

ANÁLISE COMPARATIVA DA MICRODUREZA SUPERFICIAL E PROFUNDA DE RESINA COMPOSTA À BASE DE BIS-GMA E RESINA COMPOSTA À BASE DE SILORANO

Comparative analysis of superficial and deep microhardness of both Bis-GMA and silorane based composite resins

Bernardo Otero Grossi ^I
Ênio Lacerda Vilaça ^{II}
Samanta Neroly Vinagre Vieira ^{III}
Guilherme Costa Carvalho Silva ^{IV}
Eduardo Lemos de Souza ^{II}
Rodrigo Richard da Silveira ^{II}

^I Cirurgião-dentista graduado pela Faculdade de Odontologia da UFMG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

^{II} Professor Associado da Faculdade de Odontologia da UFMG, Departamento de Odontologia Restauradora, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

^{III} Estudante de Odontologia na Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

^{IV} Professor Adjunto da Faculdade de Odontologia da UFMG, Departamento de Odontologia Restauradora, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

Correspondência para/ Correspondence to:

Rodrigo Richard da Silveira

E-mail: rodrigorsilveira@hotmail.com

Faculdade de Odontologia – Departamento de Odontologia Restauradora
Universidade Federal de Minas Gerais

Avenida Antônio Carlos, 6627, Pampulha- Belo Horizonte – MG – CEP 31270-901

RESUMO

O bjetivo: Comparar e avaliar, in vitro, a influência exercida pela matriz orgânica e tipos de carga de uma resina composta à base de BIS-GMA e uma resina composta à base de silorano sobre a microdureza Vickers (mV). Materiais e métodos: As resinas compostas utilizadas foram a Filtek P90® (3M) e a Filtek™ 350XT® (3M). Com o auxílio de uma matriz bipartida de teflon, foram preparados 10 espécimes para cada resina, analisados em 2 superfícies distintas (topo e base), totalizando 40 análises. Os testes de microdureza foram realizados empregando-se um microdurômetro HMV-2T® (Shimadzu), e a média da mV foi obtida considerando-se as médias das quatro endentações de cada face.

Os dados foram submetidos aos testes de análise de variância (ANOVA) e comparação múltipla pelo teste de Tukey. Para medida de significância estatística, considerou-se $p < 0,05$ ou $\alpha = 5\%$. Resultados: Houve diferença estatisticamente significativa entre os valores de mV, quando comparado às superfícies Filtek Z350® base e Filtek Z350 XT® topo, Filtek P90® base e Filtek Z350 XT® topo, Filtek P90® topo e Filtek Z350 XT® topo ($p < 0,01$). Porém, os valores das superfícies Filtek P90® base e Filtek P90® topo não foram significativamente diferentes, estatisticamente. Conclusões: A distância da fonte de luz em relação à superfície do compósito resinoso, o tamanho e a distribuição das partículas de carga influenciaram a mV do compósito resinoso.

ABSTRACT

Objective: To compare and evaluate, in vitro, the influence of the organic matrix and load types of a composite in both BIS-GMA based and silorane-Based composite resins on the Vickers microhardness (MV). Materials and methods: The composite resins used were Filtek P90® (3m) And Filtek™ 350XT® (3m). With the aid of a bipartite Teflon matrix, 10 specimens were prepared for each resin, analyzed in 2 different surfaces (top and base) totaling 40 analyses. The microhardness tests were performed using HMV-2T® (Shimadzu) Microdurometer, and the mean mV was obtained considering the averages of the four indentations of each surface. Data were subjected to analysis of variance (ANOVA) and multiple comparisons by Tukey test. For statistical significance measurement, $p < 0.05$ or $\alpha = 5\%$ was considered. Results: Statistically significant differences were found when comparing Filtek Z350® base and Filtek Z350 XT® Top, Filtek p90® base and Filtek Z350 xt® Top, Filtek p90® top and Filtek Z350 xt® Top ($p < 0.01$). The Filtek p90® base and Filtek p90® top surface values were not statistically significantly different. Conclusions: The distance from the light source in relation to the surface of the resin composite, the size and distribution of the load particles influenced The MV of the resinous composite.

KEYWORDS:

HARDNESS TESTS

COMPARATIVE STUDY

COMPOSITE RESINS

SILORANE RESINS

BIS-GMA

INTRODUÇÃO

As resinas compostas são, atualmente, os materiais odontológicos mais utilizados em restaurações diretas, sejam em dentes anteriores ou posteriores.¹ Desde o seu advento e com o desenvolvimento do condicionamento ácido, as resinas compostas passaram por diversas modificações em sua composição química, com o propósito de melhorar suas propriedades mecânicas e, conseqüentemente, seu desempenho clínico.² Essas modificações continuam sendo realizadas nos dias de hoje, tanto na matriz orgânica dos compósitos resinosos, quanto em sua porção inorgânica.

As alterações na matriz orgânica concentram-se, principalmente, na incorporação de novos monômeros, com a intenção de atenuar ou, até mesmo, evitar a contração de polimerização dos materiais resinosos à base de Bis-GMA.³ Dentre os monômeros mais utilizados atualmente, além do Bis-GMA, sobressaem o UDMA (uretano dimetacrilato) e o Bis-EMA (bisfenol A glicidil dimetacrilato etoxilado), monômeros de alto peso molecular, e o monômero diluente TEGDMA (trietilenoglicol dimetacrilato), de baixo peso molecular.⁴ Recentemente, surgiu um compósito resinoso que apresenta baixa contração de polimerização (Filtek™ P90). A matriz orgânica dessa resina é composta basicamente por silorano. Este, por sua vez, é obtido a partir da união de siloxanos e oxiranos, em substituição ao metacrilato.⁵ A Filtek™ P90 apresenta a combinação de duas grandes vantagens: baixa contração de polimerização, promovida pela abertura do anel do monômero de oxirano, e aumento da hidrofobia em razão da presença do siloxano. A diferente forma de apresentação dos monômeros dessa matriz, em forma de anel, permite que a contração, após a polimerização, fique abaixo de 1% do volume do material, em contraste com as resinas à base de metacrilatos, nas quais a contração varia de 2 a 5%.⁶

Apesar de todos os avanços observados no desenvolvimento das resinas compostas, percebe-se que esses materiais ainda possuem algumas limitações (além da já citada contração de polimerização), como o coeficiente de expansão térmico linear distinto das estruturas dentárias e a dependência apresentada entre o grau de conversão em relação à quantidade de energia luminosa a que são expostos.

O ensaio de microdureza, já consagrado na literatura, é um meio efetivo para verificação da polimerização das resinas compostas, sendo uma propriedade mecânica que está associada diretamente ao seu grau de conversão. As medidas de dureza ou microdureza geralmente são utilizadas como forma de mensuração indireta da eficácia da polimerização de um composto resinoso ou de seu grau de conversão de monômeros em polímeros.⁷

A microdureza de uma resina composta não é afetada somente pelo seu grau de conversão, mas também pelas partículas de carga presentes no material restaurador, pelas condições de armazenamento e ocorrência ou não de uma camada superficial não polimerizada por causa da presença do oxigênio.⁵ Dessa forma, o emprego dos testes de dureza (Vickers ou Knoop) contribui para a avaliação das propriedades mecânicas do material resinoso e os resultados obtidos após a aplicação dos referidos testes possibilitam a análise do grau de conversão de uma resina composta⁷ e, conseqüentemente, possibilita a análise das variáveis que levaram a tais resultados. Dessa forma, este estudo justifica-se pela necessidade de análise do gênero, que possibilite uma melhor compreensão dos componentes que levam a maiores valores de mV.

MATERIAIS E MÉTODOS

Trata-se de um estudo quantitativo, experimental, laboratorial (in vitro), em blocos aleatorizados. Os materiais utilizados neste estudo estão descritos na tabela 1.

Tabela 1. Descrição quantitativa e qualitativa dos materiais usados no experimento.

Marca Comercial ^l	Fabricante	Quantidade Partículas de carga ^l	Composição ^l	Nº de lote
Filtek TM Z350 XT	3M ESPE	78,5% em peso	bis-GMA, UDMA, TEGDMA, e bis-EMA	1235500275
Filtek TM P90	3M ESPE	76% em peso	Resina Silorano; Sistema iniciador: canforquinona, Sal iodônio, doador de elétron; Partícula de quartzo; Fluoreto de ítreo; Estabilizadores; Pigmentos.	1303700268

^l Segundo perfil técnico do fabricante. Partículas de carga referente à base fotoativada. Fonte: Bula dos produtos 2009, 2011, 2012.

Por ser um estudo de blocos aleatorizados, o N amostral foi estabelecido pelo valor mínimo de corpos-de-prova preconizados pelos testes estatísticos (ANOVA e Tukey), considerando $\alpha = 5\%$ para significância estatística do teste. O valor mínimo obtido foi de 5 corpos-de-prova. Para uma maior segurança do experimento, dobrou-se o valor de N e obteve-se 10 corpos-de-prova para cada grupo.

Foram confeccionados 40 corpos-de-prova, sendo 10 espécimes para cada uma das resinas compostas (base de BIS-GMA e base de silorano) a serem avaliadas em duas superfícies distintas. A cor da resina composta foi padronizada em A3.

Os corpos-de-prova foram distribuídos em 4 grupos, descritos na Tabela 2.

Tabela 2. Divisão dos corpos-de-prova

Nome do Grupo (n=10)	Superfície Avaliada	Resina Composta (n=20)
G1	Base	Filtek™ P90
G2	Topo	
G3	Base	Filtek™ Z350 XT
G4	Topo	

Confecção dos corpos-de-prova

Para a confecção dos corpos-de-prova, utilizou-se uma matriz bipartida de Teflon. Essa matriz bipartida possui uma divisão central que permite a movimentação das duas porções e que, quando unidas, formam, na superfície, seis pequenas cavidades circulares com 5 mm de diâmetro por 2 mm de profundidade. Em sua base, há uma gaveta que permite a colocação de uma lamínula de vidro para microscopia óptica, utilizada com o objetivo de obter pastilhas de resina composta com base plana e polida.

A resina composta foi inserida no interior da cavidade da matriz em uma única porção, com auxílio de espátula antiaderente. Uma tira de poliéster foi posicionada com leve pressão sobre a cavidade preenchida pela resina composta, a fim de obter uma superfície plana e uniforme do material. Todos os cuidados foram tomados para se evitar a inclusão de bolhas de ar durante a inserção dos compósitos resinosos nas cavidades e a fim de facilitar o registro da microdureza. Sobre a tira de poliéster, posicionou-se uma lamínula de vidro com 1,2 mm de espessura, com o intuito de padronizar a distância da ponta do fotoativador à superfície da resina composta, que posteriormente foi fotoativada. Um cartão de cartolina preta, que apresentava somente um orifício com o mesmo diâmetro da ponta do aparelho fotoativador, foi colocado sobre a lamínula de vidro, para impedir a fotoativação suplementar dos espécimes que não eram alvo daquela fotoativação, em particular.

A fotoativação dos espécimes foi realizada pelo tempo de 40s, utilizando-se o aparelho Ultraled® (Dabi Atlante, Brasil), com comprimento de onda na faixa de 450 a 490 nm. O comprimento de onda foi aferido antes e após a confecção de cada um dos grupos experimentais, com o auxílio de um aparelho denominado LED Radiometer® (SDI, Brasil Indústria e Comércio Ltda.). As superfícies, topo e base, foram respectivamente identificadas por meio de uma marcação na lateral dos espécimes. Os corpos-de-prova foram armazenados dentro de um recipiente âmbar à prova de luz, com saliva artificial, temperatura de 37°C, por 24 horas.

Decorridas as 24 horas, cada superfície testada (topo ou base) dos espécimes foi delimitada em quatro partes iguais com o auxílio de uma lâmina de bisturi nº15. Nos quatro quadrantes, foi realizada uma aferição de microdureza Vickers. A ponta utilizada para realizar a leitura foi a endentada, em forma de pirâmide de diamante de base quadrada, com um ângulo de 136° entre as faces opostas. Aplicou-se uma carga de 50 gf, associada ao tempo de 45 s com o emprego do aparelho Shimadzu HM-V-2T®. O cálculo de microdureza Vickers de cada espécime foi obtido considerando-se a média das 04 endentações realizadas.

Análise estatística

Para a análise das variáveis contínuas, médias e desvios-padrões, foi utilizado o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA). Os pressupostos de normalidade nas curvas de distribuição e homogeneidade nas variâncias foram obedecidos. Quando da quebra desses pressupostos, o teste de Kruskal-Wallis seria utilizado. Considerou-se como medida de significância estatística o valor de $\alpha = 5\%$ ou $p < 0,05$. Quando verificada a diferença estatisticamente significativa, aplicou-se o teste de comparação múltipla de Tukey para localização de onde havia a diferença estatística constatada. Considerou-se como medida de significância estatística o valor de $\alpha = 5\%$ ou $p < 0,05$.

Resultados

Não houve nenhuma perda, por motivos quaisquer, de corpos-de-prova (amostra). O total final (N) continuou sendo de 40 superfícies avaliadas, sendo 10 (n) para cada grupo: G1, G2, G3 e G4.

Os valores de microdureza Vickers (mV) de cada corpo-de-prova foram obtidos a partir da média simples das quatro leituras. As respectivas médias e desvios-padrão encontrados estão expostos na tabela 3.

Tabela 3: Análise Descritiva dos valores obtidos por cada grupo do experimento (n=10, N=40).

Grupo (N=10)	Média	Desvio Padrão
G1	46,5675	4,2837
G2	50,955	4,7144
G3	69,2375	3,135
G4	84,115	5,1877

Fonte: Do autor, 2016.

Quando comparados os valores descritivos de média e os desvios-padrão dos Grupos G1, G2, G3 e G4, utilizando-se o Teste ANOVA, verificou-se o valor de 155,1291 ($p < 0,0001$), que é estatisticamente significativo.

Para detectar as diferenças estatisticamente significativas entre os grupos, foi aplicado o Teste de Comparação Múltipla de Tukey, cujos resultados se encontram na tabela 4.

Tabela 4: Teste de Tukey aplicado entre os grupos G1, G2, G3 e G4. (n=10; N=40).

Grupos	Teste de Turkey	P
G1 x G2	3,1558	Ns ¹
G1 x G3	16,3060	< 0,01
G1 x G4	27,0071	< 0,01
G2 x G3	13,1502	< 0,01
G2 x G4	23,8512	< 0,01
G3 x G4	10,7011	< 0,01

Fonte: Do autor, 2016.

¹Ns - Não significativo.

Discussão

As medidas de dureza ou microdureza geralmente são utilizadas como forma de mensuração indireta da eficácia da polimerização de um composto resinoso ou do seu grau de conversão de monômeros em polímeros. Os testes de dureza são simples e confiáveis para indicar a conversão dos monômeros.⁸ Dessa forma, pode-se inferir como o material irá se comportar no meio bucal.

A cor das resinas compostas utilizadas foi padronizada (cor A3) para que a profundidade de polimerização não fosse influenciada pelos coeficientes de transmissão da luz. A cor pode influenciar o grau de polimerização das resinas, sendo que estudos sugerem que cores mais escuras permitem menor difusão da luz.⁹⁻¹¹ Por outro lado, uma revisão sistemática atual da literatura acerca do tema aponta que a influência parece vir da translucidez da resina, e não de sua cor.¹²

O teste de microdureza Vickers foi realizado sete dias após a confecção dos corpos-de-prova, respeitando o mesmo tempo clínico utilizado pelos profissionais para a realização de polimento e acabamento das restaurações. Embora não tenha sido realizado o acabamento e o polimento dos espécimes, o tempo de sete dias é fundamental no processo de “maturação” da resina composta, para que ocorra suficiente sorção de água, apesar de vários estudos afirmarem que a diferença mais significativa de microdureza acontece nas 24 horas iniciais após a ativação da polimerização.¹³ Vários pesquisadores observaram uma redução das fendas marginais com o aumento do tempo de imersão em água.¹⁴⁻¹⁶ Para tanto, os espécimes foram armazenados em recipientes à prova de luz (âmbar), para impedir a polimerização adicional por luz ambiente, além da degradação da matriz.

O grau de conversão de monômeros em polímeros, nas resinas compostas, após sofrerem o processo de polimerização, pode ser mensurado indiretamente, utilizando-se os testes de microdureza Vickers. Restaurações de resinas compostas com valores maiores de microdureza, invariavelmente, apresentam maior resistência aos esforços mastigatórios, o que corrobora para uma maior longevidade clínica das mesmas.¹⁷

Além do grau de conversão, a microdureza Vickers pode ser afetada por outros fatores, como as partículas de carga presentes no material e suas condições de armazenamento.^{17,18} Dentre os testes de dureza, os mais comumente empregados na Odontologia são o Vickers e o Knoop. A escolha do teste de microdureza é casual entre o Knoop (1993) e o Vickers (1925). O endentador Vickers é mais sensível para detectar possíveis erros comparados à Knoop.¹⁹

Embora o perfil técnico do fabricante faça louvor às duas resinas compostas testadas, (Filtek 350 XT® e Filtek P90®), em relação à microdureza Vickers, após a análise dos grupos experimentais, observaram-se diferenças estatisticamente significativas entre as médias dos valores da microdureza, quando comparadas às superfícies do topo e da base. Esse resultado pode ser explicado pela perda de potência das ondas de luz pela espessura do próprio compósito e da difusão da luz pelas partículas de carga, influenciando a conversão do compósito.²⁰ A hipótese levantada sobre o motivo da resina Filtek® 350 XT ter apresentado um valor médio estatisticamente mais significativo de diferença entre o topo e base é a proximidade da fonte de luz e a região irradiada, determinante para o grau de polimerização. A luz atinge com densidade de potência mais elevada, garantindo uma maior penetração e dispersão da luz fotoativadora na superfície de topo; além de garantir um maior número de fótons que serão absorvidos pelos fotoiniciadores.²¹ É conhecido que o espaço de 1 mm entre o fotoativador e a superfície do material diminui cerca de 10% da potência da intensidade de luz,²² dessa forma, a hipótese apresentada é aceita.

Analisando-se os resultados do presente estudo, observa-se que as superfícies, tanto base quanto topo, da resina Filtek 350 XT®, apresentam maior valor de microdureza Vickers, quando comparadas às da Filtek P90®. Portanto, pode-se inferir que as nanopartículas aumentaram a microdureza da resina, o que também é evidenciado em outros estudos encontrados na literatura ^{23,24}.

CONCLUSÃO

A resina Filtek 350 XT ® apresentou, com diferença estatisticamente significativa, os maiores valores de microdureza (Vickers) em seu topo, em relação a sua base.

Não houve diferença estatisticamente significativa, quando comparados topo e base da Filtek P90 ®.

A resina composta Filtek 350 XT ® apresentou, tanto em relação à base, quanto em relação ao topo, valores de microdureza (Vickers) estatisticamente superiores à resina composta Filtek P90 ®.

A resina composta Filtek 350 XT ® é superior à Filtek P90 ®, pois além de ter uma microdureza superior, é composta por nanoaglomerados de nanopartículas, permitindo uma resina com o polimento mais liso e duradouro e, conseqüentemente, maior longevidade clínica.

REFERÊNCIAS

1. Tsujimoto A, Barkmeier WW, Fischer NG, Nojiri K, Nagura Y, Takamizawa T et al. Wear of resin composites: Current insights into underlying mechanisms, evaluation methods and influential factors. *Jpn Dent Sci Rev.* 2018; 54(2): 76-87.
2. Andrade MV, Oliveira LGF, Filho PFM, Silva CHV. Tendências das resinas compostas nanoparticuladas. *Int J Dent* 2009; 8(2):102-8.
3. Hosseinalipour M, Javadpour J, Rezaie H, Dadras T, Hayati NA. Investigation of mechanical properties of experimental Bis-GMA/TEGDMA dental composite resins containing various mass fractions of silica nanoparticles. *J Prosthodont* 2010; 19(2):112-17.
4. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci.* 1997; 105:97-116
5. Mayworm CD, Junior SSC, Bastian FL. Influence of artificial saliva on abrasive wear and microhardness of dental composites filled with nanoparticles. *J Dent* 2008; 36(9):703-1
6. Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites. *Dent Mater* 2005; 21(1):68-74.
7. Marchan SM, White D, Smith WA, Raman V, Cordero L, Dhuru V. Effect of reduced exposure times on the microhardness of nanocomposites polymerized by QTH and second-generation LED curing lights. *Oper Dent* 2011; 36(1):98-103.
8. Darr, AH, Jacobsen PH. Conversion of dual cure luting cements. *Journal of Oral Rehabilitation*, 1995; 22(1):43-47.
9. SAKAGUSHI RL, DOUGLAS WH, PETERES MCRB. Curing light performance and polymerization of composites restorative materials. *J. DENT.* 1992; 20(3): 183-188.
10. Guiraldo RD, Consani S, Consani RL, Berger SB, Mendes WB, Sinhoreti MA. Light energy transmission through composite influenced by material shades. *Bull. Tokyo Dent. Coll.* 2009; 50:183-190.
11. Shortall AC. How light source and product shade influence cure depth for a contemporary composite. *J. Oral Rehabil.* 2005; 32:906-911.
12. AlShaafi MM. Factors affecting polymerization of resin-based composites: A literature review. *Saudi Dent J.* 2017 Apr; 29(2): 4858.
13. Aguiar TC. The Effects of Exposure Time on the Surface Microhardness of Three Dual-Cured Dental Resin Cements. *Polymers Basel*, 2011; 3: 998-1005
14. Bociong K, Szczesio A, Sokolowski K, Domarecka M, Sokolowski J, Krasowski M et al. The Influence of Water Sorption of Dental Light-Cured Composites on Shrinkage Stress. *Materials Basel*, 2017; 10(10): 1142.
15. Sokolowski G, Szczesio A, Bociong K, Kaluzinska K, Lapinska B, Sokolowski J, Domarecka M et al. Dental Resin Cements - The Influence of Water Sorption on Contraction Stress Changes and Hydroscopic Expansion. *Materials Basel*, 2018; 11(6): 973.
16. Hansen EK, Asmussen E. Correlation between depth of cure and surface hardness of a light-activated resin. *Scand J Dent Res.* 1993; 101(1):62-64.
17. Quance SC, Shortall AC, Harrington E, Lumley PJ. Effect of exposure intensity and post-cure temperature storage on hardness of contemporary photo-activated composites. *J Dent.* 2001; 29(8):553-60.

18. SHIN WS, LI XF, SCHWARTZ B, WUNDER SL, BARAN GR. Determination of the degree of cure of dental resins using Raman and FT-Raman spectroscopy. *Dent Mater.* 1993; 9:317-324.
19. Soprano V. Estudo de parâmetros para ensaios de microdureza em amálgama de prata, resina composta, dentina e esmalte bovinos. [Dissertação] São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP;2007.
- 20; Aguiar FH, Lazzari CR, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. *Braz Oral Res.* 2005;19:302-6.
21. Asmussen E, Peutzfeldt A. Polymer structure of a light-cured resin composite in relation to distance from the surface. *Eur J Oral Sci.* 2003;111(3):277-9.
22. Prati C, Chersoni S, Montebugnoli L, Montanari G. Effect of air, dentin and resin-based composite thickness on light intensity reduction. *Am J Dent.* 1999;12:231-4.
23. Xia Y, Zhang F, Xie H, Gu N. Nanoparticle-reinforced resin-based dental composites. *J Dent.*2008; 36(6): 450-455.
24. Hua Y, Linxia G, Hidehiko W. Micromechanical analysis of nanoparticle-reinforced dental composites. *International Journal of Engineering Science*, 2013; 69: 69-76.

Recebido em: 09 ago. 2019
Aprovado em: 29 set. 2020