

Avaliação da Microdureza Knoop nas Superfícies de Base e Topo de Resinas Bulkfill

Evaluation of Knoop Microhardness on Bottom and Top Surfaces of Bulk Fill Resins

Diogo de Azevedo Miranda¹, Lair Felipe Faria Frederico², João Marcos Barros Valente², Tarcísio dos Santos José²

¹ Postgraduate Program in Microbiology of the Faculty of Medical and Health Sciences of Juiz de Fora – SUPREMA.

² Professor of the Postgraduate Program in Clinical Analysis and Microbiology of the Faculty of Medical and Health Sciences of Juiz de Fora – SUPREMA.

Diogo de Azevedo Miranda. E-mail: diogoodonto@yahoo.com.br

RESUMO

Introdução: Anteriormente acreditava-se que incrementos de até 2mm de espessura eram ideais para serem inseridos em cavidades sem que pudessem causar alterações nas propriedades físico-mecânicas do material. Na controversa desses resultados, surgiram no mercado as resinas “BULK FILL” que, segundo os fabricantes, podem ser inseridas em incrementos únicos de até 5mm. **Objetivos:** avaliar a microdureza Knopp das superfícies de base e topo de duas resinas bulkfill, após a fotoativação com o aparelho Rádi-Cal (SDI). **Métodos:** Foram confeccionados 20 corpos de prova (n=10) de acordo com a marca de cada resina. Depois de inseridos em matriz e fotoativados, foram removidos e armazenados secos em recipientes escuros, mantidos em temperatura ambiente e, em seguida, realizado o teste de microdureza. Cinco endentações em cada superfície de topo e cinco em cada superfície de base foram realizadas em cada amostra: uma central e as outras quatro na distância de, aproximadamente, 200µm da localização central, sob carga de 0,5kg por 10 segundos. **Resultados:** Houve interação e diferença estatística entre as variáveis (superfícies testadas -topo e base e resinas compostas) (p=0,02). Pelos resultados encontrados, nota-se que, independente da superfície testada (superfície de topo ou de base), a resina Filtek TM Bulk Fill (3M, USA) apresentou valores de microdureza significativamente maiores em relação a resina Sonic Fill (Kerr, USA). Outro resultado apresentado nesta tabela é que independente da resina composta testada, a superfície de topo obteve valores de microdureza estatisticamente superiores aos valores encontrados na superfície de base. **Conclusão:** O resina Filtek Bulk Fill (3M, USA) apresentou melhores resultados de microdureza, independente da superfície avaliada, em relação a resina Sonic Fill (Kerr, USA). É que a efetividade da polimerização na base apresentou menores resultados que os encontrados no topo independente da amostra. **Palavras-chave:** Resinas Compostas; Polimerização; Testes Laboratoriais.

ABSTRACT

Introduction: It has been previously believed that increments up to 2mm thick are ideal for insertion into cavities without causing the physical-mechanical property of the material to cause. In the controversial results, they appeared on the market as “BULK FILL” resins which, according to manufacturers, can be inserted in single increments of up to 5mm. **Objective:** to evaluate a Knopp microhardness of the bottom and top surfaces of two bulk fill resins after a photoactivation with the Rádi-Cal (SDI) apparatus. **Methods:** Twenty test specimens ($n = 10$) were made according to one mark of each resin. After being inserted in matrix and photoactivated, they were removed and stored in dark containers, kept at room temperature, in the course, microhardness test. Five indentations in each top surface and five in each bottom surface were performed in each one shows: a central one and like other four the distance of approximately $200\mu\text{m}$ of the central location, under load of 0.5kg for 10 seconds **Results:** There were Interaction and statistical difference between variables (surfaces tested - top and bottom and composite resins) ($p=0.02$). The results of the results showed that, regardless of the surface tested (base or base surface), Filtek TM Bulk Fill resin (3M, USA) showed significantly higher microhardness values than Sonic Fill resin (Kerr, USA). Another result is a composite resin independent production table tested, a top surface obtained microhardness values statistically superior to beams found on the bottom surface. **Conclusion:** Filtek Bulk Fill resin (3M, USA) presented better microhardness, regardless of the surface evaluated, compared to Sonic Fill resin (Kerr, USA). It is that the effectiveness of the polymerization in the base presented smaller results than were not found in the independent top of the sample.

Keywords: Composite Resins; Polymerization; Hardness Tests.

INTRODUÇÃO

Notadamente, as resinas compostas convencionais constituem-se em materiais de aplicação universal e versátil, podendo ser indicadas tanto para dentes anteriores e posteriores¹. Os compósitos dentais utilizados à base de metacrilato são constituídos por uma matriz orgânica, carga inorgânica e por um agente de união (silano), que une a partícula à matriz². O Bis-GMA é o monômero mais utilizado nas formulações dos compósitos dentais, no entanto, devido ao seu elevado peso molecular, alta viscosidade e baixa mobilidade, outros monômeros com viscosidade mais baixa e/ou maior mobilidade, como o TEGDMA e UDMA foram inseridos para melhorar a qualidade de manipulação do material, além de aumentar o grau de conversão durante a reação de polimerização³.

Independente da composição monomérica, o sucesso clínico das restaurações de resinas compostas está intimamente relacionado ao seu grau de conversão⁴ e, este método de análise é a maneira mais comum de se avaliar a qualidade de polimerização dos compósitos. Contudo, o grau de polimerização não fornece uma caracterização completa da rede polimérica formada, já que polímeros com mesmo nível de conversão podem apresentar diferentes densidades de ligações cruzadas, devido a diferenças na linearidade das cadeias e, conseqüentemente, propriedades físicas diferentes⁵.

Dessa forma, a efetividade de polimerização também pode ser analisada através de outras propriedades mecânicas do compósito⁶, as quais refletem em bom desempenho clínico. Até pouco tempo atrás, era consenso entre os estudiosos que muitos fatores podem

afetar a quantidade de energia luminosa que é recebida na superfície de topo e de base da restauração realizada com material resinoso.

Dentre esses fatores estão a distância de fotoativação e o tamanho do incremento de resina aplicado na cavidade. À medida que se distancia da superfície irradiada, a polimerização dos compósitos se torna menos efetiva, pois as partículas de carga e matriz resinosa tem a capacidade de absorver ou dispersar a luz⁷. Como resultado desse processo de atenuação de energia, há necessariamente menor quantidade de excitação de moléculas de canforoquinona, propiciando inadequada reação de polimerização e, menor dureza dos compósitos. Assim, a superfície de topo depende menos da intensidade de luz que a superfície de base⁸, pois a energia que alcança a superfície irradiada parece ser suficiente para que ocorra uma adequada polimerização⁹.

Anteriormente acreditava-se que incrementos de até 2mm de espessura era ideais para serem inseridos em cavidades sem que pudessem causar alterações nas propriedades físico-mecânicas do material. Entretanto, estudos mostraram que até mesmo em incrementos de 1mm de espessura, já ocorre alteração nas propriedades do material, principalmente no que se refere a superfície de topo e superfície de base⁵.

Na controversa desses resultados, surgiram no mercados resinas com formulações e indicações diferentes que visam minimizar os efeitos causados pela espessura do material, principalmente pela menor polimerização na superfície de base dos compósitos. A tecnologia das resinas “BULK FILL” baseia-se na alteração química

do monômero, para criar monômeros com menos viscosidade¹⁰. Também houve uma mudança nos fotoiniciadores, que agora são mais sensíveis a luz, além disso as resinas BULK FILL tendem a ser mais translúcidas para que permita a irradiação de luz adicional o mais profundo possível¹¹. Paralelamente a composição química, os fabricantes indicam que os incrementos inseridos podem ser de 4 a 6 mm de preenchimento,¹¹ ou incrementos únicos de até 5 mm, o que, sem dúvidas, simplificaria o processo restaurador, reduzindo o tempo clínico em casos de cavidades profundas e amplas.

Atualmente os dados disponíveis para estes materiais ainda são limitados, e por isso necessitam de mais estudos laboratoriais para que melhores informações sobre o comportamento destes materiais sejam melhores investigados. Sendo assim, o objetivo desse estudo é avaliar o comportamento mecânico, através do teste de microdureza Knoop, da superfície de topo e de base, das resinas bulk fill Sonicfill (Kerr, EUA) e Filtek Bulk Fill (3M, EUA).

MATERIAIS E MÉTODOS

Confecção dos Corpos de Prova

Os corpos de prova foram confeccionados por um único operador, conforme especificações da ISO 4049²⁹. Todos os corpos de prova foram confeccionados sob as mesmas condições de temperatura, iluminação e umidade relativa do ar e, em seguida divididos em dois grupos (n=10), levando em consideração os fatores em estudo, que são as duas marcas comerciais das resinas composta bulkfill Filtek bulkfill (3M Espe, USA) e Sonicfill (Kerr, USA).

Sobre uma placa de vidro, foi colocada uma tira de poliéster e, em seguida, foi posicionada duas matrizes cilíndricas de teflon com 6mm de diâmetro e 2mm de espessura cada, somando 4mm. A resina foi inserida em incremento único, na matriz, utilizando espátula Suprafill (Millenium), no caso da Filtek bulkfill, e na Sonicfill foi usado o aparelho ultrassônico de inserção da resina conforme preconizado pelo fabricante.

Após esta etapa, foi posicionada uma tira de poliéster sobre o corpo de prova e procedeu-se a fotoativação por 20s, utilizando o aparelho fotopolimerizador encostado diretamente na tira de poliéster.

A utilização da tira de poliéster foi para permitir que não hou-

vesse adesão da resina a ponteira, impedindo o acúmulo de resina na ponteira do aparelho fotopolimerizador, evitando assim que o acúmulo interferisse na radiação de luz do aparelho.

Após polimerização, os corpos de prova foram removidos da matriz e, em seguida, armazenados em recipientes escuros, para que nenhuma interferência externa de luz pudesse alterar a qualidade da fotoativação, até que os testes fossem realizados. A intensidade de luz de fotoativação foi medida através de um radiômetro digital (Hilux Led Max Curing Light Meter).

Teste de Microdureza Knoop (KNH)

O protocolo utilizado foi baseado no estudo de Borges et al. (2010)¹². A avaliação da mensuração da KHN foi efetuada na superfície de topo de cada corpo de prova através do aparelho (HNV-2T E, Shimadzu Corporation, Tóquio, Japão). Cinco endentações Knoop foram realizadas na superfície de todos os espécimes: uma central e as outras quatro na distância de, aproximadamente, 200µm da localização central, sob carga de 0,5Kg por 10s. Os valores das cinco endentações para cada superfície foram anotados e calculados a média final das superfícies de todas as unidades experimentais.

Análise Estatística

Após os dados obtidos, foi realizada a análise exploratória dos dados - análise de variância (ANOVA) em Split plot e os dados mostraram interações entre as superfícies testadas (topo e base) e as resinas utilizadas. As comparações múltiplas foram realizadas pelo teste de Tukey. Em todas as análises foi considerado o nível de significância de 5%.

RESULTADOS

Microdureza Knoop

A tabela 1 apresenta as médias e os desvios padrões dos valores de microdureza Knoop das resinas compostas Bulkfill e das superfícies de topo e base dos corpos de prova. Neste caso observa-se que foi encontrada interação e diferença estatística entre as variáveis (superfícies testadas - topo e base e resinas compostas) ($p=0,02$). Pelos resultados encontrados, nota-se que, independente da superfície testada (superfície de topo ou de base), a resina Filtek

Tabela 1. Médias e desvio padrão dos valores de microdureza Knoop nas superfícies de topo e base de duas.

Superfície	Resina Composta	
	Sonic Fill	Fitek Bulk Fill
Base	45.86 (2,34) Aa	48.76 (2,32) Ba
Topo	48.32 (1,96) Ab	51.57 (2,05) Bb

TM Bulk Fill apresentou valores de microdureza significativamente maiores em relação a resina Sonic Fill. Outro resultado apresentado nesta tabela é que independente da resina composta testado, o a superfície de topo obteve valores de microdureza estatisticamente superiores aos valores encontrados na superfície de base.

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical comparando distância dentro de cada superfície) diferem entre si ($p \leq 0,05$).

DISCUSSÃO

O grau de polimerização está intimamente relacionado com a intensidade de luz recebida pelos fotoiniciadores, para que estes possam ser excitados e transformar os monômeros em polímeros^{4,26}. Durante o teste laboratorial, deste estudo, em que o fotopolimerizador foi posicionado sobre as matrizes (4mm de distancia) e aferido com o radiômetro, podemos observar que a potencia recebida pelo radiômetro a 4mm caiu drasticamente de 1792 mw/cm² para uma média de 782 mw/cm³. Esta queda de irradiância provocada pelo distanciamento da fonte polimerizadora provavelmente, provocou uma dispersão de luz⁵. Sendo assim, embora a distância de fotoativacao não tenha sido fator em estudo neste trabalho, podemos afirmar que quanto maior a distância do fotopolimerizador da superfície irradiada, maior a dispersão da luz^{5,25} e isto possivelmente causa piores propriedades nos materiais resinosos.

Essas evidências são comprovadas quando se analisa os valores de dureza Knoop encontrados na superfície de topo e base de cada resina. Independente, do tipo de resina bulk fill testada, os valores de dureza encontrados na superfície de topo foram estatisticamente maiores que os valores na superfície de base. Assim como em trabalhos anteriores^{5,25}. Tudo isso foi novamente confirmado com os resultados do microdurometro, que demonstrou que as superfícies de topo apresentaram maior microdureza knoop do que as superfícies de base.

Em relação a comparação dos materiais testados, os resultados encontrados demonstraram que a resina Filtek Bulk Fill obteve melhores, resultados tanto para superfície de base quanto a de topo, comparada aos Superfície Resina Composta Sonic Fill Filtek TM Bulk Fill Base 45.86 (2,34) Aa 48.76 (2,32) Ba Topo 48.32 (1,96) Ab 51.57 (2,05) Bb resultados da resina Sonicfill. A justificação mais plausível para a diferença encontrada, é o tipo de monômeros presente em sua matriz orgânica que na sonic fill é o BisGMA (bisfenol A polietileno glicol dimetacrilato) e na Filtek Bulk Fill a carga orgânica é o UDMA (Diuretano dimetacrilato), assim como os diferentes diluentes, TEGDMA (trietileno glicol dimetacrilato) na resina Sonicfill e EDMA (etileno glicol dimetacrilato) encontrado na Filtek bulk fill. O Bis-GMA é capaz de promover forte ligação de hidrogênio através do grupo

hidroxila, aumentando o peso molecular, dando pouca mobilidade e alta rigidez. Acontece também um efeito sinérgico entre o Bis-GMA e o TEGDMA que aumenta a densidade de reticulação, ou seja, as ligações cruzadas entre as moléculas lineares produzindo polímeros tridimensionais com alta massa molecular^{19,27}. Assim, a substituição desse monômero por outro, no caso o EDMA, propiciou alterações nas propriedades mecânicas do material.

Outro fato que merece ser destacado é que embora os corpos de prova da resina foram confeccionados de forma manual, ao final da inserção do incremento na matriz, este conjunto era comprimido, podendo neste caso haver menos espaços entre o material. Já na resina Sonicfill, o modo de inserção ser mecânico, poderia ser também um dos motivos para que este material apresentasse menores valores de dureza, tanto no topo quanto na base, pois dependendo do torque que é dado, a velocidade de liberação do material pode ser modificado²⁸.

CONCLUSÃO

Diante dos resultados deste estudo pode-se concluir que a superfície de topo apresentou melhor desempenho mecânico do que a superfície de base, independente da resina testada. A resina composta Filtek Bulk Fill apresentou maiores valores de dureza, tanto na superfície de topo quanto na superfície de base, em relação a resina Sonic Fill.

REFERÊNCIAS

1. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Assoc.* 2003 Oct; 134(10): 1382-90.
2. Polydorou O, Trittler R, Hellwig E, Kümmerer K. Elution of monomers from two conventional dental composite materials. *Dent. mater. Washington.* 2007 Dec; 23 (12):1535-41.
3. Filho JD, Poskus LT, Guimarães JG, Barcellos AA, Silva EM. Degree of conversion and plasticization of dimethacrylate-based polymeric matrices influence of light-curing mode. *J Oral Sci.* 2008; 50(3): 315-21.
4. Lopes LG, Jardim Filho Ada V, de Souza JB, Rabelo D, Franco EB, de Freitas GC. Influence of pulse-delay curing on sorption and sulubility of composite resin. *J Appl Oral Sci.* 2009 Jan-Feb; 17(1):27-31.
5. Miranda DA, Bertoldo CES, Ambrosano GMB, Aguiar FHB, Lima DANL, Lovadino JR. Effect of curing light distance and different mouthwashes on the sorption and solubility of a nanofilled composite. *European Journal of Esthetic Dentistry.* 2013; 8: 1-16.
6. de Araujo CS, Schein MT, Zanchi CH, Rodrigues AS Jr., Demarco FF. Composite resin microhardness the influence of light curing method, composite shade, and depth or cure. *J Contemp Dent Pract* 2008;9: 43-50.
7. Ihsan H, Bülent B, Giray B, Orhan M D, Arife D, Ali Ā- and Bülent B. Microhardness Evaluation of Resin Composites Polymerized by Three Different

- Light Sources. *Dental Materials Journal* 2007; 26(6):845-53.
8. Aguiar FHB, Lazzari CR, Lima DANL, Ambrosano GMB, 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.
 9. Aguiar FHB, Oliveira TRV, Lima DANL, Ambrosano GMB, Lovadino JR. Microhardness of diferente thicknesses of resin composite polymerizes by convectional photocuring at diferente distances. *Gen Dent* 2008;56:144-148.
 10. Garcia D, Yaman P, Dennison J, Neiva GF. Polymerization Shrinkage and Depth of Cure of Bulk-Fill Flowable Composite Resins. *Operative Dentistry* 2014;39:441-8.
 11. Benetti A, Havndrup-Pedersen C, Honoré D, Pedersen M, Pallesen U Bulk-Fill Resin Composites: Polymerization Contraction, Depth of Cure, and Gap Formation. *Operative Dentistry*. 2015.
 12. Zorzin J, Maier E, Harre S, Fey t, Belli R, Lohbauer U, Petschelt A, Taschener M. Bulk-Fill Resin Composite: Polymerization Properties and Extended Light Curing. *Dental Materials* 015;31:293-301.
 13. Li X, Pongprueksa P, Meerbeek BV, Munck J. Curing profile of bulk-fill resin-based composites. *Journal of Dentistry* 2015;43:664-72.
 14. Flury S, Hayoz S, Peutzfeldt A, Husler J, Lussi A. Depth of cure of resin composites: Is the ISO 4049 method suitable for bulk fill materials. *Dental Materials* 2012;28:521-8.
 15. Al-Ahdal K, Ilie N, Silikas N, Watts D. Polymerization kinetics and impact of post polymerization on the degree of conversion of bulk-fill resin-composite at clinically relevant depth. *Dent Mater*. 2015, July.
 16. ALQahtani M, Michaud P, Sullivan B, Labrie D, ALShaafi M, Price R. Effect of High Irradiance on Depth of Cure of a Conventional and a Bulk Fill Resin-Based Composite. *Operative Dentistry*. 2015, 40-5.
 17. Alrahlah A, Silikas N, Watts D. Post-cure depth of cure of bulk fill dental resin-composites. *Dent Mater*. 2013, Oct.
 18. Benetti A, Havndrup-Pedersen C, Honoré D, Pedersen M, Pallesen U Bulk-Fill Resin Composites: Polymerization Contraction, Depth of Cure, and Gap Formation. *Operative Dentistry*. 2015.
 19. Czasch P, Ilie N. In vitro comparison of mechanical of cure of bulk fill composites. *Clin Oral Invest*. 2013.
 20. Pedalino I, Hartup GR, Vandewalle KS. Depth of cure of bulk-fill flowable composite resins. *Gen Dent*. 2015, Sep-Oct;63(5):28-34.
 21. ALShaafi MM, Haenel T, Sullivan B, Labrie D, Alqahtani MQ, Price RB. Effect of a Broad-Spectrum LED Curing Light on the Knoop Microhardness of Four Posterior Resin Based Composites at 2, 4 and 6 mm Depths. *Journal of Dentistry*. 2016, 45:14-8.
 22. Borges AB, Yui KCK, D'avila TC, Takahashi CL, Torres CRG, Borges LS. Influence of Remineralizing Gels on Bleached Enamel Microhardness In Different Time Intervals. *Operative Dentistry*. 2010;35(2):180-6.
 23. Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci*. 2009; 117(4):442-6.
 24. Miranda Dde A, Pini NP, Bovi Ambrosano GM, Baggio Aguiar FH, Leite Lima DAN, et al. (2013a) Effect of Light Curing Tip Distance and Immersion Media on the Degree of Conversion, Sorption and Solubility of Methacrylate and Silorane-Based Composites. *JSM Dent* 1: 2013.
 25. Miranda DA, Bertoldo CE, Aguiar FH, Lima DA, Lovadino JR. Effects of mouthwashes on Knoop hardness and surface roughness of dental composites after different immersion times. *Braz Oral Res* 2011;25:168-173.
 26. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent. Mater. Copenhagen*: 1985 Fev; 1 (1):11-4.
 27. Conceição EN, Mezzomo E, Cueva MA, Soares SG. *Dentística Saude e Estetica*. 2ª Edição. Porto Alegre: Artmed; 2007.
 28. Sonic Fill: Instruções de utilização. Orange, CA: Kerr Corporation; 2011.
 29. ISO 4049: Odontologia - Materiais restauradores baseados em polímeros, Genebra, Suíça: Organização Internacional de Normalização; 2009.