



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

ADRIEL HENRIQUE NARDINI ZITELLI

**AVALIAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE CARGA E PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE COMPÓSITOS RESINOSOS COM EFEITO
CAMALEÃO**

PIRACICABA

2021

ADRIEL HENRIQUE NARDINI ZITELLI

**AVALIAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE CARGA E PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE COMPÓSITOS RESINOSOS COM EFEITO
CAMALEÃO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para obtenção do título de Cirurgião Dentista.

Orientador: Prof. Dr. Américo Bortolazzo Correr

Coorientador: Marcos Henrique Ramos da Silva

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DO TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO APRESENTADO ADRIEL HENRIQUE NARDINI ZITELLI E ORIENTADO(A) PELO(A) PROF(A). DR(A). AMÉRICO BORTOLAZZO CORRER.

PIRACICABA

2021

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Marilene Girello - CRB 8/6159

Z694a Zitelli, Adriel Henrique Nardini, 1998-
Avaliação das partículas de carga e propriedades mecânicas de compósitos resinosos com efeito camaleão / Adriel Henrique Nardini Zitelli. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2021.

Orientador: Americo Bortolazzo Correr.

Coorientador: Marcos Henrique Ramos da Silva.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Resinas compostas. 2. Microscopia eletrônica de varredura. 3. Resistência à flexão. I. Correr, Americo Bortolazzo, 1981-. II. Silva, Marcos Henrique Ramos da, 1988-. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. IV. Título.

Informações adicionais, complementares

Palavras-chave em inglês:

Composite resins

Scanning electron microscopy

Flexural strength

Titulação: Cirurgião-Dentista

Data de entrega do trabalho definitivo: 15-10-2021

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais Fernando e Marcia, e ao meu irmão Daniel. Com o apoio e amparo de minha família, esta jornada se tornou possível, mesmo quando tudo parecia perdido. Também dedico aos meus amigos da faculdade, por tornar esta fase ainda melhor. Espero levá-los juntos em meu coração, quer onde estivermos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus por sempre me abençoar, guiar e iluminar meu caminho, seja onde eu estiver.

Agradeço a meus pais, Fernando e Marcia, por todo o apoio, suporte, confiança e estímulo ao longo dos anos em que aqui estive.

A toda minha família, pelo apoio, por acreditarem em mim e sempre me apoiarem, mesmo quando imaginava não ser possível superar certos momentos.

Aos meus amigos de turma, os quais me apoiaram em momentos em que acreditava não ser possível. Sempre ao meu lado, todos possuem um espaço guardado em meu coração.

Ao meu amigo Leonardo Penna por toda ajuda na elaboração das ilustrações contidas neste trabalho.

A todos os professores, pós-graduandos e funcionários da FOP, pelos ensinamentos e experiências para a minha formação como Cirurgião-Dentista e para a vida profissional.

Ao meu orientador Professor Dr. Américo Bortolazzo Correr pela oportunidade de aprender sobre um tópico tão relevante.

Ao meu coorientador Marcos Henrique Ramos da Silva, por todo o aprendizado, conselhos, ajudas, pela paciência com meu aprendizado.

Em especial, agradeço aos pós-graduandos da Área de Materiais Dentários da FOP por toda a ajuda e carinho durante minha passagem pela área.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba por proporcionar uma excelente formação a todos.

RESUMO

O objetivo neste estudo foi avaliar a morfologia de partículas de carga e as propriedades mecânicas de compósitos resinosos universais. Os compósitos resinosos foram divididos em 4 grupos: Fill Magic (FM-controle); Harmonize (HN); Spectra Smart (SS); e Vittra APS Unique (VPS). Para extração das partículas de carga, os compósitos foram submetidos a banhos em etanol, clorofórmio e acetona, subsequentes. O formato e tamanho das partículas foram avaliados em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Para avaliação das propriedades mecânicas (n=10), foram confeccionadas amostras em formato de barras, com dimensões de 25 mm X 2 mm X 2 mm. Os compósitos foram fotoativados por LED Bluephase N durante 20 segundos, seguindo as orientações da ISO 4049 (2009). As amostras foram submetidas ao teste de flexão de 3 pontos em máquina de ensaio universal Instron 4411. As imagens de MEV indicaram que todos os compósitos apresentaram partículas de morfologia irregular com tamanho médio de 0,704 (FM), 1,416 (HN), 1,627 (SS) e 0,996 (VPS). A RF de SS (133,6) e FM (126,8) foi significativamente maior que de HN (105,6). Não houve diferença entre os demais grupos. Conclui-se que as partículas dos compósitos resinosos com efeito camaleão são de tamanho micrométrico com formato irregular. Além disso, a resistência a flexão dos compósitos resinosos são diferentes, com Fill Magic e Spectra Smart apresentando maior RF que Harmonize.

Palavras-chave: Resina composta. Microscopia Eletrônica de Varredura. Resistência à flexão.

ABSTRACT

This study objective was to evaluate filler particles of universal dental composites and composites with chameleon effect, as well to evaluate mechanical properties of these composites. Composites were separated in 4 groups: Fill Magi (FM-control); Harmonize (HN), Spectra Smart (SS); Vittra APS Unique (VPS). For filler particles extraction, composites were subject in baths of ethanol, chloroform, and acetone, subsequently. For mechanical analysis, bars samples were elaborated in a single increment with dimensions of 25mm X 2mm X 2mm using a metallic die. In this regard, composites were light cured for 20 seconds by LED Bluephase, following ISO 4049 (2009) standards. Samples were submitted to 3 point bending test (n=10) using universal test machine Instron 4411. For Scanning Electron Microscope (SEM), acrylic stubs with fillers were prepared with a thin layer of gold. Results from SEM images indicate that all composites shown irregular filler shape, ranging from nanofillers to macrofillers. Flexural strength (MPa) had no statistical difference ($p < 0,05$) between SS, FM and VPS, SS had the highest flexural strength value while HN had the lowest value of the study, differing statically from SS and FM groups, but HN had no statistical differences to VPS.

Key words: Composite resins. Scanning electron microscopy. Flexural Strength

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	9
2 REVISÃO DA LITERATURA	12
3 PROPOSIÇÃO	15
4 MATERIAL E MÉTODOS	16
4.1 Extração das partículas de carga para caracterização	17
4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	18
4.3 Ensaio mecânico	19
4.4 Análise estatística	20
5 RESULTADOS	21
5.1 Análise por MEV das partículas de carga	21
5.2 Ensaio mecânico	23
6 DISCUSSÃO	24
7 CONCLUSÃO	28
REFERÊNCIAS	29
ANEXO 1 – VERIFICAÇÃO DE ORIGINALIDADE E PREVENÇÃO DE PLÁGIO	33

1 INTRODUÇÃO

A introdução dos compósitos resinosos na odontologia restauradora foi um marco histórico na construção do conceito da odontologia adesiva. Desde seus primórdios, com a utilização de resinas a base de metacrilato, os compósitos resinosos foram sofrendo alterações físico-químicas fundamentais, construindo assim os compósitos com as características encontradas no mercado atual. Com melhorias na compatibilidade biológica, resistência mecânica e estética, os compósitos passaram a ser instrumentos fundamentais para a prática odontológica restauradora. Com a incorporação de diferentes monômeros e partículas de carga, características fundamentais foram obtidas, facilitando a prática clínica, promovendo melhor manipulação e longevidade clínica do material (Ferracane, 2011).

De modo geral, as resinas odontológicas disponíveis no mercado atual são compostas por uma porção de matriz orgânica e uma porção inorgânica, sendo unidas por um agente silano. A porção orgânica é constituída por monômeros, fotoativadores, inibidores de polimerização e pigmentos. A utilização de monômeros como Bis-GMA e TEGDMA promove a formação de cadeias poliméricas capazes de favorecer as características mecânicas do compósito, além de possuir menor contração de polimerização quando comparadas as resinas acrílicas muito utilizadas durante o início da era restauradora mais invasiva (Anusavice, 2013; Bayne et al., 2019; Moraes et al., 2010).

Alterações quanto as características dimensionais das partículas de carga inseridas nos compósitos resinosos correspondem a um dos principais avanços ocorridos na construção para melhoria das propriedades físico-químicas dos compósitos resinosos, principalmente em relação ao tamanho e forma das partículas. Diferentes formulações podem conter desde macropartículas, até as mais comumente empregadas atualmente, as nanopartículas (Anusavice, 2013; Ferracane, 2011). O formato das partículas pode variar, apresentando-se com características irregulares e ou esféricas, sendo evidenciado que partículas esféricas podem apresentar vantagens em sua utilização, principalmente quando incorporada em meio a partículas menores. (Satterthwaite et al., 2012; Yamaguchi et al., 2021)

Nesta perspectiva, devido as alterações nas características das partículas de carga inseridas nos compósitos, foi necessário a implementação de uma classificação quanto a sua morfologia, podendo se apresentar no mercado como microparticuladas, híbridas, microhíbridas e nanoparticuladas, onde cada compósito resinoso passou a ter características de uso clínico indicado, como as microparticuladas, por exemplo, que são recomendadas apenas para áreas estéticas, pois possuem pouca resistência mecânica (Bayne et al., 2019). Partículas da escala nanométrica possibilitam redução da contração de polimerização, maior resistência mecânica e maior transmitância de luz, características que são possíveis devido a uma maior porcentagem de partículas ocupando um espaço antes ocupado pela matriz orgânica (Anusavice, 2013; Bayne; Heymann; Swift, 1994; Rodríguez; Kriven; Casanova, 2019).

O uso de materiais contendo partículas cada vez menores permitiu a formulação de compósitos universais, pois permitem a formulação de materiais capazes de serem empregados em áreas de grande necessidade estética e de maior estresse mecânico, uma vez que, a utilização do material com alta porcentagem de partículas de carga por volume de peso permite a dissipação das forças mastigatórias (De Abreu et al., 2021; Randolph et al., 2016); e também promove efeitos na absorção e reflexão da luz, assim sendo capaz de refletir um comprimento de onda de luz visível semelhante ao da estrutura onde está inserida (Pereira Sanchez; Powers; Paravina, 2019).

Propriedades óticas como cor e translucidez da restauração, são fundamentais em um tratamento restaurador com compósitos resinosos, levando a aprovação do paciente frente ao tratamento. Desta forma, é de total importância a obtenção de características de cor e forma mais próximas da morfologia dental. Para isto, o conhecimento das propriedades de matiz, croma, fluorescência, valor e translucidez do material e do dente, devem ser de fundamental conhecimento do operador, visto que a estrutura dental possui diversas tonalidades de cores, as quais são alteradas por fatores como iluminação, tipo de preparo e material resinoso a ser utilizado (Bakti et al., 2018; Ilie, Furtos, 2020).

Visando facilitar a escolha do material ideal para cada caso frente a grande gama de cores disponíveis das escalas de cores, fabricantes desenvolveram materiais

capazes de fornecer uma cor estrutural “única” onde inserido, sendo necessário a utilização de apenas esse tipo de compósito resinoso que mimetizaria todas as cores necessárias da restauração requerida, obtendo assim a combinação com cores das estruturas adjacentes a cavidade. Os compósitos universais unicromáticos são apontados como a mais nova aposta para se obter um resultado mais satisfatório e rápido, propondo ser capaz de mimetizar as estruturas dentais onde inserido, eliminando o uso de múltiplas cores de um material resinoso. Com o uso de partículas nano-esféricas de 260nm, fabricantes apontam resistência mecânica favorável para uso em restaurações posteriores, entretanto, há poucos dados na literatura que evidenciam tanto a capacidade de mimetização do material em diferentes substratos, bem como a capacidade destas partículas poderiam influenciar de maneira negativa as propriedades mecânicas do material (Arai et al., 2021).

Com isto, se torna evidente que, frente a poucos estudos disponíveis sobre os compósitos universais, se torna imprescindível que novos estudos sejam realizados a cerca destes novos compósitos resinosos que possuem propostas inovadoras de mimetização da estrutura dental.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Os compósitos resinosos atuais possuem características que estão diretamente relacionadas a sua composição, onde em sua fabricação são incorporados monômeros como Bis-GMA e TEGDMA capazes de reduzir a contração de polimerização do material resinoso quando comparados as resinas acrílicas utilizadas no passado para o mesmo fim, além de partículas de carga, tais como sílica, zircônia, quartzo, bário aluminosilicato, que quando associados aos monômeros, promovem características estruturais e reológicas importantes aos materiais. (Di Francescantonio et al., 2016, Ellakwa et al., 2007).

Com a transição dos compósitos resinosos macroparticulados para os compósitos híbridos, os quais incorporavam partículas de carga cada vez menores, deu-se o início a uma nova era de compósitos universais. Sabe-se que o formato das partículas possui influencia quanto a capacidades de polimento do compósito, refração da luz e resistência mecânica. Partículas esféricas formam aglomerados, também chamado de clusters, fornecendo maior resistência e promovem melhor retenção do brilho de superfície, entretanto, para formação de clusters, as partículas necessitam de tamanho reduzido. É observado alterações na refração da luz, visto que o comprimento de onda da luz sofre menor alteração quando refletida na cavidade (Arikawa et al., 2007; Cramer; Stansbury; Bowman, 2011; Giannini et al., 2014; Jun et al., 2013; Yamaguchi et al., 2021). Um estudo realizado por Rodríguez et al., (2019) teve como objetivo avaliar o efeito da agregação de nanopartículas de sílica em compósitos experimentais, bem como os efeitos dessa organização afetaria as propriedades mecânicas do compósito. Através do teste de flexão de 3 pontos, o grupo contendo partículas esféricas de sílica (SiNP) e o grupo contendo partículas esféricas em aglomerados, também chamados de clusters (SiNP_{MPS}) foram avaliadas quanto a resistência flexão. Nesta perspectiva, foi observado nos testes de resistência que o grupo SiNP com 30% de volume de carga por peso, apresentou aproximadamente 100 MPa, entretanto, quando a carga foi elevada para 60% de volume, houve uma queda de 100MPa para 30MPa da resistência amostral. Quanto ao grupo SiNP_{MPS}, o valor de resistência a flexão obtido com 30% de carga foi de aproximadamente 90 MPa, e quando elevado o conteúdo de carga para 60%, o valor de resistência se manteve próximo a 85 MPa, indicando melhor capacidade das partículas em clusters

em resistir a fraturas por estresse mecânico. O estudo relata que tal constatação pode estar relacionado com a maior superfície de contato das partículas, provocando melhor capacidade de manter as partículas unidas a matriz orgânica.

Baeshen et al., (2017) compararam a profundidade de polimerização e sua influência em relação as propriedades mecânicas de dois compósitos resinosos, o Filtek Supreme XT (3M Espe, EUA) nanoparticulado e o Admira (Voco GmbH, Alemanha) como compósito do tipo Ormocer nano-híbrido. O estudo mostrou que o grau de polimerização é maior no compósito nanoparticulado, assim como o grau de dureza quando comparado ao nano-híbrido. Segundo os autores, as partículas de 5 a 20nm permitiram menor espalhamento da luz, contribuindo assim para uma melhor passagem de luz, corroborando para a ativação da canforoquinona com eficiência em lugares não alcançado pelo compósito nano-híbrido. Eles concluíram que o aumento da resistência mecânica, estava relacionada a permissibilidade da passagem de luz que as nanopartículas do compósito Filtek Supreme XT permitia. Do mesmo modo, dos Santos et al., (2008) observou a transmissão de luz dos compósitos microhíbrido Filtek Z250 (FZ) e nanoparticulado Filtek Supreme XT (FS), onde notou que o FS apresentou maior transmissão de luz quando comparado ao FZ.

Um estudo realizado por Meenakumari et al., (2018) comparou as propriedades mecânicas de compósitos resinosos contendo nanopartículas. Os compósitos comparados foram A-Surefil SDR (SDR), B-Clearfil Majesty (CFM), C-EverXP (EX), D-TetricEvo Ceram bulkfill (TEC) e Filtek Z 350. Os resultados obtidos indicam que o compósito nanoparticulado Z350 apresentou maior resistência a flexão e dureza, já CFM apresentou maior resistência a compressão. E o compósito nanohíbrido TEC apresentou menores valores quanto ao módulo de elasticidade. Concluindo assim, que a média da compressão, flexão, e dureza de superfície foram significativamente diferentes entre os compósitos, devido a composição e viscosidade dos compósitos estudados.

O uso variado de partículas esféricas de dimensões nanométricas demonstra aspectos positivos aos compósitos, pois permite maior compactação do conteúdo do material, reduzindo e substituindo o conteúdo orgânico menos resistente, por partículas inorgânicas que promovem melhor resistência quanto a estresses mecânicos e fraturas (Noushad et al., 2016). É demonstrado que, apesar de partículas

menores permitirem a formação de clusters, promovendo maior superfície de contato por área de massa, se essas partículas não estiverem adequadamente silanizadas e bem aderidas à matriz orgânica, o compósito nanoparticulado pode estar sujeito a maior probabilidade de desenvolver manchas com o envelhecimento do material (Karadaş; Demirbuğa, 2017).

Ainda convém lembrar, que mesmo podendo estar diretamente associada a capacidade dos compósitos nanoparticulados em serem classificados como material restaurador universal, as nanopartículas também são descritas como sendo capazes de melhor resistir a abrasão mecânica por escovação. Essa característica estaria relacionada com a capacidade dos clusters de nanopartículas em reduzir o espaço intersticial, protegendo a matriz orgânica sensível de desgaste excessivo. (De Paula et al., 2011).

De acordo com Araújo-Neto. V.G. et al., (2021), compósitos convencionais universais recentemente disponibilizados, Forma (Ultradent do Brasil), Filtek Supreme Ultra (3M Oral Care), Charisma Diamond (Kulzer) e Spectra Smart (Dentsply Sirona) apresentaram partículas de sílica esféricas e irregulares, de tamanhos variados, indo de 100nm a 5µm, em todas as composições, indo de acordo com o informado pelos fabricantes. Além disso, avaliou o módulo de elasticidade, resistência a flexão, grau de polimerização e sorção de água. A análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) indicou os compósitos nanohíbridos possuem características individuais atreladas as partículas de carga da composição dos compósitos. No mesmo estudo, todos os compósitos nanohíbridos convencionais analisados apresentaram características mecânicas superiores aos compósitos bulk-fill, os quais possuem maior proporção de matriz orgânica e menor quantidade de partícula de carga, indicando a correlação existente entre a composição e propriedades do material.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente estudo foi caracterizar partículas de carga de diferentes compósitos resinosos universais, bem como avaliar as propriedades mecânicas dos mesmos.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Este estudo foi realizado *in vitro* utilizando compósitos resinosos odontológicos universais de diferentes marcas comerciais como a Fill Magic (Coltene), Harmonize (Kerr), Spectra Smart (Dentsply Sirona) e Vittra APS Unique (FGM) (figura 1). Os compósitos foram divididos em quatro grupos, o controle Grupo FM (Fill Magic), o Grupo HN (Harmonize), o Grupo SS (Spectra Smart), e o Grupo VPS (Vittra APS Unique). Os grupos foram submetidos a ensaio mecânico e caracterização de partículas de carga. O estudo foi realizado de acordo com a ISO 4049 (2009), a qual tem o objetivo de avaliar materiais odontológicos poliméricos. Nomes comerciais, fabricantes, composição, tamanho e conteúdo de carga dos compósitos testados são apresentados na tabela 1.



Figura 1 – Compósitos resinosos utilizados neste estudo. Em A - Fill Magic (Coltene), B - Harmonize (Kerr), C - Spectra Smart (Dentsply), e D - Vittra APS Unique (FGM).

Tabela 1 - Descrição dos materiais utilizados no estudo

Nome	Fabricante	Classificação	Composição	Conteúdo de carga
Fill Magic	Coltene, Rio de Janeiro, Brasil	Microhíbrido	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA, fotoiniciador, carga (0,5 µm) e pigmentos	75% por peso
Harmonize	KERR, Orange, CA, USA	Nanohíbrida	Matriz orgânica contendo Bis-GMA, Bis-EMA e TEGDMA. Vidro de Bário 400 nm, Silica, e nanopartículas de zircônia > 5nm.	81% por peso
Spectra Smart	Dentsply Sirona, Pirassununga, SP, Brasil	Nanohíbrida	Matriz orgânica contendo Bis-GMA modificado por uretano, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA. Partículas de sílica, vidro de bário-boro-flúor-alumino silicato, vidro de bário-boro -alumino silicato. Tamanho não informado	Informação não disponibilizada pelo fabricante
Vittra APS Unique	FGM – Joinville, S C. Brasil	Supra – nano	Monômeros metacrilatos e composição fotoiniciadora (APS), co-iniciadores, estabilizadores e silano. alumínio-silicato. Partículas de carga de tamanho médio de 0,02 a 0,7 µm	Carga inorgânica é de 72% a 80% em peso (52% a 60% em volume)

Informações fornecidas pelos fabricantes.

4.1 Extração das partículas de carga para caracterização

Em ambiente controlado, os compósitos resinosos foram dispostos e separados, e com a ajuda de uma espátula metálica para resina, uma porção de cada um deles não polimerizado, cerca de 0,5g aproximadamente, foram coletados e dispostos em tubos Falcon. Com a ajuda de pipetas descartáveis, foi adicionado em cada tubo 3 ml de álcool etílico absoluto que foram levados ao vórtex por 1 minuto em velocidade máxima, a fim de diluir os compósitos na solução. Os tubos Falcon foram direcionados a centrifugação por 4 minutos e meio na velocidade 5 da capacidade do equipamento (Excelsa Baby I, Fanem, São Paulo, Brasil), tendo como objetivo auxiliar

na diluição e separação da matriz orgânica da inorgânica dos compósitos testados, permitindo que o sobrenadante seja removido e a matriz inorgânica permaneça concentrada no fundo dos tubos Falcon. Após a remoção do sobrenadante, os compósitos passaram por novos banhos sucessivos em clorofórmio e acetona, seguindo os mesmos parâmetros, até que o sobrenadante apresente forma translúcida. As partículas extraídas foram armazenadas em estufa a 37°C por 24h (Fronza et al., 2017; Ruivo et al., 2019) (Figura 2).

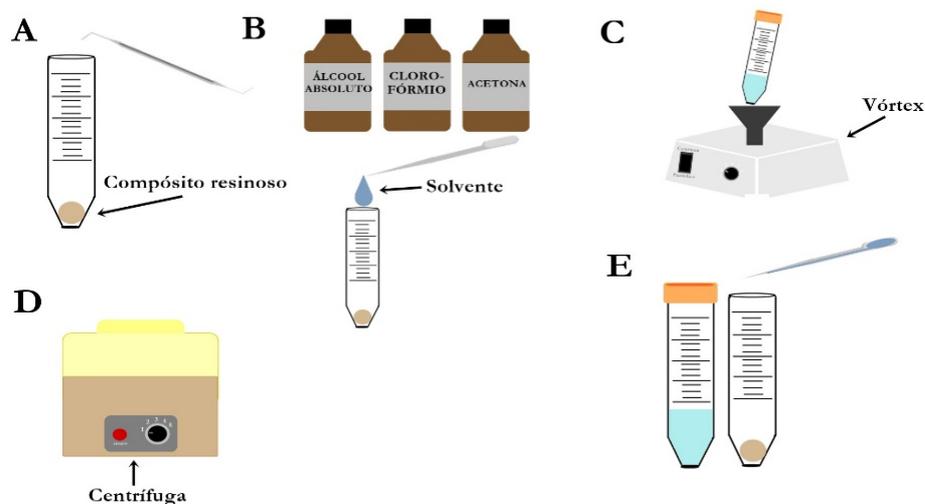


Figura 2 - Desenho experimental do estudo: Incremento de 0,5kg de compósito (A); 3 ml de solução (B); Dissolução do compósito em solução com uso do Vórtex (C); Centrifugação separando a matriz inorgânica do sobrenadante (D); Remoção do sobrenadante do tubo Falcon (E).

4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Após a extração das partículas inorgânicas dos compósitos, uma pequena porção de cada amostra foi dispostas sobre fitas de carbonos em stubs acrílicos, onde foram revestidas por pulverização catódica com ouro (SDC Sputercoater, BalTec, Balzers, Liechtensitein) e levadas ao microscópio eletrônico de varredura (JEOL, JSM-5600LV, Tokyo, Japan) onde as imagens das partículas foram feitas com magnificação de 1000x e 5000x com o objetivo de caracterizá-las de acordo com cada grupo de compósito estudado. Com o auxílio do software ImageJ, as imagens capturadas por MEV no aumento de 5.000x foram analisadas, permitindo a obtenção

das medidas dimensionais das partículas. Para tanto, foi padronizado a quantidade de análise de partículas por imagem. Com isso, foram verificadas 50 áreas de 25 partículas escolhidas de forma aleatória por imagem.

4.3 Ensaio mecânico

Quarenta espécimes em compósitos resinosos foram confeccionados em forma de barras, a fim de medir a resistência a flexão e o módulo de elasticidade dos grupos amostrais. Os compósitos resinosos foram inseridos em incremento único em matriz metálica para confeccionar barras de $25 (\pm 2 \text{ mm}) \times 2 (\pm 0.1 \text{ mm}) \times 2 (\pm 0.1 \text{ mm})$. Para tanto, a padronização dos espécimes foi dada com auxílio de uma tira de poliéster e uma placa de acetato sobre os compósitos não polimerizados, sendo pressionados por 1 minuto com peso de 100g. Logo após, a fotoativação dos compósitos foi realizada, sendo efetuada em 3 sessões de 20 segundos cada, primeiro nas extremidades da matriz, e em seguida ao centro. Para tal, foi utilizado o LED Bluephase N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Germany) com irradiância de 900 mW/cm^2 . Posteriormente, as amostras foram polidas manualmente seguindo um padrão de “infinito”, utilizando lixas de carbeto de silício de granulações #600 e #1200. Concomitantemente, foram armazenadas em água deionizada a 37° C por 24 horas.

Após as 24 horas de armazenamento, os espécimes foram submetidos ao teste de resistência a flexão de 3 pontos em máquina de ensaio universal (4411, Instron Co., Norwood, MA, EUA), utilizando célula de carga de 500 Newtons, a uma velocidade de $0,5 \text{ mm/min}$, até a fratura. O ensaio de resistência à flexão foi realizado de acordo com a ISO 4049 (2009) (Özcan C. et al., 2020) (Figura 3).

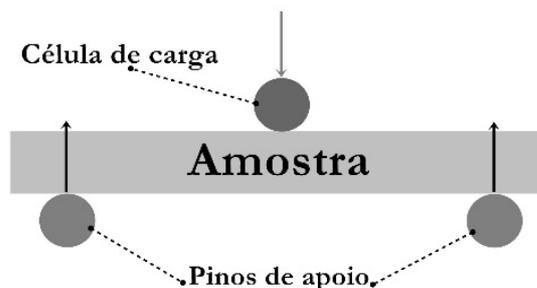


Figura 3 - Desenho esquemático do ensaio mecânico de flexão de 3 pontos.

Para realização dos ensaios mecânicos, as amostras em compósitos resinosos em forma de barra com $25 (\pm 2 \text{ mm}) \times 2 (\pm 0.1 \text{ mm}) \times 2 (\pm 0.1 \text{ mm})$ de dimensão foram confeccionadas, e guardadas em ambiente controlado em 37C° por 24 horas. E logo após, foram submetidas ao teste de resistência a flexão de 3 pontos em máquina de ensaio universal (4411, Instron Co., Norwood, MA, EUA). Os ensaios seguiram as normas da ISO 4049 (2009).

Nesta perspectiva, com o auxílio de um paquímetro digital, a largura transversal de cada lado das barras foi medida e inserida na máquina de teste universal (Instron), a fim de que o software calcule a resistência a fratura com exatidão dos dados dimensionais amostrais. Para tanto, para obtenção dos dados de resistência deste teste, se faz necessário do uso da fórmula:

$$\sigma = \frac{3Pl}{2Wb^2}$$

Onde:

σ = Resistência a flexão.

p = Carga máxima.

l = Distância entre os suportes.

w = Largura da amostra.

b = Altura da amostra.

Estes dados também foram observados através do coeficiente de proporcionalidade, o módulo de Young.

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon}$$

E = Módulo de elasticidade.

σ = Tensão.

ϵ = Deformação

4.4 Análise estatística

As amostras foram analisadas quanto à normalidade pelo teste de Shapiro Wilk e quanto à homocedasticidades das variâncias pelo teste de Levene. Após atender à este pressupostos, foram analisados estatisticamente pela análise de variância um fator seguido pelo teste de Tukey. Para todas as análises foi considerado nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS

5.1 Análise das partículas de carga

A análise em MEV mostrou que a morfologia das partículas diverge uma das outras. As partículas do Grupo FM (Controle) apresentaram morfologia irregular, variando de tamanho entre 260 nm a 1,2 μm , com média de 700 nm. As imagens do Grupo HN mostraram partículas com morfologias irregulares, porém mais discrepantes em tamanho, variando de tamanho entre 400 nm a 5 μm , com média de 1,4 μm . O Grupo SS também apresentou partículas irregulares, variando de 450 nm a 3,5 μm , com média de 1,6 μm . O Grupo VPS apresentou morfologia irregular, quando comparada entre si e entre os demais grupos, variando entre 300 nm e 2,1 μm , com dimensão média de 1 μm (Tabela 2).

Com base nesta análise, foi observado que todos os compósitos universais incluídos no estudo apresentaram partículas de carga em formatos irregulares, variando seu tamanho entre nanopartículas e macropartículas. De acordo com a análise via software, o Grupo FM apresentou as menores partículas do estudo, seguida por VPS, SS e HN (Tabela 2).

Tabela 2 - Valores dimensionais das partículas de carga dos compósitos (μm).

Compósito	Mínimo	Máximo	Média
FM	0,269	1,202	0,704
HN	0,401	5,240	1,416
SS	0,458	3,541	1,627
VPS	0,299	2,106	0,996

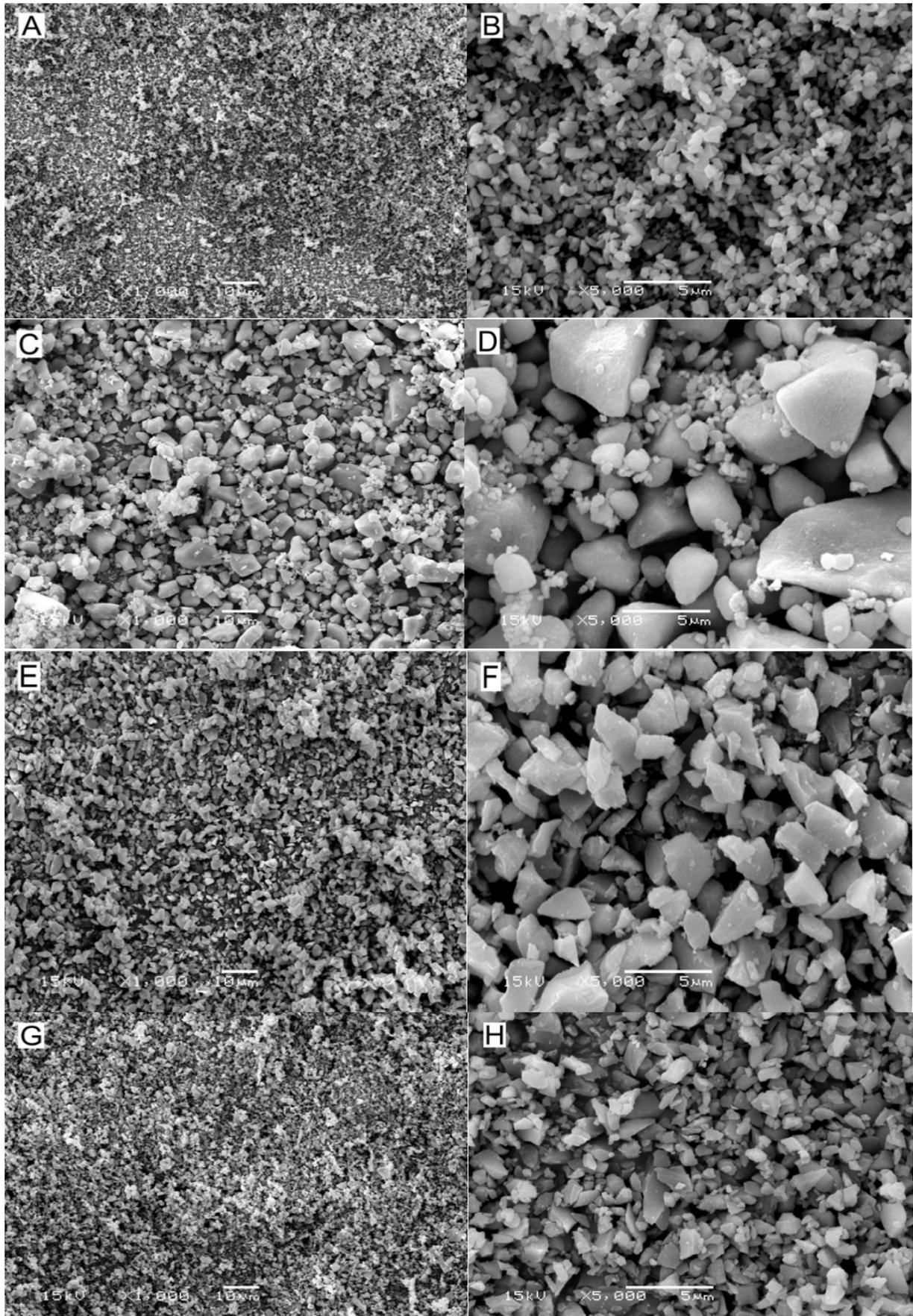


Figura 4 - Comparação morfológica de partículas de cargas de compostos resinosos Fill Magic (Figuras A e B), Harmonize (C e D), Spectra Smart (E e F) e Vittra APS Unique (G e H). Imagens de MEV em resoluções em 1.000x e 5.000x.

5.2 Ensaio mecânico

A análise de variância mostrou que houve diferença significativa entre a RF dos compósitos ($p=0,002$). O teste de Tukey mostrou que os compósitos SS (133,6 MPa) e FM (126,8 MPa) apresentaram RF significativamente maior que HN (105,6 MPa). Entretanto, VPS (116,6 MPa) não apresentou diferença dos demais compósitos. (Figura 5 e Tabela 3).

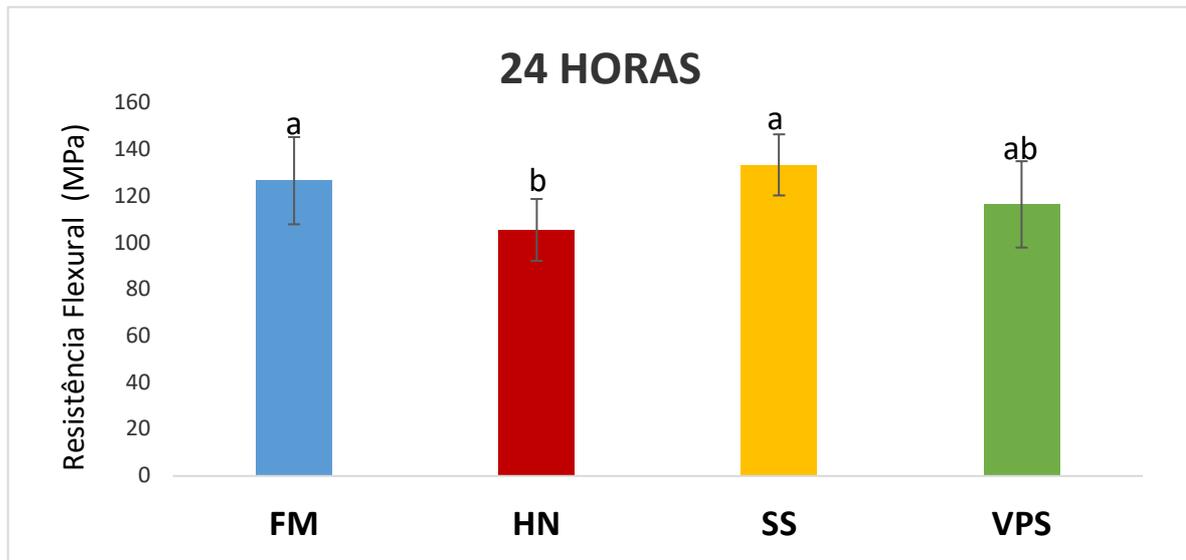


Figura 5 - Resistência flexural dos grupos FM, SS, VPS e HN.

Tabela 3 - Média (\pm desvio padrão) de resistência a flexão (MPa) e módulo de flexural (GPa)

Grupos	Resistência Flexural (Mpa)	Módulo de Elasticidade
SS	133,61 ($\pm 13,12$) a	8,59 ($\pm 0,64$) a
FM	126,83 ($\pm 18,74$) a	7,92 ($\pm 0,77$) a
VPS	116,65 ($\pm 18,53$) ab	7,56 ($\pm 0,44$) ab
HN	105,67 ($\pm 13,29$) b	7,31 ($\pm 0,40$) b

6 DISCUSSÃO

O mercado odontológico atual apresenta uma gama de compósitos resinosos capazes de serem utilizados independentemente da classe restauradora requerida clinicamente. Estas resinas são capazes de promover resistência aos pormenores estomatognáticos, além de terem uma apresentação estética mimética de boa qualidade. Entretanto, para fornecer adequada resistência mecânica, estes compósitos requerem incorporação de partículas de carga em níveis adequados de acordo com o uso clínico empregado estabelecido para tal uso. Nesta perspectiva, a incorporação de nanopartículas tem sido utilizada com recorrência nos compósitos atuais, visando aumentar a resistência do material. Um estudo feito por Junior *et al.*, 2008 mostrou que resistência mecânica, por flexão de 3 pontos, de um compósito nanoparticulado (Filtek Supreme) comparado a um microhíbrido (Filtek Z250) não apresentou diferença estatística, mostrando assim que estudos com o uso de compósitos nanoparticulados são capazes de fornecer caracterizações que justifiquem seu amplo uso.

Diversos estudo correlacionam o tamanho das partículas a capacidade de resistência dos compósitos resinosos, entretanto, para compreender essa correlação, se faz necessário buscar os achados dimensionais encontrados nos compósitos do mercado atual. Principalmente dos compósitos universais que pregam mimetizar as cores dos substratos graças a sua capacidade de forma e tamanho das partículas de carga, segundo seus fabricantes. Nesta perspectiva, um estudo realizado por Gomes de Araújo-Neto. V.G. et al., (2021), comparou diversos compósitos com partículas de diversos tamanhos, e concluiu que as características das partículas de carga influenciam nas taxas de polimerização, bem como na resistência do material. Sejam elas nanoparticuladas ou microhíbridas. Todavia, outro estudo realizado por Lu et al., (2006) mostrou que compósitos microhíbridos e nanoparticulados apresentaram diferença estatística no módulo de elasticidade e na resistência a flexão quando comparado com compósitos contendo micropartículas.

Todavia, ao estudar a morfologia das partículas dos compósitos do presente estudo, através de micrografias por microscopia eletrônica de varredura (Figura 4), notou-se que o compósito testado Fill Magic (FM) apresentou partículas de morfologia irregular que variaram de tamanho entre 260nm a 1.2 μm , tendo uma

dimensão média de 700nm (figura 4, A e B) (tabela 2), diferindo do tamanho relatado pelo fabricante, que é de 500nm, saindo do padrão microhíbrida dito pelo fabricante. A análise das micrografias do compósito Harmonize (HN) mostraram partículas irregulares de 400nm a 5µm, com dimensões médias de 1.4µm (figura 4, C e D), diferindo do valor dimensional enunciado pelo fabricante, que é de 400nm, saindo do padrão nanohíbrido dito pelo fabricante. Compósitos nanohíbridos possuem partículas que variam de 5 a 1000 nanômetros (Ferracane, 2011). O compósito Spectra Smart (SS) apresentou morfologia de partículas irregulares que variam entre 450nm a 3.5µm, com dimensões média de 1.6µm (figura 4, E e F), o que as difere dos tamanhos de FM e HN e da classificação de nanohíbrida indicada pelo fabricante. Seguindo o mesmo padrão, a análise das micrografias do compósito Vittra APS Unique (VPS) indicaram partículas de formato irregular, com tamanhos de 300nm a 2.1µm, com média de 1µm (figura G e H), apresentando variação quando comparado aos outros compósitos do estudo, bem como as dimensões enunciadas pelo fabricante, de 700nm, que a indica como supranano. A análise dos dados dimensionais das partículas obtidos pelo estudo indicou grande variação quanto aos valores informados pelos fabricantes. Ainda convém lembrar, que nas imagens obtidas nenhuma mostrou partículas com formato esférico como enunciado por alguns fabricantes, todas se apresentaram com formato irregular.

A capacidade do material em mimetizar a estrutura dental adjacente sem o uso de pigmentos está diretamente relacionado as partículas de carga em sua composição, onde é assumido que o uso de partículas esféricas de diferentes tamanhos é capaz de modular o comprimento de onda refletido pela restauração, removendo a necessidade de pigmentos ao material (Yamaguchi et al., 2021), entretanto, como dito, nenhum compósito universal estudado mostrou partículas esféricas, o que introduz a não eficiência do efeito camaleão prometido pelos fabricante, uma vez que, o uso de partículas esféricas traria essa mimética segundo os fabricantes, todavia, obter um compósito apenas com partículas esféricas levaria ao material uma translucidez indesejada, uma vez que, a luz passaria sem reflexão, e o clínico teria que fazer uso de um compósito opaco. Desta forma, a presença de partículas irregulares observadas nas micrografias dos compósitos estudados corrobora para o efeito camaleão prometido pelos fabricantes, se é que esse efeito existe ou é marketing contraproducente.

Apesar do evidente benefício do uso de nanopartículas, a literatura ainda mostra que a combinação de partículas de diferentes tamanhos pode promover melhores resultados quanto a capacidade mecânica e ótica. Sideridou et al., (2011) compararam três compósitos nanohíbridos, o Tetric EvoCeram, o Grandio e o Protobond, com outros dois compósitos exclusivamente nanoparticulados, o Filtek Supreme e o Filtek Supreme Translucent quanto a resistência de flexão, observando a resistência por 24 horas e 30 dias. Eles concluíram que os compósitos nanoparticulados apresentaram maiores valores em MPa após 24 horas de armazenamento em água, bem como após 30 dias de armazenamento quando comparados aos grupos nanohíbridos, porém, quando comparado os nanoparticulados entre si, os grupos de 24h e de 30 dias de armazenamento, houve uma queda na resistência destes compósitos com o tempo, devido a dissolução da matriz e sorção de água no meio, que este tipo de compósito apresenta quando comparado ao microhíbrido, logo, as partículas microhíbridas favorecem a não sorção de água ao compósito, impedindo a queda dos valores de resistência.

Com a análise da resistência mecânica de flexão de 3 pontos dos compósitos resinosos do presente estudo, foi observado que o compósito Spectra Smart (SS) apresentou o maior valor em resistência mecânica (133,61 MPa) do estudo, não diferindo estatisticamente dos dados encontrados em outro achados (137.8 Mpa) (Gomes de Araújo-Neto et al., 2021). Notou-se também, que o Grupo Harmonize (HN) apresentou o menor valor de resistência mecânica (105,67 Mpa) no estudo, diferindo estatisticamente de todos os outros grupos analisados, diferindo, também, do estudo apresentado por Yahya et al., (2021) (114,56 MPa). O Grupo FM, apresentou valor de resistência em 126.83 MPa, diferindo estatisticamente do Grupo HN, e não diferindo dos Grupos SS e VPS. Não muito distante, o Grupo VPS apresentou valor de resistência em 116,65 MPa, não diferindo de nenhum grupo estudado. (Tabela 3) (figura 5). O Grupo VPS não diferir estaticamente de outros compósitos como Omnicroma (116.6 Mpa), material de mesmas características óticas do VPS (Mizutani et.al., 2021).

Por fim, apesar dos compósitos serem anunciados com classificações específicas quanto ao tamanho das partículas de carga presente em sua composição, há outros fatores que podem influenciar as propriedades mecânicas do material. Existem variações na composição que podem afetar a capacidade mecânica do compósito

quando comparado a outros compósitos da mesma classificação, tais como distribuição e adesão das partículas com a matriz orgânica, porcentagem de volume de carga por peso e profundidade de polimerização, sendo necessário a realização de mais estudos que abordem diferentes variáveis destes compósitos universais, para assim fornecer pareceres mais concretos quanto a eficácia do compósito.

7 CONCLUSÃO

Com base nos resultados deste estudo pode ser concluído que:

- Os compósitos apresentaram partículas de carga de morfologia irregular, variando seu tamanho entre nanopartículas e macropartículas, diferindo seus resultados em comparação aos relatados pelos fabricantes.
- Os valores de resistência mecânica mostraram diferença estatística entre os grupos FM e SS quando comparados ao grupo HN, porém o Grupo HN não mostrou diferença com o grupo VPS, que, por sua vez, não diferiu dos grupos FM e VPS.

REFERÊNCIAS*

Anusavice KJ. Phillips: Materiais dentários. 12. ed. Rio de Janeiro: Guanabara-Koogan; 2011.

Arai Y, Kurokawa H, Takamizawa T, Tsujimoto A, Saegusa M, Yokoyama M, Miyazaki M. Evaluation of structural coloration of experimental flowable resin composites. *J Esthet Restor Dent*. 2021 Mar;33(2):284-293. doi: 10.1111/jerd.12674. Epub 2020 Oct 24.

Arikawa H, Kanie T, Fujii K, Takahashi H, Ban S. Effect of filler properties in composite resins on light transmittance characteristics and color. *Dent Mater J*. 2007 Jan;26(1):38-44. doi: 10.4012/dmj.26.38.

Baeshen H, Alturki BN, Albishi WW, Alsadi FM, El-Tubaigy KM. Mechanical and Physical Properties of Two Different Resin-based Materials: A Comparative Study. *J Contemp Dent Pract*. 2017 Oct 1;18(10):905-910. doi: 10.5005/jp-journals-10024-2147.

Bakti, I, Santosa AS, Irawan B, Damiyanti M. Chameleon effect of nano-filled composite resin restorations in artificial acrylic teeth of various shades. *J Phys Conf Series*. 2018;1073:52011. doi: 10.1088/1742-6596/1073/5/052011

Bayne SC, Ferracane JL, Marshall GW, Marshall SJ, van Noort R. The Evolution of Dental Materials over the Past Century: Silver and Gold to Tooth Color and Beyond. *J Dent Res*. 2019 Mar;98(3):257-65. doi: 10.1177/0022034518822808.

Bayne SC, Heymann HO, Swift EJ Jr. Update on dental composite restorations. *J Am Dent Assoc*. 1994 Jun;125(6):687-701. doi: 10.14219/jada.archive.1994.0113.

Cramer NB, Stansbury JW, Bowman CN. Recent advances and developments in composite dental restorative materials. *J Dent Res*. 2011 Apr;90(4):402-16. doi: 10.1177/0022034510381263.

de Abreu JLB, Sampaio CS, Benalcázar Jalkh EB, Hirata R. Analysis of the color matching of universal resin composites in anterior restorations. *J Esthet Restor Dent*. 2021 Mar;33(2):269-76. doi: 10.1111/jerd.12659.

* De acordo com as normas da UNICAMP/FOP, baseadas na padronização do International Committee of Medical Journal Editors - Vancouver Group. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o PubMed.

de Paula AB, Fucio SB, Ambrosano GM, Alonso RC, Sardi JC, Puppini-Rontani RM. Biodegradation and abrasive wear of nano restorative materials. *Oper Dent*. 2011 Nov-Dec;36(6):670-7. doi: 10.2341/10-221-L.

Di Francescantonio M, Pacheco RR, Aguiar TR, Boaro LCC, Braga RR, Martins AL, et al. Evaluation of composition and morphology of filler particles in low-shrinkage and conventional composite resins carried out by means of SEM and EDX. *J Clin Dent Res*. 2016 jan-mar;13(1):49-58.

Ellakwa A, Cho N, Lee IB. The effect of resin matrix composition on the polymerization shrinkage and rheological properties of experimental dental composites. *Dent Mater*. 2007 Oct;23(10):1229-35. doi: 10.1016/j.dental.2006.11.004.

Ferracane JL. Resin composite--state of the art. *Dent Mater*. 2011 Jan;27(1):29-38. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.020.

Fronza BM, Ayres A, Pacheco RR, Rueggeberg FA, Dias C, Giannini M. Characterization of Inorganic Filler Content, Mechanical Properties, and Light Transmission of Bulk-fill Resin Composites. *Oper Dent*. 2017 Jul/Aug;42(4):445-55. doi: 10.2341/16-024-L.

Giannini M, Di Francescantonio M, Pacheco RR, Cidreira Boaro LC, Braga RR. Characterization of water sorption, solubility, and roughness of silorane- and methacrylate-based composite resins. *Oper Dent*. 2014 May-Jun;39(3):264-72. doi: 10.2341/12-526-L.

Gomes de Araújo-Neto V, Sebold M, Fernandes de Castro E, Feitosa VP, Giannini M. Evaluation of physico-mechanical properties and filler particles characterization of conventional, bulk-fill, and bioactive resin-based composites. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2021 Mar;115:104288. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.104288.

Ilie N, Furtos G. A Comparative Study of Light Transmission by Various Dental Restorative Materials and the Tooth Structure. *Oper Dent*. 2020 Jul 1;45(4):442-52. doi: 10.2341/19-037-L.

Jun SK, Kim DA, Goo HJ, Lee HH. Investigation of the correlation between the different mechanical properties of resin composites. *Dent Mater J*. 2013;32(1):48-57. doi: 10.4012/dmj.2012-178.

Karadas M, Demirbuğa Sezer. Evaluation of Color Stability and Surface Roughness of Bulk-Fill Resin Composites and Nanocomposites. *Meandros Med Dent J*. 2017;18:199-205. doi: 10.4274/meandros.36855.

Meenakumari C, Bhat KM, Bansal R, Singh N. Evaluation of mechanical properties of newer nanoposterior restorative resin composites: an in vitro study. *Contemp Clin Dent*. 2018 Jun;9(Suppl 1):S142-S146. doi: 10.4103/ccd.ccd_160_18.

Mizutani K, Ishii R, Takamizawa T, Shibasaki S, Kurokawa H, Suzuki M, et al. Flexural Properties and Polished Surface Characteristics of a Structural Colored Resin Composite. *Oper Dent*. 2021 Aug 9. doi: 10.2341/20-154-L.

Moraes RR, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L, Ogliari FA, Piva E, Petzhold CL. Preparation and evaluation of dental resin luting agents with increasing content of bisphenol-A ethoxylated dimethacrylate. *J Biomater Appl*. 2010 Jan;24(5):453-73. doi: 10.1177/0885328208098594.

Noushad M, Ab Rahman I, Husein, Mohamad D. Nanohybrid dental composite using silica from biomass waste. *Powder Technol* 2016;299:1-25. doi: 10.1016/j.powtec.2016.05.035.

Özcan C, Lestriez P, Berry-Kromer V, Thiebaud F, Sockalingum GD, Untereiner V, et al. Misinterpretation of ISO 4049 standard recommendations: Impact on Young's modulus and conversion degree of dental composites. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020 Oct;110:103947. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.103947.

Pereira Sanchez N, Powers JM, Paravina RD. Instrumental and visual evaluation of the color adjustment potential of resin composites. *J Esthet Restor Dent*. 2019 Sep;31(5):465-70. doi: 10.1111/jerd.12488.

Randolph LD, Palin WM, Leloup G, Leprince JG. Filler characteristics of modern dental resin composites and their influence on physico-mechanical properties. *Dent Mater*. 2016 Dec;32(12):1586-99. doi: 10.1016/j.dental.2016.09.034.

Rodríguez HA, Kriven WM, Casanova H. Development of mechanical properties in dental resin composite: Effect of filler size and filler aggregation state. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2019 Aug;101:274-82. doi: 10.1016/j.msec.2019.03.090.

Ruivo MA, Pacheco RR, Sebold M, Giannini M. Surface roughness and filler particles characterization of resin-based composites. *Microsc Res Tech*. 2019 Oct;82(10):1756-67. doi: 10.1002/jemt.23342.

Satterthwaite JD, Maisuria A, Vogel K, Watts DC. Effect of resin-composite filler particle size and shape on shrinkage-stress. *Dent Mater*. 2012 Jun;28(6):609-14. doi: 10.1016/j.dental.2012.01.007.

Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi ECh. Physical properties of current dental nanohybrid and nanofill light-cured resin composites. *Dent Mater*. 2011 Jun;27(6):598-607. doi: 10.1016/j.dental.2011.02.015.

Yamaguchi S, Karaer O, Lee C, Sakai T, Imazato S. Color matching ability of resin composites incorporating supra-nano spherical filler producing structural color. *Dent Mater*. 2021 May;37(5):e269-e275. doi: 10.1016/j.dental.2021.01.023.

ANEXO 1 – VERIFICAÇÃO DE ORIGINALIDADE E PREVENÇÃO DE PLÁGIO

TCC Adriel

RELATÓRIO DE ORIGINALIDADE



FONTES PRIMÁRIAS

1	Submitted to University of Witwatersrand Documento do Aluno	4%
2	repositorio.unicamp.br Fonte da Internet	3%
3	www.mogalakwena.gov.za Fonte da Internet	2%
4	Submitted to Universidade Estadual de Campinas Documento do Aluno	2%
5	www.churchillcsd.com Fonte da Internet	1%
6	sbppo.org.br Fonte da Internet	1%
7	hdl.handle.net Fonte da Internet	1%
8	www.scribd.com Fonte da Internet	1%
9	bcd.oregon.gov Fonte da Internet	