliar o seu efeito sobre a microdureza superficial das resinas compostas.^{16,52,60}

Tabela 4 - Composição de Coca Cola®

Água	Substância em maior quantidade na fórmula do refrigerante, 88% aproximadamente
Açúcares	Sacarose é o segundo componente em maior quantidade na fórmula do refrigerante, cerca de 11%
Concentrados	Misturas de extratos, óleos e destilados de frutas ou vegetais
Carbonatos (CO ₃) Bicarbonatos (HCO ₃)	Carbonatos (CO₃) e bicarbonatos (HCO₃) entram em contato com os ácidos presentes no refrigerante, regulam o seu pH, impossibilitando a acidez extrema
Acidulantes	Diminui o pH do refrigerante, tornando-o mais ácido e impedindo a proliferação de micro-organismos (bacteriostático). Nos refrigerantes com sabor a cola, o acidulante utilizado é o ácido fosfórico (H₃PO₄)
Antioxidantes	Substância que impede que o gás oxigênio interaja com substâncias presentes no refrigerante e prejudique o odor e o sabor. O ácido ascórbico (vitamina C) é um antioxidante muito utilizado
Conservantes	Benzoato de sódio (C₇H₅O₂Na) , evita a proliferação de micro-organismos acido-resistentes

III.2.5.3. Sumo natural de limão

Trata-se de uma bebida não carbonatada, não alcoólica muito consumida (Tabela 5). Foi selecionado o sumo de limão Auchan® (S.A, Lisboa, Portugal) pelo seu baixo teor em açúcar e o seu pH muito baixo (acerca de 3) para avaliar a resistência mecânica das resinas compostas.^{7,14,54}

Tabela 5 – Composição do sumo de limão Auchan®

Água	Substância presente em maior quantidade na fórmula do sumo
Açúcares	Teor muito baixo, menos de 1%
Concentrados	Sumo de limão puro (30%) , misturas de extratos e óleos essenciais de limão.
Acidulantes	Substância que, além de realçar o sabor, atua diminuindo o pH do sumo, tornando-o mais ácido e impedindo a proliferação de micro-organismos. O ácido cítrico (C ⁶ H ⁸ O ⁷) é um exemplo de acidulante.
Antioxidantes	O ácido ascórbico (vitamina C) é um antioxidante forte
Conservantes	Benzoato de sódio (C ₇ H ₅ O ₂ Na), para evitar a proliferação de micro-organismos acido-resistentes

III.2.5.4. Aloé Vera

Trata-se de uma bebida não carbonatada, não alcoólica, muito consumida como sumo *detox*.⁵⁵ A solução de Aloé Vera (Tabela 6 e Figura 7) foi diluída com NaCl até obter um pH de 7,59.

Tabela 6 - Composição do sumo de aloé vera

Água	Água purificada
Concentrados	Aloe Vera (<i>Aloe Barbandensis</i>) 2%; Malva (<i>Malva Silvestres</i>) 1,67%; Bardana (<i>Arctium Lappa</i>) 0,33%; Anis (<i>Pimpinella Anisium</i>) 0,33%; Colina 0,27%
Antioxidante	Acido L-Ascórbico
Estabilizantes	Goma xantana ; Betaína 0,17%; Coentro (<i>Coriandrum Sativum</i>) 0,1%; Clorofila 0,017; Orégão óleo essencial
Conservantes	Sorbato de potássio ; Benzoato de sódio ; Aromas naturais



Figura 7 - Solução de Aloé Vera

III.2.5.5. Vinho tinto

O Papa Figs 2018, é um vinho tinto da Casa Ferreirinha do Douro. Trata-se de uma bebida alcoólica (13,5%) muito consumida em todo o mundo (Tabela 7). Foi selecionado o vinho tinto que apresenta baixo teor de açúcar, nível médio de álcool e pH baixo (cerca de 4) para avaliar o efeito sobre a microdureza superficial das resinas compostas.^{7,16,23,52,61}

Tabela 7 - Composição do vinho tinto

Água	85% a 90% do volume do vinho
Açúcares	Açúcares residuais são encontrados em grandes quantidades, vêm da fermentação. Não excedem 2 gr/l num vinho tinto
Acidulantes	Vários tipos de ácidos estão presentes, provenientes principalmente da casca das uvas. Os principais são: ácido tartárico, ácido málico, ácido cítrico e ácido láctico , que conferem ao vinho os seus aromas de fruta. Há também um baixo teor em ácido acético , que altera o sabor do vinho porque é o que se encontra no vinagre
Taninos	Taninos naturalmente contidos na casca e nas sementes da uva dão a estrutura do vinho tinto, que contêm até 3gr/l de taninos, tomam a forma de polifenóis, que têm a característica química de precipitar em contacto com as proteínas presentes na boca e na saliva. O resveratrol é o principal polifenol, age como um antioxidante. As antocianinas são outros polifenóis: são os pigmentos vermelhos contidos na casca das uvas, podem causar a pigmentação das restaurações dentárias
Álcool	Resultantes da fermentação, representam de 7% a 16% do volume. A grande maioria é etanol , mas também vários outros como o álcool propílico, álcool butílico, álcool amílico e álcool metílico

III.2.5.6. Álcool etílico 96%

A degradação induzida pelo álcool sobre o estado de superfície das resinas compostas já é conhecida na literatura científica, deste modo selecionou-se o **álcool etílico 96%** para as amostras de controlo positivo.^{7,23,54,61}

III.2.6. Medidor de pH Metrohm® 913 pH Meter

Segundo Metrohm® (Paris, France): O Medidor 913 pH Meter (Figura 8) com o seu sensor analógico permite de medir o pH de soluções com uma precisão de 0,001 pH.



Figura 8 - Metrohm® (Paris, France) 913 pH meter

III.2.7. Microdurómetro e microdureza Vickers

O Microdurómetro Shimadzu® (Barueri, SP, Brasil) HSV-30 possui uma ocular de medição de alta precisão (retículo até 0,01µm) combinado com uma unidade de iluminação halógena de 50 W (com ajuste de abertura).

O Microdurómetro consiste numa ponta diamantada de padrão piramidal com uma base quadrada e um ângulo de 136° entre as faces no ápice. A impressão da ponta diamantada no suporte é de forma quadrada com duas diagonais d1 e d2 calculadas, utilizando o software OmniMet HMS. O valor d é obtido calculando a média dos valores d1 e d2 permitindo chegar ao valor da microdureza universal, definida como a força de ensaio dividida pela área aparente da reentrância sob a força de ensaio aplicada, e é calculada em Kg/mm².

III.2.8. Software de estatística GraphPad Prism®

GraphPad Prism® é um programa de *software* que visualiza, modela e analisa dados e estatísticas.

Este *software* permite-nos analisar os valores da microdureza Vickers obtidos e modelar graficamente as variações da microdureza superficial das diferentes resinas compostas em contacto com os diferentes líquidos.

III.3. Metodologia

III.3.1. Descrição do protocolo

Foram preparadas 130 amostras de resina composta, das quais 65 são discos de resina microhíbrida (Filtek® Z250, 3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) e 65 são discos de resina nanoparticulada (Filtek® One Bulk Fill, 3M® Espe, Saint Paul, MN, USA). Foram utilizados moldes cilíndricos de aço inoxidável (5 x 2 mm) de acordo com a norma ISO 4049:2019.

As amostras foram fotopolimerizadas por 20 segundos com uma unidade de fotopolimerização (COXO® LED SEM FIO DB-686-1B) à intensidade de 600 mW/cm².

Todas as amostras foram submetidas à medição dos valores de microdureza Vickers antes e depois de serem imersos (Figura 9).

As amostras Filtek® Z250 (**RC**) e Filtek® Bulk Fill (**BF**) foram divididas por 6 grupos de 5 espécimes (n=5). Os grupos **RC_{SA}** e **BF_{SA}** foram imersos em saliva artificial (SA), **RC_{CC}** e **BF_{CC}** em Coca-Cola® (CC), **RC_{SL}** e **BF_{SL}** em sumo natural de limão (SL), **RC_{AV}** e **BF_{AV}** em sumo de aloe vera (AV), **RC_{VT}** e **BF_{VT}** em vinho tinto (VT), **RC_A** e **BF_A** Álcool 96% (A) e **RC₀** e **BF₀** o grupo controlo armazenado a seco a 37°C na estufa (Mettler® INE400, Swabach, Alemanha).

Estas amostras são preparadas duas vezes, uma vez para o teste de imersão contínuo e uma vez para o teste de imersão descontínuo.

No teste de imersão contínuo, as amostras foram continuamente imergidas em líquidos durante 7 dias em caixas herméticas e armazenadas numa estufa (Mettler® INE400, Swabach, Alemanha) a 37°C.

No teste de imersão descontínuo, as amostras foram alternadamente imergidas em líquidos durante 30 minutos, 3 vezes por dia para simular os hábitos alimentares. Os espécimes foram armazenados numa estufa (Mettler® INE400, Swabach, Alemanha) a 37°C e este processo foi repetido durante 7 dias.

Entre cada período de imersão, as amostras são imersas numa solução de saliva artificial, em caixas herméticas, sem luz, numa estufa (Mettler® INE400, Swabach, Alemanha) a 37°C.

Após a imersão, a microdureza superficial foi medida em 7 dias e os dados foram analisados por testes ANOVA com o *software* GraphPad Prism®.

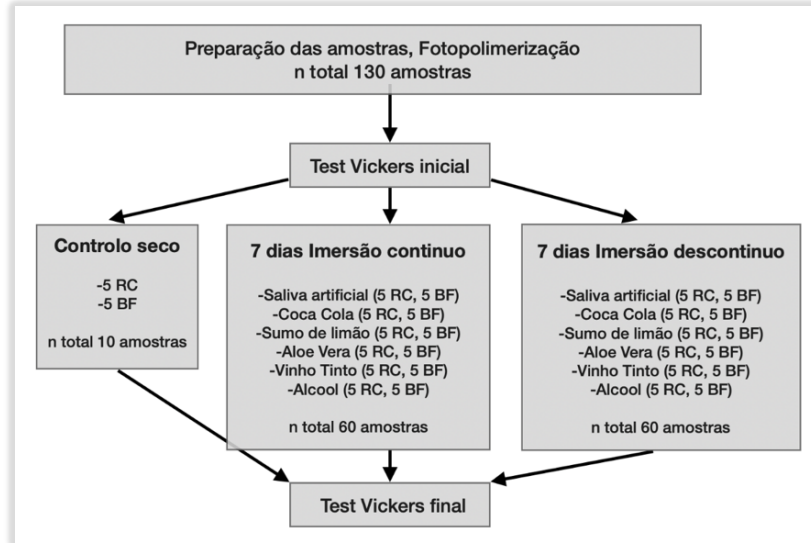


Figura 9 - Descrição do protocolo (Resina composta Filtek® Z250 (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF))

III.3.2. Medição do pH das soluções

Neste estudo foram utilizados 6 líquidos: saliva artificial, Coca-Cola®, o sumo natural de limão, o sumo de aloe vera, o vinho tinto e o álcool 96%. O pH de cada solução foi medido com precisão de 0,001pH utilizando o medidor de pH: Metrohm® 913 pH Meter (Figura 10).

Três medições de pH dos agentes recém preparados foram registadas para dar uma medida média de pH para cada líquido. De acordo com as indicações do fabricante Metrohm®, o pHmeter foi previamente calibrado com soluções-tampão de pH determinado.

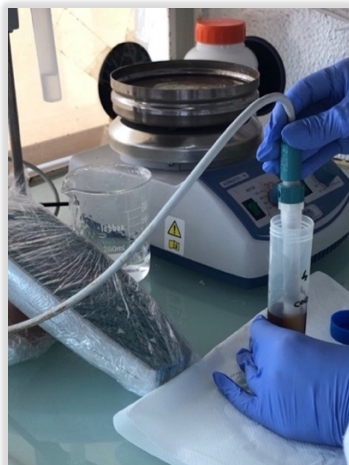


Figura 10 - Medições do pH das soluções

III.3.3. Realização dos cilindros de resina

No total foram preparadas 130 amostras (65 amostras de RC e 65 amostras de BF) em forma de disco (tonalidade A2), com 5,0 mm de diâmetro e 2,0 mm de espessura (Figura 11) num molde cilíndrico de aço inoxidável sobre uma placa de vidro de 1cm. Uma segunda placa de vidro foi colocada sobre os moldes para guiar a fotopolimerização, extravasar o excesso de resina composta e obter uma superfície lisa e plana em cada amostra. Os corpos de prova foram então polimerizados por 20 segundos com uma unidade de fotopolimerização (COXO® LED SEM FIO DB-686-1B) à intensidade de 600 mW/cm², verificada com um dispositivo de medição radiómetro Optilux (SDS Kerr, Orange, USA). Após a polimerização, retirou-se a placa de vidro na parte superior e inferior do molde e fez-se o controlo visual da ausência de bolhas de ar. Nenhuma preparação mecânica ou abrasões dos espécimes foram feitas.^{14,54,55}



Figura 11 - Controlo visual das amostras

A norma ISO:4049.2019 especifica os requisitos para produtos restauradores dentários, com base de polímeros fornecidos numa forma adequada, para mistura de polimerização mecânica, manual e intra-oral ou extra-oral de energia externa e destinados principalmente para uso em restaurações dentárias diretas ou indiretas e cimentação.^{10,62}

III.3.4. Teste Vickers inicial

É importante notar que para esta investigação, os valores de microdureza Vickers são medidos diretamente após a fotopolimerização das amostras para simular as condições clínicas habituais de uma restauração de resina composta sem acabamento e polimento.

Cada cilindro de resina composta é observado à ampliação ótica x10, a fim de controlar a regularidade do estado da superfície (ausência de bolhas, regularidade da superfície) e de centrar a amostra. A microdureza superficial não é homogênea em toda a superfície da resina composta, assim são feitas cinco medições de microdureza Vickers em cada amostra para obter um valor médio mais representativo. A primeira indentação é feita no centro do cilindro e depois 4 indentações em pontos cardeais, evitando a área periférica do cilindro (0,1 mm do bordo da amostra)⁹

Uma vez validada a posição na amostra, a ponta diamantada penetra na superfície do cilindro. A indentação é feita com uma força de 29,42 N aplicada durante 5 segundos. A impressão da ponta diamantada no suporte é de forma quadrada com duas diagonais d1 e d2. Para medir as diagonais d1 e d2, as limitações da indentação são previamente definidas. Por ordem, é definido na figura 12 em primeiro o limite esquerdo (A), o limite direito (B), o limite superior (C), por último, o limite inferior (D). As linhas (A) e (B) são utilizadas para medir a diagonal d1 e as linhas (C) e (D) são utilizadas para medir a diagonal d2.

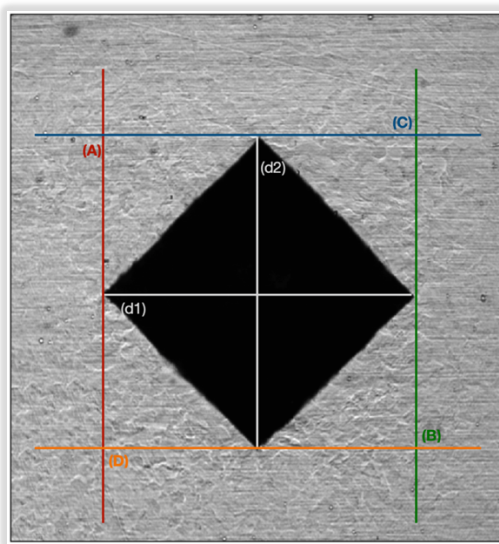


Figura 12 - Medição microdureza Vickers

O valor d é obtido calculando a média dos valores d1 e d2 permitindo de chegar ao valor da microdureza universal, definida como a força de ensaio dividida pela área aparente da reentrância sob a força de ensaio aplicada e é calculada em Kg/mm² pelo *software* do Microdurómetro Vickers, segundo à equação seguinte (Figura 13):

$$HV = \frac{2F \times \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \times d^2}$$

HV = Microdureza Vickers
F = Força aplicada (N)
d = Media d1d2 (mm)
g = Gravidade terrestre (m.s⁻²)

Figura 13 - Fórmula da microdureza Vickers

III.3.5. Imersão contínua/descontínua

Imediatamente após a medição da microdureza Vickers inicial, as amostras são imergidas em diferentes líquidos.

Para o teste de imersão contínua as amostras são colocadas durante 7 dias em caixas herméticas, sem luz, numa estufa (Memmert® INE400, Swabach, Alemanha) a 37°C.^{14,54}

Para o teste de imersão descontínua as amostras são colocadas nos diferentes líquidos durante 30 minutos, 3 vezes por dia, para simular os nossos hábitos alimentares. Entre os períodos de imersão, as amostras são imersas numa solução de saliva artificial, em caixas herméticas, sem luz, numa estufa (Memmert® INE400, Swabach, Alemanha) a 37°C.^{7,14,54,68}

Após 7 dias de imersão, os valores de microdureza Vickers são novamente medidos para avaliar o efeito de diferentes líquidos sobre a microdureza superficial das resinas compostas.

III.3.6. Teste Vickers final

As medições da microdureza Vickers final também são feitas igualmente às medições da microdureza Vickers inicial, com os mesmos parâmetros de força e de duração: 29,42 N durante 5 segundos. São feitos cinco indentações, uma central e quatro periféricas, cada um espaçado pelo menos 0,1 mm das indentações iniciais e do bordo da amostra (Figura 14).^{14,28}

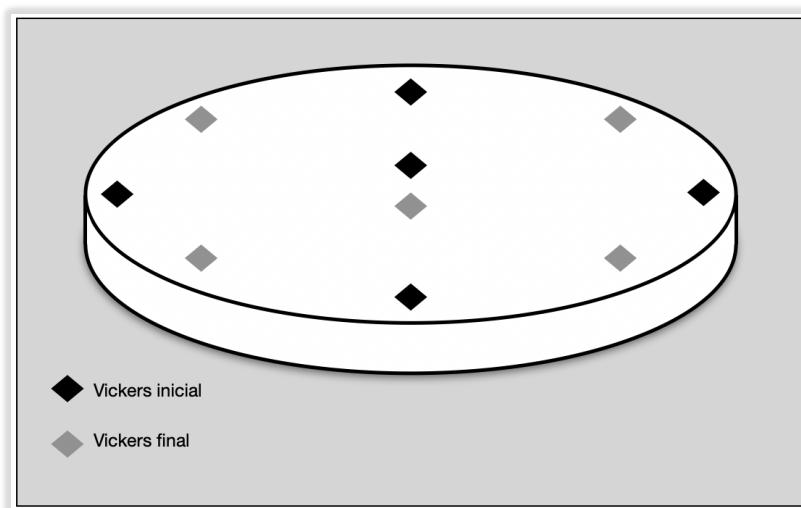


Figura 14 - Localização indentações Vickers

III.3.7. Análise estatística

A análise descritiva foi realizada com os resultados expressos em valores médios +/- o desvio padrão em relação à média. As diferenças estatísticas foram medidas utilizando os testes ANOVA. Foram realizadas análises estatísticas utilizando o *software* GraphPad Prism® V.7.00 para Windows *Seven* (GraphPad *Software*, San Diego, Califórnia, EUA).

Foi fixando o erro estatístico tipo 1 (alfa) em 0,05 e o erro tipo 2(beta) em 0,20 (potência de 80%)

IV.RESULTADOS

IV.1.Medições de pH

Antes de iniciar este estudo, foi necessário verificar os valores de pH das diferentes soluções. Três medições de pH das soluções recém preparadas foram registradas para dar uma medida média de pH para cada líquido (Tabela 8).

Tabela 8 - Medições de pH

	<i>Valor pH 1</i>	<i>Valor pH 2</i>	<i>Valor pH 3</i>	<i>Media pH</i>
<i>Saliva artificial</i>	6,35	6,41	6,38	6,38
<i>Coca Cola®</i>	2,44	2,43	2,45	2,44
<i>Sumo de Limão</i>	2,44	2,42	2,34	2,40
<i>Aloe Vera</i>	7,55	7,59	7,63	7,59
<i>Vinho Tinto</i>	3,99	3,98	3,91	3,96
<i>Álcool 96%</i>	5,96	5,96	5,94	5,95

IV.2.Repartição das amostras

Foi feito um teste estatístico de Kolmogorov-Smirnov para verificar a repartição das amostras de RC (Tabela 9) e BF (Tabela 10). Os resultados do teste de Kolmogorov-Smirnov mostram que todas as amostras do estudo estão em conformidade com a lei normal. Os resultados podem assim estar analisados com análise ANOVA.

Tabela 9 - Teste de Kolmogorov-Smirnov para as amostras RC

Col. stats		A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
		RC saliva discont	RC coca discont	RC limao discont	RC aloe discont	RC Vinho Descont	RC alcool descont	RC saliva cont	RC coca cont	RC limao cont	RC aloe cont	RC vinhocont	RC alcool cont
		Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y
1	Number of values	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
2													
3	Minimum	205.4	179	221.8	218.2	231.2	218.8	323.2	256.6	217.8	291	223.2	191.8
4	25% Percentile	211.9	213.5	246.6	230.3	234.3	221	341.5	290.9	232	296.9	226.7	199.1
5	Median	249.2	250.4	278.6	244.2	246.6	227.6	361.4	330.2	277.2	372.8	234	210.2
6	75% Percentile	276.7	294.9	285.1	269	261.7	248.8	500.8	413.6	325.8	431.5	274.3	217
7	Maximum	294.4	316.2	286	287.6	270.4	252.8	549.8	429.6	346.6	441.6	290	222.4
8													
9	Mean	245.3	253.4	268.4	248.6	247.7	233.4	409.2	347.8	278.6	365.9	247.2	208.5
10	Std. Deviation	35.1	49.81	26.66	25.03	15.19	14.64	91.79	67.66	50.17	67.92	27.39	11.06
11	Std. Error of Mean	15.7	22.28	11.92	11.19	6.793	6.547	41.05	30.26	22.44	30.37	12.25	4.945
12													
13	Lower 95% Ci of mean	201.7	191.6	235.3	217.5	228.9	215.3	295.2	263.8	216.3	281.6	213.2	194.8
14	Upper 95% Ci of mean	288.9	315.3	301.5	279.6	266.6	251.6	523.2	431.8	340.9	450.2	281.2	222.2
15													
16	Sum	1226	1267	1342	1243	1239	1167	2046	1739	1393	1830	1236	1042
17													
18	KS normality test												
19	KS distance	0.1781	0.2565	0.3448	0.2707	0.1641	0.255	0.2987	0.2029	0.1405	0.2237	0.2851	0.2254
20	P value	>0.1000	>0.1000	0.0521	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000
21	Passed normality test (alpha=0.05)?	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
22	P value summary	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns

Tabela 10 - Teste de Kolmogorov-Smirnov para as amostras BF

Col. stats		A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L
		BF saliva cont	BF coca cont	BF limao cont	BF aloe cont	BF vinho cont	BF alcool cont	BF saliva Descont	BF coca descont	BF limao Descont	BF aloe descont	BF vinho descont	BF alcool descont
		Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y	Y
1	Number of values	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
2													
3	Minimum	150.8	109.4	95.2	126.4	99	89	100.6	93.2	90	92.4	104	101.6
4	25% Percentile	184.1	112.9	100.2	128.9	101.5	89.5	102.5	95.3	91.2	94.6	104.8	101.9
5	Median	226.8	121.4	126	133.8	107.2	97.2	121	115.6	94.8	108.6	108.6	111.8
6	75% Percentile	250.7	151.1	140.5	158.8	115.3	104.3	135.8	138.6	97.8	117.2	110.8	115.8
7	Maximum	268.6	166.4	149.8	165.2	116.2	109.4	144.2	154.8	98.6	124.8	111.6	116.8
8													
9	Mean	219.3	129.9	121.5	141.8	108.2	96.96	119.5	116.7	94.56	106.4	108	109.4
10	Std. Deviation	42.91	22.59	21.64	16.35	7.171	8.241	17.75	24.55	3.457	12.67	3.125	7.113
11	Std. Error of Mean	19.19	10.1	9.676	7.312	3.207	3.685	7.937	10.98	1.546	5.665	1.398	3.181
12													
13	Lower 95% Ci of mean	166	101.8	94.61	121.5	99.26	86.73	97.48	86.2	90.27	90.71	104.1	100.6
14	Upper 95% Ci of mean	272.6	157.9	148.3	162.1	117.1	107.2	141.6	147.2	98.85	122.2	111.8	118.3
15													
16	Sum	1096	649.4	607.4	709.2	540.8	484.8	597.6	583.4	472.8	532.2	539.8	547.2
17													
18	KS normality test												
19	KS distance	0.2825	0.2463	0.1827	0.2886	0.2079	0.2008	0.2029	0.2079	0.1599	0.2015	0.1811	0.2456
20	P value	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000	>0.1000
21	Passed normality test (alpha=0.05)?	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
22	P value summary	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns	ns

IV.3. Microdureza superficial das resinas compostas Filtek® Z250 e Filtek® One Bulk Fill

Para mostrar as diferenças na microdureza superficial das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) e Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA), foi realizada uma análise *One-way* ANOVA com o pós-teste Tukey de comparação dos valores médios de microdureza segundo uma variável (tipo de resina composta) (Tabela 11 e Gráfico 15). Foram utilizados nesta análise os resultados de microdureza Vickers das amostras dos grupos controlo RC₀ e BF₀, no seco à 37°C em estufa (Memmert® INE400, Swabach, Alemanha) durante 7 dias.

Tabela 11 - Análise *One-way* ANOVA : RC₀ e BF₀ (controlo seco)

1	Number of families	1						
2	Number of comparisons per family	6						
3	Alpha	0.05						
4								
5	Tukey's multiple comparisons test	Mean Diff.	95.00% CI of diff.	Significant?	Summary	Adjusted P Value		
6								
7	RC inicial vs. RC final	-92.24	-145.4 to -39.11	Yes	***	0.0007	A-B	
8	RC inicial vs. BF inicial	125.8	72.63 to 178.9	Yes	****	<0.0001	A-C	
9	RC inicial vs. BF final	-5.32	-58.45 to 47.81	No	ns	0.9915	A-D	
10	RC final vs. BF inicial	218	164.9 to 271.1	Yes	****	<0.0001	B-C	
11	RC final vs. BF final	86.92	33.79 to 140	Yes	**	0.0013	B-D	
12	BF inicial vs. BF final	-131.1	-184.2 to -77.95	Yes	****	<0.0001	C-D	
13								
14								
15	Test details	Mean 1	Mean 2	Mean Diff.	SE of diff.	n1	n2	q
16								DF
17	RC inicial	245.3	337.5	-92.24	18.57	5	5	7.025
18	BF inicial	245.3	119.5	125.8	18.57	5	5	9.578
19	RC inicial vs. BF final	245.3	250.6	-5.32	18.57	5	5	0.4052
20	RC final vs. BF inicial	337.5	119.5	218	18.57	5	5	16.6
21	RC final vs. BF final	337.5	250.6	86.92	18.57	5	5	6.62
22	BF inicial vs. BF final	119.5	250.6	-131.1	18.57	5	5	9.983
23								

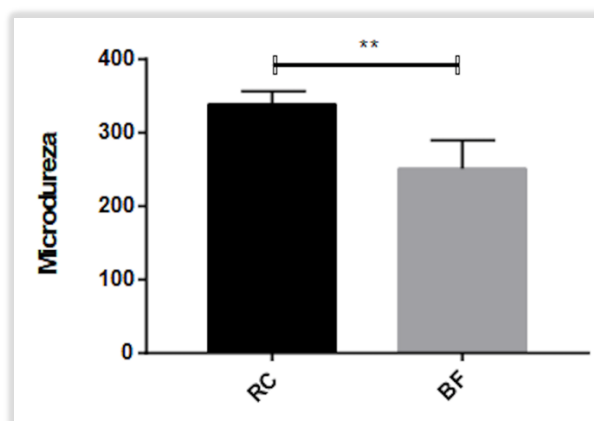


Gráfico 1 - Valores da microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) armazenados a seco durante 7 dias

A Tabela 11 e o Gráfico 1 mostram que existe uma diferença significativa (**P=0,0013) de microdureza superficial das resinas compostas (RC) Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) e a Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) para os grupos de controlo RC₀ e BF₀ (**P=0,0013). A resina composta Filtek® Z250 tem uma microdureza superficial mais elevada do que a resina composta Filtek® One Bulk Fill.

Para mostrar as diferenças na microdureza superficial das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) e Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) após 7 dias de imersão descontínua, foi realizada uma análise *Two-way* ANOVA com o pós-teste Sidak de comparação múltipla dos valores médios de microdureza superficial segundo duas variáveis (tipo de líquido e de resina composta) (Tabela 12, Gráfico 2). Foram utilizados nesta análise os resultados do teste de microdureza Vickers após imersão descontínua das amostras nas diferentes soluções (saliva artificial, Coca cola®, sumo de limão, Aloe Vera, vinho tinto e álcool a 96%) 30 minutos, 3 vezes por dia durante 7 dias.

Tabela 12 - Análise *Two-way* anova : teste imersão descontínuo

1	Compare each cell mean with the other cell mean in that column								
2									
3	Number of families	1							
4	Number of comparisons per family	6							
5	Alpha	0.05							
6									
7	Sidak's multiple comparisons test	Mean Diff.	95.00% CI of diff.	Significant?	Summary	Adjusted P Value			
8									
9	RC - BF								
10	Saliva	189.9	98.5 to 281.3	Yes	****	<0.0001			
11	Coca Cola	218	126.5 to 309.4	Yes	****	<0.0001			
12	Limao	157.1	65.66 to 248.5	Yes	***	0.0004			
13	Aloe	224.1	132.7 to 315.5	Yes	****	<0.0001			
14	Vinho	139	47.62 to 230.5	Yes	**	0.0015			
15	Alcool	111.5	20.1 to 202.9	Yes	*	0.0117			
16									
17									
18	Test details	Mean 1	Mean 2	Mean Diff.	SE of diff.	N1	N2	t	DF
19									
20	RC - BF								
21	Saliva	409.2	219.3	189.9	31.33	5	5	6.061	20
22	Coca Cola	347.8	129.9	218	31.33	5	5	6.956	20
23	Limao	278.6	121.5	157.1	31.33	5	5	5.013	20
24	Aloe	365.9	141.8	224.1	31.33	5	5	7.151	20
25	Vinho	247.2	108.2	139	31.33	5	5	4.437	20
26	Alcool	208.5	96.96	111.5	31.33	5	5	3.559	20
27									

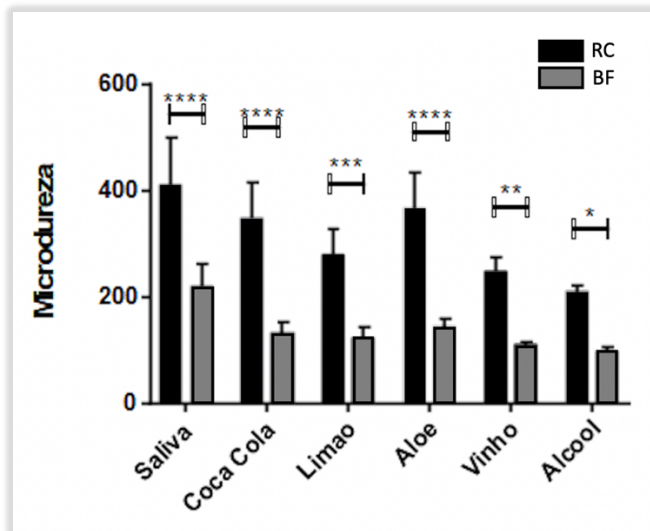


Gráfico 2 - Valores da microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) depois 7 dias de **imersão descontínua** em diferentes líquidos

A análise gráfica (Tabela 12, Gráfico 2) mostra que existe uma diferença significativa de microdureza superficial das resinas compostas Filtek® Z250 e Filtek® One Bulk Fill após 7 dias de imersão descontínua, dos grupos RC₀ e BF₀ em saliva artificial (****P<0,0001), RC_{CC} e BF_{CC} em Coca cola® (****P<0,0001), RC_{SL} e BF_{SL} sumo de limão (***P=0,0004), RC_{AV} e BF_{AV} em Aloe Vera (****P<0,0001), RC_{VT} e BF_{VT} em vinho (**P=0,0015) e RC_A e BF_A em álcool (*P=0,0117). Podemos concluir que após 7 dias de imersão descontínua nos vários líquidos, todos os grupos de resina composta Filtek® Z250 tem uma microdureza superficial superior à da resina composta Filtek® One Bulk Fill (RC_{SA}>BF_{SA}; RC_{CC}>BF_{CC}; RC_{SL}>BF_{SL}; RC_{AV}>BF_{AV}; RC_{VT}>BF_{VT}; RC_A>BF_A).

IV.4. Efeitos dos diferentes líquidos sobre a microdureza superficial das resinas compostas

Para avaliar o efeito dos diferentes líquidos na microdureza superficial das resinas compostas Filtek® Z250 e Filtek® One Bulk Fill, foi realizada uma análise Two-way ANOVA com o pós-teste Sidak de comparação múltipla dos valores médios de microdureza superficial segundo duas variáveis (tipo de líquido e de resina composta). Foram utilizados nesta análise os resultados do teste de microdureza Vickers após imersão descontínua das amostras nas diferentes soluções (saliva artificial, Coca cola®, sumo de limão, Aloe Vera, vinho tinto e álcool a 96%) 30 minutos, 3 vezes por dia durante 7 dias (Tabela 13, Gráfico 3).

Tabela 13 - Análise *Two-way* anova : Teste imersão descontínuo

1	Within each row, compare columns (simple effects within rows)					
2						
3	Number of families	2				
4	Number of comparisons per family	5				
5	Alpha	0.05				
6						
7	Sidak's multiple comparisons test	Mean Diff.	95.00% CI of diff.	Significant?	Summary	Adjusted P Value
8						
9	RC					
10	Saliva vs. Coca Cola	61.36	-14.61 to 137.3	No	ns	0.1667
11	Saliva vs. Limao	130.6	54.67 to 206.6	Yes	***	0.0002
12	Saliva vs. Aloe	43.28	-32.69 to 119.3	No	ns	0.5135
13	Saliva vs. Vinho	162	86.03 to 238	Yes	****	<0.0001
14	Saliva vs. Alcool	200.7	124.7 to 276.7	Yes	****	<0.0001
15						
16	BF					
17	Saliva vs. Coca Cola	89.4	13.43 to 165.4	Yes	*	0.0141
18	Saliva vs. Limao	97.8	21.83 to 173.8	Yes	**	0.0060
19	Saliva vs. Aloe	77.44	1.465 to 153.4	Yes	*	0.0438
20	Saliva vs. Vinho	111.1	35.15 to 187.1	Yes	**	0.0014
21	Saliva vs. Alcool	122.3	46.35 to 198.3	Yes	***	0.0004
22						

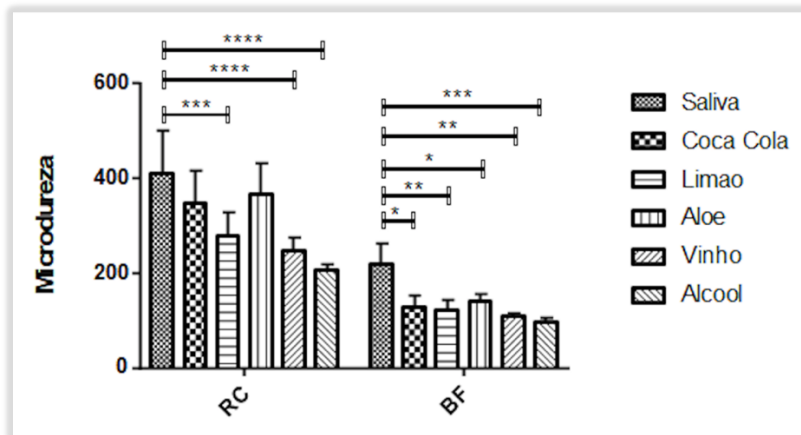


Gráfico 3 - Valores da microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) depois 7 dias de **imersão descontínua** em diferentes líquidos

Observamos que existe uma diferença significativa na microdureza superficial da resina composta Filtek® Z250 (Tabela 13, Gráfico 3) após 7 dias de imersão descontínua das amostras dos grupos RC_{SL} em sumo de limão (**P=0,0002), RC_{VT} em vinho tinto (****P<0,0001) e RC_A em álcool 96% (****P<0,0001) em relação ao grupo controlo RC_{SA} em saliva artificial. De acordo com os resultados constatou-se que o sumo de limão, o vinho tinto e o álcool a 96% reduzem a microdureza superficial da resina composta Filtek® Z250.

Observamos também que existe uma diferença significativa na microdureza superficial da resina composta Filtek® One Bulk Fill (Tabela 13, Gráfico 3) após 7 dias de imersão descontínua das amostras dos grupos BF_{CC} em Coca cola® (*P=0,0141), BF_{AV} em Aloe Vera (*P=0,0438), BF_{SL} em sumo de limão (**P=0,0060), BF_{VT} em vinho tinto (**P=0,0014) e BF_A em álcool 96% (***P=0,0004) em relação ao grupo BF_{AS} em saliva artificial. Constatou-se deste modo que estas soluções reduzem a microdureza superficial da resina composta Filtek® One Bulk Fill. Os resultados de microdureza superficial são por ordem decrescente: RC_{SA}> RC_{AV}> RC_{CC}> RC_{SL}> RC_{VT}> RC_A e BF_{SA}> BF_{AV}> BF_{CC}> BF_{SL}> BF_{VT}> BF_A

Para avaliar o efeito do consumo excessivo (dependência, alcoolismo...) das diferentes bebidas na microdureza das resinas compostas Filtek® Z250 e Filtek® One Bulk Fill, foi realizada uma análise *One-way* ANOVA por cada resina composta com os pós-testes Dunnett de comparação dos valores médios de microdureza segundo uma variável (Líquido). Foram utilizados nesta análise os resultados do teste de microdureza Vickers após imersão contínua das amostras nas diferentes soluções (saliva artificial, Coca cola®, sumo de limão, Aloe Vera, vinho tinto e 96% de álcool) durante 7 dias (Tabela 14, Tabela 15 e Gráfico 4).

Tabela 14 - Análise *One-way* anova : Teste imersão contínuo resina Filtek® Z250 (RC)

1	Number of families	1						
2	Number of comparisons per family	5						
3	Alpha	0.05						
4								
5	Dunnett's multiple comparisons test	Mean Diff.	95.00% CI of diff.	Significant?	Summary	Adjusted P Value	A-?	
6								
7	Saliva vs. Coca Cola	61.72	15.22 to 108.2	Yes	**	0.0066	B	Coca Cola
8	Saliva vs. Limao	63.76	17.26 to 110.3	Yes	**	0.0050	C	Limao
9	Saliva vs. Aloe	-28.44	-74.94 to 18.06	No	ns	0.3548	D	Aloe
10	Saliva vs. Vinho	58	11.5 to 104.5	Yes	*	0.0110	E	Vinho
11	Saliva vs. Alcool	149.3	102.8 to 195.8	Yes	****	0.0001	F	Alcool
12								

Tabela 15 - Análise *One-way* anova : Teste imersão contínuo resina Filtek® One Bulk Fill (BF)

1	Number of families	1							
2	Number of comparisons per family	5							
3	Alpha	0.05							
4									
5	Dunnett's multiple comparisons test	Mean Diff.	95.00% CI of diff.	Significant?	Summary	Adjusted P Value	A-?		
6									
7	Saliva vs. Coca Cola	2.84	-20.76 to 26.44	No	ns	0.9971	B	Coca Cola	
8	Saliva vs. Limao	24.96	1.356 to 48.56	Yes	*	0.0356	C	Limao	
9	Saliva vs. Aloe	13.08	-10.52 to 36.68	No	ns	0.4446	D	Aloe	
10	Saliva vs. Vinho	11.56	-12.04 to 35.16	No	ns	0.5574	E	Vinho	
11	Saliva vs. Alcool	10.08	-13.52 to 33.68	No	ns	0.6735	F	Alcool	
12									
13									
14	Test details	Mean 1	Mean 2	Mean Diff.	SE of diff.	n1	n2	q	
15								DF	
16	Saliva vs. Coca Cola	119.5	116.7	2.84	8.757	5	5	0.3243	24
17	Saliva vs. Limao	119.5	94.56	24.96	8.757	5	5	2.85	24
18	Saliva vs. Aloe	119.5	106.4	13.08	8.757	5	5	1.494	24
19	Saliva vs. Vinho	119.5	108	11.56	8.757	5	5	1.32	24
20	Saliva vs. Alcool	119.5	109.4	10.08	8.757	5	5	1.151	24
21									

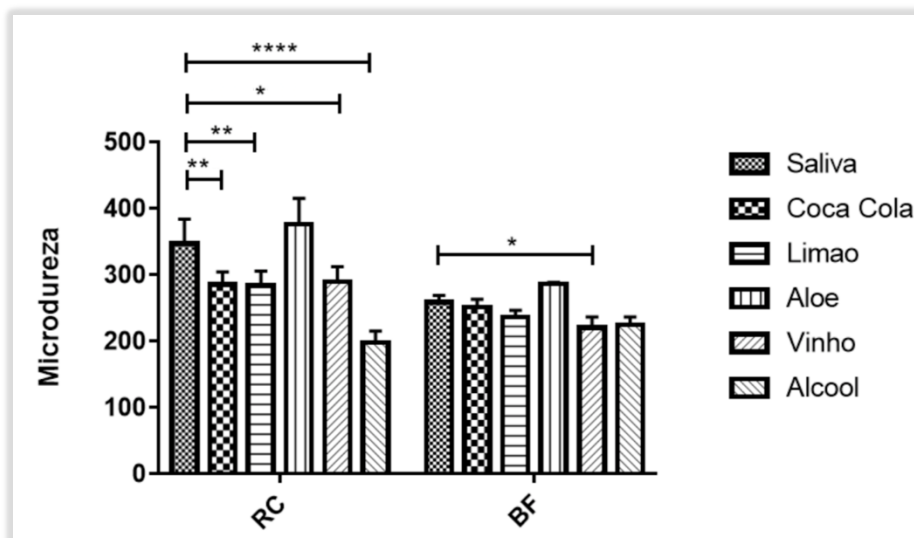


Gráfico 4 - Valores da microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) (RC) e Filtek® One Bulk Fill (BF), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) depois 7 dias de **imersão contínua** em diferentes líquidos

Observamos que existe uma diferença significativa na microdureza superficial da resina composta **Filtek® Z250** (Tabela 14, Gráfico 4) após 7 dias de imersão contínua nos grupos RC_{CC} (** $P=0,0066$); RC_{SL} (** $P=0,0050$); RC_{VT} ($P=0,0110$); RC_A (**** $P=0,0001$) em relação ao grupo controlo RC_{SA} . Podemos concluir que a Coca Cola®, o sumo de limão, o vinho tinto e o álcool 96% reduzem a microdureza da superfície da resina composta Filtek® Z250, respetivamente: $RC_{CC} > RC_{SL} > RC_{VT} > RC_A > RC_{SA}$.

Observamos que existe uma diferença significativa na microdureza superficial da resina composta **Filtek® One Bulk Fill** (Tabela 15, Gráfico 4) após 7 dias de imersão contínua das amostras apenas no grupo BF_{VT} ($P=0,0356$). Podemos concluir que o vinho tinto em imersão contínua reduz a microdureza da superfície da resina composta Filtek® Bulk Fill.

IV.5. Diferença de microdureza superficial depois do teste de imersão contínuo e descontínuo

Para avaliar o impacto do consumo excessivo sobre a microdureza superficial das resinas compostas Filtek® Z250 e Filtek® One Bulk Fill em relação ao consumo normal das diferentes bebidas, foi realizada duas análises Two-way ANOVA com os pós-testes Sidak de comparação múltipla dos valores médios de microdureza superficial segundo duas variáveis (tipo de líquido e de imersão). Foram utilizados nesta análise os resultados do teste de microdureza Vickers obtidos após os testes de imersão descontínua e contínua.

Tabela 16 - Análise *Two-way* anova: comparação da imersão contínuo e descontínuo para a resina Filtek® Z250 (RC)

1	Compare each cell mean with the other cell mean in that column					
2						
3	Number of families	1				
4	Number of comparisons per family	6				
5	Alpha	0.05				
6						
7	Sidak's multiple comparisons test	Mean Diff.	95.00% CI of diff.	Significant?	Summary	Adjusted P Value
8						
9	Descontínuo - Contínuo					
10	Saliva	62.4	-21.26 to 146.1	No	ns	0.2470
11	Coca Cola	62.4	-21.26 to 146.1	No	ns	0.2470
12	Limao	-4.8	-88.46 to 78.86	No	ns	>0.9999
13	Aloe	10.6	-73.06 to 94.26	No	ns	0.9996
14	Vinho	-41.8	-125.5 to 41.86	No	ns	0.6887
15	Alcool	10.6	-73.06 to 94.26	No	ns	0.9996
16						

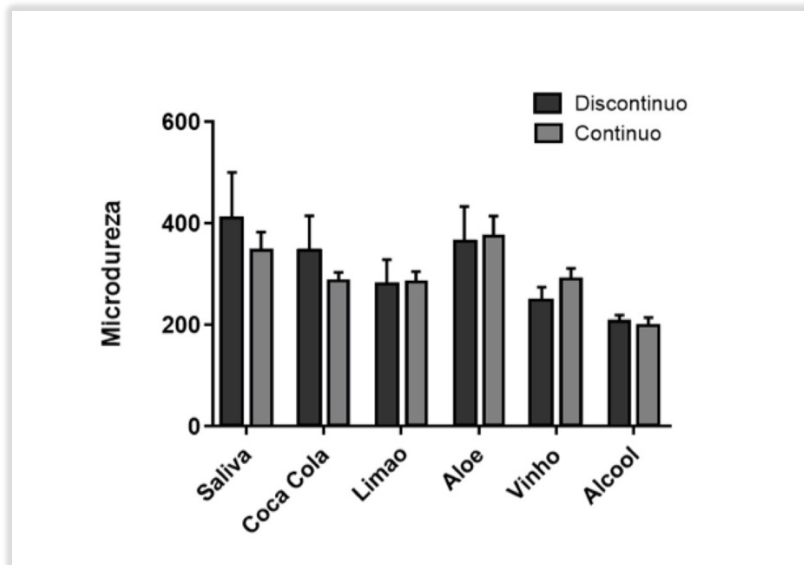


Gráfico 5 - Valores da microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) (RC), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) depois 7 dias de **imersão contínuo e de imersão descontínuo** em diferentes líquidos

Observamos que não existe diferença significativa na microdureza superficial da resina composta Filtek® Z250 (Tabela 16, Gráfico 5) entre os testes de imersão contínua e descontínua em todos grupos de RC. Por conseguinte, estes resultados não nos revelam discrepâncias sobre o impacto do consumo excessivo na microdureza superficial da resina composta Filtek® Z250 em relação ao consumo normal das diferentes bebidas.

Tabela 17 - Análise *Two-way* anova : comparação da imersão contínuo e descontínuo para a resina Filtek® One Bulk Fill (BF)

	Mean Diff.	95.00% CI of diff.	Significant?	Summary	Adjusted P Value
7 Sidak's multiple comparisons test					
8					
9 Descontínuo - Contínuo					
10 Saliva	-35.4	-68.82 to -1.983	Yes	*	0.0326
11 Coca Cola	-121.4	-154.8 to -87.98	Yes	****	<0.0001
12 Limao	-114.2	-147.6 to -80.78	Yes	****	<0.0001
13 Aloe	-143.6	-177 to -110.2	Yes	****	<0.0001
14 Vinho	-111.8	-145.2 to -78.38	Yes	****	<0.0001
15 Alcool	-126.8	-160.2 to -93.38	Yes	****	<0.0001
16					

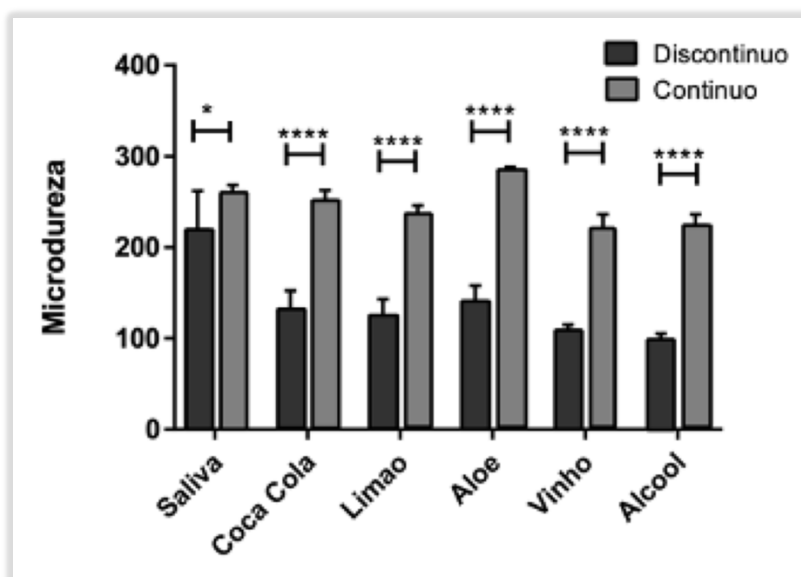


Gráfico 6 - Microdureza Vickers das resinas compostas Filtek® One Bulk Fill (BF), (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) depois 7 dias de imersão contínuo e de imersão descontínuo em diferentes líquidos

Observamos que existe uma diferença significativa na microdureza superficial da resina composta Filtek® One Bulk Fill (Tabela 17, Gráfico 6) nos grupos BF_{SA}; BF_{CC} (*P=0,0326); BF_{SL} (****P<0,0001); BF_{AV} (****P<0,0001); BF_{VT} (****P<0,0001) e BF_A (****P<0,0001) entre os testes de imersão contínua e descontínua para cada solução.

Podemos concluir que a imersão descontínua tem um maior impacto na microdureza da superfície do que a imersão contínua nas diferentes soluções.

V.DISSCUSSÃO

A hipótese nula H_0^1 foi rejeitada. Existem diferenças estatisticamente significativas na dureza entre as diferentes resinas compostas.

As condições de polimerização foram padronizadas neste estudo, assim as diferenças de microdureza das resinas compostas podem ser atribuídas às variações nas suas composições. As resinas compostas são constituídas por uma matriz de resina, de partículas de cargas e de agente de união.

A resina composta Filtek® Z250 utilizada tem uma matriz orgânica constituída por Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA e TEGDMA, enquanto a matriz orgânica da resina Filtek® One Bulk Fill compreende AUDMA, UDMA, DDDMA e AFM.^{14,28,54,23}

Após imersão em líquidos, a resina composta Filtek® One Bulk Fill apresentou uma microdureza superficial mais estável do que a resina composta à base de metacrilato. As diferenças de microdureza podem ser principalmente devidas à absorção de água pelos polímeros de resina. Já foi mencionado que as resinas compostas à base de metacrilato tinham matrizes de resina compostas de Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA e TEGDMA^{14,20,23}

O Bis-GMA, presente em grandes quantidades na resina composta Filtek® Z250 é considerada o monómero mais viscoso devido à sua forte ligação intramolecular de hidrogénio através dos seus grupos hidroxilos (OH-) e à presença de anéis aromáticos rígidos na sua estrutura. E do Bis-EMA, que é uma versão etoxilada do Bis-GMA têm grupos hidroxilos que promovem a sorção da água.³³

Verificou-se que o Filtek® One Bulk Fill tem uma microdureza inferior às resinas compostas à base de metacrilato (para amostras do grupo controlo armazenadas no seco). As diferenças de dureza entre o Filtek® One Bulk Fill e as resinas compostas à base de metacrilato podem ser explicados por o seu menor conteúdo de partículas de cargas (58% em volume). Uma resina composta pode incluir diferentes tipos de cargas inorgânicas. Foi demonstrado que as cargas de zircónio são mais sensíveis à ataques aquosos. Neste estudo,

o Filtek® Z250 utilizado continha cargas de zircônio/sílica, enquanto o Filtek® One Bulk Fill continha cargas de zircônio/sílica e de trifluoreto de ítrio. Por conseguinte, as diferenças no tamanho e composição de partículas de cargas poderiam ser uma origem possível para explicar as diferenças de microdureza Vickers.^{16,28,54}

A composição inorgânica (quantidade ou tamanho das partículas de enchimento) é diferente, uma vez que a resina composta Filtek® One Bulk Fill contém partículas de ítrio trifluoreto. Portanto, como as fases orgânica e inorgânica das resinas compostas utilizadas são diferentes, não podemos concluir com certeza sobre a origem das diferenças na microdureza da superfície.⁵⁶

A hipótese nula $H0^2$ foi rejeitada. Existem diferenças estatisticamente significativas na microdureza entre resinas compostas após 7 dias de imersão contínua em soluções».

A hipótese nula $H0^3$ foi rejeitada. Existem diferenças estatisticamente significativas na microdureza entre resinas compostas após 7 dias de imersão intermitente em soluções».

O objetivo desta investigação é determinar as variações de microdureza superficial das resinas compostas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) e Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) após imersão em diferentes líquidos para determinar os seus efeitos.

Estudos anteriores indicaram que as alterações mais significativas da microdureza das resinas compostas ocorrem nos primeiros 7 dias após exposição. Por esta razão, as amostras deste estudo foram imersas durante 7 dias antes dos testes de microdureza Vickers. Seria interessante prolongar o estudo ao longo de várias semanas para comparar os resultados.³³

A resistência ao desgaste dos materiais dentários tem um impacto significativo na taxa de sucesso clínico das restaurações, o teste de microdureza Vickers é utilizado para avaliar a resistência ao desgaste das resinas compostas. Assim, para avaliar os efeitos dos diferentes líquidos sobre as resinas compostas, foi apropriado medir o valor de microdureza Vickers antes e após a imersão nos diferentes líquidos.^{32,34}

Em condições orais, as resinas compostas podem ser expostas de forma intermitente ou contínua aos agentes químicos. A exposição intermitente, simulada pelo teste de imersão descontínua, ocorre enquanto se come ou se bebe até a escovagem dos dentes. Por outro lado, a exposição contínua, simulada pelo teste de imersão contínua, pode ocorrer quando o consumo é excessivo ou quando os agentes químicos são absorvidos por detritos aderentes às superfícies dentárias, tais como tártaro ou partículas alimentares. Estes agentes químicos podem acumular-se em margens das restaurações antigas ou desbordantes.

Com base nos resultados, não existem diferenças significativas na microdureza da resina composta Filtek® Z250 entre o teste de imersão contínua e o teste de imersão descontínua. Os resultados mostram que existem diferenças significativas na microdureza em todos os grupos de resina composta Filtek® One Bulk Fill entre o teste de imersão contínua e o teste de imersão descontínua. Seria interessante completar a investigação renovando muito regularmente os líquidos para evitar a saturação do meio, ou aumentando a duração dos testes.

De acordo com os resultados, existem diferenças estatisticamente significativas na microdureza após imersão das resinas compostas em saliva artificial, em relação aos grupos RC₀ e BF₀ de controlo a seco.

Segundo **Ricci, 2019** a absorção de água provoca a hidrólise dos polímeros de resina e a perda de ligações químicas entre as partículas de cargas. No início, pode ocorrer a expansão higroscópica da matriz orgânica, por solubilização de monómeros insaturados ou por desligação química de macromoléculas. Numa etapa seguinte, a hidrólise das ligações do silano ocorrerá devido à degradação das ligações matriz-partículas de cargas.^{7,71}

Os resultados mostram que existem diferenças significativas na microdureza dos grupos RC_{CC}, BF_{CC} e RC_{SL} e BF_{SL} após imersão em soluções ácidas (sumo de limão e Coca cola®) em relação aos grupos controlos RC₀ e BF₀ em solução de saliva artificial. Para demonstrar um efeito de pH dependente da acidez na estrutura da resina composta, seria interessante completar o nosso estudo utilizando soluções de pH crescente.

O ácido cítrico e o ácido fosfórico são considerados como erosivos para os tecidos duros e as resinas compostas. A acidez pode provocar a dissolução das matrizes poliméricas e separar as partículas de cargas inorgânicas, que reduz a microdureza e diminui a resistência mecânica das resinas compostas.^{16,63}

Os resultados mostram também que existem diferenças significativas na microdureza dos grupos RC_{VT}, RC_A, BF_{VT} e BF_A após imersão em soluções alcoólicas em relação aos grupos RC₀ e BF₀ controles da saliva artificial.

O efeito do etanol na microdureza das resinas compostas já foi demonstrado na literatura, segundo *Sideridou e Karabela, 2011* utilizando espectroscopia de ressonância paramagnética eletrônica em resinas compostas (Bis-GMA/TEGDMA) após imersão em etanol, mostrou que os radicais etoxídicos (EtO⁻) foram produzidos. Outras experiências mostraram que os radicais hidroxilos (OH⁻) eram libertados de resinas à base de metacrilato e reagem com o etanol para produzir radicais livres de etoxil "secundários".²³

Os resultados mostram diferenças significativas na microdureza dos grupos RC_{VT} e BF_{VT} após imersão das resinas compostas em vinho tinto em relação aos grupos controle RC₀ e BF₀, contendo vários ácidos e vários álcoois diferentes. Assim é impossível saber com certeza a origem do efeito deletério do vinho tinto nas nossas resinas compostas.

Na prática clínica, as resinas compostas micro-híbridas como Filtek® Z250 são muito utilizadas. Este tipo de resina composta tem uma profundidade de polimerização de 2 mm e deve ser aplicada usando uma técnica incremental. Esta técnica tem limitações, tais como: alta probabilidade de contaminação entre dois incrementos, aumento do risco de falha de adesão, maior complexidade técnica e tratamentos mais longos. As resinas compostas Bulk Fill podem ser fotopolimerizadas até 5 mm de profundidade e permitem uma aplicação simplificada num único incremento. Para este estudo, escolhemos a resina composta microhíbrida, Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) e uma resina composta Bulk Fill, Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) para comparar as suas microdurezas e avaliar se é possível obter uma restauração com a mesma resistência mecânica, simplificando protocolo de dentisteria e diminuindo o tempo de tratamento.^{9,10,13,14}

CONCLUSÃO

De acordo com as limitações deste estudo podemos concluir que:

- Existe uma diferença significativa de microdureza superficial das resinas compostas micro-híbridas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) e Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA). A microdureza superficial do Filtek® Z250 é superior em relação ao Filtek® One Bulk Fill, em condições iniciais e após imersão.

- O material que apresentou menos alterações na microdureza foi a resina composta micro-híbridas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA)

- O líquido alimentar que menos afectou a microdureza das resinas compostas foi o sumo natural de Aloé vera, ligeiramente básico, tem o mesmo efeito que a saliva artificial sobre a microdureza superficial das resinas compostas.

- O líquido alimentar que mais afectou foi o álcool etílico 96%

- Os líquidos mais prejudiciais são respetivamente o álcool etílico 96%, o vinho tinto, o sumo natural de limão, a Coca cola®, seguidos do sumo de aloe vera e da saliva artificial.

- Entre imersão descontínua e contínua pode-se concluir que não existem diferenças significativas de microdureza superficial das resinas compostas micro-híbridas Filtek® Z250, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) e Filtek® One Bulk Fill, (3M® Espe, Saint Paul, MN, USA) após 7 dias de imersão.

Nas mesmas condições de polimerização, a maior microdureza da resina composta micro-híbrida Filtek® Z250 implica maior resistência à abrasão, mais indicada para restaurações extensas no sector posterior, desde que a técnica incremental seja bem executada. A resina composta Filtek® One Bulk Fill é de inegável interesse devido à sua facilidade de aplicação, mas a sua menor microdureza leva-nos a questionar sobre a sua resistência em áreas de elevado stress mecânico.

Um bom compromisso clínico para uma restauração extensa no sector posterior poderia ser uma camada de resina composta Bulk Fill, até 5 mm de espessura, coberta com uma camada de resina composta microhíbrida, até 2 mm de espessura, para assegurar uma resistência mecânica ótima da restauração.

O Médico Dentista tem um papel primordial na educação dos seus pacientes sobre a importância da higiene oral e dos hábitos alimentares. Este estudo revela o impacto dos refrigerantes e das bebidas alcoólicas na microdureza superficial das restaurações em resina composta.

Seria interessante avaliar os efeitos dos líquidos alimentares nestas e noutras resinas compostas durante mais tempo, de modo a confirmar se as maiores alterações na microdureza ocorrem durante os primeiros dias ou se prolongam no tempo.

BIBLIOGRAFIA

1. Ferracane JL. Resin composite—State of the art. *Dent Mater.* 2011;27(1):29-38. doi:10.1016/j.dental.2010.10.020
2. Wilson AD. Specification Test for the Solubility and Disintegration of Dental Cements: A Critical Evaluation of Its Meaning. *J Dent Res.* 1976;55(5):721-729. doi:10.1177/00220345760550050401
3. Mickeviciute E, Ivanauskiene E, Noreikiene V. In vitro color and roughness stability of different temporary restorative materials. 2016;18(2):7.
4. Bacchi A, Consani RL, Martim GC, Pfeifer CS. Thio-urethane oligomers improve the properties of light-cured resin cements. *Dent Mater.* 2015;31(5):565-574. doi:10.1016/j.dental.2015.02.008
5. Pfeifer CS. Polymer-Based Direct Filling Materials. *Dent Clin North Am.* 2017;61(4):733-750. doi:10.1016/j.cden.2017.06.002
6. Amore R, Pagani C. Resinas Compactáveis: Relato de um Caso Clínico. Published online 2002:7.
7. Leite RB, Lins RDAU, Barbosa D do N, Moraes EF de, Ramalho OCS. Efeito de diferentes colutórios sobre a microdureza de resinas compostas fotopolimerizáveis. *Rev Odontol UNESP.* 2018;47(3):125-130. doi:10.1590/1807-2577.07117
8. Elkaffas AA, Eltoukhy RI, Elnegoly SA, Mahmoud SH. The effect of preheating resin composites on surface hardness: a systematic review and meta-analysis. *Restor Dent Endod.* 2019;44(4):e41. doi:10.5395/rde.2019.44.e41
9. El Gezawi M, Kaisarly D, Al-Saleh H, ArRejaie A, Al-Harbi F, Kunzelmann K. Degradation Potential of Bulk Versus Incrementally Applied and Indirect Composites: Color, Microhardness, and Surface Deterioration. *Oper Dent.* 2016;41(6):e195-e208. doi:10.2341/15-195-L
10. Flury S, Hayoz S, Peutzfeldt A, Hüsler J, Lussi A. Depth of cure of resin composites: Is the ISO 4049 method suitable for bulk fill materials? *Dent Mater.* 2012;28(5):521-528. doi:10.1016/j.dental.2012.02.002
11. Soares LM, Razaghy M, Magne P. Optimization of large MOD restorations: Composite resin inlays vs. short fiber-reinforced direct restorations. *Dent Mater.*

- 2018;34(4):587-597. doi:10.1016/j.dental.2018.01.004
12. Eapen AM, Amirtharaj LV, Sanjeev K, Mahalaxmi S. Fracture Resistance of Endodontically Treated Teeth Restored with 2 Different Fiber-reinforced Composite and 2 Conventional Composite Resin Core Buildup Materials: An In Vitro Study. *J Endod.* 2017;43(9):1499-1504. doi:10.1016/j.joen.2017.03.031
 13. Alencar MF, Pereira MT, De-Moraes MDR, Santiago SL, Passos VF. The effects of intrinsic and extrinsic acids on nanofilled and bulk fill resin composites: Roughness, surface hardness, and scanning electron microscopy analysis. *Microsc Res Tech.* 2020;83(2):202-207. doi:10.1002/jemt.23403
 14. De-Moraes MDR, Santiago SL, Passos VF. The effects of intrinsic and extrinsic acids on nanofilled and bulk fill resin composites: Roughness, surface hardness, and scanning electron microscopy analysis. *Microsc Res Tech.* 2020;83(2):202-207. doi:10.1002/jemt.23403
 15. Bayne SC, Heymann HO, Swift EJ. Update on dental composite restorations. *J Am Dent Assoc.* 1994;125(6):687-701. doi:10.14219/jada.archive.1994.0113
 16. Afzalifar D. Original Article. *J Dent.*:10.
 17. Patel M, Mehta SB, Banerji S. Class ii resin composites: restorative options. *Dent Update.* 2015;42(8):721-734. doi:10.12968/denu.2015.42.8.721
 18. Price RB, Ferracane JL, Shortall AC. Light-Curing Units: A Review of What We Need to Know. *J Dent Res.* 2015;94(9):1179-1186. doi:10.1177/0022034515594786
 19. Opdam NJM, Roeters JJM, Peters TCRB, Burgersdijk RCW, Teunis M. Cavity wall adaptation and voids in adhesive class I resin composite restorations. *Dent Mater.* 1996;12(4):230-235. doi:10.1016/S0109-5641(96)80028-5
 20. Opdam N. Porosities and voids in Class I restorations placed by six operators using a packable or syringable composite. *Dent Mater.* 2002;18(1):58-63. doi:10.1016/S0109-5641(01)00020-3
 21. Ilie N, Bauer H, Draenert M, Hickel R. Resin-based Composite Light-cured Properties Assessed by Laboratory Standards and Simulated Clinical Conditions. *Oper Dent.* 2013;38(2):159-167. doi:10.2341/12-084-L
 22. Bacchi A, Pfeifer CS. Rheological and mechanical properties and interfacial stress development of composite cements modified with thio-urethane oligomers. *Dent*

- Mater.* 2016;32(8):978-986. doi:10.1016/j.dental.2016.05.003
23. Sideridou ID, Karabela MM. Sorption of water, ethanol or ethanol/water solutions by light-cured dental dimethacrylate resins. *Dent Mater.* 2011;27(10):1003-1010. doi:10.1016/j.dental.2011.06.007
 24. Chen Y-Z, Lü X-Y, Liu G-D. Effects of different radio-opacifying agents on physicochemical and biological properties of a novel root-end filling material. Hussain S, ed. *PLOS ONE.* 2018;13(2):e0191123. doi:10.1371/journal.pone.0191123
 25. Firoozmand LM, Cordeiro MG, Da Silva MA dos S, De Jesus Tavarez RR, Matos Maia Filho E. Radiopacity of Methacrylate and Silorane Composite Resins Using a Digital Radiographic System. *Sci World J.* 2016;2016:1-5. doi:10.1155/2016/6389347
 26. Lachowski K, Botta S, Lascala C, Matos A, Sobral M. Study of the radio-opacity of base and liner dental materials using a digital radiography system. *Dentomaxillofacial Radiol.* 2013;42(2):20120153. doi:10.1259/dmfr.20120153
 27. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater.* 2018;34(1):13-28. doi:10.1016/j.dental.2017.09.002
 28. Son S-A, Park J-K, Jung K-H, Ko C-C, Jeong C-M, Kwon YH. Effect of 457 nm Diode-Pumped Solid State Laser on the Polymerization Composite Resins: Microhardness, Cross-Link Density, and Polymerization Shrinkage. *Photomed Laser Surg.* 2015;33(1):3-8. doi:10.1089/pho.2014.3786
 29. Palin WM, Leprince JG, Hadis MA. Shining a light on high volume photocurable materials. *Dent Mater.* 2018;34(5):695-710. doi:10.1016/j.dental.2018.02.009
 30. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007;28(26):3757-3785. doi:10.1016/j.biomaterials.2007.04.044
 31. Dall'Oca S, Papacchini F, Goracci C, et al. Effect of oxygen inhibition on composite repair strength over time. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2007;81B(2):493-498. doi:10.1002/jbm.b.30689
 32. Zorzin J, Maier E, Harre S, et al. Bulk-fill resin composites: Polymerization properties and extended light curing. *Dent Mater.* 2015;31(3):293-301.

- doi:10.1016/j.dental.2014.12.010
33. Alshali RZ, Silikas N, Satterthwaite JD. Degree of conversion of bulk-fill compared to conventional resin-composites at two time intervals. *Dent Mater*. 2013;29(9):e213-e217. doi:10.1016/j.dental.2013.05.011
 34. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater*. 1985;1(1):11-14. doi:10.1016/S0109-5641(85)80058-0
 35. Domingos PA dos S, Garcia PPNS, Oliveira ALBM de, Palma-Dibb RG. Composite resin color stability: influence of light sources and immersion media. *J Appl Oral Sci*. 2011;19(3):204-211. doi:10.1590/S1678-77572011000300005
 36. Arocha MA, Mayoral JR, Lefever D, Mercade M, Basilio J, Roig M. Color stability of siloranes versus methacrylate-based composites after immersion in staining solutions. *Clin Oral Investig*. 2013;17(6):1481-1487. doi:10.1007/s00784-012-0837-7
 37. Arregui M, Giner L, Ferrari M, Vallés M, Mercadé M. Six-month color change and water sorption of 9 new-generation flowable composites in 6 staining solutions. *Braz Oral Res*. 2016;30(1). doi:10.1590/1807-3107bor-2016.vol30.0123
 38. Acuña ED, Delgado-Cotrina L, Rumiche FA, Tay LY. Effect of the Purple Corn Beverage “Chicha Morada” in Composite Resin during Dental Bleaching. *Scientifica*. 2016;2016:1-6. doi:10.1155/2016/2970548
 39. Braun AP, Grassi Soares C, Glüer Carracho H, Pereira da Costa N, Bauer Veeck E. Optical density and chemical composition of microfilled and microhybrid composite resins. *J Appl Oral Sci*. 2008;16(2):132-136. doi:10.1590/S1678-77572008000200010
 40. Hirata R, Kabbach W, de Andrade OS, Bonfante EA, Giannini M, Coelho PG. Bulk Fill Composites: An Anatomic Sculpting Technique: Sculpting Technique for Bulk Fill Composites. *J Esthet Restor Dent*. 2015;27(6):335-343. doi:10.1111/jerd.12159
 41. Lee S-M, Kim S-Y, Kim J-H, et al. Depth-Dependent Cellular Response from Dental Bulk-Fill Resins in Human Dental Pulp Stem Cells. *Stem Cells Int*. 2019;2019:1-11. doi:10.1155/2019/1251536
 42. Aranha AMF, Giro EMA, Hebling J, Lessa FCR, Costa CA de S. Effects of light-

- curing time on the cytotoxicity of a restorative composite resin on odontoblast-like cells. *J Appl Oral Sci.* 2010;18(5):461-466. doi:10.1590/S1678-77572010000500006
43. Ebrahimi Chaharom ME, Bahari M, Safyari L, et al. Effect of preheating on the cytotoxicity of bulk-fill composite resins. *J Dent Res Dent Clin Dent Prospects.* 2020;14(1):19-25. doi:10.34172/joddd.2020.003
 44. Raskin A, Brulat N, Aboudharam G, Jacquot B. Les résines composites « bulk fill » ou restaurations postérieures « fast track ». :18.
 45. Moore BK, Platt JA, Borges G, Chu T-MG, Katsilieri I. Depth of Cure of Dental Resin Composites: ISO 4049 Depth and Microhardness of Types of Materials and Shades. *Oper Dent.* 2008;33(4):408-412. doi:10.2341/07-104
 46. Benetti A, Havndrup-Pedersen C, Honoré D, Pedersen M, Pallesen U. Bulk-Fill Resin Composites: Polymerization Contraction, Depth of Cure, and Gap Formation. *Oper Dent.* 2015;40(2):190-200. doi:10.2341/13-324-L
 47. Braga R, Ballester R, Ferracane J. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: A systematic review. *Dent Mater.* 2005;21(10):962-970. doi:10.1016/j.dental.2005.04.018
 48. Kim E-H, Jung K-H, Son S-A, Hur B, Kwon Y-H, Park J-K. Effect of resin thickness on the microhardness and optical properties of bulk-fill resin composites. *Restor Dent Endod.* 2015;40(2):128. doi:10.5395/rde.2015.40.2.128
 49. Theodoridis M, Dionysopoulos D, Koliniotou-Koumpia E, Dionysopoulos P, Gerasimou P. Effect of preheating and shade on surface microhardness of silorane-based composites. *J Investig Clin Dent.* 2017;8(2):e12204. doi:10.1111/jicd.12204
 50. Bacchi A, Dobson A, Ferracane JL, Consani R, Pfeifer CS. Thio-urethanes Improve Properties of Dual-cured Composite Cements. *J Dent Res.* 2014;93(12):1320-1325. doi:10.1177/0022034514551768
 51. Ilie N, Bucuta S, Draenert M. Bulk-fill Resin-based Composites: An *In Vitro* Assessment of Their Mechanical Performance. *Oper Dent.* 2013;38(6):618-625. doi:10.2341/12-395-L
 52. Wongkhantee S, Patanapiradej V, Maneenut C, Tantbirojn D. Effect of acidic food and drinks on surface hardness of enamel, dentine, and tooth-coloured filling materials. *J Dent.* 2006;34(3):214-220. doi:10.1016/j.jdent.2005.06.003

53. Pazinato FB, Gionordoli Neto R, Wang L, Mondelli J, Mondelli RFL, Navarro MF de L. 56-month clinical performance of Class I and II resin composite restorations. *J Appl Oral Sci.* 2012;20(3):323-328. doi:10.1590/S1678-77572012000300005
54. Yesilyurt C, Yoldas O, Altintas SH, Kusgoz A. Effects of food-simulating liquids on the mechanical properties of a silorane-based dental composite. *Dent Mater J.* 2009;28(3):362-367. doi:10.4012/dmj.28.362
55. Tanthanuch S, Kukiattrakoon B, Eiam-O-Pas K, et al. Surface changes of various bulk-fill resin-based composites after exposure to different food-simulating liquid and beverages. *J Esthet Restor Dent.* 2018;30(2):126-135. doi:10.1111/jerd.12349
56. Filtek One Bulk Fill Tech Profile.pdf.
57. Aromaa MK. Effect of Distance on Light Transmission Through Polymerized Resin Composite. *Eur J Prosthodont Restor Dent.* 2017;(25):131-135. doi:10.1922/EJPRD_01700Aromaa05
58. Okada K, Tosaki S, Hirota K, Hume WR. Surface hardness change of restorative ®lling materials stored in saliva. *Dent Mater.* Published online 2001:6.
59. Cruz M, Marques D, Trindade R, Lopes M, Pereira R, Mata A. Efeitos dos estimulantes gustativos de secreção salivar e a sua libertação de flúor na saliva. *Rev Port Estomatol Med Dentária E Cir Maxilofac.* 2014;55(1):29-35. doi:10.1016/j.rpemd.2013.12.135
60. Maupomé G, Aguilar-Avila M, Medrano-Ugalde HA, Borges-Yáñez A. In vitro Quantitative Microhardness Assessment of Enamel with Early Salivary Pellicles after Exposure to an Eroding Cola Drink. *Caries Res.* 1999;33(2):140-147. doi:10.1159/000016508
61. Bagheri R, Burrow MF, Tyas M. Influence of food-simulating solutions and surface finish on susceptibility to staining of aesthetic restorative materials. *J Dent.* 2005;33(5):389-398. doi:10.1016/j.jdent.2004.10.018
62. Moore BK, Platt JA, Borges G, Chu T-MG, Katsilieri I. Depth of Cure of Dental Resin Composites: ISO 4049 Depth and Microhardness of Types of Materials and Shades. *Oper Dent.* 2008;33(4):408-412. doi:10.2341/07-104
63. Wongkhantee S, Patanapiradej V, Maneenut C, Tantbirojn D. Effect of acidic food and drinks on surface hardness of enamel, dentine, and tooth-coloured filling

materials. *J Dent.* 2006;34(3):214-220. doi:10.1016/j.jdent.2005.06.003