

**INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**AVALIAÇÃO DA MICRODUREZA E DO GRAU DE CONVERSÃO DE  
RESINAS COMPOSTAS CONVENCIONAIS E BULK FILL DE DIFERENTES  
CORES**

Trabalho submetido por  
**Catarina Inês Bedino Martins**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**outubro de 2023**



**INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**AVALIAÇÃO DA MICRODUREZA E DO GRAU DE CONVERSÃO DE  
RESINAS COMPOSTAS CONVENCIONAIS E BULK FILL DE DIFERENTES  
CORES**

Trabalho submetido por  
**Catarina Inês Bedino Martins**  
para a obtenção do grau de **Mestre** em Medicina Dentária

Trabalho orientado por  
**Prof.<sup>a</sup> Doutora Inês Caldeira Fernandes**  
e coorientado por  
**Prof. Doutor Francisco Jorge Fernandes Caldeira**

**outubro de 2023**



## AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Professora Doutora Inês Caldeira Fernandes, pela sua total disponibilidade, acompanhamento constante e pela valiosa ajuda prestada durante todo o processo de criação deste trabalho.

Ao meu coorientador, Professor Doutor Francisco Jorge Fernandes Caldeira, por toda a partilha de conhecimento e apoio fundamental.

Ao Professor Doutor Luís Proença pela sua disponibilidade e ajuda imprescindível no tratamento estatístico dos dados.

Ao Professor Doutor Mário Polido, pelas autorizações de acesso ao Laboratório de Biomateriais e de utilização de equipamentos e materiais imprescindíveis ao trabalho.

Ao Instituto Universitário Egas Moniz, por ter sido a minha segunda casa ao longo dos últimos 5 anos, por me ter proporcionado momentos inesquecíveis e muitas aprendizagens tanto a nível pessoal, como profissional.

Aos meus pais, Ana e António, por serem o meu pilar fundamental e por proporcionarem a concretização de mais um sonho. As vossas palavras de orientação e motivação foram o alicerce sobre o qual construí este caminho académico. Esta tese, é o reflexo de todo o vosso apoio incondicional que me guia desde o primeiro dia. Tudo o que sou, a vocês devo.

À minha Família, por acreditarem na minha pessoa e nas minhas capacidades, por me motivarem sempre a ser alguém melhor, e pela vossa presença nos momentos vitais.

À Mónica, à irmã que eu escolhi, à que me apoia de forma inabalável nas adversidades e que me aplaude em todos os momentos de glória, sempre na primeira fila. Um “obrigada” nunca será suficiente para expressar toda a minha gratidão por ti. Que continues de mão dada comigo por esta vida fora. De sempre, para sempre.

À Catarina Santos, à minha parceira de faculdade desde o primeiro ano e da Box 59, quero expressar o meu eterno agradecimento por teres estado sempre a meu lado, e por teres tornado esta jornada mais significativa e memorável. Ganhaste um lugar especial no meu coração e esse, já ninguém te o tira.

À Nó, Kika, Mariana Machete, Maria Piçarra, Mati, Mariana Ferreira, Rui e ao grupo BBC, pois sem eles estes anos académicos não tinham sido tão especiais. Levo-os certamente para a vida.

À Equipa de Dentisteria das quintas feiras, por todo o carinho, partilha e pelo impacto significativo que tiveram no reforço da minha paixão pela área da Dentisteria Operatória.

À Equipa da Medicina Dentária Desportiva, e em especial ao Doutor André Júdice, por me ter dado a possibilidade de integrar esta equipa de excelência.



## RESUMO

**Objetivos:** Análise da Microdureza de Vickers e do Grau de Conversão de resinas compostas microhíbridas e nanoparticuladas.

**Materiais e Métodos:** Foram testadas 4 resinas compostas: 2 da 3M™ *Filtek Z250* (A1 e A3) e 2 da 3M™ *Filtek One Bulk Fill* (A1 e A3). Para a realização do estudo da Microdureza de *Vickers* foram construídos 40 discos (10x2mm). As amostras foram divididas em 8 grupos experimentais. Uma vez fotopolimerizados os discos, foram de imediato colocados no microdurómetro e foi aplicada uma força de 29,42N durante 5 segundos. Para avaliar o grau de conversão foram utilizados 4 discos (10x2mm), 1 por cada resina em estudo. Os seus espectros foram delineados recorrendo à técnica de Espectroscopia por FTIR.

**Resultados:** Após a realização da análise estatística, foi possível concluir que as variáveis “Resina” e “Tempo” afetam de forma significativa a Microdureza. No que concerne ao grau de conversão, foi realizada uma comparação dos espectros dos vários grupos de estudo, e desta forma foi possível a identificação de pontos em números de onda específicos, os quais confirmam que o processo de conversão, foi realizado após o processo de polimerização das resinas.

**Conclusões:** As propriedades mecânicas das resinas, nomeadamente o grau de conversão e a microdureza, são influenciadas pelas composições das resinas e tempos de fotopolimerização.

**Palavras-Chave:** Microdureza de Vickers; Grau de Conversão; Microhíbrida; Nanoparticulada.



## **ABSTRACT**

**Objectives:** Analysis of Vickers Microhardness and Conversion Degree of microhybrid and nanoparticulate composite resins.

**Materials and Methods:** Four composite resins were tested: 2 from 3M *Filtek Z250* (A1 and A3) and 2 from 3M *Filtek One Bulk Fill* (A1 and A3). For the Vickers Microhardness study, 40 discs (10x2mm) were fabricated. The samples were divided into 8 experimental groups. Once the discs were light-cured, they were immediately placed in the microdurometer, and a force of 29.42N was applied for 5 seconds. To evaluate the conversion degree, 4 discs (10x2mm), one for each resin under study, were used. Their spectra were outlined using FTIR Spectroscopy.

**Results:** After performing the statistical analysis, it was possible to conclude that the variables "Resin" and "Time" significantly affect Microhardness. Regarding the conversion degree, a comparison of the spectra from various study groups was conducted, and this allowed the identification of specific wavenumbers confirming that the conversion process occurred after the resin polymerization process.

**Conclusions:** The mechanical properties of resins, particularly the conversion degree and microhardness, are influenced by resin compositions and photopolymerization times.

**Keywords:** Vickers Microhardness; Conversion Degree; Microhybrid; Nanoparticulate.



## ÍNDICE

RESUMO.....	1
ABSTRACT .....	3
ÍNDICE DE FIGURAS .....	7
ÍNDICE DE GRÁFICOS .....	9
ÍNDICE DE TABELAS .....	11
LISTA DE ABREVIATURAS.....	13
A. INTRODUÇÃO .....	15
1. Resinas Compostas .....	15
1.1 Composição base de uma resina composta .....	17
1.1.1 Matriz Orgânica.....	19
1.1.2 Fase Dispersa Inorgânica .....	21
1.1.3 Agentes de União.....	21
1.1.4 Iniciadores/Ativadores.....	22
1.1.5 Inibidores .....	23
1.1.6 Opacificadores.....	23
1.1.7 Pigmentos de cor .....	23
1.2 Classificação de resinas compostas .....	23
1.2.1 Resinas Compostas Macroparticuladas.....	24
1.2.2 Resinas Compostas Microparticuladas.....	25
1.2.3 Resinas Compostas Microhíbridas.....	25
1.2.4 Resinas Compostas Nanoparticuladas .....	26
1.2.5 Resinas Compostas Nanohíbridas .....	27
1.3 Resinas convencionais e Resinas <i>Bulk Fill</i> .....	27
2. Propriedades Mecânicas de uma Resina Composta.....	28
2.1 Microdureza .....	29
2.2 Grau de conversão .....	30

<b>B.</b>	<b>OBJETIVOS E HIPÓTESES DE ESTUDO .....</b>	<b>33</b>
1.	Objetivos do estudo .....	33
2.	Hipóteses de Estudo.....	33
<b>C.</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>35</b>
1.	Materiais e Equipamentos Utilizados .....	35
2.	Resinas Compostas .....	35
3.	Protocolo Experimental .....	37
3.1	Protocolo Experimental – Microdureza de Vickers .....	37
3.2	Protocolo Experimental - Grau de Conversão.....	41
<b>D.</b>	<b>RESULTADOS .....</b>	<b>45</b>
1.	Resultados Microdureza de Vickers .....	45
1.1	Caracterização da amostra .....	45
1.2	Análise Estatística Descritiva .....	45
2.	Resultados do Grau de Conversão .....	50
2.1	Caracterização da amostra .....	50
2.2	Análise dos Espetros de FTIR .....	51
<b>E.</b>	<b>DISCUSSÃO .....</b>	<b>57</b>
<b>F.</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>63</b>
<b>G.</b>	<b>PERSPETIVAS FUTURAS.....</b>	<b>65</b>
<b>H.</b>	<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>67</b>
<b>I.</b>	<b>ANEXOS .....</b>	<b>77</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Materiais utilizados na composição de uma resina composta. Imagem adaptada de (Yadav et al., 2023).....	18
<b>Figura 2.</b> Processo de confecção básico de materiais compósitos de resina dentária. Imagem adaptada de (Yadav et al., 2023). ....	18
<b>Figura 3.</b> Classificação das resinas compostas tendo em conta as alterações verificadas nas partículas de carga inorgânica. Imagem adaptada de (Ferracane, 2011). ....	24
<b>Figura 4.</b> Resinas Compostas Filtek™ Z250 A1 e A3 .....	35
<b>Figura 5.</b> Resinas Compostas Filtek™ One Bulk Fill A1 e A3 .....	36
<b>Figura 6.</b> Microdurómetro digital Vickers HSV-30. ....	37
<b>Figura 7.</b> Definição do local a realizar a indentação. ....	37
<b>Figura 8.</b> Molde em aço inoxidável, utilizado na preparação dos discos. ....	38
<b>Figura 9.</b> Confeção das amostras. ....	39
<b>Figura 10.</b> Radiómetro Optilux. ....	39
<b>Figura 11.</b> Esquema da marcação dos pontos das indentações. ....	40
<b>Figura 12.</b> Imagem obtida no microscópio do Microdurómetro. ....	40
<b>Figura 13.</b> Espectrofotómetro PerkinElmer (modelo <i>Spectrum 65 FT-IR Spectrometer</i> ). .....	41
<b>Figura 14.</b> Base de análise do Espectrofotómetro <i>PerkinElmer</i> . ....	42
<b>Figura 15.</b> Espetros de FTIR Resina <i>Filtek™ Z250</i> , na cor A1. ....	52
<b>Figura 16.</b> Espetros de FTIR Resina <i>Filtek™ Z250</i> , na cor A1 .....	52
<b>Figura 17.</b> Espetros de FTIR Resina <i>Filtek™ Z250</i> , na cor A3 .....	52
<b>Figura 18.</b> Espetros de FTIR Resina <i>Filtek™ Z250</i> , na cor A3. ....	53
<b>Figura 19.</b> Espetros de FTIR Resina <i>Filtek™ Z250</i> , na cor A3 .....	53
<b>Figura 20.</b> Espetros de FTIR Resina <i>Filtek™ One Bulk Fill</i> , na cor A1. ....	53
<b>Figura 21.</b> Espetros de FTIR Resina <i>Filtek™ One Bulk Fill</i> , na cor A1. ....	54
<b>Figura 22.</b> Espetros de FTIR Resina <i>Filtek™ One Bulk Fill</i> , na cor A3 .....	54
<b>Figura 23.</b> Espetros de FTIR Resina <i>Filtek™ One Bulk Fill</i> , na cor A3 .....	54
<b>Figura 24.</b> Cálculo do Grau de Conversão (GC) .....	60



## ÍNDICE DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1.</b> Intervalos das medições da microdureza de Vickers em função de cada grupo de estudo.....	47
<b>Gráfico 2.</b> Intervalos de valores da Microdureza de Vickers de cada resina em estudo em função do tempo de fotopolimerização aplicado.....	48



## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Características técnicas da Resina Composta Filtek™ Z250.....	36
<b>Tabela 2.</b> Características técnicas da Resina composta Filtek™ One Bulk-fill. ....	36
<b>Tabela 3.</b> Grupos de estudo utilizados para a avaliação da microdureza de Vickers... 45	
<b>Tabela 4.</b> Valores médios das diagonais das indentações (VHN e d), e aplicação da fórmula da microdureza de Vickers (HV) em cada disco das resinas Filtek™ Z250. ...	46
<b>Tabela 5.</b> Valores médios das diagonais das indentações (VHN e d), e aplicação da fórmula da microdureza de Vickers (HV) em cada disco das resinas Filtek™ One Bulk Fill. ....	46
<b>Tabela 6.</b> Análise estatística descritiva dos grupos de estudo utilizados na avaliação da Microdureza de Vickers. ....	47
<b>Tabela 7.</b> Grupos de estudo para avaliação do grau de conversão.....	50



## LISTA DE ABREVIATURAS

**Bis-GMA** - Bisfenol A- glicidilmetacrilato

**cm** – centímetro – Unidade de comprimento do S.I.

**d** - valor médio das diagonais de cada indentação (mm)

**d<sub>h</sub>** - diagonal Horizontal

**d<sub>v</sub>** - diagonal vertical

**EDMA** - Etileno glicol dimetacrilato

**EDMAB** - Benzoato de etil-4-(dimetilamino)

**F** - Força (N)

**FTIR** - transformada de infravermelhos de *Fourier*

**g** - gravidade terrestre ( $m.s^{-2}$ )

**GC** – Grau de Conversão

**HV** – dureza *Vickers*

**H<sub>0</sub>** - hipótese nula

**H<sub>1</sub>** - hipótese alternativa

**MPTS** - 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano

**mm** – milímetro – Unidade de comprimento do S.I.

**N** – Newton

**nm** – nanómetro

**p** – valor de significância

**LED** - light-emitting diode (diodo emissor de luz)

**s** – segundo - Unidade de medida de tempo S.I.

**TEGDMA** – Dimetacrilato de trietileno-glicol

**UDMA** – Uretano Dimetacrilato

**VHN – H** - Valores médios das diagonais das indentações horizontais

**VHN – V** - Valores médios das diagonais das indentações verticais

**wt%** - Percentagem de peso

**μm** – micrômetros

$\eta^2$  - Eta parcial quadrado

## A. INTRODUÇÃO

### 1. Resinas Compostas

A evolução das resinas compostas, tem contribuído nos últimos anos para um aumento da previsibilidade clínica destes materiais restauradores, advindo daí o aumento da sua utilização em procedimentos cada vez mais complexos. Anteriormente, as restaurações mais extensas e/ou mais complexas, eram resolvidas fundamentalmente, com procedimentos indiretos, os quais exigiam um maior desgaste do tecido dentário, e cumulativamente, um custo mais elevado (Neto et al., 2021).

Graças a este processo evolutivo, as resinas compostas ocupam atualmente, um lugar de destaque na prática clínica da Medicina Dentária (Lira et al., 2019).

Estes materiais restauradores apareceram pela primeira vez na década de 1960, com a descoberta da matriz de Bis-GMA por Raphael Bowen. Desde então, a sua utilização aumentou significativamente, fundamentada nas suas qualidades físicas, mecânicas e durabilidade clínica (Kelić, 2016).

Desde 1970, que a aplicação da amálgama dentária como material de restauração, tem vindo a ser substituída por resinas compostas. Alguns fatores intrínsecos à amálgama, como por exemplo, uma estética pobre, a toxicidade do mercúrio encontrado na sua composição, ou o aumento da preocupação ambiental, decorrente da eliminação do mercúrio, foram fatores fundamentais, para o declínio da utilização deste material ao nível da prática clínica (Yadav & Kumar, 2019).

Nos últimos anos, tem sido notório um aumento da exigência do ponto de vista estético por parte dos pacientes. Assim, e na procura da satisfação dos pacientes, têm sido usadas com elevada frequência, soluções que utilizam os compósitos para restaurar dentes que apresentam lesão de carie, ou que se encontram danificados (Alzraikat et al., 2018; Cramer et al., 2011; Yadav et al., 2023).

A restauração dentária corresponde assim, à substituição da estrutura dentária danificada, por materiais, que apresentam as mesmas características, que os dentes naturais (Greig, 2012). Para além das restaurações, as resinas compostas podem ainda ser aplicadas noutros tipos de tratamentos dentários, por exemplo: revestimentos de cavidades, selantes de fossas e fissuras, núcleos e reconstruções, *inlays*, *onlays*, coroas,

restaurações provisórias, cimentos para próteses dentárias simples ou múltiplas, dispositivos ortodônticos e selantes endodônticos (Ferracane, 2011).

A perspectiva de futuro, é que a utilização destes materiais continue a aumentar, em frequência e diversidade, decorrente da versatilidade que lhes é característica (Ferracane, 2011). Entre outras vantagens na aplicação das resinas, destacam-se, a capacidade de aderência à estrutura dentária, bem como o potencial para uma preparação dentária mais conservadora e com menos dependência de retenção mecânica. O advento da Medicina Dentária Adesiva, particularmente, a ligação à dentina, proporcionou um aumento da resistência dentária, reduzindo assim, a suscetibilidade à fratura (Kahler et al., 2008). Esta resistência de ligação ao dente, deve ser capaz de suportar as pressões e as circunstâncias mastigatórias normais, sem provocar um desgaste excessivo do material restaurador (Yadav et al., 2023).

Para além das propriedades anteriormente enunciadas, as resinas compostas devem ser ainda, biocompatíveis, não tóxicas, resistentes ao crescimento bacteriano, estáveis em termos de cor, apresentar uma aparência natural, fáceis de reparar, terem um custo acessível e serem favoráveis à higienização (Yadav et al., 2023).

É também importante destacar, que a baixa condutividade térmica, expansão, resistência mecânica ao atrito e à abrasão, são qualidades físicas fundamentais e necessárias, no entanto, a resistência à erosão química, é também ela de assinalável importância. (Sadat-Shojai et al., 2010).

Todavia, estes materiais apresentam também algumas desvantagens, como a contração de polimerização e a sua baixa resistência, que em algumas situações clínicas, ainda limitam a sua utilização (Kahler et al., 2008; Yadav et al., 2023).

A contração de polimerização, que ocorre na área marginal da restauração, pode ser suficiente, para superar a resistência do sistema de ligação, resultando num espaço de contração. Consequentemente, este espaço que pode ocorrer no processo de contração, é capaz de originar problemas clínicos, como por exemplo, a sensibilidade pós-operatória, fratura do dente e/ou da restauração, abertura das margens da restauração que levam à microinfiltração e contaminação microbacteriana, com lesões de cárie secundárias associadas ao longo do tempo (Kahler et al., 2008; Puckett et al., 2007; Suliman et al., 1994).

De acordo com a literatura, verifica-se então, que a contração da polimerização se situa num intervalo de valores, entre 2,6% e 7,1% (Feilzer et al., 1988). É importante destacar a realização de estudos, onde se verificou, que a maior parte da deformação

ocorre essencialmente nos primeiros 15 minutos após a colocação da resina composta, mas continua ainda durante aproximadamente 2 dias (Suliman et al., 1994).

Muitos factores têm um efeito direto na contração de polimerização da resina composta, entre estes destacam-se, o tamanho da restauração, a configuração da cavidade, a técnica de colocação (incremental ou em bloco), o método de polimerização (química ou fotopolimerizável), o sistema de monómeros e as concentrações do sistema de iniciação. Outros factores ainda importantes são: a quantidade, o tipo e o tamanho das partículas de carga (Feilzer et al., 1988; Suliman et al., 1994).

Como forma de atenuar a contração e reduzir alguma tensão, o material de restauração ao ser aplicado, deve fluir na direção das paredes da cavidade durante o início da presa. Quando o fluxo cessa, devido ao aumento da rigidez do material, o agente de ligação da resina, deve suportar as tensões de contração, que se vão originar durante o processo de presa. A combinação da taxa de retração, capacidade de fluxo, capacidade de escoamento e tensão final não aliviada da restauração, são determinantes para o sucesso do selamento marginal. No que diz respeito ao dente, assume especial importância, a configuração da cavidade, a preparação e a técnica de aplicação, as quais irão beneficiar o selamento marginal (Feilzer et al., 1988).

Para além da contração de polimerização, reconhecida como desvantagem significativa das resinas compostas, temos ainda a presença de espécies lixiviáveis (que resultam da conversão incompleta do monómero), a degradação enzimática e hidrolítica dos componentes do compósito dentário, os quais podem causar problemas de biocompatibilidade, ou seja, danos nos tecidos circundantes e a promoção do aumento dos riscos sistémicos, que afetam diretamente a saúde do paciente (Chang et al., 2012; Yadav et al., 2023).

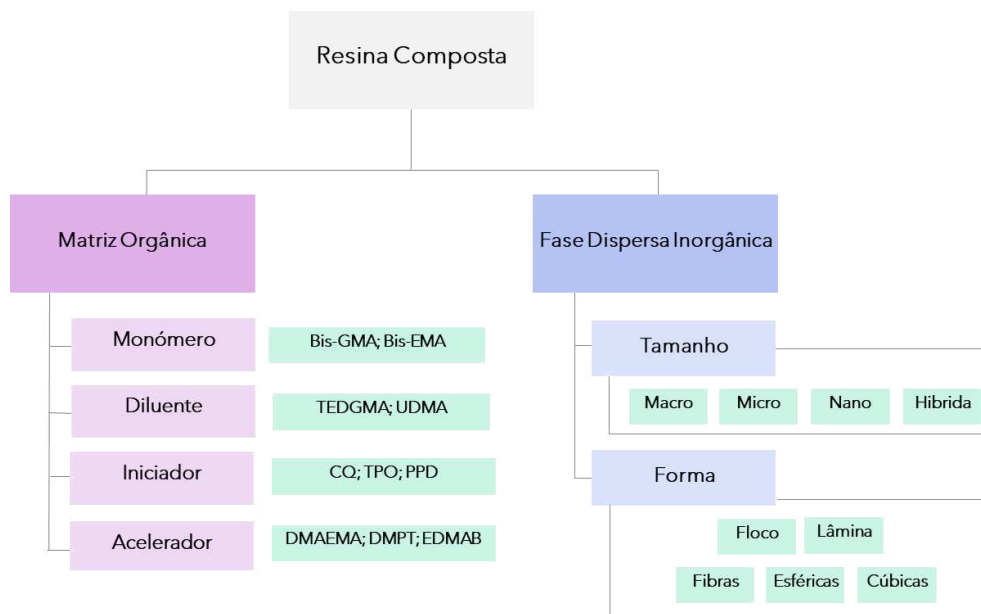
## **1.1 Composição base de uma resina composta**

A composição das resinas compostas, tem vindo a evoluir significativamente, desde que estes materiais foram introduzidos pela primeira vez na Medicina Dentária há mais de 50 anos (Ferracane, 2011).

A maioria dos compósitos de resina dentária são materiais híbridos, que consistem em grupos de polímeros, os quais são reforçados por uma fase inorgânica de partículas de cargas, que podem ter diferentes composições, tamanhos e percentagens. Em termos

simplificados, os compósitos de resina dentária, são derivados de três materiais quimicamente diferentes: a matriz orgânica ou fase orgânica; a carga ou fase dispersa; e um agente de união que liga os dois primeiros componentes (Alzraikat et al., 2018; Kahler et al., 2008).

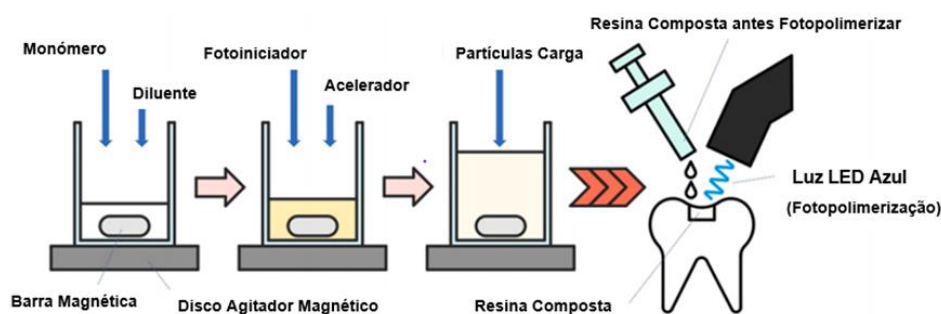
A Figura 1 representa os diversos materiais que podemos encontrar na composição de uma resina composta.



**Figura 1.** Materiais utilizados na composição de uma resina composta. Imagem adaptada de (Yadav et al., 2023).

A fase da matriz de resina orgânica, resulta de uma mistura de monómeros multifuncionais e iniciadores sensíveis à luz, enquanto que a fase de carga inorgânica/orgânica, contém cargas de tamanho micro/nano, que são principalmente utilizadas como reforço (Aminoroaya et al., 2020).

A Figura 2 representa o modo de fabrico das resinas compostas.



**Figura 2.** Processo de confecção básico de materiais compósitos de resina dentária. Imagem adaptada de (Yadav et al., 2023).

Numa primeira fase, os monómeros e os diluentes são adicionados e bem misturados com um agitador magnético. Posteriormente, o fotoiniciador e o acelerador são adicionados à mistura realizada no passo anterior. Obtém-se assim, uma matriz de resina dentária ou mistura resinosa. Mais tarde, cargas dentárias comerciais são adicionadas à matriz de resina dentária, dando origem a um compósito dentário não polimerizado. Para a sua polimerização, aquando do tratamento dentário, utiliza-se uma luz LED azul (Yadav et al., 2023).

Estes materiais são semelhantes pelo facto de serem todos compostos por uma matriz polimérica, tipicamente um dimetacrilato, cargas de reforço de vidro radiopaco, um agente de ligação de silano, para promover a união das partículas de carga à matriz da resina, e produtos químicos, que promovem ou modulam a reação de polimerização. Dentro de cada tipo de compósito, os materiais distinguem-se ainda pelas características das suas cargas de reforço, e em particular, pelo seu tamanho (Ferracane, 2011).

Recentemente, as alterações mais importantes envolveram as partículas de carga, onde foi propositadamente reduzido o seu tamanho, para produzir materiais que são polidos de forma mais fácil e eficaz, e que demonstram simultaneamente uma maior resistência ao desgaste. Os compósitos dentários, podem ser distinguidos por diferenças na formulação adaptada às suas necessidades específicas, como, restaurações, selantes, cimentos, materiais provisórios, entre outras. (Ferracane, 2011).

### **1.1.1 Matriz Orgânica**

A matriz orgânica de uma resina composta é constituída por monómeros. Os que são utilizados com maior frequência, são os dimetacrilatos, como o dimetacrilato de bis-glicidilo (Bis-GMA) ou o dimetacrilato de uretano (UDMA). Estes polímeros conferem boas propriedades de ligação e uma melhor tenacidade às resinas compostas (Ferracane, 1994; Garoushi et al., 2016).

O Bis-GMA caracteriza-se por ser um monómero, multifuncional, viscoso e volumoso, que apresenta uma elevada reatividade e peso molecular, que sofre uma baixa retração à polimerização, e produz uma rede de resina tridimensional reticulada. No caso dos compósitos de resina dentária contendo Bis-GMA, a possibilidade de exposição humana ao composto bisfenol-A, que é conhecido por ser responsável por várias doenças como é o caso da espermatogénese, assim como outras anomalias da

reprodução masculina, esta situação tem promovido uma grande preocupação na comunidade científica. Assim, e como consequência dessas interações, muitos investigadores tentaram propor monómeros sem o componente bisfenol-A como alternativa ao Bis-GMA (Aminoroaya et al., 2020; Puckett et al., 2007).

Os polímeros que entram na constituição da matriz orgânica, possuem pesos moleculares de 500-1000 g/mol, e alguns, como o Bis-GMA, graças à viscosidade que lhe é característica, necessitam de uma diluição substancial para que fiquem trabalháveis. Estes co-polimerizam com diluentes de peso molecular inferior (100-300 g/mol) através de uma reação de adição de radicais livres, que envolvem uma reticulação substancial, onde se formam ligações covalentes entre as cadeias poliméricas, conhecidas como ligações cruzadas. Um diluente típico comumente usado é o dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA) (Feilzer & Dauvillier, 2003; Ferracane, 1994; Peutzfeldt, 1997; Puckett et al., 2007).

O TEGDMA é um monómero, que apresenta uma estrutura molecular linear, o que resulta numa forte reticulação entre monómeros e cargas, durante o processo de polimerização. O TEGDMA apresenta ainda, uma elevada densidade de ligações cruzadas, assim como uma retração mínima, flexibilidade e resistência ao impacto.

Os monómeros de baixa viscosidade, como o TEGDMA e o EDMA, podem compreender 10% a 50% da composição de um compósito.

Por outro lado, a diluição do compósito com TEGDMA, tem demonstrado efeitos menos desejáveis nas propriedades da resina, derivado à presença de um grupo funcional com oxigénio, presente na composição da molécula, dando origem a um aumento da sorção de água e da contração da polimerização. (Feilzer & Dauvillier, 2003; J. Li et al., 2017; Puckett et al., 2007).

Outra característica relevante, que encontramos associada à matriz orgânica de uma resina, é que o ponto do tempo de cura na taxa de conversão máxima, está relacionado, não com o valor da taxa de conversão máxima, mas com a quantidade de TEGDMA na resina. A explicação para esta observação, poderá ser o facto de os compósitos não terem tido os mesmos períodos de inibição, devido a diferentes concentrações de inibidor, presentes na composição da resina.

Por último, podemos ainda concluir que quando o Bis-GMA foi substituído pelo TEGDMA, as concentrações totais de inibidores diminuíram, decorrendo daí períodos de tempo de inibição mais curtos (Feilzer & Dauvillier, 2003).

### **1.1.2 Fase Dispersa Inorgânica**

Considerando, que os monómeros apresentam baixa resistência e durabilidade para serem utilizados isoladamente em restaurações permanentes, houve a necessidade de se associarem partículas de carga inorgânicas, as quais vêm reforçar, as propriedades mecânicas dos compósitos dentários. Como exemplos destas partículas destacam-se, o dióxido de silício, os vidros de aluminossilicato de bário, o estrôncio, o lítio e o silicato de zircônio sintético. Muitos destes materiais contêm ainda pequenas quantidades de outros elementos, como o sódio, o boro, o zinco, o cálcio, o magnésio ferro, titânio, antimônio, manganês e cobre (Ferracane, 1994; Puckett et al., 2007; Ruyter & Øysaed, 1987).

A resistência do compósito é maximizada, quando uma quantidade substancial de partículas de carga uniformemente dispersas, é incorporada na matriz de resina (Angerame & De Biasi, 2018). Estudos concluíram, que os compósitos contendo cargas de quartzo, eram mais estáveis, quando comparados com outros compósitos, que apresentam na sua composição uma variedade de vidros de silicato (Ferracane, 1994).

Os compósitos de partículas finas, por seu lado, contêm partículas de vidro moído ou de quartzo que ocupam 60 a 77% do volume do compósito, e que correspondem a 70 a 90% do seu peso. Morfologicamente, as partículas presentes nestes volumes, podem ser uniformes ou apresentar diâmetros variáveis (Kahler et al., 2008).

As partículas de carga melhoram algumas propriedades físicas e mecânicas da matriz orgânica, reduzindo a retração e o coeficiente de expansão térmica, aumentam a resistência à fratura e à flexão, e melhoram as suas propriedades de trabalhabilidade. Para além disso, a incorporação de metais pesados, proporciona radiopacidade o que facilita a identificação dos compósitos, aquando da utilização dos meios complementares de diagnóstico (Kahler et al., 2008; Puckett et al., 2007).

### **1.1.3 Agentes de União**

A formação de uma forte ligação covalente, entre as partículas de carga inorgânicas e a matriz orgânica, é essencial, para a obtenção de boas propriedades mecânicas nos compósitos dentários. A ligação destas duas fases, é conseguida através do

revestimento das cargas com um agente de união de silano, o qual possui grupos funcionais para ligar quimicamente a carga da resina à sua matriz (Chen, 2010).

Os agentes de união são os elementos responsáveis pela transferência da tensão da matriz, para o reforço do compósito. Desta forma, influenciam positivamente as qualidades mecânicas e físicas do compósito (Yadav & Meena, 2022a). Um agente típico de união é o 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPTS) (Chen, 2010; Yadav et al., 2023).

Os grupos metoxi do agente de união, hidrolisam-se para formar grupos hidroxilo através da prática de tratamento do reforço do compósito, a qual é catalisada por um ácido, ou por uma base. (Yadav & Kumar, 2020).

#### **1.1.4 Iniciadores/Ativadores**

A polimerização dos monómeros, que visa formar a matriz polimérica, é realizada com a ajuda de iniciadores e ativadores. São exemplos destes produtos químicos, o peróxido de benzoílo ou laurilo, várias aminas terciárias e a canforoquinona. (Ferracane, 1994).

A reação de polimerização de um compósito, é feita com recurso a uma luz ou a uma substância química, sendo o procedimento mais utilizado, o do recurso ao uso da luz. A maioria dos compósitos dentários atuais, são fotopolimerizados com luz azul, a qual de distribui numa gama de comprimentos de onda, que podem variar entre 400 e 500 nm, contudo, a literatura diz-nos que o melhor comprimento de onda para ativação dos compósitos dentários, são os 470 nm (Patricio et al., 2008).

É comum a adição de um fotossensibilizador à mistura de monómeros, durante o processo de produção da resina. As quantidades destas substâncias variam de 0,1 wt% a 1,0 wt% da matriz de resina (Yadav et al., 2023).

A canforoquinona é um fotoiniciador muito comum nas resinas compostas, que reage com a luz visível, para induzir a polimerização por radicais livres. A inclusão de um co-iniciador ou acelerador de amina, ajuda no aceleração da reação. O EDMAB, é uma das aminas mais prevalentes da matriz da resina. A quantidade de fotoiniciador influencia também a quantidade de acelerador de polimerização, com o objetivo de obter um rácio de quatro vezes mais de amina, em relação à canforoquinona (Yadav et al., 2023).

### **1.1.5 Inibidores**

Na composição de uma resina podem ser encontradas pequenas quantidades de produtos químicos, os quais inibem a reação de polimerização prematura, proporcionando desta forma, uma vida útil e um tempo de trabalho mais amplos. O hidroxitolueno butilado e a hidroquinona são exemplos de inibidores típicos utilizados em compósitos dentários (Ferracane, 1994; Yadav & Meena, 2022b).

### **1.1.6 Opacificadores**

Os opacificadores são utilizados para melhorar a radiopacidade dos materiais de restauração dentária, de forma a facilitar a identificação aquando da realização dos meios de diagnóstico (Yadav & Kumar, 2019).

### **1.1.7 Pigmentos de cor**

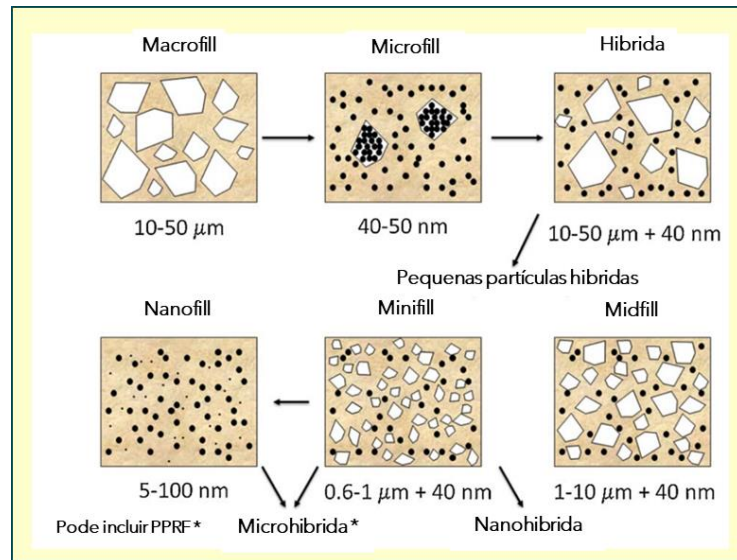
Os pigmentos de cor são substâncias adicionadas à composição das resinas compostas, com a finalidade de dar a aparência da cor do dente onde se realiza o tratamento dentário (Yadav & Kumar, 2019).

As cores disponíveis podem variar desde o amarelo ao cinzento, dando aos profissionais a possibilidade de escolha da opção que, mais se adequa à cor natural da superfície dentária em questão (Palin et al., 2018).

## **1.2 Classificação de resinas compostas**

As resinas compostas podem ser classificadas, considerando, a composição química da sua matriz orgânica e o tamanho das partículas de carga que incorporam a sua fase dispersa inorgânica (Alzraikat et al., 2018; Neto et al., 2021).

Considerando o tamanho das partículas de carga de uma resina composta, Ferracane criou uma classificação destes materiais restauradores, como podemos observar na Figura 3.



**Figura 3.** Classificação das resinas compostas tendo em conta as alterações verificadas nas partículas de carga inorgânica. Imagem adaptada de (Ferracane, 2011).

No que concerne ao tamanho das partículas de carga, as resinas compostas classificam-se em, Macroparticuladas, Microparticuladas, Microhíbridas, Nanoparticuladas e Nanohíbridas (Neto et al., 2021).

Em seguida, será apresentada uma descrição mais detalhada das propriedades que caracterizam cada tipo de resina.

### 1.2.1 Resinas Compostas Macroparticuladas

As resinas compostas macroparticuladas, também denominadas convencionais ou tradicionais, são resinas com partículas de carga, essencialmente de quartzo ou de estrôncio. As suas partículas de carga apresentam tamanhos que variam entre os 5 e os 12 µm. No entanto, em alguns casos podem ser encontradas partículas com tamanhos na ordem dos 100 µm (Nunes et al., 2011).

Atualmente, estas resinas caíram em desuso na nossa prática clínica, pois apresentavam algumas desvantagens, entre as quais se destaca a rugosidade superficial, a qual advém do desgaste abrasivo da matriz (Júnior et al., 2011).

### **1.2.2 Resinas Compostas Microparticuladas**

As resinas microparticuladas exibem na sua composição, partículas de sílica coloidal com dimensões na ordem dos 0,04  $\mu\text{m}$ . Estas partículas caracterizam-se por serem suspensões de partículas finas de sílica amorfa, não porosa e tipicamente esféricas em fase líquida. (Neto et al., 2021; Nunes et al., 2011).

Uma das principais funções da presença de sílica coloidal na composição da resina, é permitir que a restauração não adquira um aspeto rugoso na sua superfície, e simultaneamente, não apresente uma baixa translucidez. A rugosidade superficial e a diminuição da translucidez são dificuldades comuns em resinas que apresentam partículas combinadas e pequenas (Neto et al., 2021).

Os compósitos microparticulados conferem um elevado grau de polimento às restaurações, o que contribui de forma bastante relevante para o alcance de um brilho muito semelhante ao esmalte, tornando-se assim, numa grande vantagem deste tipo de resinas uma vez que vão ao encontro das exigências estéticas, que são cada vez mais solicitadas na nossa prática clínica (Neto et al., 2021).

Estas resinas apresentam ainda um alto coeficiente de expansão térmica, uma elevada contração de polimerização, um reduzido módulo de elasticidade e baixa resistência à tração. Tendo em consideração as propriedades inerentes a este tipo de resinas, podemos recorrer ao seu uso para a execução de tratamentos na região vestibular e cervical, de dentes anteriores e posteriores (Júnior et al., 2011).

### **1.2.3 Resinas Compostas Microhíbridas**

As resinas microhíbridas resultam de uma combinação entre micropartículas (0,04  $\mu\text{m}$ ) e partículas maiores. As partículas de maior dimensão, apresentam no máximo 2  $\mu\text{m}$ , sendo que o tamanho médio é 0,6 e 0,8  $\mu\text{m}$ . Apresentam na sua maioria cerca de 10 a 20% em peso de micropartículas de sílica coloidal, e 50 a 60% de macropartículas de vidro de metais pesados, totalizando um percentual de carga entre 75 e 80% (Júnior et al., 2011; Nunes et al., 2011).

A elevada quantidade de carga inorgânica proporciona a estas resinas uma maior resistência à abrasão e ao desgaste, um menor coeficiente de expansão e contração térmica e uma baixa contração de polimerização. É ainda característica destas resinas,

a sua boa capacidade de polimento, o que facilita a obtenção de uma textura semelhante à da superfície dentária (Júnior et al., 2011).

Graças às suas propriedades estas resinas são muito versáteis e podem ser aplicadas tanto no setor anterior (por exemplo nas faces vestibulares, cervicais e bordo incisal), onde a exigência estética é predominante, como no setor posterior (por exemplo nas faces oclusais), onde as cargas mastigatórias exercidas são substancialmente maiores (Júnior et al., 2011).

#### **1.2.4 Resinas Compostas Nanoparticuladas**

Com o desenvolvimento da Medicina Dentária, tem-se verificado a introdução de partículas nanométricas em certos materiais restauradores, como por exemplo, nas resinas compostas. A utilização destas partículas tem como principais objetivos a oferta de uma estética e polimento superiores, face a outros tipos de resinas compostas, e também um fortalecimento de certas propriedades mecânicas, como uma excelente resistência ao desgaste e forças. Estas resinas estão também associadas a um menor nível de viscosidade, pois enquanto nas microparticuladas ocorrem aglomerados com geometria tridimensional ou redes que conferem uma elevada viscosidade ao produto, nos compósitos nanoparticulados, não se verifica a aglomeração de partículas (Ferracane, 2011; Neto et al., 2021).

As resinas nanoparticuladas são caracterizadas pela presença de partículas com dimensões que variam entre 5 e 100 nm. Recentemente, a nanotecnologia levou ao desenvolvimento de uma nova categoria de resinas que contêm nanopartículas com aproximadamente 25 nm, e nanoagregados de aproximadamente 75 nm (Kahler et al., 2008; Khurshid et al., 2015).

A utilização destas resinas na nossa prática clínica pode ainda ter como vantagem, o aumento da longevidade das restaurações, uma vez que ao diminuírem significativamente a contração de polimerização ajudam a manter a integridade marginal, reduzindo desta forma a probabilidade de ocorrerem microinfiltrações, as quais iriam danificar a restauração, reduzir a sua durabilidade e promover o aparecimento de lesões de cárie secundárias (Nunes et al., 2011).

### **1.2.5 Resinas Compostas Nanohíbridas**

As resinas compostas nanohíbridas, são assim denominadas por apresentarem na sua composição nanopartículas (5 a 100 nm), micropartículas (0,1 a 2µm) e nanopartículas de sílica (40 nm). As partículas de tamanho nanométrico, podem ser dispersas em concentrações de carga mais elevadas e polimerizadas no sistema de resina com o objetivo de aumentar a carga dos compósitos. A presença de nanopartículas de vários tamanhos, favorece uma interface melhor entre a resina e a superfície dentária (Khurshid et al., 2015; Mitra et al., 2003).

O ajuste perfeito entre essas partículas, permite uma concentração em peso de 90%-95%, melhorando amplamente as propriedades físicas da resina (Nunes et al., 2011).

Esta classe de resinas pode ser aplicada ao nível do setor anterior e posterior, em várias localizações dentárias, como faces proximais de todos os dentes, faces oclusais dos dentes posteriores, faces vestibulares, cervicais e bordos incisais dos dentes anteriores (Júnior et al., 2011).

### **1.3 Resinas convencionais e Resinas *Bulk Fill***

Nas restaurações de cavidades profundas, a colocação da resina composta deve ser realizada segundo incrementos de 2 mm de espessura máxima. Esta técnica incremental, permite otimizar o processo de polimerização, uma vez que estudos anteriores, têm demonstrado que para espessuras até 2 mm, temos uma maior eficácia de polimerização, por outro lado, evita-se também um aumento significativo da temperatura e dessa forma, ficam protegidos os tecidos confinantes da estrutura dentária. Por fim, permite ainda minimizar a contração que se encontra associada ao processo de polimerização (Flury et al., 2014; Garoushi et al., 2016).

Contudo, esta técnica pode ter alguns riscos associados, como o aumento da probabilidade da formação de bolhas e da contaminação entre incrementos, o que irá promover a formação de uma ligação mais fraca entre as várias camadas da resina (Kelić, 2016). É ainda importante referir, que uma das desvantagens principais associadas à técnica incremental está relacionada com o consumo excessivo do tempo de consulta. Como forma de resolução destes pontos negativos associados às resinas compostas convencionais, foram lançados novos tipos de resinas, denominados resinas Bulk Fill (Garoushi et al., 2016).

Ao contrário das resinas compostas convencionais, que normalmente são colocados em incrementos máximos de 2 mm, os compósitos Bulk Fill podem ser colocados em incrementos de 4 mm ou, por vezes, em incrementos ainda mais espessos. Embora se verifique um aumento da espessura do incremento, estes novos compósitos têm a capacidade de diminuir os problemas típicos associados à profundidade e contração de polimerização inerentes aos compósitos de resina convencionais quando utilizados nas mesmas condições (Garoushi et al., 2016; Lima et al., 2018).

Atualmente, temos disponíveis duas categorias principais de resinas Bulk Fill as quais se encontram classificadas de acordo com a viscosidade que lhes é característica: as Resinas Bulk Fill de Alta Viscosidade (ou Regular), e as Resinas Bulk Fill de Baixa Viscosidade (ou Flow) (Lima et al., 2018).

As Resinas Bulk Fill de Alta Viscosidade apresentam uma elevada quantidade de carga inorgânica, o que lhes confere características como uma maior resistência e a possibilidade de serem facilmente esculpíveis. No entanto, apresentam uma maior contração de polimerização quando comparadas com as Resinas Bulk Fill Flow. A nível clínico têm como principais indicações as preparações dentárias extensas e profundas (classe I e II); núcleos de preenchimento/dentes com tratamento endodôntico; Odontopediatria, Odontogeriatrics e Medicina Dentária para Pacientes Especiais porque aumentam a rapidez de execução do procedimento clínico (Chesterman et al., 2017; Thongbai-on et al., 2019).

As Resinas Bulk Fill de Baixa Viscosidade adaptam-se mais facilmente à preparação dentária, facilitam a diminuição de espaços e bolhas que frequentemente se verificam nestes tratamentos e apresentam também uma maior resistência à compressão e desgaste. Podem ser aplicadas em bases de restaurações extensas e profundas (classe I e II); Núcleos de preenchimento/dentes com tratamento endodôntico. É ainda importante referir, que neste tipo de compósitos alguns fabricantes recomendam a necessidade da aplicação de uma camada adicional (oclusal ou caixas proximais) de resina com uma viscosidade regular (Chesterman et al., 2017; Thongbai-on et al., 2019).

## **2. Propriedades Mecânicas de uma Resina Composta**

Qualquer material de restauração ou prótese dentária, bem como os dentes naturais, devem apresentar uma integridade mecânica suficiente, para funcionar na cavidade

oral durante um período de tempo alargado, esperando-se que abranja toda a vida do paciente. Assim, o estudo das propriedades mecânicas das resinas compostas, é altamente relevante do ponto de vista clínico (Ilie et al., 2017).

As propriedades mecânicas e o aspeto estético dos compósitos de resina, têm demonstrado que são influenciados pela composição e microestrutura dos materiais restauradores. Por exemplo, quanto maior for o conteúdo de carga, melhores serão as propriedades mecânicas da resina composta, como por exemplo, um maior módulo de elasticidade, resistência ao desgaste, força, dureza, resistência à flexão, à compressão, à fratura e à abrasão. Por outro lado a morfologia, das partículas de carga, a sua gama de tamanhos e o conteúdo volumétrico, também são propriedades que influenciam o desempenho destes materiais restauradores (Alzraikat et al., 2018; Chesterman et al., 2017).

Neste trabalho, vamos abordar em particular 2 propriedades mecânicas das resinas compostas: a Microdureza e o Grau de Conversão.

## **2.1 Microdureza**

A dureza é uma propriedade de superfície, que pode ser definida como a resistência de um material a uma indentação ou penetração permanente. Uma dureza adequada da superfície dos compósitos de resina, é fundamental para se obter um desempenho clínico ótimo das restaurações em áreas de suporte dentário (Marghalani, 2010).

Segundo a literatura, o tamanho, o tipo, a morfologia, a distribuição das partículas de carga, a fração volumétrica, a concentração do diluente presente nas resinas, o tipo e o grau de polimerização são fatores que afetam significativamente a dureza dos materiais de restauração (Roy & Basu, 2010). Verificou-se que os compósitos com partículas de carga redondas, apresentavam cargas maiores, estando por isso associados a valores superiores de dureza, enquanto que os compósitos com partículas irregulares, tinham uma carga intermédia e conseqüentemente uma menor dureza (Marghalani, 2010). Em geral, o aumento do tamanho das partículas aumenta a resistência, bem como a dureza da superfície do compósito. Valores mais elevados de microdureza, estão correlacionados com um menor desgaste do material, e por conseguinte, estão associados à durabilidade e biocompatibilidade dos compósitos (Kelić, 2016).

Os ensaios de microdureza são realizados com o objetivo de estudar as propriedades físicas dos materiais e de medir a dureza dentária. Este método de avaliação desta propriedade física caracteriza-se pela sua facilidade de aplicação, rapidez, fiabilidade e requer apenas uma pequena área da superfície da amostra em estudo para a sua realização (Chuenarrom et al., 2009). Para além das características anteriormente enunciadas, é o método mais indicado para avaliação dos materiais poliméricos (como por exemplo, as resinas compostas), uma vez que minimiza o efeito de recuperação elástica, que frequentemente se observa neste tipo de materiais restauradores (Poskus, 2004).

Os testes de dureza (Vickers e Knoop), consistem numa impressão de uma ponta estática diamantada que exerce uma carga na amostra em estudo, durante um determinado período de tempo definido pelo operador. O tamanho da indentação aumenta com um aumento da carga (Chuenarrom et al., 2009). No teste de dureza de Vickers, a ponta diamantada do equipamento apresenta um formato piramidal, e por conseguinte, a indentação obtida é piramidal de base quadrada. No caso do teste de Knoop, a ponta diamantada apresenta um formato rombóide, e as medidas que se registam, correspondem à diagonal maior da indentação (Poskus, 2004). O teste de Vickers é considerado por vários autores como um indicador do grau de polimerização de materiais resinosos, e também, um método indireto para a avaliação do grau de polimerização de uma resina (Marghalani, 2010).

Todavia, é importante referir, que não existe um acordo sobre as especificações das condições para o método de ensaio utilizado. (Chuenarrom et al., 2009).

## **2.2 Grau de conversão**

As propriedades mecânicas, e consequentemente o desempenho clínico das resinas compostas, são influenciados pelo grau de conversão do monómero, que constitui a matriz orgânica. Regra geral, quanto maior for a conversão das ligações duplas, maior será a resistência mecânica do material (Sideridou et al., 2002; Tauböck et al., 2015).

O grau de conversão de uma resina depende de vários fatores. A estrutura química do monómero dimetacrilato, as condições de polimerização (atmosfera, temperatura, intensidade da luz, concentração do fotoiniciador presente na composição da resina, a distância entre a ponta de fotopolimerização), a resina composta escolhida para a realização de determinado tratamento dentário, e a espessura dos incrementos

compósito, são alguns dos fatores que têm influência sobre esta propriedade mecânica das resinas compostas (Sideridou et al., 2002).

A diminuição do grau de conversão, bem como um aumento da espessura do incremento têm demonstrado afetar negativamente a resistência da união dos compósitos de resina à dentina. Foram realizados estudos *in vitro*, que confirmaram, que a reação de conversão insuficiente dos monómeros da resina, pode levar ao aparecimento de reações alérgicas, à estimulação do crescimento bacteriano nas margens das restaurações, podendo também os monómeros não convertidos, atuar como plastificantes, e comprometer as propriedades mecânicas dos compósitos (Calheiros et al., 2008; Flury et al., 2014).

No que diz respeito à análise do grau de conversão, esta pode ser realizada recorrendo a uma das seguintes técnicas: Espectroscopia de infravermelhos transformada de Fourier (FTIR) ou Espectroscopia Raman.

A espectroscopia de infravermelhos transformada de Fourier (FTIR) tem sido tradicionalmente utilizada para a avaliação do grau de conversão. A espectroscopia Raman, fornece um método alternativo, que pode ser considerado mais simples e mais adaptativo do que a FTIR. A avaliação do grau de conversão segundo a técnica FTIR é realizada através da absorção da radiação incidente, enquanto que o método Raman se baseia no fenómeno da dispersão inelástica (este fenómeno resulta de colisões inelásticas entre fotões e moléculas, e conduz a alterações nos níveis de energia vibracionais e rotacionais das moléculas).

Em contraste com a FTIR, a Raman não requer a preparação de amostras específicas, e permite uma análise não destrutiva, o que possibilita a realização de medições múltiplas numa mesma amostra (Reis et al., 2017).

No presente trabalho, irá ser realizada a análise da microdureza superficial e do grau de conversão, de dois tipos de resinas compostas, que são comumente utilizadas na prática clínica.



## B. OBJETIVOS E HIPÓTESES DE ESTUDO

### 1. Objetivos do estudo

Para a realização do presente trabalho foram selecionados 2 tipos de resinas compostas, a resina microhíbrida *Filtek Z250*, nas cores A1 e A3, e a resina nanoparticulada *Filtek One Bulk Fill*, igualmente nas cores A1 e A3.

Como objetivos fundamentais do estudo destacam-se os seguintes pontos:

1. Avaliação da Microdureza, com recurso ao teste de *Vickers*, em resinas com diferentes composições, diferentes cores e segundo dois tempos diferentes de polimerização;
2. Análise do Grau de Conversão das resinas em estudo com recurso à espectroscopia de infravermelhos transformada de *Fourier* (FTIR).

### 2. Hipóteses de Estudo

Para a Microdureza de *Vickers*:

1. Hipótese Nula 1 ( $H0_1$ ) - A composição de uma resina composta não influencia a microdureza.
2. Hipótese Alternativa 1 ( $H1_1$ ) - A composição de uma resina composta influencia a microdureza.
3. Hipótese Nula 2 ( $H0_2$ ) - A cor de uma resina composta não influencia a microdureza.
4. Hipótese Alternativa 2 ( $H1_2$ ) - A cor de uma resina composta influencia a microdureza.
5. Hipótese Nula 3 ( $H0_3$ ) - O tempo de polimerização não influencia a microdureza.
6. Hipótese Alternativa 3 ( $H1_3$ ) - O tempo de polimerização influencia a microdureza.

Para o Grau de Conversão:

1. Hipótese Nula 1 ( $H0_1$ ) - Após o processo de fotopolimerização, não se verificou a conversão dos monómeros das resinas em estudo.
2. Hipótese Alternativa 1 ( $H1_1$ ) - Após o processo de fotopolimerização, foi possível verificar a conversão dos monómeros das resinas em estudo.



## C. MATERIAIS E MÉTODOS

### 1. Materiais e Equipamentos Utilizados

- 1.1 Resinas Compostas da 3M
  - 1.1.1. *Filtek Z250* nas cores A1 e A3 (uma seringa de 4g por cada cor)
  - 1.1.2. *Filtek One Bulk Fill* nas cores A1 e A3 (uma seringa de 4g por cada cor)
- 1.2 Espátula Reta
- 1.3 Espátula Angulada
- 1.4 Tesoura
- 1.5 Placa de vidro de mistura
- 1.6 Papel de acetato
- 1.7 Molde metálico com orifícios de 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura
- 1.8 Fotopolimerizador COXO
- 1.9 Radiômetro Optilux
- 1.10 Microdurômetro digital Vickers HSV-30
- 1.11 Espectrofotômetro Spectrum 65
- 1.12 Álcool 70%
- 1.13 Acetona
- 1.14 Compressas
- 1.15 Cotonetes

### 2. Resinas Compostas

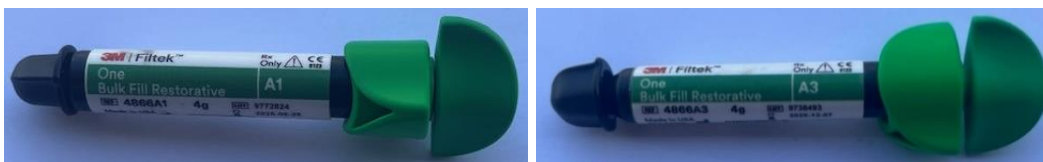
No âmbito da realização deste trabalho experimental, foram selecionadas 4 resinas compostas comerciais, da marca 3M (Figuras 4 e 5). Nas tabelas 1 e 2, encontram-se descritas as características técnicas da Resina Composta *Filtek Z250* e da Resina *Filtek One Bulk-Fill*, respetivamente.



**Figura 4.** Resinas Compostas Filtek™ Z250 A1 e A3

**Tabela 1.** Características técnicas da Resina Composta Filtek™ Z250 (3M™ Oral Care, 2022)

<b>Filtek™ Z250</b>	<b>Fabricante</b>	3M ESPE, St.Paul, Minesota, USA
	<b>Classificação</b>	Microhíbrida
	<b>Cor</b>	A1, A3
	<b>Composição</b>	Matriz: Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, Bis-EMA (6) Filler: Zr-Si
	<b>Tamanho de partículas</b>	Si, Al2O3 , Zr: 0,01 – 3,5 µm Tamanho médio: 0,6 µm
	<b>Conteúdo de Carga Inorgânica</b>	82% por peso 60% por volume
	<b>Lote</b>	NF44114 (A1) 9684892 (A3)



**Figura 5.** Resinas Compostas Filtek™ One Bulk Fill A1 e A3

**Tabela 2.** Características técnicas da Resina composta Filtek™ One Bulk-fill (3M™ Oral Care, 2016)

<b>Filtek™ One Bulk Fill</b>	<b>Fabricante</b>	3M ESPE, St.Paul, Minesota, USA
	<b>Classificação</b>	Nanoparticulada
	<b>Cor</b>	A1, A3
	<b>Composição</b>	Matriz: AUDMA, AFM, DDDMA, UDMA Filler: YbF3, Zr-Si
	<b>Tamanho de partículas</b>	YbF3: 100 nm Si: 20 nm Zr: 4-11nm
	<b>Conteúdo de Carga Inorgânica</b>	76,5% em peso 58,5% em volume
	<b>Lote</b>	9772824 (A1) 9738493 (A3)

### **3. Protocolo Experimental**

O Protocolo Experimental adotado, considera dois níveis de análise, a Microdureza de Vickers e o Grau de Conversão.

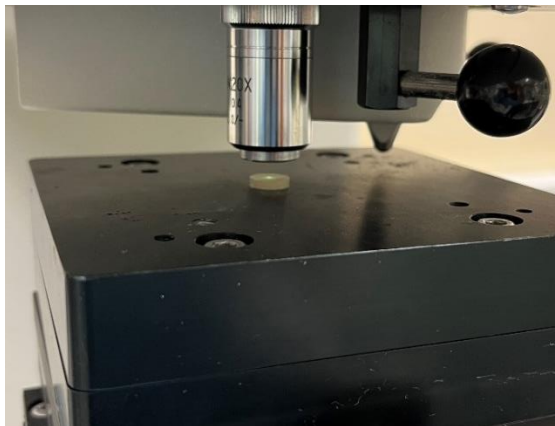
#### **3.1 Protocolo Experimental – Microdureza de Vickers**

Para a realização do estudo da microdureza de Vickers foi utilizado um equipamento denominado Microdurómetro digital Vickers HSV-30 (Shimadzu Corporation - Kyoto, Japan), o qual se encontra representado na figura 6.



**Figura 6.** Microdurómetro digital Vickers HSV-30.

O equipamento em apreço apresenta como principais características, uma ocular com uma ampliação de 20x e um feixe de luz halógena. A combinação dos fatores ampliação e maior brilho da fonte de luz, permite-nos analisar com maior precisão a superfície da amostra, e assim, definir com maior rigor o ponto onde será realizada a indentação.



**Figura 7.** Definição do local a realizar a indentação.

A indentação decorre da aplicação de uma ponta diamantada, de forma piramidal e base quadrangular. Assim, e segundo o método de Vickers, a ponta piramidal de base quadrangular caracteriza-se por apresentar um ângulo de 136° resultante da relação das faces da pirâmide com o seu vértice.

### 3.1.1 Execução das Amostras

No total do estudo, foram preparadas 40 amostras sob a forma de disco, 5 por cada grupo de estudo. Assim, foi utilizado um molde de aço inoxidável (Figura 8) com 5 orifícios de secção circular, com 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura.



**Figura 8.** Molde em aço inoxidável, utilizado na preparação dos discos.

O material restaurador foi colocado nos orifícios do molde, com o auxílio de espátulas angulada e reta.

Foi colocada uma matriz de acetato diretamente sobre a resina composta com o objetivo de impedir a formação da camada inibida pelo oxigénio, a qual iria interferir na reação da fotopolimerização (Aytac et al., 2016). Após a realização da preparação anteriormente descrita, sobrepôs-se uma placa de vidro de mistura por cima da matriz de acetato, e foi aplicada uma força de compressão manual exercida pelo operador, com a finalidade de nivelar a superfície do disco e permitir o extravasamento de excessos de material normalmente se verifica nestas situações.

Após a ação anteriormente descrita removeu-se a placa de vidro e foi realizada a fotopolimerização das amostras através da matriz de acetato.



**Figura 9.** Confeção das amostras.

Relativamente à ação da fotopolimerização dos discos, esta foi executada com o fotopolimerizador (COXO DB 686), numa posição perpendicular à amostra e em contacto com a matriz de acetato.

Com vista a assegurar que a intensidade de luz imitada pelo fotopolimerizador foi constante ao longo da sua utilização, recorreu-se ao uso de um radiómetro (Figura 10) Optilux, nº de série 115651 (Demetron Research Corporation, Danbury, EUA) (Bala et al., 2005; Ribeiro et al., 2008). A utilização deste equipamento foi aplicada sempre que se iniciava a fotopolimerização das amostras de um novo grupo de estudo.



**Figura 10.** Radiómetro Optilux.

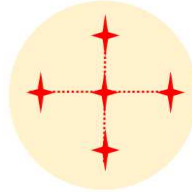
### 3.1.2 Análise das Amostras

Em cada disco, foram realizadas 5 indentações. Considerando que no presente estudo foram preparados 40 discos, logo foram obtidas 200 indentações no total.

A indentação resulta da aplicação de uma força de intensidade 29,42 N, perpendicular à amostra durante um período de 5 segundos (Azul et al., 2012).

As 5 indentações foram realizadas com base no seguinte princípio – a primeira no centro da amostra e as restantes quatro situadas em eixos perpendiculares entre si com

origem no centro da amostra (disposição de ponto cardeal). As 4 últimas indentações foram executadas no ponto médio do raio da circunferência, conforme a Figura 11.



**Figura 11.** Esquema da marcação dos pontos das indentações.

Os resultados foram obtidos na medida Vickers *Microhardness* (HV).

Após a execução de cada indentações é esperada uma impressão de forma quadrangular, a qual é caracterizada por 2 diagonais, uma horizontal (dh) e uma vertical (dv).

A diagonal horizontal, apresenta um limite esquerdo e outro direito enquanto que a diagonal vertical é definida por um limite superior e um inferior.

Na figura 12, são facilmente identificáveis os limites à esquerda e à direita, de uma diagonal horizontal de uma indentações.



**Figura 12.** Imagem obtida no microscópio do Microdurómetro.

Uma vez definidos os limites de uma diagonal, é registada a leitura do valor que se encontrava expresso no ecrã do microdurómetro. Este processo é então repetido 2 vezes por cada indentações, com o objetivo de *à posteriori*, se puder estimar a média dos valores das 5 diagonais horizontais, assim como a média dos valores das 5 diagonais verticais, que caracterizam as 5 indentações realizadas em cada disco.

Obtidos todos os valores da média das diagonais das indentações, é aplicada a fórmula da microdureza de Vickers, que identificamos de seguida.

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

HV = Microdureza de Vickers

F = Força (N) aplicada pelo Microdurómetro

d = Média (mm) de  $d_h$  e  $d_v$  de cada disco

g = Gravidade terrestre ( $m.s^{-2}$ )

### 3.1.3 Análise Estatística

A análise estatística dos valores obtidos no estudo da microdureza de Vickers, foi realizada com recurso ao software SPSS (IBM SPSS Statistics, versão 29.0, Nova Iorque, EUA).

Nesta análise, foi aplicado o teste ANOVA Fatorial, com um nível de significância de 5%.

## 3.2 Protocolo Experimental - Grau de Conversão

Para a realização do estudo do grau de conversão, utilizou-se o equipamento denominado Espectrofotómetro PerkinElmer (modelo Spectrum 65 FT-IR Spectrometer) (Figura 13), o qual, associado a um programa informático (Spectrum), permitiu a obtenção de espectros, decorrentes das resinas analisadas.



**Figura 13.** Espectrofotómetro PerkinElmer (modelo *Spectrum 65 FT-IR Spectrometer*).

A espectroscopia infravermelha é uma técnica frequentemente utilizada para a identificação e caracterização de amostras orgânicas e inorgânicas. Este procedimento baseia-se no princípio da absorção da radiação em comprimentos de onda específicos, na região infravermelha do espectro de radiação eletromagnética, por parte dos átomos e/ou moléculas que entram na composição de um material. Assim, recorrendo à leitura dos espectros, é possível obter informações, tais como os tipos de ligações químicas, a vizinhança atômica, e as concentrações das substâncias presentes na amostra.

Na análise do grau de conversão, foi utilizado um Espectrofotômetro, cujo equipamento funciona com base na emissão contínua de uma radiação com uma ampla gama de comprimentos de onda infravermelhos (600 a 4000  $\text{cm}^{-1}$ ).

A luz infravermelha passa através de um interferômetro, que de seguida, é direcionada para a amostra, onde é absorvida e assim promove uma vibração molecular. A combinação destes dois fenómenos culmina na elaboração de um espetro. (Leite & Prado, 2012).

### 3.2.1 Preparação do Equipamento

Antes do início dos trabalhos de medição, foi realizada a limpeza do equipamento, com especial atenção para a base de análise (Figura 14). O processo de limpeza é sempre repetido, por cada vez, que se coloca uma nova amostra na base de análise.



**Figura 14.** Base de análise do Espectrofotômetro *PerkinElmer*.

Nessa ação de preparação e limpeza, foram utilizados o álcool a 70%, acetona, cotonetes e compressas. Esta ação visa garantir, que a base de análise do equipamento, fica livre de quaisquer substâncias ou materiais, que possam adulterar as leituras decorrentes de cada medição.

### 3.2.2 Execução das Amostras

Para a obtenção do grau de conversão foram elaboradas 4 amostras sob a forma de disco, 1 por cada resina em estudo.

Na construção dos novos discos de resina, foi utilizado o mesmo molde metálico e os mesmos orifícios (10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura), já anteriormente utilizados, aquando da conceção dos discos para a microdureza de Vickers.

Assim, o material restaurador foi colocado nos orifícios do molde, com recurso a espátulas, angulada e reta.

### 3.2.3 Análise das Amostras

Após a construção do primeiro disco de resina, este é de imediato transportado para o espectrofotómetro para ser sujeito à análise do seu grau de conversão.

Numa segunda fase, o mesmo disco de resina, é sujeito a uma ação de fotopolimerização de acordo o tempo indicado pelo fabricante (20 s), e uma vez mais, é realizada uma leitura do grau de conversão.

Em cada leitura, sem e com fotopolimerização, o programa informático associado, elabora gráficos distintos, os quais representam graficamente os valores das leituras obtidas.

Sobre a mesma amostra utilizada nas duas etapas anteriormente referidas, foi realizada uma nova fotopolimerização durante um período de 20 s, e de seguida, foi realizada uma nova leitura e obtido um novo gráfico de espetro.

Assim, as 3 etapas de análise de um disco (antes, após e repetição da fotopolimerização), produzem 3 gráficos que correspondem cada um, ao momento da leitura de cada etapa da resina em estudo.

Uma vez finalizada a delineação dos gráficos de espetros dos discos de resina, foi elaborada a sua análise.



## D. RESULTADOS

### 1. Resultados Microdureza de Vickers

#### 1.1 Caracterização da amostra

Para a realização da avaliação da microdureza de Vickers das 4 resinas em estudo foram construídos 40 discos no total com 10 mm de diâmetro e 2mm de espessura.

Os grupos de estudo foram definidos segundo os seguintes critérios:

##### 1.1.1 Tipo da Resina,

Resina Microhíbrida, correspondente à Filtek™ Z250.

Resina Nanoparticulada, correspondente à Filtek™ One Bulk Fill.

##### 1.1.2 Cor da Resina

A1 ou A3

##### 1.1.3 Tempo da Fotopolimerização

De acordo com o tempo recomendado pelo fabricante.

Adicionar 20 s, ao tempo recomendado pelo fabricante.

No total, foram obtidos 8 grupos de estudo, como é possível observar na tabela 3.

*Tabela 3. Grupos de estudo utilizados para a avaliação da microdureza de Vickers.*

Resina	Tempo Fabricante	Tempo Fabricante + 20 seg.
Filtek™ Z250 Cor A1	Grupo 1	Grupo 2
Filtek™ Z250 Cor A3	Grupo 3	Grupo 4
Filtek™ One Bulk Fill Cor A1	Grupo 5	Grupo 6
Filtek™ One Bulk Fill Cor A3	Grupo 7	Grupo 8

#### 1.2 Análise Estatística Descritiva

A Tabela 4 apresenta os valores médios das 5 diagonais horizontais (VHN – H) e das 5 diagonais verticais (VHN – V) das 5 indentações que foram realizadas em cada disco.

Uma vez retirados todos os dados de VHN – H e VHN – V (Anexo 1), foi obtido o valor médio das diagonais de cada indentações e, desta forma, conseguimos o valor

de d (mm) o qual foi posteriormente aplicado na fórmula da microdureza de Vickers. Os valores da microdureza de Vickers após a aplicação da fórmula encontram-se expressos na tabela na coluna correspondente a HV.

**Tabela 4.** Valores médios das diagonais das indentações (VHN e d), e aplicação da fórmula da microdureza de Vickers (HV) em cada disco das resinas Filtek™ Z250.

Resina Z250 A1 TF G1	VHN - H	VHN - V	d (mm)	HV
R Z250 A1_G1_E1	289,01	289,28	0,289	24,9185
R Z250 A1_G1_E2	287,35	285,85	0,287	25,3622
R Z250 A1_G1_E3	277,01	276,82	0,277	27,1674
R Z250 A1_G1_E4	280,91	278,76	0,280	26,6036
R Z250 A1_G1_E5	281,61	277,51	0,280	26,6560
Resina Z250 A1 TF+20 G2	VHN - H	VHN - V	d (mm)	HV
RZ250 A1_G2_E1	281,01	281,57	0,281	26,3293
RZ250 A1_G2_E2	279,57	280,44	0,280	26,5706
RZ250 A1_G2_E3	279,77	281,63	0,281	26,4401
RZ250 A1_G2_E4	275,23	274,44	0,275	27,5804
RZ250 A1_G2_E5	269,30	270,24	0,270	28,6260
Resina Z250 A3 TF G3	VHN - H	VHN - V	d (mm)	HV
RZ250 A3_G3_E1	279,27	278,29	0,279	26,8056
RZ250 A3_G3_E2	277,13	273,80	0,275	27,4548
RZ250 A3_G3_E3	281,13	281,44	0,281	26,3306
RZ250 A3_G3_E4	301,11	298,05	0,300	23,2122
RZ250 A3_G3_E5	292,16	291,54	0,292	24,4581
Resina Z250 A3 TF+20 G4	VHN - H	VHN - V	d (mm)	HV
RZ250 A3_G4_E1	282,14	278,54	0,280	26,5075
RZ250 A3_G4_E2	278,91	277,40	0,278	26,9256
RZ250 A3_G4_E3	278,47	276,47	0,277	27,0591
RZ250 A3_G4_E4	272,92	273,59	0,273	27,9005
RZ250 A3_G4_E5	278,97	277,71	0,278	26,8898

**Tabela 5.** Valores médios das diagonais das indentações (VHN e d), e aplicação da fórmula da microdureza de Vickers (HV) em cada disco das resinas Filtek™ One Bulk Fill.

Resina BF A1 TF G5	VHN - H	VHN - V	d (mm)	HV
R1_G5_E1	374,39	372,30	0,373	14,9458
R1_G5_E2	357,76	354,85	0,356	16,4097
R1_G5_E3	347,50	349,02	0,348	17,1767
R1_G5_E4	340,27	339,98	0,340	18,0080
R1_G5_E5	336,38	336,92	0,337	18,3820
Resina BF A1 TF+20 G6	VHN - H	VHN - V	d (mm)	HV
R1_G6_E1	327,84	325,53	0,327	19,5207
R1_G6_E2	333,16	329,31	0,331	18,9875
R1_G6_E3	332,76	330,80	0,332	18,9254
R1_G6_E4	334,98	330,17	0,333	18,8350
R1_G6_E5	326,82	326,35	0,327	19,5319
Resina BF A3 TF G7	VHN - H	VHN - V	d (mm)	HV
R2_G1_E1	350,98	352,18	0,352	16,8536
R2_G1_E2	356,44	354,95	0,356	16,4661
R2_G1_E3	344,47	342,47	0,343	17,6587
R2_G1_E4	345,27	342,09	0,344	17,6373
R2_G1_E5	331,88	331,17	0,332	18,9546
Resina BF A3 TF+20 G8	VHN - H	VHN - V	d (mm)	HV
R2_G2_E1	351,94	361,20	0,357	16,3852
R2_G2_E2	342,40	344,45	0,343	17,6636
R2_G2_E3	340,57	340,31	0,340	17,9746
R2_G2_E4	343,70	336,24	0,340	18,0245
R2_G2_E5	333,76	326,91	0,330	19,0914

Uma vez recolhidos todos os resultados do valor da microdureza de Vickers, foi realizada a sua análise estatística descritiva.

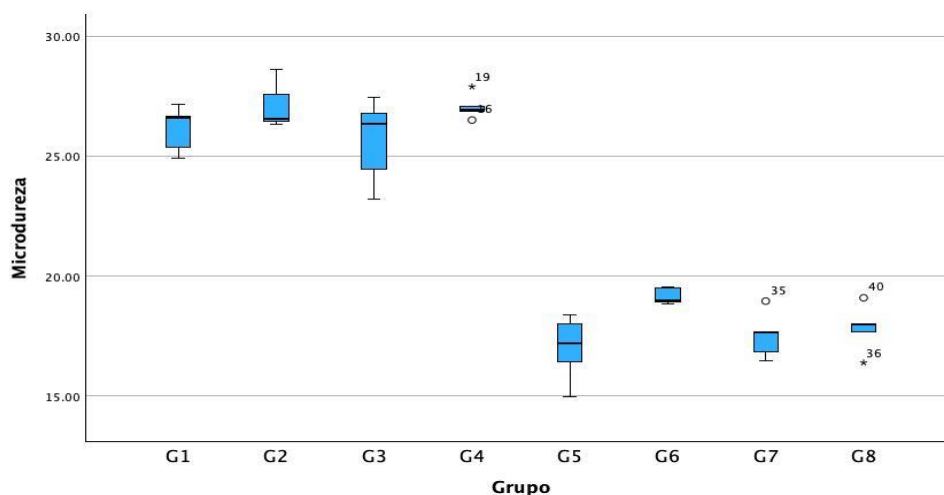
Na Tabela 6 podemos visualizar os valores médios, o desvio-padrão e os máximos e mínimos da microdureza de Vickers obtidos em cada grupo de estudo.

**Tabela 6.** Análise estatística descritiva dos grupos de estudo utilizados na avaliação da Microdureza de Vickers.

Identificação das Resinas	Grupos de Estudo	Tempo (s)	Média (±δ) (HV)	Mínimo e Máximo (HV)
FiltekTM Z250 Cor A1	G1	TF	26,1 (±1,0)	24,9 - 27,2
FiltekTM Z250 Cor A1	G2	TF + 20seg	27,1 (±1,0)	26,3 - 28,6
FiltekTM Z250 Cor A3	G3	TF	25,7 (±2,0)	23,2 - 27,5
FiltekTM Z250 Cor A3	G4	TF + 20seg	27,1 (±1,0)	26,5 - 27,9
FiltekTM One Bulk Fill Cor A1	G5	TF	16,9 (±1,4)	15,0 - 18,4
FiltekTM One Bulk Fill Cor A1	G6	TF + 20seg	19,2 (±0,3)	18,8 - 19,5
FiltekTM One Bulk Fill Cor A3	G7	TF	17,5 (±1,0)	16,5 - 19,0
FiltekTM One Bulk Fill Cor A3	G8	TF + 20seg	17,8 (±1,0)	16,4 - 19,1

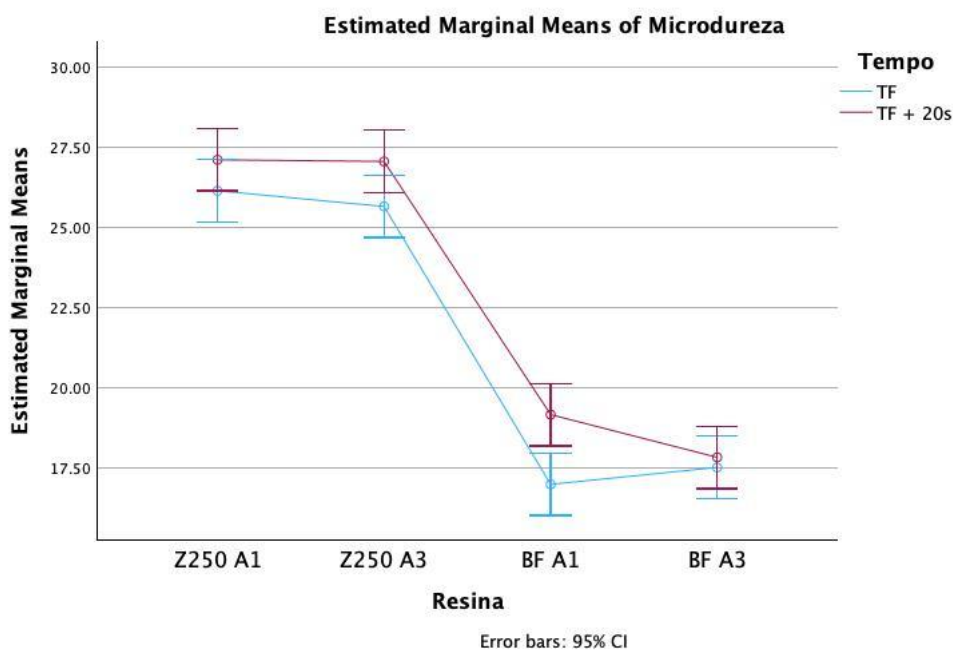
(s) - tempo em segundos  
(HV) - microdureza de Vickers

O Gráfico 1 representa os intervalos de valores de microdureza de Vickers que foram obtidos em cada grupo de estudo.



**Gráfico 1.** Intervalos das medições da microdureza de Vickers em função de cada grupo de estudo.

O Gráfico 2 permite fazer uma análise comparativa dos valores de microdureza de Vickers que se encontram associados a um tipo de resina em estudo (a microhíbrida ou a nanoparticulada) tendo em conta a sua cor e em função do tempo de fotopolimerização aplicado.



**Gráfico 2.** Intervalos de valores da Microdureza de Vickers de cada resina em estudo em função do tempo de fotopolimerização aplicado

Após a análise dos dados correspondentes aos testes da estatística descritiva, é possível retirar as seguintes conclusões:

1. Considerando a variável “Resina” (resina microhíbrida *Filtek Z250* ou a resina nanoparticulada *Bulk Fill*), verifica-se que esta apresenta uma influência estatisticamente significativa, nos valores médios de Microdureza ( $p < 0,001$ ). Para o mesmo tempo de aplicação da luz fotopolimerizadora nos dois tipos de resina, verifica-se que a resina microhíbrida *Filtek Z250* está associada a valores médios de microdureza superiores, quando comparada com a resina nanoparticulada *Bulk Fill*.
2. A variável “Tempo” também é estatisticamente significativa na variação da microdureza ( $p=0,001$ ), ou seja, quanto maior for o tempo de aplicação da luz fotopolimerizadora numa resina maior será o valor médio de microdureza, associado à superfície dessa resina.
3. Verificou-se também, que quando foram consideradas as 2 variáveis, “Resina” e “Tempo”, estas não apresentam uma interação estatisticamente significativa ( $p=0,278$ ).
4. No presente estudo, não foi possível dissociar a variável “Cor” da variável “Resina”. Assim, é possível concluir que as variáveis “Cor” e “Resina” variam em concordância.

5. É ainda relevante considerar os valores de Eta Parcial ao Quadrado ( $\eta^2$ ). Esta medida padrão, utilizada na estatística, permite quantificar o efeito, que uma determinada variável tem no estudo em curso. Os valores de  $\eta^2$  variam entre 0 e 1. Quanto mais próximos de 1 tiverem os valores obtidos, mais forte é o efeito da variável.

Para valores médios de Microdureza, verificou-se que a variável “Resina” apresenta um  $\eta^2 = 0,953$ , enquanto a variável “Tempo” está associada a um valor de  $\eta^2 = 0,289$ . Este dado indica-nos que a variável “Resina” tem um efeito significativamente mais forte nos valores médios de Microdureza quando comparada com a variável “Tempo”.

6. Tendo em consideração os valores de microdureza apresentados pelos grupos estudados, verificou-se que os oito grupos (G1, G2, G3, G4, G5, G6, G7, G8) podem ser agrupados em dois conjuntos, tendo em conta os valores médios de microdureza superficial, que se verificaram no estudo. Um dos conjuntos é composto pelos grupos G1, G2, G3, G4 que estão associados às resinas microhíbridas *Filtek Z250*. Neste primeiro conjunto, as médias dos valores de microdureza eram superiores (25,7 – 27,1).

O outro conjunto composto pelos grupos de estudo G5, G6, G7 e G8 apresentaram valores médios de microdureza inferiores (17,0 – 19,2).

Como confirmação dos dados anteriormente descritos, foram realizadas comparações múltiplas, a partir da aplicação do teste de Tukey (Anexo 2), entre todos os grupos de estudo dois a dois (por exemplo, comparou-se G1 com G2, G1 com G3, G1 com G4 e assim sucessivamente para todos os grupos). Os valores de significância associados às comparações múltiplas, permitiram confirmar, que entre os grupos G1, G2, G3 e G4 não existiam diferenças estatisticamente significativas (por exemplo, entre G1 e G2 o  $p=0,834$ ), no entanto, quando se introduziam os restantes grupos de estudo (G5, G6, G7 e G8) já se verificaram diferenças estatisticamente relevantes (por exemplo, entre G1 e G5 o  $p<0,001$ ).

Entre os grupos G5, G6, G7 e G8, os valores de significância obtidos nesta análise múltipla comparativa dos resultados, também permitem

concluir, da não existência de diferenças estatisticamente significativas, nos valores da microdureza deste conjunto de grupos.

## 2. Resultados do Grau de Conversão

### 2.1 Caracterização da amostra

Para a realização da avaliação do Grau de Conversão, foram construídos quatro discos de resina no total. Um disco por cada resina em estudo. Os grupos de estudo foram definidos tendo em conta os seguintes critérios:

#### 2.1.1 Tipo da Resina

Resina Microhíbrida, correspondente à *Filtek™ Z250*.

Resina Nanoparticulada, correspondente à *Filtek™ One Bulk Fill*.

#### 2.1.2 Cor da Resina

A1 ou A3.

#### 2.1.3 Tempo da Fotopolimerização

Antes da Fotopolimerização.

De acordo com o tempo recomendado pelo fabricante.

Adicionar 20 segundos ao tempo recomendado pelo fabricante.

Desta forma foram considerados 12 grupos de estudo, como se pode observar na Tabela 7.

*Tabela 7. Grupos de estudo para avaliação do grau de conversão*

Resina	Antes da Fotopolimerização	Tempo Fabricante	Tempo Fabricante + 20 seg.
<b>Filtek™ Z250</b> Cor A1	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3
<b>Filtek™ Z250</b> Cor A3	Grupo 4	Grupo 5	Grupo 6
<b>Filtek™ One Bulk Fill</b> Cor A1	Grupo 7	Grupo 8	Grupo 9
<b>Filtek™ One Bulk Fill</b> Cor A3	Grupo 10	Grupo 11	Grupo 12

## 2.2 Análise dos Espetros de FTIR

Para a realização da avaliação do Grau de Conversão das resinas compostas em estudo, considerando diferentes tempos de fotopolimerização, recorreu-se à técnica da espectroscopia de infravermelhos transformada de Fourier (FTIR).

Esta avaliação é baseada na análise de espectros traçados por um espectrofotómetro.

No presente estudo foram desenvolvidos 12 espectros no total, com a correspondência de 1 espectro por cada grupo de estudo. Estes espectros podem ser observados no Anexo 3.

Cada resina em estudo tem uma correspondência de 3 grupos de estudo (Antes da fotopolimerização; Fotopolimerização segundo o fabricante; Nova fotopolimerização de 20 s) e, conseqüentemente, para cada resina temos 3 espectros associados.

Os 3 espectros por resina, uma vez elaborados, foram comparados permitindo a construção de Espetros de Diferença.

Um Espectro de Diferença consiste num novo espectro que é traçado em função de dois outros espectros. Este exprime as variações que se verificam entre as 2 análises e, desta forma, conseguimos identificar pontos significativos em determinados comprimentos de onda que, neste caso, estão relacionados com o processo de conversão que se verifica na matriz de uma resina composta após a polimerização.

Da Figura 15 à Figura 23, podem ser observados os espectros de diferença onde foram identificadas as alterações significativas entre os grupos de estudo das diferentes resinas, as quais justificam a realização do processo de conversão dos monómeros.

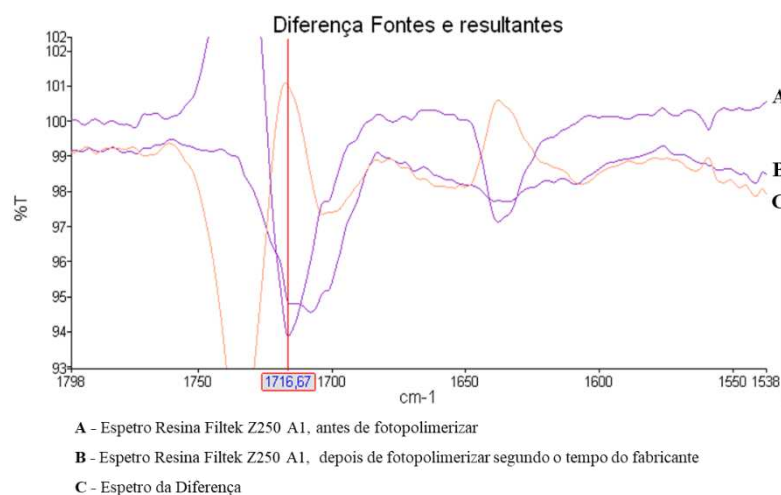


Figura 15. Espectros de FTIR Resina *Filtek*<sup>TM</sup> Z250, na cor A1.

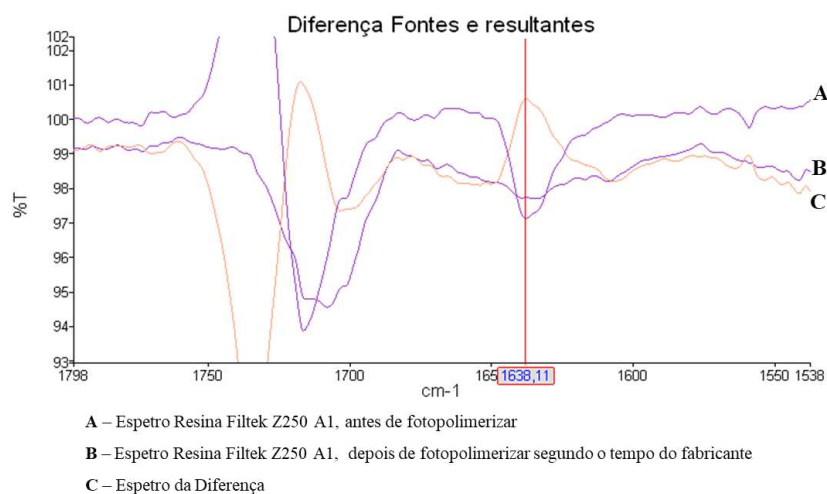


Figura 16. Espectros de FTIR Resina *Filtek*<sup>TM</sup> Z250, na cor A1.

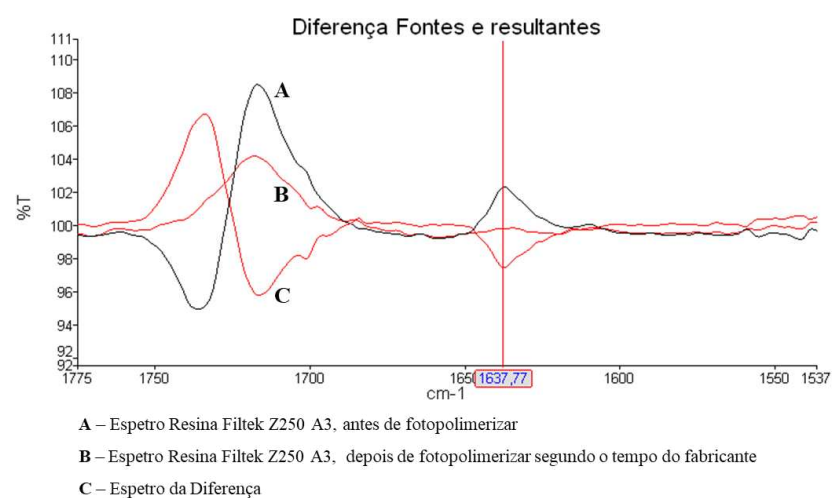
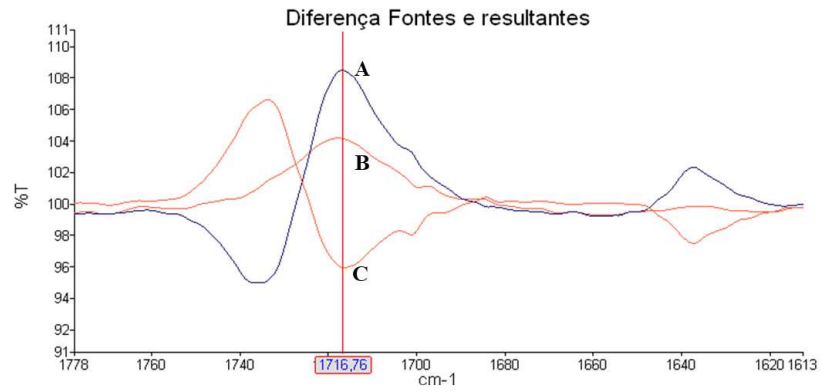
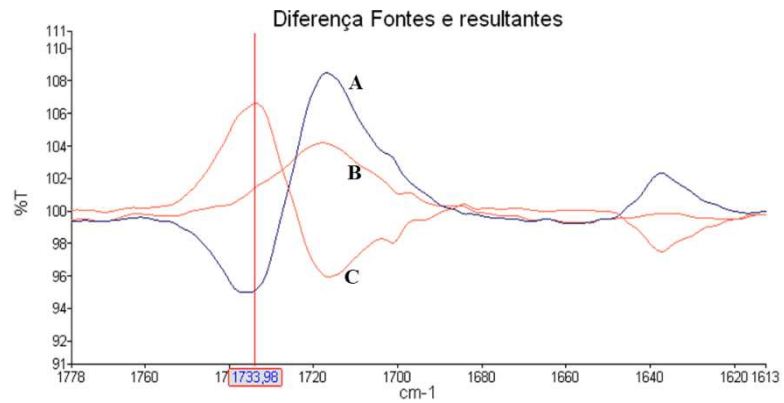


Figura 17. Espectros de FTIR Resina *Filtek*<sup>TM</sup> Z250, na cor A3.



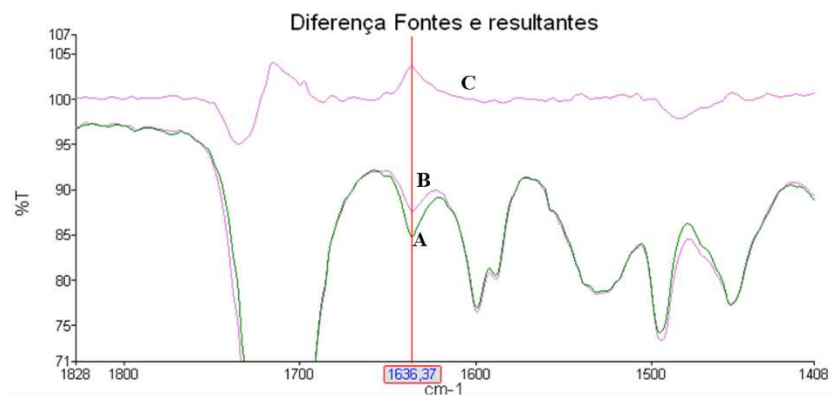
A – Espetro Resina Filtek Z250 A3, antes de fotopolimerizar  
 B – Espetro Resina Filtek Z250 A3, depois de fotopolimerizar segundo o tempo do fabricante  
 C – Espetro da Diferença

**Figura 18.** Espetros de FTIR Resina *Filtek*<sup>TM</sup> Z250, na cor A3.



A – Espetro Resina Filtek Z250 A3, antes de fotopolimerizar  
 B – Espetro Resina Filtek Z250 A3, depois de fotopolimerizar segundo o tempo do fabricante  
 C – Espetro da Diferença

**Figura 19.** Espetros de FTIR Resina *Filtek*<sup>TM</sup> Z250, na cor A3.



A – Espetro Resina Filtek One Bulk Fill A1, antes de fotopolimerizar  
 B – Espetro Resina Filtek One Bulk Fill A1, depois de fotopolimerizar segundo o tempo do fabricante  
 C – Espetro da Diferença

**Figura 20.** Espetros de FTIR Resina *Filtek*<sup>TM</sup> One Bulk Fill, na cor A1.

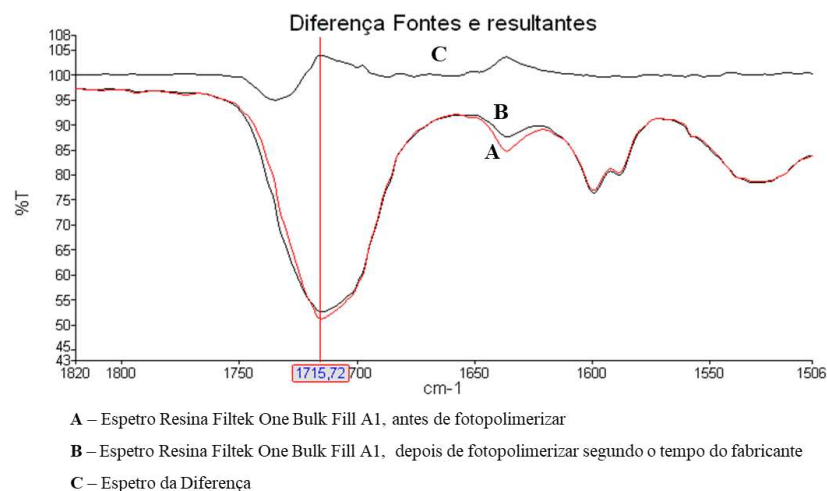


Figura 21. Espectros de FTIR Resina *Filtek*<sup>TM</sup> One Bulk Fill, na cor A1.

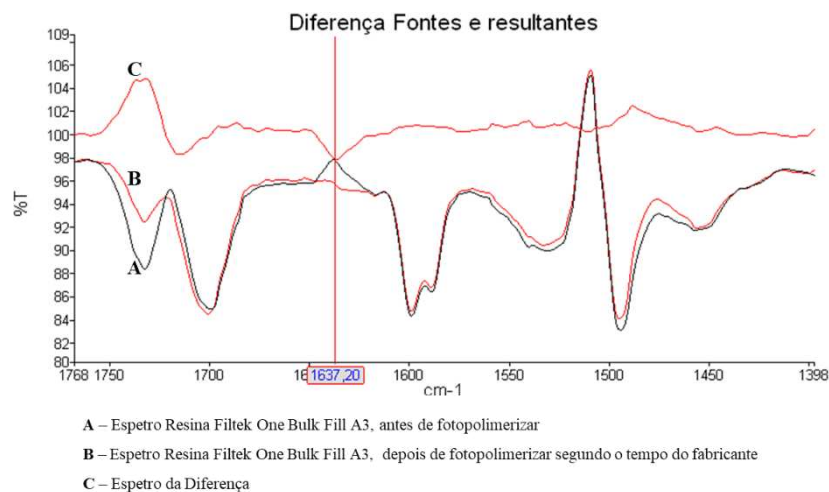


Figura 22. Espectros de FTIR Resina *Filtek*<sup>TM</sup> One Bulk Fill, na cor A3.

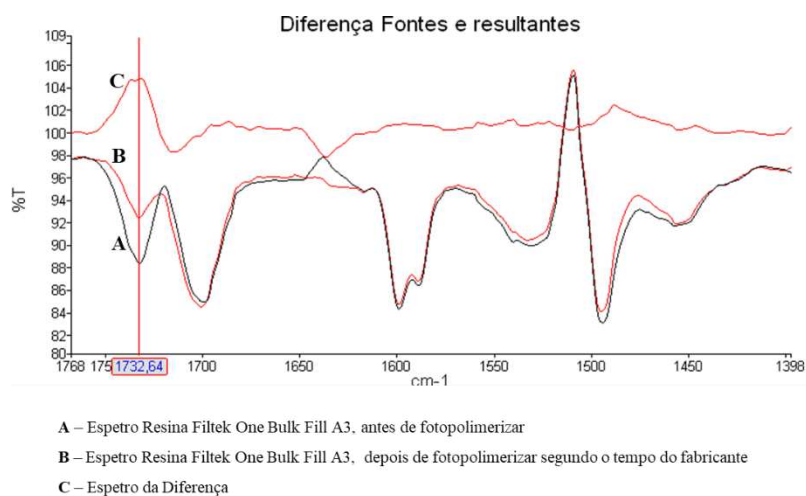


Figura 23. Espectros de FTIR Resina *Filtek*<sup>TM</sup> One Bulk Fill, na cor A3.

Após a realização dos Espetros de Diferença nos vários grupos de estudo, foi possível concluir que o grau de conversão apresenta uma expressão significativa entre os grupos de estudo correspondentes ao momento antes da fotopolimerização quando comparados com os grupos de estudo correspondentes à aplicação da luz fotopolimerizadora (20s) segundo o tempo do fabricante. Os grupos de estudo correspondentes à repetição da fotopolimerização (40s) registaram um aumento no grau de conversão, no entanto, este não foi significativo.

Nesta análise foi ainda possível a identificação dos seguintes pontos de diferença significativos:

1. Na resina Filtek™ Z250, na cor A1, foram identificados pontos de diferença nos comprimentos de onda  $1638,11\text{ cm}^{-1}$  e  $1716,67\text{ cm}^{-1}$ ;
2. Na resina Filtek™ Z250, na cor A3 foram identificados pontos de diferença nos comprimentos de onda  $1637,77\text{ cm}^{-1}$ ,  $1716,76\text{ cm}^{-1}$  e  $1733,98\text{ cm}^{-1}$ ;
3. Na resina Filtek™ One Bulk Fill, na cor A1, foram identificados pontos de diferença nos comprimentos de onda  $1636,37\text{ cm}^{-1}$  e  $1715,72\text{ cm}^{-1}$ ;
4. Na resina Filtek™ One Bulk Fill, na cor A3 foram identificados pontos de diferença nos comprimentos de onde  $1637,20\text{ cm}^{-1}$  e  $1732,64\text{ cm}^{-1}$ .



## E. DISCUSSÃO

Com o evoluir das Sociedades Modernas, a Medicina Dentária, tem vindo a assumir um papel de destaque. Este facto, decorre da preocupação das pessoas com a sua saúde oral associada também a uma estética do sorriso (Demarco et al., 2009).

As resinas compostas, são materiais restauradores amplamente utilizados na prática da Medicina Dentária em todo o mundo, devido às suas qualidades estéticas e físicas distintivas (Poggio et al., 2012).

Com o decorrer do tempo, têm sido realizados esforços no desenvolvimento de resinas compostas, que apresentem propriedades mecânicas ideais, para uso em qualquer área da cavidade oral. Este aperfeiçoamento, incide particularmente na quantidade, morfologia, distribuição, composição química e tamanho das partículas de carga inorgânicas, uma vez, que as propriedades mecânicas dos compósitos dentários, como a dureza e a resistência, estão diretamente relacionadas com a fase dispersa inorgânica das resinas compostas (Beun et al., 2007; Erdemir et al., 2012).

Este trabalho teve por objetivo, o estudo da Microdureza de resinas compostas, uma vez, que a dureza constitui uma das características físicas mais importantes dos materiais restauradores, relacionando-se com a resistência, o limite de proporcionalidade (limite ao qual a tensão aplicada não é mais proporcional ao alongamento, ou seja, o material não apresenta mais linearidade) e a capacidade de abrasão ou desgaste do material. (Briso et al., 2010). Assim, foi testada a microdureza de quatro compósitos: *Filtek™ One Bulk Fill*, nas cores A1 e A3, e *Filtek™ Z250*, também nas cores A1 e A3. Estas quatro resinas compostas, microhíbridas e nanoparticuladas, foram escolhidas com o objetivo de se criar uma amostra representativa dos tipos de resina composta mais recentemente desenvolvidos, e que apresentam uma aplicação clínica abrangente, podendo restaurar dentes tanto do setor anterior, como do posterior (Ferracane, 2011).

A primeira Hipótese Alternativa ( $H1_1$ ), foi validada, visto que, se verificaram diferenças estatisticamente significativas nos valores de Microdureza obtidos quando se considerou a variável “Resina”, associando desta forma os resultados às diferentes composições de resina consideradas no estudo. Segundo a literatura, o aumento do tamanho das partículas de carga, que constituem a fase dispersa inorgânica de uma resina, é responsável pela diminuição da superfície total das partículas, e

consequentemente, da interface entre as partículas de carga e a matriz orgânica. Esta característica, resulta numa menor dispersão da luz na interface, o que melhora, consequentemente, a polimerização das resinas compostas, promovendo um aumento dos valores de Microdureza (Y. Li et al., 1985). Conforme já mencionado anteriormente, para a realização do presente estudo, optou-se por utilizar resinas microhíbridas, com partículas de carga de tamanho variável, entre 0,04 a 1 micrómetro, e resinas nanoparticuladas, as quais possuem partículas na ordem dos 5 aos 100 nanómetros (Ferracane, 2011). Após a obtenção dos valores da Microdureza superficial de cada grupo de estudo, foi possível verificar que os resultados estão de acordo com a literatura, uma vez que as resinas nanoparticuladas (resinas *Filtek™ One Bulk Fill*), que se caracterizam por apresentar partículas de menor dimensão na sua composição quando comparadas com as resinas microhíbridas (resinas *Filtek™ Z250*), estavam associadas a valores menores de microdureza. É ainda possível concluir, que a dureza superficial das resinas *Filtek™ Z250* é superior quando comparada com a das resinas *Filtek™ One Bulk Fill*, uma vez que os valores de Microdureza apresentados pelas primeiras resinas são superiores (Silva et al., 2007). Pode-se também afirmar, que as resinas microhíbridas acabam por ser uma opção mais segura para aplicar em regiões, que estão sujeitas a um maior desgaste e à aplicação de forças mastigatórias de maior intensidade, como é o caso dos dentes posteriores, uma vez que a resistência que lhes é característica, e que está relacionada com a sua microdureza, é superior à das resinas nanoparticuladas (Kelić, 2016).

A cor das resinas compostas, continua a ser um fator de significativa importância a considerar num estudo de microdureza, uma vez que, conforme evidenciado em estudos anteriores, a energia que percorre a amostra durante o processo de fotopolimerização pode sofrer alterações no seu percurso. Esta circunstância, poderá desencadear uma modificação nos valores de microdureza da amostra em análise (Aguilar et al., 2005; Guiraldo et al., 2009).

No estudo em apreço, foram consideradas duas cores diferentes das resinas compostas, A1 e A3. Contudo, a análise estatística descritiva aplicada não foi conclusiva, relativamente ao efeito independente da variável “Cor” nos valores de Microdureza, uma vez que foi impossível dissociar, esta variável da variável “Resina” do estudo. Assim, pode afirmar-se que a variável “Cor” teve uma influência igual à variável “Resina” nos valores de Microdureza.

O processo de polimerização de uma resina composta, é um fator primordial importância nas suas propriedades mecânicas, exercendo assim um papel fundamental no desempenho clínico do material restaurador. Um comprimento de onda adequado, deve ser distribuído uniformemente por toda a área da restauração, a fim de garantir uma taxa de conversão máxima do monômero em polímero, e assim, garantir o sucesso clínico a longo prazo (Santos et al., 2000). No contexto deste estudo, a intensidade do aparelho fotopolimerizador foi monitorizada regularmente com um radiômetro, de forma a garantir que a intensidade da luz permaneceu constante durante todo o trabalho experimental (Bala et al., 2005; Ribeiro et al., 2008).

Para além do comprimento de onda, existem outros fatores cruciais que podem induzir variações nos valores de microdureza. Incluem-se nesses fatores, o tipo de aparelho fotopolimerizador, a sua orientação em relação à amostra, a distância até ao material restaurador e os tempos de fotopolimerização aplicados (Anusavice et al., 2013; Santos et al., 2000). No presente trabalho, optou-se pela utilização de um fotopolimerizador LED com emissão de luz azul, à semelhança dos equipamentos que são utilizados frequentemente, pelos médicos dentistas na sua prática clínica.

Com o objetivo de investigar outro fator que afeta a microdureza, foram aplicados dois tempos de fotopolimerização (20 e 40 segundos). Independentemente da composição, ou cor das resinas utilizadas, todas demonstraram um comportamento consistente de aumento da microdureza à medida que o tempo de fotopolimerização aumentou. Em resumo, a microdureza obtida foi consistentemente superior após a aplicação de um período de fotopolimerização de 40 segundos, em comparação com 20 segundos, o que permitiu confirmar a terceira Hipótese Alternativa (H3) do estudo.

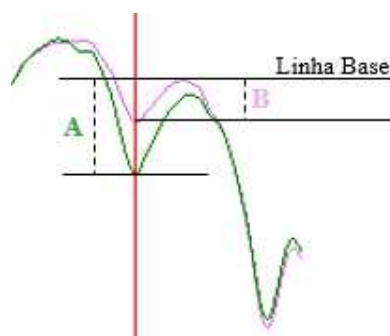
É ainda fundamental destacar que os ensaios de Microdureza apresentam também algumas limitações associadas. A análise da microdureza enfrenta desafios na sua padronização, especialmente no que concerne à polimerização das amostras. Estes desafios decorrem das variações nas condições laboratoriais, como a humidade, a temperatura, o operador, a quantidade e o tipo de luz utilizada. Adicionalmente, simular de forma precisa o desempenho intraoral das resinas compostas também é um processo que se revela complexo. Outra limitação encontrada nestes testes está relacionada com a utilização de áreas de dimensões reduzidas, o que poderá não ser representativo da dureza média do material restaurador. Por outro lado, qualquer

contaminação, riscos ou irregularidades na superfície da amostra podem afetar a medição desta propriedade mecânica. (Huysmans et al., 1996; Palin et al., 2018; Walker et al., 2006).

No decorrer da análise estatística descritiva, foi identificada uma limitação relacionada com a incapacidade de dissociar a variável "Cor" da variável "Resina" durante a análise estatística descritiva. Considerando este facto, seria interessante, em estudos futuros, criar uma alternativa com vista a promover a avaliação do impacto do fator "Cor" de forma independente.

No âmbito desta investigação, foi também realizada a análise do grau de conversão, através da aplicação da técnica de espectroscopia de infravermelhos transformada de Fourier (FTIR). Esta técnica, é empregue com a finalidade de determinar o grau de conversão, a partir da proporção da concentração de ligações duplas, que se verificam ao nível dos componentes de uma resina composta, nas fases anterior e posterior, ao processo de polimerização (Marovic et al., 2013).

Após a análise dos espectros dos diversos grupos de estudo, foi possível ainda identificar variações em números de onda específicos, o que sugere a conversão dos monómeros, presentes na composição da resina, em polímeros. Assim, foi possível constatar, por observação direta dos espectros, que o grau de conversão foi alcançado em, pelo menos, 50% da amostra. Desta forma, fica validada a Hipótese Alternativa associada ao estudo do grau de conversão. Essa constatação baseia-se na relação entre os picos das funções correspondentes aos espectros dos diferentes grupos de estudo, conforme exemplificado na figura seguinte.



**Figura 24.** Cálculo do Grau de Conversão (GC). O grau de conversão pode ser calculado a partir da aplicação da seguinte fórmula:  $B (\%) = 100 \times B/A$ , em que A é o espectro da resina não polimerizada e B é o espectro da resina polimerizada. A linha base representa o valor 0%.

Durante o estudo, foi ainda possível a identificação de pontos de diferença significativos entre os espectros de diferentes grupos de estudo, perto dos valores de

números de onda correspondentes às ligações duplas C=C ( $1638\text{ cm}^{-1}$ ) e às ligações duplas C=O ( $1730\text{ cm}^{-1}$ ) (Neves et al., 2002).

Além da associação do número de onda  $1638\text{ cm}^{-1}$  às ligações duplas de carbono, este número de onda, também se encontra relacionado com a presença de dimetacrilatos, que muitas vezes, integram as composições das resinas compostas (Sideridou et al., 2002). No caso desta investigação, a presença deste valor foi extensível a todas as resinas em estudo.

Outro fator que influenciou o grau de conversão, foi a aplicação de diferentes tempos de fotopolimerização. Concluiu-se que, quanto maior o tempo de polimerização aplicado, maior foi o grau de conversão observado. No entanto, a diferença entre os grupos correspondentes ao momento antes da fotopolimerização e aqueles associados a uma fotopolimerização de acordo com o tempo recomendado pelo fabricante (20 s) foi significativa. Foi ainda realizado um segundo ciclo de fotopolimerização, resultando em quatro grupos de estudo com um tempo total de aplicação da luz de 40 s. Contudo, não se verificaram diferenças significativas entre os grupos de 20 s e os grupos de 40 s. A pequena diferença observada pode ser explicada, pelo facto de, durante a progressão da reação de polimerização, a taxa de polimerização diminuir rapidamente, à medida que a rigidez do material limita a mobilidade dos monómeros remanescentes e das cadeias poliméricas em crescimento, mesmo existindo um aumento da densidade total de energia (Calheiros et al., 2008).

No que diz respeito à análise do grau de conversão, uma limitação que se verificou relaciona-se com o facto de esta análise ter sido realizada tendo em conta apenas uma espessura para cada resina composta, pelo que acaba por não ser conclusiva a avaliação da polimerização em profundidade, facto que se considera relevante, no desempenho clínico de uma resina.



## F. CONCLUSÕES

A investigação das propriedades mecânicas das resinas compostas, desempenha um papel de extrema importância na garantia da qualidade e longevidade das restaurações dentárias. Adicionalmente, contribui significativamente para o aperfeiçoamento contínuo desses materiais, de modo a satisfazer as necessidades clínicas dos pacientes.

Considerando as limitações associadas ao presente trabalho experimental, podemos concluir que:

1. A Microdureza foi significativamente influenciada pelas variáveis “Tempo” e “Resina”. Não foi possível dissociar a variável “Cor” da “Resina”, como tal, pode concluir-se que o seu efeito foi igual ao da variável “Resina”.
2. A composição da resina foi a variável que teve uma maior influência nos resultados da Microdureza.
3. O grau de conversão foi realizado em pelo menos 50% da amostra após uma fotopolimerização de 20s.
4. O aumento do tempo de fotopolimerização levou ao aumento do grau de conversão, contudo, esta diferença não foi significativa.

Desta forma, a microdureza é uma propriedade mecânica das resinas compostas influenciada tanto pelas características das partículas inorgânicas presentes na sua composição, como pela matriz orgânica que a compõe. Além disso, é crucial que o processo de fotopolimerização ocorra dentro de um período de tempo adequado e, que o fotopolimerizador esteja posicionado corretamente (preferencialmente numa posição perpendicular à restauração) e a uma distância o mais próxima possível da resina.

Todavia, a otimização do grau de conversão durante o processo de polimerização é essencial para garantir que a resina composta tenha as propriedades mecânicas desejadas, contribuindo desta forma para o sucesso das restaurações.



## **G. PERSPETIVAS FUTURAS**

As perspetivas futuras de estudos sobre a microdureza em resinas compostas, continuarão a ser um campo importante de pesquisa, à medida que os avanços tecnológicos e a demanda por materiais dentários de alta qualidade impulsionam a necessidade de um entendimento mais profundo e abrangente desses materiais.

Uma das limitações observadas no presente estudo, decorre da impossibilidade de dissociar a variável “Cor”, da variável “Composição” da resina durante a análise estatística da propriedade mecânica da Microdureza. Seria por isso interessante, a realização de um estudo futuro sobre este aspeto, como forma de complementar esta investigação.

No que diz respeito ao grau de conversão, uma das questões que fica em aberto está relacionada com as variações que esta propriedade pode apresentar com o aumento da espessura do material restaurador, uma vez que, no estudo em questão esta propriedade das amostras foi constante. Seria vantajoso realizar uma avaliação do grau de conversão em diferentes espessuras, com a finalidade de ser estudada a sua variação em profundidade.

Para concluir, a condução de um estudo com o propósito de estabelecer uma relação entre distintas intensidades luminosas dos fotopolimerizadores e a sua influência nas propriedades mecânicas das resinas compostas, como por exemplo na microdureza e no grau de conversão, revelaria dados de relevância significativa no que concerne à maximização do desempenho clínico destes materiais restauradores.



## H. BIBLIOGRAFIA

3M™ Oral Care. (2016). 3M™ Filtek™ One Resina Bulk Fill Restorative: Technical Data Sheet, St. Paul, MN, EUA.

3M™ Oral Care. (2022). 3M™ Filtek™ Z250 Universal Restorative: Technical Data Sheet, St. Paul, MN, EUA.

Aguiar, F. H. B., Braceiro, A. T. B., Ambrosano, G. M. B., & Lovadino, J. R. (2005). Hardness and diametral tensile strength of a hybrid composite resin polymerized with different modes and immersed in ethanol or distilled water media. *Dental Materials: Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 21(12), 1098–1103. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2004.11.010>

Alzraikat, H., Burrow, M., Maghaireh, G., & Taha, N. (2018). Nanofilled Resin Composite Properties and Clinical Performance: A Review. *Operative Dentistry*, 43(4), E173–E190. <https://doi.org/10.2341/17-208-T>

Aminoroaya, A., Esmaeely Neisiany, R., Nouri Khorasani, S., Panahi, P., Das, O., & Ramakrishna, S. (2020). A Review of Dental Composites: Methods of Characterizations. *ACS Biomaterials Science & Engineering*, 6(7), 3713–3744. <https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.0c00051>

Angerame, D., & De Biasi, M. (2018). Do Nanofilled/Nanohybrid Composites Allow for Better Clinical Performance of Direct Restorations Than Traditional Microhybrid Composites? A Systematic Review. *Operative Dentistry*, 43(4), E191–E209. <https://doi.org/10.2341/17-212-L>

Aytac, F., Karaarslan, E. S., Agaccioglu, M., Tastan, E., Buldur, M., & Kuyucu, E. (2016). Effects of Novel Finishing and Polishing Systems on Surface Roughness and Morphology of Nanocomposites: Effects of Novel Finishing and Polishing Systems. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 28(4), 247–261. <https://doi.org/10.1111/jerd.12215>

Azul, A. M., Polido, M., & De Oliveira, E. F. L. (2012). I-1. ESTUDO DE NOVAS RESINAS COMPOSTAS: MICRODUREZA E PROFUNDIDADE DE POLIMERIZAÇÃO. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*, 53, e1. [https://doi.org/10.1016/S1646-2890\(12\)60001-6](https://doi.org/10.1016/S1646-2890(12)60001-6)

Bala, O., Olmez, A., & Kalayci, S. (2005). Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. *Journal of Oral Rehabilitation*, 32(2), 134–140. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2842.2004.01399.x>

Beun, S., Glorieux, T., Devaux, J., Vreven, J., & Leloup, G. (2007). Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dental Materials*, 23(1), 51–59. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.12.003>

Briso, A. L. F., Tuñas, I. T. C., de Almeida, L. C. A. G., Rahal, V., & Ambrosano, G. M. B. (2010). Effects of five carbamide peroxide bleaching gels on composite resin microhardness. *Acta Odontologica Latinoamericana: AOL*, 23(1), 27–31.

Calheiros, F. C., Daronch, M., Rueggeberg, F. A., & Braga, R. R. (2008). Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system. *Dental Materials*, 24(9), 1164–1168. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.01.006>

Chang, M.-C., Lin, L.-D., Chuang, F.-H., Chan, C.-P., Wang, T.-M., Lee, J.-J., Jeng, P.-Y., Tseng, W.-Y., Lin, H.-J., & Jeng, J.-H. (2012). Carboxylesterase expression in human dental pulp cells: Role in regulation of BisGMA-induced prostanoid production and cytotoxicity. *Acta Biomaterialia*, 8(3), 1380–1387. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2011.09.011>

Chen, M.-H. (2010). Update on Dental Nanocomposites. *Journal of Dental Research*, 89(6), 549–560. <https://doi.org/10.1177/0022034510363765>

Chesterman, J., Jowett, A., Gallacher, A., & Nixon, P. (2017). Bulk-fill resin-based composite restorative materials: A review. *British Dental Journal*, 222(5), 337–344. <https://doi.org/10.1038/sj.bdj.2017.214>

Chuenarrom, C., Benjakul, P., & Daosodsai, P. (2009). Effect of indentation load and time on knoop and vickers microhardness tests for enamel and dentin. *Materials Research, 12*(4), 473–476. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392009000400016>

Cramer, N. B., Stansbury, J. W., & Bowman, C. N. (2011). Recent Advances and Developments in Composite Dental Restorative Materials. *Journal of Dental Research, 90*(4), 402–416. <https://doi.org/10.1177/0022034510381263>

Demarco, F. F., Meireles, S. S., & Masotti, A. S. (2009). Over-the-counter whitening agents: A concise review. *Brazilian Oral Research, 23*(suppl 1), 64–70. <https://doi.org/10.1590/S1806-83242009000500010>

Erdemir, U., Sancakli, H. S., & Yildiz, E. (2012). The effect of one-step and multi-step polishing systems on the surface roughness and microhardness of novel resin composites. *European Journal of Dentistry, 6*(2), 198–205.

Feilzer, A. J., & Dauvillier, B. S. (2003). Effect of TEGDMA/Bis-GMA Ratio on Stress Development and Viscoelastic Properties of Experimental Two-paste Composites. *Journal of Dental Research, 82*(10), 824–828. <https://doi.org/10.1177/154405910308201012>

Feilzer, A. J., De Gee, A. J., & Davidson, C. L. (1988). Curing contraction of composites and glass-ionomer cements. *The Journal of Prosthetic Dentistry, 59*(3), 297–300. [https://doi.org/10.1016/0022-3913\(88\)90176-X](https://doi.org/10.1016/0022-3913(88)90176-X)

Ferracane, J. L. (1985). Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dental Materials: Official Publication of the Academy of Dental Materials, 1*(1), 11–14. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(85\)80058-0](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(85)80058-0)

Ferracane, J. L. (1994). Elution of leachable components from composites. *Journal of Oral Rehabilitation, 21*(4), 441–452. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2842.1994.tb01158.x>

Ferracane, J. L. (2011). Resin composite—State of the art. *Dental Materials, 27*(1), 29–38. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.020>

Flury, S., Peutzfeldt, A., & Lussi, A. (2014). Influence of increment thickness on microhardness and dentin bond strength of bulk fill resin composites. *Dental Materials*, 30(10), 1104–1112. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.07.001>

Garoushi, S., Vallittu, P., Shinya, A., & Lassila, L. (2016). Influence of increment thickness on light transmission, degree of conversion and micro hardness of bulk fill composites. *Odontology*, 104(3), 291–297. <https://doi.org/10.1007/s10266-015-0227-0>

Greig, V. (2012). Craig's restorative dental materials, 13th edition. *British Dental Journal*, 213(2), 90–90. <https://doi.org/10.1038/sj.bdj.2012.659>

Guiraldo, R. D., Consani, S., Consani, R. L. X., Berger, S. B., Mendes, W. B., & Sinhoreti, M. A. C. (2009). Light energy transmission through composite influenced by material shades. *The Bulletin of Tokyo Dental College*, 50(4), 183–190. <https://doi.org/10.2209/tdcpublication.50.183>

Huysmans, M. C., van der Varst, P. G., Lautenschlager, E. P., & Monaghan, P. (1996). The influence of simulated clinical handling on the flexural and compressive strength of posterior composite restorative materials. *Dental Materials: Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 12(2), 116–120. [https://doi.org/10.1016/s0109-5641\(96\)80078-9](https://doi.org/10.1016/s0109-5641(96)80078-9)

Ilie, N., Hilton, T. J., Heintze, S. D., Hickel, R., Watts, D. C., Silikas, N., Stansbury, J. W., Cadenaro, M., & Ferracane, J. L. (2017). Academy of Dental Materials guidance—Resin composites: Part I—Mechanical properties. *Dental Materials*, 33(8), 880–894. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.04.013>

Júnior, P. C. de M., Cardoso, R. M., Magalhães, B. G., Guimarães, R. P., Silva, C., & Beatrice, L. (2011). Selecting correctly the composite resins. *International Journal of Dentistry*, 10(2), 91–96.

Kahler, B., Kotousov, A., & Swain, M. V. (2008). On the design of dental resin-based composites: A micromechanical approach. *Acta Biomaterialia*, 4(1), 165–172. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2007.06.011>

Kelić, K. (2016). MICROHARDNESS OF BULK-FILL COMPOSITE MATERIALS. *ACTA CLINICA CROATICA*, 607–613. <https://doi.org/10.20471/acc.2016.55.04.11>

Khurshid, Z., Zafar, M., Qasim, S., Shahab, S., Naseem, M., & AbuReqaiba, A. (2015). Advances in Nanotechnology for Restorative Dentistry. *Materials*, 8(2), 717–731. <https://doi.org/10.3390/ma8020717>

Leite, D. D. O., & Prado, R. J. (2012). Espectroscopia no infravermelho: Uma apresentação para o Ensino Médio. *Revista Brasileira de Ensino de Física*, 34(2). <https://doi.org/10.1590/S1806-11172012000200015>

Li, J., Zhang, X.-H., Cui, B.-C., Lin, Y.-H., Deng, X.-L., Li, M., & Nan, C.-W. (2017). Mechanical performance of polymer-infiltrated zirconia ceramics. *Journal of Dentistry*, 58, 60–66. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2017.01.008>

Li, Y., Swartz, M. L., Phillips, R. W., Moore, B. K., & Roberts, T. A. (1985). Materials Science Effect of Filler Content and Size on Properties of Composites. *Journal of Dental Research*, 64(12), 1396–1403. <https://doi.org/10.1177/00220345850640121501>

Lima, R. B. W., Troconis, C. C. M., Moreno, M. B. P., Murillo-Gómez, F., & De Goes, M. F. (2018). Depth of cure of bulk fill resin composites: A systematic review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 30(6), 492–501. <https://doi.org/10.1111/jerd.12394>

Lira, R. Q. N., Lemos, M. V. S., Mendes, T. A. D., Neri, J. R., Mdendonça, J. S., & Santiago, S. L. (2019). Avaliação do efeito de técnicas de acabamento e polimento na rugosidade superficial de resinas compostas. *Journal of Health & Biological Sciences*, 7(2(Abr-Jun)), 197–203. <https://doi.org/10.12662/2317-3076jhbs.v7i2.2390.p197-203.2019>

Marghalani, H. Y. (2010). Post-irradiation vickers microhardness development of novel resin composites. *Materials Research*, 13(1), 81–87. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392010000100017>

Marovic, D., Panduric, V., Tarle, Z., Ristic, M., Sariri, K., Demoli, N., Klaric, E., Jankovic, B., & Prskalo, K. (2013). Degree of conversion and microhardness of dental composite resin materials. *Journal of Molecular Structure*, *1044*, 299–302. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2012.10.062>

Mitra, S. B., Wu, D., & Holmes, B. N. (2003). An application of nanotechnology in advanced dental materials. *The Journal of the American Dental Association*, *134*(10), 1382–1390. <https://doi.org/10.14219/jada.archive.2003.0054>

Neto, J. M. D. A. E. S., Da Silva, L. E. E., Souza, C. C. B., Pereira, N. E. D. C., & De Mendonça, I. C. G. (2021). Utilização de resinas compostas em dentes anteriores. *Revista Eletrônica Acervo Saúde*, *13*(2), e6583. <https://doi.org/10.25248/reas.e6583.2021>

Neves, A. D., Discacciati, J. A. C., Oréfice, R. L., & Jansen, W. C. (2002). Correlação entre grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico em compósitos. *Pesquisa Odontológica Brasileira*, *16*(4), 349–354. <https://doi.org/10.1590/S1517-74912002000400012>

Nunes, O. B. C., Abreu, P. H., Nunes, N. A., & Ramalho, H. S. (2011). Infiltração Marginal de Resinas Compostas: Micropartícula, Microhíbrida e Nanohíbrida. *Revista da Faculdade de Odontologia de Lins*, *21*(1), 25–38. <https://doi.org/10.15600/2238-1236/fol.v21n1p25-38>

Palin, W. M., Leprince, J. G., & Hadis, M. A. (2018). Shining a light on high volume photocurable materials. *Dental Materials*, *34*(5), 695–710. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.02.009>

Patricio, S., Capenakas, G., & Hanashiro, F. S. (2008). *Degree of polymerization with LED and halogen light*. *26*(1), 95–104.

Peutzfeldt, A. (1997). Resin composites in dentistry: The monomer systems. *European Journal of Oral Sciences*, *105*(2), 97–116. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.1997.tb00188.x>

Poggio, C., Lombardini, M., Gaviati, S., & Chiesa, M. (2012). Evaluation of Vickers hardness and depth of cure of six composite resins photo-activated with different

polymerization modes. *Journal of Conservative Dentistry*, 15(3), 237.  
<https://doi.org/10.4103/0972-0707.97946>

Poskus, L. (2004). Influence of placement techniques on Vickers and Knoop hardness of class II composite resin restorations. *Dental Materials*, 20(8), 726–732.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2003.10.006>

Puckett, A. D., Fitchie, J. G., Kirk, P. C., & Gamblin, J. (2007). Direct Composite Restorative Materials. *Dental Clinics of North America*, 51(3), 659–675.  
<https://doi.org/10.1016/j.cden.2007.04.003>

Reis, A. F., Vestphal, M., Amaral, R. C. D., Rodrigues, J. A., Roulet, J.-F., & Roscoe, M. G. (2017). Efficiency of polymerization of bulk-fill composite resins: A systematic review. *Brazilian Oral Research*, 31(suppl 1). <https://doi.org/10.1590/1807-3107bor-2017.vol31.0059>

Ribeiro, J. C. R., Gomes, P. N., Moysés, M. R., Dias, S. C., Pereira, L. J., & Ribeiro, J. G. R. (2008). Shear strength evaluation of composite–composite resin associations. *Journal of Dentistry*, 36(5), 326–330.  
<https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.01.015>

Roy, S., & Basu, B. (2010). Hardness properties and microscopic investigation of crack–crystal interaction in SiO<sub>2</sub>–MgO–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–K<sub>2</sub>O–B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–F glass ceramic system. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 21(1), 109–122.  
<https://doi.org/10.1007/s10856-009-3853-7>

Ruyter, I. E., & Øysaed, H. (1987). Composites for use in posterior teeth: Composition and conversion: COMPOSITES-COMPOSITION AND CONVERSION. *Journal of Biomedical Materials Research*, 21(1), 11–23.  
<https://doi.org/10.1002/jbm.820210107>

Sadat-Shojai, M., Atai, M., Nodehi, A., & Khanlar, L. N. (2010). Hydroxyapatite nanorods as novel fillers for improving the properties of dental adhesives: Synthesis and application. *Dental Materials*, 26(5), 471–482.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.01.005>

Santos, L. A., Turbino, M. L., Youssef, M. N., & Matson, E. (2000). Microdureza de resina composta: Efeito de aparelhos e tempos de polimerização em diferentes profundidades. *Pesquisa Odontológica Brasileira*, 14(1), 65–70. <https://doi.org/10.1590/S1517-74912000000100012>

Sideridou, I., Tserki, V., & Papanastasiou, G. (2002). Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*, 23(8), 1819–1829. [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(01\)00308-8](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(01)00308-8)

Silva, R. C., Zuanon, A. C. C., Esberard, R. R., Candido, M. S. M., & Machado, J. S. (2007). In vitro microhardness of glass ionomer cements. *Journal of Materials Science. Materials in Medicine*, 18(1), 139–142. <https://doi.org/10.1007/s10856-006-0672-y>

Suliman, A.-H., Boyer, D. B., & Lakes, R. S. (1994). Polymerization shrinkage of composite resins: Comparison with tooth deformation. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 71(1), 7–12. [https://doi.org/10.1016/0022-3913\(94\)90247-X](https://doi.org/10.1016/0022-3913(94)90247-X)

Tauböck, T. T., Tarle, Z., Marovic, D., & Attin, T. (2015). Pre-heating of high-viscosity bulk-fill resin composites: Effects on shrinkage force and monomer conversion. *Journal of Dentistry*, 43(11), 1358–1364. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.07.014>

Thongbai-on, N., Chotvorrarak, K., Banomyong, D., Burrow, M. F., Osiri, S., & Pattaravisitsate, N. (2019). Fracture resistance, gap and void formation in root-filled mandibular molars restored with bulk-fill resin composites and glass-ionomer cement base. *Journal of Investigative and Clinical Dentistry*, 10(4), e12435. <https://doi.org/10.1111/jicd.12435>

Walker, M. P., Haj-Ali, R., Wang, Y., Hunziker, D., & Williams, K. B. (2006). Influence of environmental conditions on dental composite flexural properties. *Dental Materials: Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 22(11), 1002–1007. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.11.023>

Yadav, R., & Kumar, M. (2019). Dental restorative composite materials: A review. *Journal of Oral Biosciences*, 61(2), 78–83. <https://doi.org/10.1016/j.job.2019.04.001>

Yadav, R., & Kumar, M. (2020). Investigation of the physical, mechanical and thermal properties of nano and microsized particulate-filled dental composite material. *Journal of Composite Materials*, 54(19), 2623–2633. <https://doi.org/10.1177/0021998320902212>

Yadav, R., Lee, H., Lee, J.-H., Singh, R. K., & Lee, H.-H. (2023). A comprehensive review: Physical, mechanical, and tribological characterization of dental resin composite materials. *Tribology International*, 179, 108102. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2022.108102>

Yadav, R., & Meena, A. (2022a). Comparative investigation of tribological behavior of hybrid dental restorative composite materials. *Ceramics International*, 48(5), 6698–6706. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.11.220>

Yadav, R., & Meena, A. (2022b). Mechanical and two-body wear characterization of micro-nano ceramic particulate reinforced dental restorative composite materials. *Polymer Composites*, 43(1), 467–482. <https://doi.org/10.1002/pc.26391>



# I. ANEXOS

## Anexo 1. Resultados da Microdureza de Vickers

Resina Z250 A1 TF G1	VHN_C		VHN_N		VHN_S		VHN_E		VHN_O		VHN-H	VHN-V	d (mm)	HV
	H	V	H	V	H	V	H	V	H	V				
R Z250 A1_G1_E1	286,64	285,41	287,90	289,45	293,13	292,09	290,14	290,24	287,23	289,19	289,01	289,28	0,289	24,9185
R Z250 A1_G1_E2	284,19	283,06	288,99	290,90	290,59	288,41	280,38	281,13	292,62	285,75	287,35	285,85	0,287	25,3622
R Z250 A1_G1_E3	282,68	276,62	278,76	279,39	281,35	279,72	275,04	278,99	267,23	269,38	277,01	276,82	0,277	27,1674
R Z250 A1_G1_E4	276,41	270,80	275,94	274,12	282,89	280,86	283,63	284,12	285,66	283,92	280,91	278,76	0,280	26,6036
R Z250 A1_G1_E5	271,76	270,61	284,70	276,17	291,51	287,30	283,72	280,42	276,35	273,06	281,61	277,51	0,280	26,6560

Resina Z250 A1 TF+20 G2	VHN_C		VHN_N		VHN_S		VHN_E		VHN_O		VHN-H	VHN-V	d (mm)	HV
	H	V	H	V	H	V	H	V	H	V				
RZ250 A1_G2_E1	279,26	278,87	280,71	281,51	283,00	285,18	279,32	282,26	282,75	280,03	281,01	281,57	0,281	26,3299
RZ250 A1_G2_E2	277,22	276,67	279,67	281,62	279,31	285,16	283,13	280,86	278,54	277,91	279,57	280,44	0,280	26,5706
RZ250 A1_G2_E3	279,58	279,95	277,27	279,84	284,04	285,74	278,29	281,37	279,68	281,23	279,77	281,63	0,281	26,4401
RZ250 A1_G2_E4	275,15	271,18	275,50	274,66	273,57	274,48	274,22	275,82	277,70	276,07	275,23	274,44	0,275	27,5804
RZ250 A1_G2_E5	267,51	269,51	269,61	272,36	269,10	267,76	270,08	274,19	270,21	267,36	269,30	270,24	0,270	28,6260

Resina Z250 A3 TF G3	VHN_C		VHN_N		VHN_S		VHN_E		VHN_O		VHN-H	VHN-V	d (mm)	HV
	H	V	H	V	H	V	H	V	H	V				
RZ250 A3_G3_E1	281,83	284,36	279,09	273,35	277,61	278,43	278,43	277,73	279,39	277,57	279,27	278,29	0,279	26,8056
RZ250 A3_G3_E2	279,21	273,31	276,59	278,49	270,59	273,34	282,21	269,27	277,03	274,59	277,13	273,80	0,275	27,4548
RZ250 A3_G3_E3	280,78	283,79	275,6	278,76	273,07	264,2	284,08	283,47	292,11	296,96	281,13	281,44	0,281	26,3306
RZ250 A3_G3_E4	302,12	286,56	294,75	295,56	303,45	305,01	309,34	307,38	295,88	295,76	301,11	298,05	0,300	23,2122
RZ250 A3_G3_E5	292,08	286,38	289,05	291,49	293,92	293,93	289,79	288,51	295,97	297,39	292,16	291,54	0,292	24,4581

Resina Z250 A3 TF+20 G4	VHN_C		VHN_N		VHN_S		VHN_E		VHN_O		VHN-H	VHN-V	d (mm)	HV
	H	V	H	V	H	V	H	V	H	V				
RZ250 A3_G4_E1	283,61	281,94	276,11	267,53	280,38	282,88	277,57	275,16	293,03	285,21	282,14	278,54	0,280	26,5075
RZ250 A3_G4_E2	279,81	278,31	276,93	274,45	279,87	281,56	275,85	273,64	282,11	279,04	278,91	277,40	0,278	26,9256
RZ250 A3_G4_E3	275,54	271,08	278,62	277,74	280,79	278,82	273,36	274,28	284,04	280,43	278,47	276,47	0,277	27,0591
RZ250 A3_G4_E4	269,7	268,73	272,97	274,34	270,96	272,72	273,82	273,4	277,16	278,74	272,92	273,59	0,273	27,9005
RZ250 A3_G4_E5	275,06	273,54	281,2	281,39	276,7	273,58	278,72	278,03	283,19	282,01	278,97	277,71	0,278	26,8898

Resina BF A1 TF G5	VHN_C		VHN_N		VHN_S		VHN_E		VHN_O		VHN-H	VHN-V	d (mm)	HV
	H	V	H	V	H	V	H	V	H	V				
R1_G5_E1	361,59	361,21	382,77	381,23	392,37	388,66	367,38	366,12	367,66	364,28	374,39	372,30	0,373	14,9458
R1_G5_E2	353,74	352,64	362,41	361,62	354,27	351,24	360,24	358,59	358,13	350,17	357,76	354,85	0,356	16,4097
R1_G5_E3	341,56	347,07	351,23	354,97	344,39	350,73	333,31	351,08	347	341,25	347,50	349,02	0,348	17,1767
R1_G5_E4	342,79	334,09	341,17	342,2	340,04	336,73	339,55	340,37	337,82	346,5	340,27	339,98	0,340	18,0080
R1_G5_E5	329,89	333,17	342,58	340,18	335,06	335,39	338,62	340,31	335,74	335,54	336,38	336,92	0,337	18,3820

Resina BF A1 TF+20 G6	VHN_C		VHN_N		VHN_S		VHN_E		VHN_O		VHN-H	VHN-V	d (mm)	HV
	H	V	H	V	H	V	H	V	H	V				
R1_G6_E1	328,21	326,61	309,61	301,04	341,11	343,11	325,58	325,95	334,68	330,92	327,84	325,53	0,327	19,5207
R1_G6_E2	328,26	329,91	332,89	332,26	336,92	328,02	335,73	328,21	332,02	328,15	333,16	329,31	0,331	18,9875
R1_G6_E3	333,53	332,23	328,2	325,69	330,18	323,88	329,89	329,27	342,01	342,92	332,76	330,80	0,332	18,9254
R1_G6_E4	334,74	331,09	336,7	335,35	329,88	328,3	341,06	338,3	332,51	317,82	334,98	330,17	0,333	18,8350
R1_G6_E5	323,12	324,7	330,57	326,59	324,69	325,97	330,91	327,88	324,83	326,62	326,82	326,35	0,327	19,5319

Resina BF A3 TF G7	VHN_C		VHN_N		VHN_S		VHN_E		VHN_O		VHN-H	VHN-V	d (mm)	HV
	H	V	H	V	H	V	H	V	H	V				
R2_G1_E1	336,37	337,82	367,21	369,41	343,18	344,72	340,42	340,51	367,72	368,46	330,98	332,18	0,352	16,8336
R2_G1_E2	350,86	346,92	373,98	372,77	354,69	349,77	356,7	363,81	345,98	341,46	356,44	354,95	0,356	16,4661
R2_G1_E3	337,05	334,02	339,79	338,14	353,12	352,46	332,26	329,62	360,14	358,13	344,47	342,47	0,345	17,6587
R2_G1_E4	330,79	328,97	368,72	367,17	335,05	332,77	333,19	352,24	338,62	329,3	345,27	342,09	0,344	17,6373
R2_G1_E5	322,24	321,47	349,83	348,74	325,01	322,83	330,37	333,7	331,93	329,12	331,88	331,17	0,332	18,9546

Resina BF A3 TF+20 G8	VHN_C		VHN_N		VHN_S		VHN_E		VHN_O		VHN-H	VHN-V	d (mm)	HV
	H	V	H	V	H	V	H	V	H	V				
R2_G2_E1	345,67	349,39	371,23	367,73	330,14	365,06	351,83	360,53	360,83	363,31	351,94	361,20	0,357	16,3852
R2_G2_E2	333,02	335,38	352,57	351,2	339,94	349,18	344,35	346,02	342,13	340,47	342,40	344,45	0,343	17,6636
R2_G2_E3	327,75	318,75	339,21	352,53	327,98	345,04	359,9	318,03	348,03	367,2	340,57	340,31	0,340	17,9746
R2_G2_E4	365,84	329,5	330,19	323,86	323,86	357,69	357,69	342,31	340,9	327,86	343,70	336,24	0,340	18,0245
R2_G2_E5	327,87	328,16	328,16	300,8	334,3	331,94	337,32	339,43	341,13	334,23	333,76	326,91	0,330	19,0914

Legenda	
VHN_C	Localização da identificação ao Centro
VHN_N	Localização da identificação a Norte
VHN_S	Localização da identificação a Sul
VHN_E	Localização da identificação a Oeste
VHN_O	Localização da identificação a Este

## Anexo 2. Estatística descritiva da microdureza de Vickers

### Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable: Microdureza

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.	Partial Eta Squared
Corrected Model	763.271 <sup>a</sup>	7	109.039	95.925	<.001	.955
Intercept	19679.433	1	19679.433	17312.742	<.001	.998
Resina	743.921	3	247.974	218.152	<.001	.953
Tempo	14.771	1	14.771	12.994	.001	.289
Resina * Tempo	4.580	3	1.527	1.343	.278	.112
Error	36.374	32	1.137			
Total	20479.079	40				
Corrected Total	799.646	39				

a. R Squared = .955 (Adjusted R Squared = .945)

### Multiple Comparisons

Dependent Variable: Microdureza

Tukey HSD

(I) Grupo	(J) Grupo	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
G1	G2	-.96773	.67430	.834	-3.1520	1.2165
	G3	.48930	.67430	.996	-1.6950	2.6736
	G4	-.91493	.67430	.869	-3.0992	1.2693
	G5	9.15711*	.67430	<.001	6.9728	11.3414
	G6	6.98147*	.67430	<.001	4.7972	9.1657
	G7	8.62749*	.67430	<.001	6.4432	10.8118
	G8	8.31371*	.67430	<.001	6.1294	10.4980
	G2	G1	.96773	.67430	.834	-1.2165
G3		1.45703	.67430	.401	-.7272	3.6413
G4		.05280	.67430	1.000	-2.1315	2.2371
G5		10.12483*	.67430	<.001	7.9406	12.3091
G6		7.94920*	.67430	<.001	5.7649	10.1335
G7		9.59522*	.67430	<.001	7.4110	11.7795
G8		9.28143*	.67430	<.001	7.0972	11.4657
G3		G1	-.48930	.67430	.996	-2.6736
	G2	-1.45703	.67430	.401	-3.6413	.7272
	G4	-1.40423	.67430	.447	-3.5885	.7800
	G5	8.66781*	.67430	<.001	6.4835	10.8521
	G6	6.49217*	.67430	<.001	4.3079	8.6764
	G7	8.13819*	.67430	<.001	5.9539	10.3224
	G8	7.82441*	.67430	<.001	5.6401	10.0087

**Multiple Comparisons**

Dependent Variable: Microdureza

Tukey HSD

Group	Comparison	Mean Difference	SE	Significance	Lower Bound	Upper Bound
G4	G1	.91493	.67430	.869	-1.2693	3.0992
	G2	-.05280	.67430	1.000	-2.2371	2.1315
	G3	1.40423	.67430	.447	-.7800	3.5885
	G5	10.07203*	.67430	<.001	7.8878	12.2563
	G6	7.89640*	.67430	<.001	5.7121	10.0807
	G7	9.54242*	.67430	<.001	7.3582	11.7267
	G8	9.22863*	.67430	<.001	7.0444	11.4129
	G5	G1	-9.15711*	.67430	<.001	-11.3414
G2		-10.12483*	.67430	<.001	-12.3091	-7.9406
G3		-8.66781*	.67430	<.001	-10.8521	-6.4835
G4		-10.07203*	.67430	<.001	-12.2563	-7.8878
G6		-2.17563	.67430	.052	-4.3599	.0086
G7		-.52962	.67430	.993	-2.7139	1.6546
G8		-.84340	.67430	.910	-3.0277	1.3409
G6		G1	-6.98147*	.67430	<.001	-9.1657
	G2	-7.94920*	.67430	<.001	-10.1335	-5.7649
	G3	-6.49217*	.67430	<.001	-8.6764	-4.3079
	G4	-7.89640*	.67430	<.001	-10.0807	-5.7121
	G5	2.17563	.67430	.052	-.0086	4.3599
	G7	1.64602	.67430	.257	-.5382	3.8303
	G8	1.33223	.67430	.513	-.8520	3.5165
	G7	G1	-8.62749*	.67430	<.001	-10.8118
G2		-9.59522*	.67430	<.001	-11.7795	-7.4110
G3		-8.13819*	.67430	<.001	-10.3224	-5.9539
G4		-9.54242*	.67430	<.001	-11.7267	-7.3582
G5		.52962	.67430	.993	-1.6546	2.7139
G6		-1.64602	.67430	.257	-3.8303	.5382
G8		-.31378	.67430	1.000	-2.4980	1.8705
G8		G1	-8.31371*	.67430	<.001	-10.4980
	G2	-9.28143*	.67430	<.001	-11.4657	-7.0972
	G3	-7.82441*	.67430	<.001	-10.0087	-5.6401
	G4	-9.22863*	.67430	<.001	-11.4129	-7.0444
	G5	.84340	.67430	.910	-1.3409	3.0277
	G6	-1.33223	.67430	.513	-3.5165	.8520
	G7	.31378	.67430	1.000	-1.8705	2.4980

\*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

**Homogeneous Subsets**

**Microdureza**

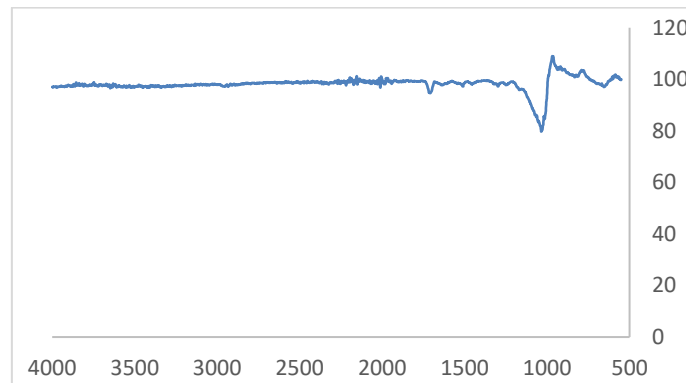
Tukey HSD

Grupo	N	Subset for alpha = 0.05	
		1	2
G5	5	16.9844	
G7	5	17.5141	
G8	5	17.8279	
G6	5	19.1601	
G3	5		25.6523
G1	5		26.1416
G4	5		27.0565
G2	5		27.1093
Sig.		.052	.401

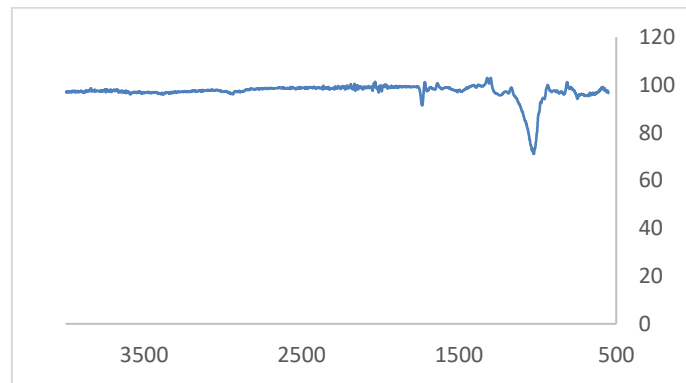
Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 5.000.

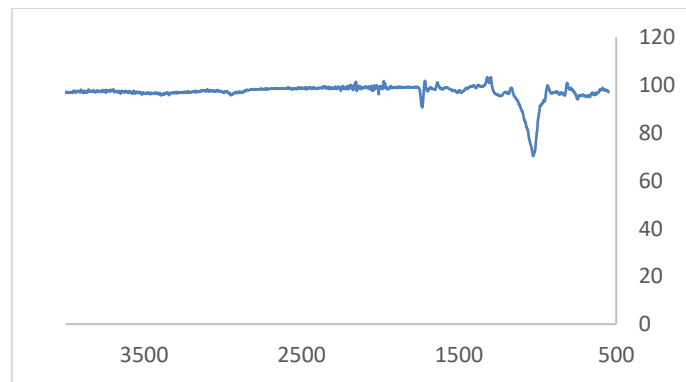
**Anexo 3.** Espectros de FTIR dos vários grupos de estudo



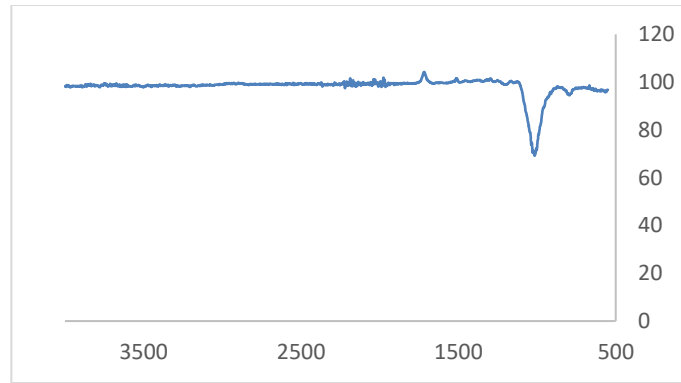
Espectro do Grupo 1 (Resina Filtek™ Z250 na cor A1, antes da fotopolimerização)



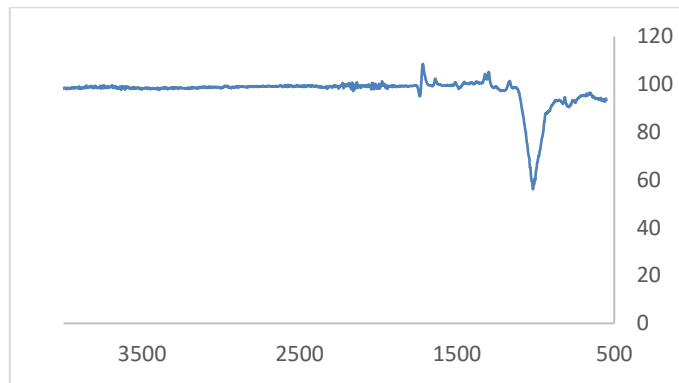
Espectro do Grupo 2 (Resina Filtek™ Z250 na cor A1, após fotopolimerizar de acordo com o tempo recomendado pelo fabricante)



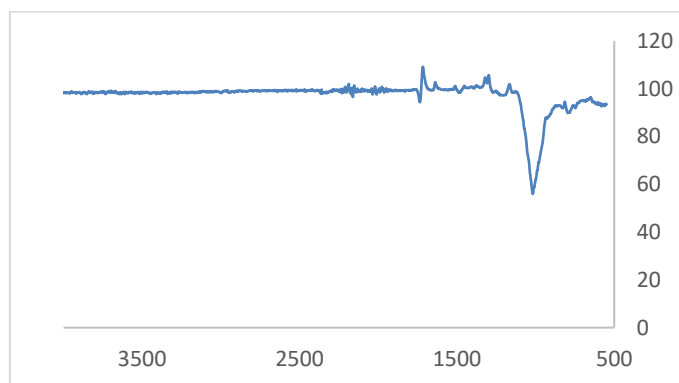
Espectro do Grupo 3 (Resina Filtek™ Z250 na cor A1, após nova fotopolimerização de 20 segundos)



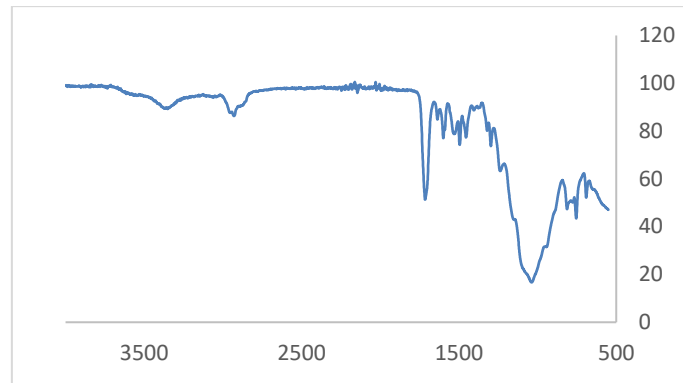
Espectro do Grupo 4 (Resina Filtek™ Z250 na cor A3, antes da fotopolimerização)



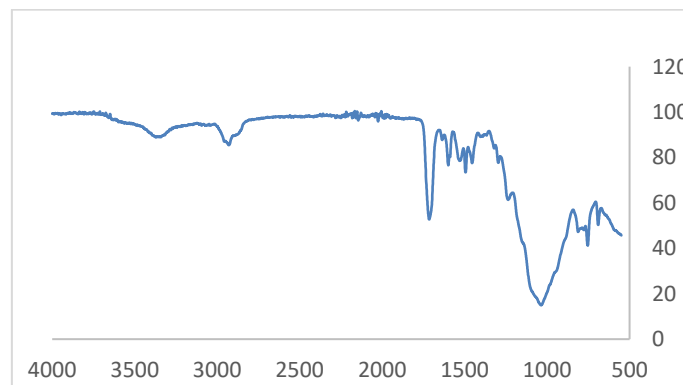
Espectro do Grupo 5 (Resina Filtek™ Z250 na cor A3, após fotopolimerizar de acordo com o tempo recomendado pelo fabricante)



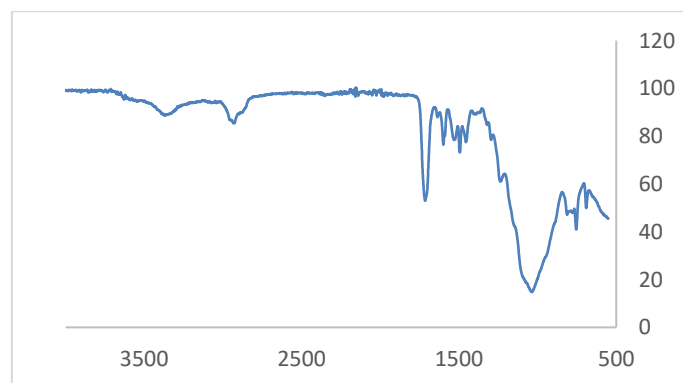
Espectro do Grupo 6 (Resina Filtek™ Z250 na cor A3, após nova fotopolimerização de 20 segundos)



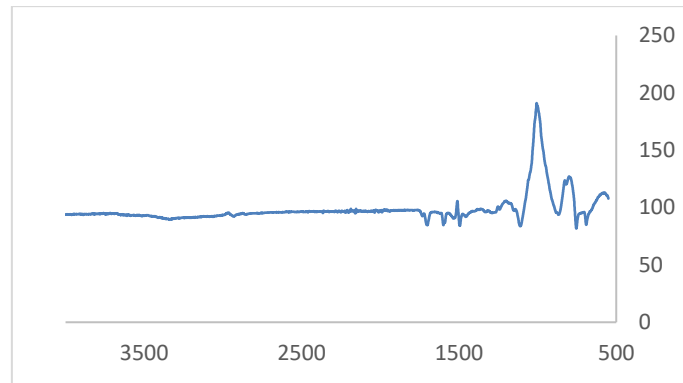
Espectro do Grupo 7 (Resina Filtek™ One Bulk Fill na cor A1, antes da fotopolimerização)



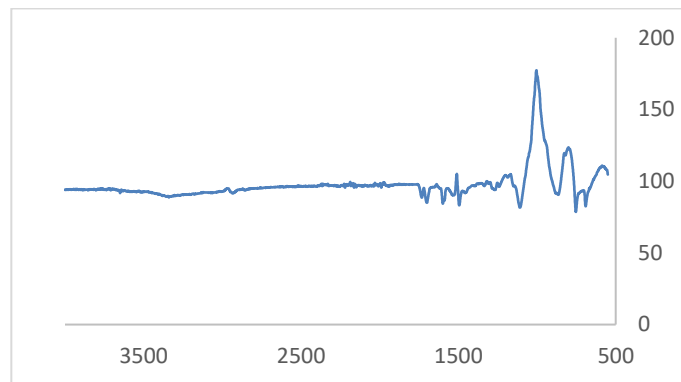
Espectro do Grupo 8 (Resina Filtek™ One Bulk Fill na cor A1, após fotopolimerizar de acordo com o tempo recomendado pelo fabricante)



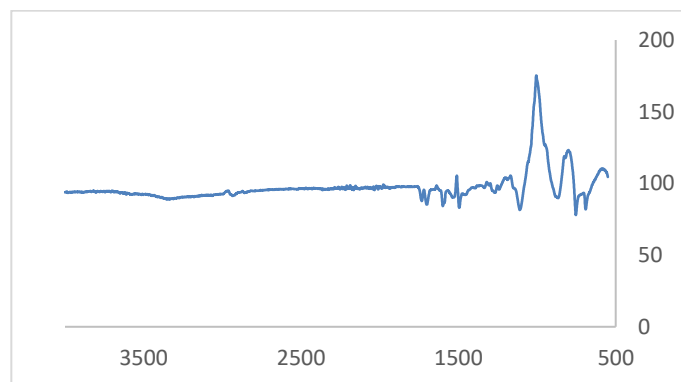
Espectro do Grupo 9 (Resina Filtek™ One Bulk Fill na cor A1, após nova fotopolimerização de 20 segundos)



Espectro do Grupo 10 (Resina Filtek™ One Bulk Fill na cor A3, antes da fotopolimerização)



Espectro do Grupo 11 (Resina Filtek™ One Bulk Fill na cor A3, após fotopolimerizar de acordo com o tempo recomendado pelo fabricante)



Espectro do Grupo 12 (Resina Filtek™ One Bulk Fill na cor A3, após nova fotopolimerização de 20 segundos)