

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRO-REITORIA DE PESQUISA E PÓS GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: DENTÍSTICA RESTAURADORA**

FELIPE SUAKI BRANDÃO

**EFEITO DE DIFERENTES INTENSIDADES DE FOTOPOLIMERIZAÇÃO NAS
PROPRIEDADES DE RESINAS COMPOSTAS BULK FILL E CONVENCIONAIS**

**PONTA GROSSA
2018**

FELIPE SUAKI BRANDÃO

**EFEITO DE DIFERENTES INTENSIDADES DE FOTOPOLIMERIZAÇÃO NAS
PROPRIEDADES DE RESINAS COMPOSTAS BULK FILL E CONVENCIONAIS**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação Stricto sensu em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração em Dentística Restauradora, linha de pesquisa em Propriedades Físico-Químicas e Biológicas de Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. João Carlos
Gomes

Coorientadora: Prof.^a Dr.^a Yasmine
Mendes Pupo

PONTA GROSSA
2018

B817 Brandão, Felipe Suaki
Efeito de diferentes intensidades de fotopolimerização nas propriedades de resinas compostas bulk fill e convencionais / Felipe Suaki Brandão. Ponta Grossa, 2018.
63 f.

Dissertação (Mestrado em Odontologia - Área de Concentração: Dentística Restauradora), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. João Carlos Gomes.
Coorientadora: Profa. Dra. Yasmine Mendes Pupo.

1. Resina composta. 2. Fotoativação. 3. Grau de conversão. 4. Contração de polimerização. 5. Citotoxicidade. I. Gomes, João Carlos. II. Pupo, Yasmine Mendes. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Dentística Restauradora. IV.T.

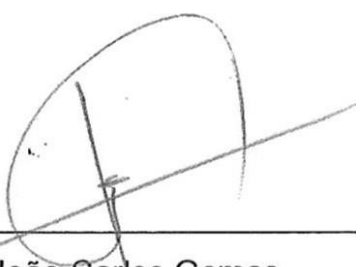
CDD: 617.675

FELIPE SUAKI BRANDÃO

**EFEITO DE DIFERENTES INTENSIDADES DE FOTOPOLIMERIZAÇÃO NAS
PROPRIEDADES DE RESINAS COMPOSTAS BULK FILL E CONVENCIONAIS**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação Stricto sensu em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração em Dentística Restauradora, linha de pesquisa em Propriedades Físico-Químicas e Biológicas de Materiais Dentários.

Ponta Grossa, 19 de fevereiro de 2018



Prof. Dr. João Carlos Gomes
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Abraham Lincoln Calixto
Universidade Estadual de Ponta Grossa

h ,9'C/' -

Prof. Dr. Rodrigo de caStrOÆerque
Universidade Federal de Minas Gerais

AGRADECIMENTOS

Agradeço imensamente todas as pessoas que fizeram parte desta caminhada, foram dois anos de muito esforço, dedicação e estudos.

Dois anos que me deram a oportunidade de aprender, não apenas odontologia, mas sobre amizade, admiração, respeito, simplicidade, trabalho e muitas outras coisas boas. Dois anos que me possibilitaram de conhecer pessoas, nas quais tenho uma enorme tristeza saber que vou me distanciar, ou que posso ficar anos sem encontrar novamente, mas isto não fazem delas pessoas menos importantes durante todo esse percurso.

De forma geral agradeço, todos os professores e funcionários, não só do Departamento de Odontologia, mas de toda a Universidade Estadual de Ponta Grossa, por todas as experiências passadas e conhecimentos adquiridos, tenho muito orgulho de dizer que estudei nessa universidade.

Agradeço ao meu orientador, professor doutor João Carlos Gomes por este período de orientação, e por exercer este papel com tamanha dedicação e sabedoria. Com certeza aprendi muito com o senhor.

Agradeço à professora doutora Yasmine Mendes Pupo da UFPR por dar suporte à pesquisa e ser minha co-orientadora. Sinceros agradecimentos por todo conteúdo compartilhado.

Um grande agradecimento à professora doutora Ana Paula Gebert, da UTFPR, que muito me ajudou durante todo este processo, muito obrigado por todos os momentos de orientação e de amizade. Outro Agradecimento ao professor doutor Leandro Karam, que trabalhou juntamente conosco em Curitiba.

À professora doutora Carla Kanunfre da UEPG, por todos os momentos que até mesmo de licença colaborou com o meu trabalho. Obrigado.

Agradecimento especial também aos professores Abraham Lincoln Calixto e Rodrigo de Castro Albuquerque que aceitaram o meu convite e farão parte da minha defesa.

Durante todos esses anos tive total apoio da minha família, se cheguei até aqui, foi com o incentivo e a ajuda deles, muito obrigado pai, mãe e irmão, vocês são os principais responsáveis por esta conquista.

Agradeço também a minha namorada, Deisy, que aguentou a barra durante esses dois anos morando à distância, incentivando a estudar, tendo paciência comigo e me ajudando em muitos momentos. Muito obrigado.

Agradeço, por todos os bons momentos que passei, ao meu amigo de turma, André, que com certeza vou guardar para a vida não só as lembranças de todas as coisas boas que fizemos, mas o sentimento de amizade e o laço que criamos.

Um agradecimento especial também ao meu novo grande amigo, Ariel, que me ajudou muito no decorrer do trabalho, participando de algumas partes teóricas e alguns dias que viraram até a noite no laboratório, sem deixar de lembrar também os

momentos de descontração e noites assistindo futebol. Obrigado por toda a cumplicidade e parceria.

Outro grande amigo que com certeza marcou este meu período em Ponta Grossa, Bruno, agradeço a todos os sábados de futebol (vou sentir saudade da Turma), todos os domingos de churrasco, todas as noites de pagode, valeu “amigão”.

Agradeço por fim a todos os amigos que fiz durante esse tempo, graças a Deus foram muitos, e que me ajudaram a crescer profissionalmente e pessoalmente, com certeza levo um pouco de cada um na minha história.

A todos, muito obrigado por participarem desta importante etapa da minha vida! Vou sentir muita saudade de todos.

DADOS CURRICULARES

Felipe Suaki Brandão

NASCIMENTO 17.10.1991

Maringá, PR - Brasil

FILIAÇÃO

Bernadete Maria Suaki Brandão
José Usan Torres Brandão Filho

2010 – 2015

Curso de Graduação em Odontologia
pela Universidade Estadual de
Maringá - UEM
Maringá, PR – Brasil

2014

Curso de Aperfeiçoamento em
Estética Vermelha e Branca –
Faculdade Ingá
Maringá, PR – Brasil

2016 – 2018

Curso de Pós-Graduação em
Odontologia pela Universidade
Estadual de Ponta Grossa – UEPG.
Nível de Mestrado em Odontologia.
Área de Concentração: Dentística
Restauradora.
Ponta Grossa, PR – Brasil.

Brandão FS. **Efeito de diferentes intensidades de fotopolimerização nas propriedades de resinas compostas bulk fill e convencionais.** [Dissertação - Mestrado em Odontologia - Área de concentração em Dentística Restauradora]. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2018.

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar os efeitos da intensidade de fotoativação com LED de alta potência nas propriedades de resinas compostas bulk fill e convencionais. Foram selecionadas quatro resinas compostas: 2 bulk fill (Filltek Bulkfill e Tetric N-Ceram), e 2 convencionais (Z350xt e a Palfique LX5). Dois protocolos de fotoativação foram determinados, utilizando o aparelho VALO LED Cordless, a intensidade *Standard* ($1000\text{m}/\text{cm}^2$) por dez segundos e a intensidade *Xtra* ($3200\text{ mW}/\text{cm}^2$) por três segundos. Foi padronizado para o grupo de resinas bulk fill a espessura de 4mm e 2mm para o grupo de resinas nanoparticuladas. As propriedades avaliadas foram sorção e solubilidade em água, microdureza Vickers, citotoxicidade, grau de conversão, contração de polimerização e alteração térmica. Os resultados do grau de conversão, microdureza Vickers e citotoxicidade apontaram de forma geral que a fotoativação mais intensa não obteve diferença sobre o modo Standard, enquanto que a sorção e solubilidade em água, a contração de polimerização e a alteração térmica apresentaram diferenças estatísticas.

Palavras-Chave: Resina Composta, Fotoativação, Grau de Conversão, Contração de Polimerização, Citotoxicidade.

BRANDÃO FS. **Effect of different photopolymerization intensities on the properties of bulk fill and nanoparticulate composites.** [Dissertação - Mestrado em Odontologia - Área de concentração em Dentística Restauradora]. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2018.

ABSTRACT

The objective of the present study was to evaluate the effects of high power LED light activation on the properties of bulk fill and nanoparticulate composites. Four composite resins were selected: 2 bulk fill (Filltek Bulkfill and Tetric N-Ceram), and 2 conventional fillers (Z350xt and Palfique LX5). Two photoactivation protocols were determined using the VALO LED Cordless device, the standard intensity (1000m / cm²) for ten seconds and the Xtra intensity (3200 mW / cm²) for three seconds. It was standardized for the group of resins bulk fill the thickness of 4mm and 2mm for the group of nanoparticulate resins. The evaluated properties were sorption and solubility in water, Vickers microhardness, cytotoxicity, degree of conversion, shrinkage of polymerization and thermal alteration. The results of the conversion degree, Vickers microhardness and cytotoxicity showed that the most intense photoactivation did not differ in the standard mode, whereas water sorption and solubility, polymerization contraction and thermal alteration presented statistical differences.

Keywords: Composite resin, Light-curing, Degree of Conversion. Polymerization Shrinkage, Cytotoxicity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Resinas compostas utilizadas. De cima para baixo: Filltek Z350xt, Filltek Bulkfill, Tetric N-Ceram Bulk Fill, Palfique LX5.....	24
Figura 2	Aparelho VALO Cordless curing Light (Ultradent Products Inc., South Jordan, USA)	25
Figura 3	Moldes de alumínio pré-fabricados, contendo 5mm de diâmetro e 2mm ou 4 mm de espessura	27
Figura 4	Processo de modelagem das resinas, utilizando placa de vidro e espátula para resina composta	28
Figura 5	Representação do corpo de prova. As linhas pretas representam onde foram realizadas as medidas de espessura. A vermelha representa as duas medidas de diâmetro realizadas	29
Figura 6	Eppendorfs contendo o meio de cultura e os corpos de resina composta foram identificados e armazenados em estufa por 24 horas	32
Figura 7	Espectrofotômetro utilizado para leitura das placas	33
Figura 8	Placas de 96 poços contendo 100µL de solução tribase prontas para a leitura. As colunas 1, 8 e 11 representam o grupo controle ...	34
Figura 9	Acessório de reflectância total atenuada acoplado ao espectômetro de FT-iR	35
Figura 10	Equipamento de emenda ARC Fusion SPLICER FSM-50S no momento de sua utilização	36
Figura 11	Programa SM125 em funcionamento. É possível observar os picos de deformação e temperatura sendo gravados	37
Figura 12	Momento da fotoativação. Sobre a placa de vidro estão posicionados a resina composta, as matrizes delimitando a espessura do corpo e a lamina de vidro para padronizar a distância da ponta do aparelho de fotoativação	38
Figura 13	Viabilidade celular de fibroblastos L-929 após 48h de contato com o meio de cultura tratado. Os valores representam uma porcentagem em relação ao grupo controle (meio de cultura puro). Estas células permaneceram 24 horas em contato com (A)	

amostras originais; (B) diluição 1:2 das amostras; (C) diluição 1:10 das amostras. Os resultados foram obtidos através do teste MTT realizado em três experimentos independentes com $n=4$. Os asteriscos apontam diferença estatística entre os dois protocolos de fotopolimerização para cada resina composta ($p>0,05$) 44

Figura 14 Viabilidade celular de fibroblastos L-929 após 48h de contato com o meio de cultura tratado. Os valores representam uma porcentagem em relação ao grupo controle (meio de cultura puro). Estas células permaneceram 24 horas em contato com (A) amostras originais; (B) diluição 1:2 das amostras; (C) diluição 1:10 das amostras. Os resultados foram obtidos através do teste SRB realizado em três experimentos independentes com quatro amostras cada ($n=12$). Os asteriscos apontam diferença estatística entre os dois protocolos de fotopolimerização para cada resina composta ($p>0,05$) 46

Figura 15 Representação do grau de conversão (%) das resinas compostas utilizando os dois protocolos de fotoativação 48

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1	Distribuição dos resultados de microdureza Vickers da resina Tetric N-Ceram nas diferentes superfícies, de acordo com cada protocolo de fotoativação após 24 horas de armazenamento em estufa (23°C) sem exposição à luz	41
Gráfico 2	Distribuição dos resultados de microdureza Vickers da resina Palfique LX5 nas diferentes superfícies, de acordo com cada protocolo de fotoativação após 24 horas de armazenamento em estufa (23°C) sem exposição à luz.....	41
Gráfico 3	Distribuição dos resultados de microdureza Vickers da resina Filltek Z350XT nas diferentes superfícies, de acordo com cada protocolo de fotoativação após 24 horas de armazenamento em estufa (23°C) sem exposição à luz	42
Gráfico 4	Distribuição dos resultados de microdureza Vickers da resina Filltek BulkFill nas diferentes superfícies, de acordo com cada protocolo de fotoativação após 24 horas de armazenamento em estufa (23°C) sem exposição à luz.....	42
Gráfico 5	Curva de contração de polimerização (deformação x tempo) da resina Tetric N-Ceram comparando os 2 protocolos de fotoativação	49
Gráfico 6	Curva de contração de polimerização (deformação x tempo) da resina Filltek Bulkfill comparando os 2 protocolos de fotoativação.....	50
Gráfico 7	Curva de contração de polimerização (deformação x tempo) da resina Palfique LX5 comparando os 2 protocolos de fotoativação ...	50
Gráfico 8	Curva de contração de polimerização (deformação x tempo) da resina Filltek Z350XT comparando os 2 protocolos de fotoativação	51

LISTA DE QUADROS

Quadro 1	Descrição dos materiais restauradores	25
Quadro 2	Descrição dos grupos experimentais	26

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Descrição dos protocolos de fotoativação	26
Tabela 2	Média e desvio padrão ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) dos resultados de sorção e solubilidade das resinas compostas testadas nos diferentes protocolos de fotoativação.....	39
Tabela 3	Média de microdureza Vickers com o desvio padrão (dp) dos materiais investigados nas diferentes superfícies de acordo com cada protocolo de fotoativação após 24 horas de armazenamento em estufa (23°C) sem exposição à luz	40
Tabela 4	Valor de média $\pm$ Desvio Padrão do grau de conversão (%) das resinas compostas testadas utilizando os diferentes protocolos de fotoativação.....	47
Tabela 5	Valor médio $\pm$ desvio padrão de contração de polimerização (μE) 50 minutos após o início de fotoativação de cada resina composta utilizando os diferentes protocolos de fotoativação.....	49
Tabela 6	Valores médios de aquecimento máximo (°C) para cada resina composta utilizando os diferentes protocolos de fotoativação	51
Tabela 7	Tempo (s) no qual a temperatura máxima do compósito foi atingida após o início da fotoativação	52

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

cm ⁻¹	Número de onda
dB	Decibel
FBF	Filltek Bulkfill
FTi-R	Infravermelho com transformada de Fourier
Hz	Hertz
L-929	Linhagem de fibroblastos
Mg	Miligrama
mJ	miliJoule
mL	mililitro
mM	miliMol
MTT	(3-(4,5-dimetiltiazol-2yl)-2,5-difenil brometo de tetrazolina)
Nm	Nanômetro
Ns	Nanosegundo
PBS	Tampão fostato-salina
PLX	Palfique LX5
SFB	Soro Fetal Bovino
SRB	Sulforodamina B
TCA	Ácido tricloroacético
TNC	Tetric N-Ceram
UEM	Universidade Estadual de Maringá
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa
ZXT	Filltek Z350xt

LISTA DE SÍMBOLOS

=	Igual
±	Mais ou Menos
%	Porcentagem
<	Menor
>	Maior
°C	Grau Celsius
n°	Número
p	Significância Estatística

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
2	REVISÃO DE LITERATURA	18
2.1	RESINAS BULK FILL	18
2.2	LEI DA RECIPROCIDADE	20
2.3	CONSIDERAÇÕES	21
3	PROPOSIÇÃO	23
3.1	PROPOSIÇÃO GERAL	23
3.2	PROPOSIÇÕES ESPECÍFICAS	23
4	MATERIAL E MÉTODOS	24
4.1	SELEÇÃO DE MATERIAIS	24
4.2	PREPARO DAS AMOSTRAS	26
4.3	SORÇÃO E SOLUBILIDADE EM ÁGUA	28
4.4	MICRODUREZA	30
4.5	CITOTOXICIDADE	31
4.5.1	Preparo das Amostras	31
4.5.2	Viabilidade Celular – MTT	33
4.5.3	Viabilidade Celular – SRB	33
4.6	GRAU DE CONVERSÃO	35
4.7	CONTRAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO	36
4.7.1	Preparo das Fibras Óticas	36
4.7.2	Contração de Polimerização	37
4.8	ANÁLISE ESTATÍSTICA	38
5	RESULTADOS	39
5.1	SORÇÃO E SOLUBILIDADE EM ÁGUA	39
5.2	MICRODUREZA	40
5.3	CITOTOXICIDADE	43
5.3.1	Viabilidade Celular – MTT	43
5.3.2	Viabilidade Celular – SRB	45
5.4	GRAU DE CONVERSÃO	47
5.5	CONTRAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO E ALTERAÇÃO TÉRMICA	48
6	DISCUSSÃO	53
7	CONCLUSÃO	58
	REFERÊNCIAS	59

1 INTRODUÇÃO

A introdução dos monômeros de BISGMA na odontologia em 1965 (Bowen¹, 1965) iniciou uma intensa evolução das resinas compostas odontológicas até os dias de hoje, tornando este material amplamente o mais utilizado pelos dentistas em todo o mundo. O importante fato ocorrido na área restauradora foi o desenvolvimento de resinas com polimerização obtida por meio da luz visível (Dart², 1976); o que desencadeou uma série de investigações relacionadas à composição das resinas e permitiu o desenvolvimento de aparelhos de fotoativação com diferentes intensidades de luz e espectros de comprimentos de onda.

Na dentística restauradora existe uma ampla busca pela simplificação dos procedimentos, impulsionando a evolução das resinas compostas para a inserção de incrementos unitários e dos aparelhos de fotoativação com maior potência, visando diminuir o tempo necessário de fotoativação (Ferracane³, 2000). Os aparelhos de fotoativação atualmente evoluíram e estão sendo chamados de aparelhos de terceira geração; estes emitem uma luz de LED em altas intensidades além de uma segunda frequência, geralmente com alcance de espectro violeta (Rueggeberg⁴, 2005). Inicialmente as lâmpadas de LED foram criadas com potência de 200 a 300mW/cm², com o passar do tempo os aparelhos foram evoluindo e suas potências aumentando. Atualmente, os aparelhos de terceira geração possuem potência de até 3200mW/cm².

A criação dos aparelhos de fotoativação de alta potência é baseada na teoria de que a energia total de radiação, ou exposição à radiação, é o principal fator determinante no grau de conversão e nas propriedades físicas das resinas compostas (Leprince⁵, 2011). A exposição à radiação é produto da densidade de radiação pelo tempo de exposição. A teoria de que as propriedades das resinas compostas vão obter os mesmos resultados quando expostas à diferentes densidades de radiação, porém com uma mesma exposição a radiação é chamada de “lei de reciprocidade”. Alguns trabalhos ajudam a confirmar esta teoria (Emami, Soderholm e Berglund⁶, 2003, Halvorson, erickson e Davidson⁷, 2002, Price⁸, 2004), porém outros trabalhos demonstram que a densidade de radiação e o tempo de exposição são fatores importantes para as propriedades das resinas compostas fotoativadas (Asmussen⁹, 2005, Musanje¹⁰, 2003, Dewaele¹¹, 2009).

Apesar da busca por procedimentos mais simplificados e rápidos, existe também a busca cada vez mais por procedimentos de alta longevidade, portanto, é necessário um equilíbrio entre a técnica operatória e a técnica de fotoativação do material. Os principais motivos de perdas das restaurações são: cáries secundárias (Opdam¹², 2007) e fraturas devido à degradação por fadiga mecânica (Lohbauer¹³, 2013). As cáries secundárias podem acontecer devido à contração de fotopolimerização e formação de fendas entre a resina composta e o substrato dentário, enquanto que as deformações mecânicas estão diretamente relacionadas com a sorção em água e microdureza das resinas compostas utilizadas. Outra característica importante para escolha do material na hora do procedimento restaurador é o potencial de citotoxicidade da resina composta, esta pode ser responsável por sensibilidades pós-operatórias e até pulpites irreversíveis mediatas ou em longo prazo (Geursten¹⁴, 2000).

Os trabalhos, em sua maioria, testam a lei de reciprocidade realizando o teste de grau de conversão das resinas compostas (Leprince⁵, 2011), isto por avaliarem diretamente a quantidade de monômeros convertidos em polímeros, e assim a qualidade da fotopolimerização. Por se tratarem de propriedades importantes para a longevidade da resina composta, a sorção e solubilidade em água, a microdureza e a contração de polimerização também podem servir de parâmetros para avaliar uma técnica de fotoativação. Por existirem poucos estudos sobre a citotoxicidade das resinas compostas bulk fill (Toh¹⁵, 2015) e considerando a importância desta propriedade biológica sobre o sucesso da restauração, tratamos como outro parâmetro para avaliar a a fotoativação e a utilização destas resinas.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 RESINAS BULK FILL

Todos os anos são realizadas mais de 260 milhões de restaurações diretas ao redor do mundo, (Heintze, Roussun¹⁶, 2012) sendo a resina composta o material amplamente mais utilizado para estas ocasiões. Apesar da superioridade deste material sobre outros, ainda existem limitações, por isso as pesquisas são voltadas para a longevidade destas restaurações, principalmente de classe I e II (Hickel, Manhart¹⁷, 2001, Demarco et al.¹⁸, 2012).

A necessidade deste material em realizar técnicas de pequenos incrementos aumenta o tempo de trabalho e a sensibilidade da técnica, buscando solucionar estes problemas foi criada a resina composta bulk fill, que não necessita da técnica incremental (Zorzin et al.¹⁹, 2015). O principal motivo de estas restaurações diminuírem o tempo de trabalho e não necessitar da técnica incremental é a possibilidade de utilizar incrementos de 4 a 5mm (Zorzin et al., 2015¹⁹, Goracci et al.²⁰, 2015)

Esta nova resina está sendo utilizada para restaurações principalmente de classe I e classe II e diminui em média 20% do tempo de trabalho para restaurações deste tipo (Vianna-de-pinho et al.²¹, 2017). Algumas pesquisas clínicas já realizaram acompanhamento de restaurações realizadas com este material e afirmam que as resinas bulk fill são boas substitutas para o amálgama ou as resinas compostas tradicionais, após acompanhamento de 1 ano (BAYRAKTAR et al.²², 2016), 3 anos (Karaman et al.²³, 2016) e após 5 anos (Van djiken, Pallesen²⁴, 2016).

O fato de esta resina composta bulk fill possibilitar incrementos maiores está atrelado à sua maior translucidez (Bucuta, Ilie²⁵, 2014), porém este não é um fator único, sua explicação está atrelada a outros resultados da sua composição como à redução do conteúdo dos agentes de ligação e aumento da quantidade das partículas do agente de ligação (Ilie et al.²⁶, 2013), a empresa ainda afirma que o material possui um aumento no número de fotoiniciadores.

A maior desvantagem das resinas compostas é a sua contração de polimerização (Demarco et al.¹⁸, 2012), quando foi lançada no mercado, os fabricantes afirmavam que a resina composta bulk fill possuía menor contração de polimerização do

que as resinas tradicionais, porém um trabalho que comparou a contração entre estes dois materiais afirmou que não existem diferenças entre os resultados de ambas (Garcia et al.²⁷, 2014).

Quando se trata das resinas compostas tradicionais, altos valores de contração de polimerização causam stress de polimerização, porém quando foram avaliadas as resinas bulk fill, observou-se que estas causam um menor stress de polimerização (El-damanny, Platt²⁸, 2014). Este fato sugere que quando este novo material contrai não é necessariamente em detrimento da integridade marginal (Chesterman et al.²⁹, 2017), uma explicação é o fato dos fabricantes alterarem a composição deste material, incluindo aliviadores de stress de polimerização para diminuir o módulo de elasticidade (Isufi et al.³⁰, 2016).

Os resultados de contração de polimerização também interferem e podem formar gaps entre os tecidos dentários e o material, a comparação dos resultados de formação de GAP entre os dois tipos de resina composta são inconclusivos, enquanto uma pesquisa com algumas bulk fills não obtiveram diferenças estatística para as resinas tradicionais (Furness et al.³¹, 2014), uma outra pesquisa apontou que as resinas bulk fill geram um maior gap interno (Orlowski³², 2015). Outro resultado inconclusivo é quanto a diferença de formação de gap interno entre diferentes bulk fills, tendo resultados afirmando que quanto maior a viscosidade deste tipo de resina, maior é a formação de gap (AGARWAL et al.³³, 2015), enquanto um outro trabalho aponta que as resinas bulk fill de baixa viscosidade apresentam resultados maiores de contração de polimerização e formação de gaps (Benetti et al.³⁴, 2015).

As propriedades físicas das resinas bulk fill diferem bastante entre as de baixa viscosidade e as de alta viscosidade, enquanto as resinas de baixa viscosidade apresentam valores inferiores de microdureza de superfície comparadas às resinas tradicionais (Bucuta, Ilie, 2014²⁵; Kelic et al.³⁵, 2016), as resinas compostas bulk fill de alta viscosidade apresentam valores que podem ser superiores para esta propriedade (Bucuta, Ilie, 2014²⁵), ou não haver diferença quando comparada a uma resina microhíbrida (Silame et al.³⁶, 2017).

Um estudo comparou o brilho de superfície e a estabilidade da cor das resinas bulk fill de alta viscosidade e resinas convencionais antes e a escovação simulada

apontou que não existe diferença em nenhuma destas propriedades, antes ou após a escovação, registrando valores de alteração de cor aceitável para todas as resinas testadas dentro dos limites aceitáveis (Lai et al.³⁷, 2017).

2.2 LEI DE RECIPROCIDADE

A lei da reciprocidade foi proposta pela primeira vez em 1923, afirmando que para os processos de transformação de matéria por meio da luz, o importante é a dose de luz imposta, sendo esta a intensidade da luz e o tempo de exposição do material a ela (Bunsen, Roscoe³⁸, 1923). Estas implicações foram utilizadas em diversas áreas, para vários materiais que geravam respostas através da luz (Martin et al., 2003).

Na odontologia existem muitos materiais que sofrem polimerização com influência da luz, para tal são utilizados diversos tipos de fontes de luz, como as lâmpadas halógenas e as de LED, em diversas intensidades e protocolos de polimerização (Rueggeberg³⁹, 2011). Estas luzes estão evoluindo e potencializando sua densidade de luz, o que no início eram 200 miliwatts de intensidade, hoje têm fotopolimerizador de LED com 3200 miliwatts. A partir desta evolução, é comum os protocolos clínicos utilizarem a lei da reciprocidade partindo de resultados obtidos em menores intensidades de energia com um maior tempo de duração (Wydra et al.⁴⁰, 2014).

Considerando estes protocolos utilizados pelos clínicos, diversas pesquisas foram avaliando as resinas compostas e a sua relação com a lei de reciprocidade, obtendo em diversas vezes resultados controversos, dependendo das propriedades e do material avaliado.

Um trabalho realizado por Emami, Soderholm e Berglund⁶ (2003) avaliou diversas propriedades físicas de resinas compostas fotopolimerizadas em intensidades de 200 e 800 mW/cm² totalizando uma mesma densidade de energia e resultou que o modulo de elasticidade, a contração de polimerização e o grau de conversão das resinas não eram afetadas pela intensidade da luz incidida. Em contrapartida, este mesmo trabalho observou que a tensão de contração e a liberação de calor pela polimerização eram menores quando utilizados menores intensidades de luz.

Halvorson, Erickson e Davidson⁷ (2002) avaliaram o grau de conversão de quatro diferentes resinas compostas variando a intensidade de luz e o tempo de incidência, mantendo uma mesma densidade final de exposição, os resultados indicaram que após determinar a densidade final necessária de exposição para cada resina composta é teoricamente possível fazer conversões desta relação de tempo e intensidade.

Também avaliando o grau de conversão, porém com diferentes resinas alterando fotoiniciadores e materiais de preenchimento, Leprince et al.⁴¹ (2011) obteve resultados diversos e afirmou que a lei da reciprocidade é material dependente, portanto depende do seu fotoiniciador ou das suas moléculas orgânicas para ser válida. Resultado que foi corroborado por Hadis et al.⁴² (2011) quando afirmou que o grau de conversão e a lei da reciprocidade são dependentes de uma série de fatores, dentre eles estão a matéria orgânica das resinas compostas e a sua viscosidade.

Quando foi avaliado o stress de polimerização e o grau de conversão de um modelo de resina composta criada apenas com bisGMA e TEGDMA, Wydra et al.⁴⁰ (2014) concluíram que este modelo não segue a lei da reciprocidade, porque quando aumenta a intensidade da luz também é necessário aumentar a densidade de exposição para se obter resultados a mesma conversão, e a contração não é dependente da densidade, mas sim da intensidade e da taxa de conversão.

Com a evolução dos materiais e a inserção das resinas bulk fill no mercado, esta teoria também foi testada para tais resinas, avaliando o grau de conversão, o módulo de elasticidade e a microdureza em diferentes intensidades e densidades de energia, Ilie e Stark⁴³ (2014) concluíram que seus resultados são materiais dependentes, observando que quanto maior o peso molecular dos monômeros menos sensíveis eles foram às condições de polimerização.

2.3 CONSIDERAÇÕES

O conjunto do material estudado e exposto nesta revisão de literatura tem como objetivo embasar e justificar o presente trabalho proposto, considerando que a junção dos temas aborda uma lacuna da literatura que ainda não foi respondida, pois, apesar da existência de estudos que tratam sobre o tema, ainda não existem evidências

suficientes que comprovem as limitações das resinas bulk fill, sobretudo quando associada com o tempo e a intensidade da luz necessária para tal utilização.

É importante observar que os resultados encontrados justificam suas análises sobre a influência direta do material que está sendo testado, portanto, considerando a evolução e o surgimento frequente de tecnologias que alteram a composição cada vez em um período menor de tempo, se faz necessário constantes pesquisas sobre esta relação de intensidade e densidade de energia para melhor aproveitamento das propriedades de cada resina composta e sua aplicabilidade clínica.

3 PROPOSIÇÃO

3.1 PROPOSIÇÃO GERAL

Avaliar os efeitos da intensidade de fotoativação com LED de alta potência nas propriedades de resinas compostas bulk fill e convencionais.

3.2 PROPOSIÇÕES ESPECÍFICAS

Comparar o grau de conversão de resinas compostas bulk fill e convencionais fotoativadas em diferentes intensidades.

Relacionar a citotoxicidade de resinas compostas bulk fill e convencionais em diferentes intensidades.

Avaliar a sorção e solubilidade em água de resinas compostas bulk fill e convencionais fotoativadas em diferentes intensidades.

Relacionar a microdureza de superfície de resinas compostas bulk fill e convencionais fotoativadas em diferentes intensidades.

Comparar a contração de polimerização de resinas compostas bulk fill e convencionais fotoativadas em diferentes intensidades.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 SELEÇÃO DE MATERIAIS

Para este estudo, foram utilizadas quatro resinas compostas diferentes (**Figura 1**), duas resinas bulk fill de alta viscosidade: (Filltek Bulk Fill (FBF) e Tetric N-Ceram Bulkfill (TNC)) e duas resinas convencionais (Filltek Z350XT (ZXT) e Palfique LX5 (PLX)), as especificações de cada uma delas se encontram no **Quadro 1**.

Figura 1: Resinas compostas utilizadas. De cima para baixo: Filltek Z350xt, Filltek Bulkfill, Tetric N-Ceram Bulk Fill, Palfique LX5.



FONTE: O autor.

Quadro 1: Descrição dos materiais restauradores.

Materiais	Abreviação	Fabricante	Composição	Cor
Filtek Z350 XT universal restorative	ZXT	3M/ESPE (St Paul, MN, EUA)	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, PEGDMA, Bis-EMA, sílica, zirconia/silica.	A2
Palfique LX5	PLX	Tokuyama, Dental Corporation (Tóquio, Japão)	Silica/zirconia, Bis-GMA, dimetacrilato de etileno glicol	A2
Tetric N-Ceram BulkFill	TNC	Ivoclar-Vivadent (AG, Schaan Liechtenstein, Suíça)	Bis-GMA, UDMA, vidro de bário, fluoreto de itérbio, óxidos e pré-polímeros.	IVA
Filtek BulkFill	FBF	3M/ESPE (St Paul, MN, EUA)	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA, resina de procrilato, zirconia/sílica, trifluoreto de itérbio.	A2

FONTE: O autor.

Para a fotopolimerização foi utilizado o aparelho *VALO Cordless LED curing Light* (Ultradent Products Inc., South Jordan, USA), como ilustrado na **Figura 2**, em dois diferentes protocolos de fotopolimerização, a intensidade de luz e o tempo de fotopolimerização para cada protocolo está especificado na **Tabela 1**.

Figura 2: Aparelho *VALO Cordless curing Light* (Ultradent Products Inc., South Jordan, USA).

FONTE: O autor.

As resinas compostas do tipo bulk fill foram confeccionadas na espessura de 4 mm, enquanto que as resinas convencionais foram confeccionadas na espessura de 2mm conforme indicam os fabricantes.

Tabela 1: Descrição dos protocolos de fotoativação.

Protocolo de fotoativação	Intensidade de fotoativação (mW/cm ³)	Tempo de fotopolimerização (s)
1	1000	10
2	3200	3

FONTE: O autor.

Os grupos experimentais formados estão descritos no **Quadro 2** e contam com a distribuição das quatro resinas compostas apresentadas fotopolimerizadas nos dois diferentes protocolos, totalizando oito grupos.

Quadro 2: Descrição dos grupos experimentais.

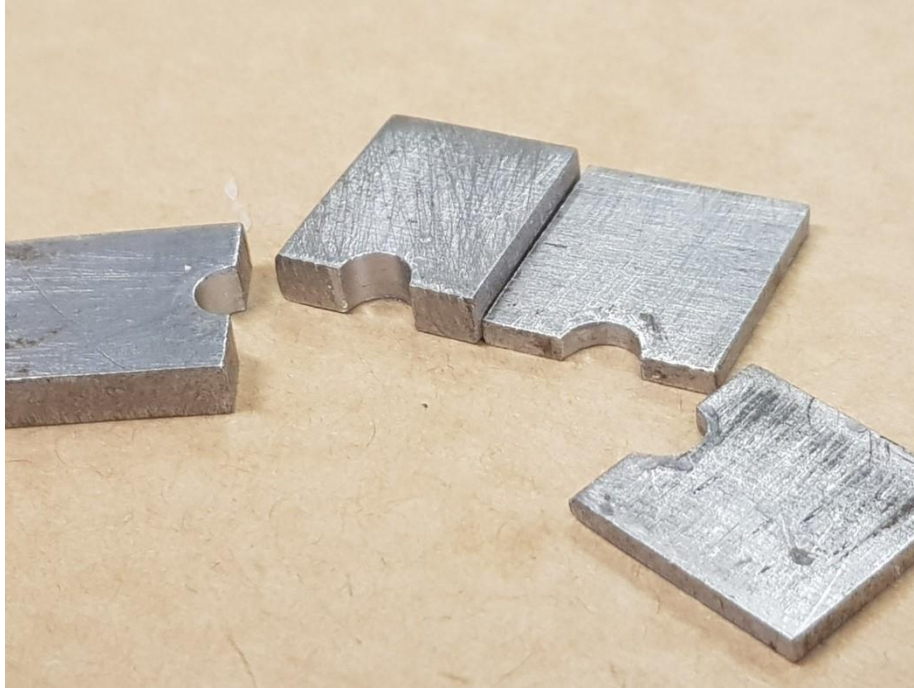
Grupo:	Resina Composta	Intensidade de fotopolimerização (mW/cm ³)	Espessura (mm)
Z350 10	Filltek Z350XT	1000	2
Z350 3	Filltek Z350XT	3200	2
PLX 10	Palfique LX5	1000	2
PLX 3	Palfique LX5	3200	2
FBF 10	Filltek BulkFill	1000	4
FBF 3	Filltek BulkFill	3200	4
TEC 10	Tetric N-Ceram Bulk Fill	1000	4
TEC 3	Tetric N-Ceram Bulk Fill	3200	4

FONTE: O autor.

4.2 PREPARO DAS AMOSTRAS

Foram confeccionados cinco espécimes para cada grupo (n=40). Para a padronização dos espécimes foram utilizados moldes pré-fabricados de alumínio todos com 5 mm de diâmetro e espessuras de 2 ou 4 mm (**Figura 3**), dependendo da especificação de cada grupo.

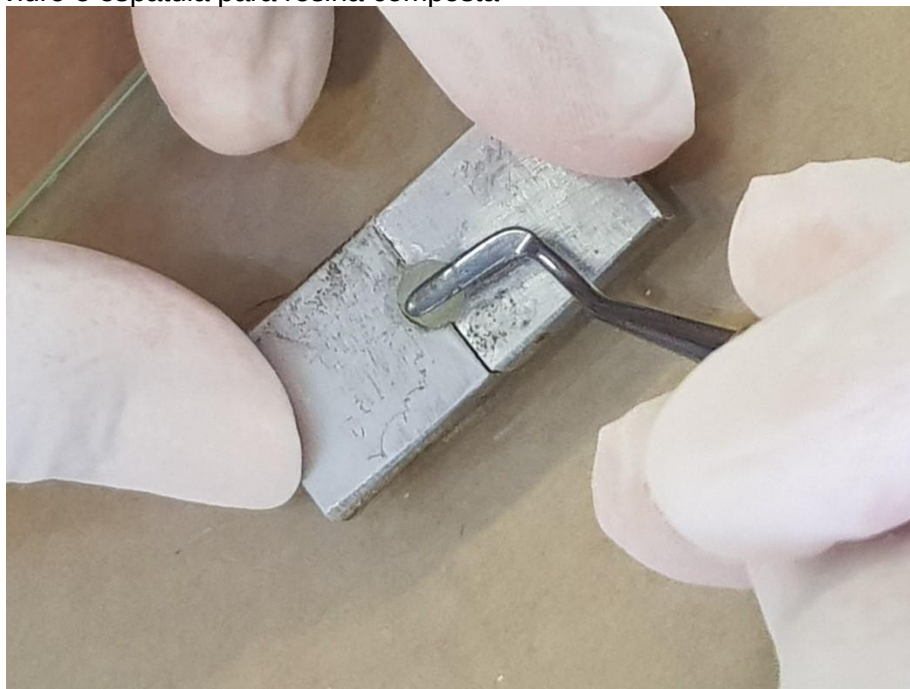
Figura 3: Moldes de alumínio pré-fabricados, contendo 5mm de diâmetro no interior e 2mm ou 4 mm de espessura.



FONTE: O autor.

Os moldes foram posicionados sobre uma placa de vidro e as resinas foram levadas ao interior deles, utilizando uma espátula para resina composta em incremento único (**Figura 4**) para remoção dos excessos. A distância de polimerização foi padronizada pressionando uma lamínula de vidro sobre o molde metálico. A ponta do fotopolimerizador foi encostada no vidro durante a fotopolimerização sempre na mesma distância da resina composta.

Figura 4: Processo de modelagem das resinas, utilizando placa de vidro e espátula para resina composta



FONTE: O autor.

Em seguida os espécimes de resina foram retirados dos moldes e colocados no interior de eppendorfs, de 1,5mL, identificados com etiquetas respectivas a cada grupo. Os 40 eppendorfs foram posicionados em uma embalagem organizadora opaca, para não haver mais exposição à luz, e mantidos na estufa a uma temperatura de 23°C durante 24 horas.

4.3 SORÇÃO E SOLUBILIDADE EM ÁGUA

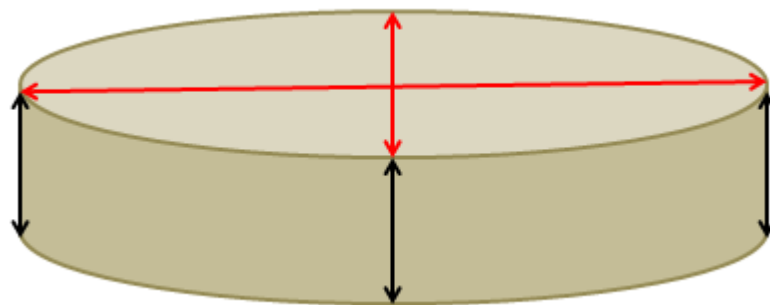
Após 24h de armazenamento cada espécime de resina composta foi retirado do eppendorf e pesado em uma balança analítica de precisão AW220 (SHIMADZU, São Paulo, SP, Brasil) para então serem colocados de volta em seus eppendorfs agora preenchidos com fragmentos de sílica e levados à uma estufa seca na temperatura de $37\pm 1^{\circ}\text{C}$ durante 48h, com a intenção de fazer o primeiro ciclo de dissecação dos espécimes. Após este período eles foram novamente pesados. Este primeiro ciclo foi repetido até que a diferença de todos os espécimes entre duas pesagens fosse menor

que 0,1 miligramas, garantindo total secagem dos espécimes. Após esta última pesagem foi determinada a Massa 1 (M1) de cada espécime.

Após total remoção da água dos espécimes foram realizadas com o auxílio de um paquímetro digital ABS Absolute 6 Pol (Mitutoyo, Suzano, SP, Brasil) seis medidas em cada espécime, dentre as quais quatro foram para encontrar uma altura média e duas para encontrar o diâmetro médio. Foi determinado duas linhas perpendiculares imaginárias sobre os espécimes e feitos quatro medidas de espessura há uma distância igual do centro.

A partir das duas linhas imaginárias, também foi realizada as duas medidas de espessura. Para determinar o volume final do espécime, foram utilizadas as médias aritméticas do volume e da espessura e colocado na equação: $V = \pi r^2 h$. Aonde V = volume; π = constante; $r = \frac{1}{2}$ da espessura; h = altura. A **Figura 5** contém a representação de onde foram feitas as medidas.

Figura 5: Representação do corpo de prova. As linhas pretas representam onde foram realizadas as medidas de espessura. A vermelha representa as duas medidas de diâmetro realizadas.



FONTE: O autor.

Com M1 definida, foi retirada toda a sílica de dentro dos eppendorfs e adicionado 1mL de água destilada em cada, os espécimes foram recolocados cada um no seu respectivo eppendorf e novamente a caixa opaca foi fechada para evitar a entrada de luz. A caixa foi levada desta vez a uma estufa com a temperatura de $23^{\circ}\pm 1$ e mantida por 60 dias. Após este período, foi retirado a caixa e os espécimes de dentro de cada

ependorf e novamente feito uma pesagem, visando encontrar Massa 2 (M2). Como os espécimes estavam em água, antes de realizar a pesagem foi feita uma secagem pressionando levemente os espécimes contra um papel absorvente.

Para finalizar o teste, foi realizado novamente todo o ciclo de dissecção igualmente realizado para determinação de M1 e então foi determinado a Massa 3 (M3) dos espécimes. Para a determinação dos resultados de sorção e solubilidade em água dos espécimes, foram utilizadas duas equações.

Sorção em água: $M2 - M1 \text{ (mg)} / \text{Volume (mm}^3\text{)}$

Solubilidade em água: $M3 - M1 \text{ (mg)} / \text{Volume (mm}^3\text{)}$

4.4 MICRODUREZA

Para realizar o teste de microdureza de Vickers utilizou-se um microdurômetro HVM2000 (SHIMADZU, São Paulo, SP, Brasil). Sobre uma placa de vidro foram posicionados os cinco corpos de prova de um grupo, inicialmente com as superfícies fotoativadas voltadas para cima, cujas superfícies foram chamadas de topo do espécime. Cada corpo de prova foi fixado na placa com a utilização de cera utilidade em todo seu redor, com o cuidado de não acumular cera entre o espécime e a placa. A placa de vidro foi posicionada sobre a base do aparelho na superfície de análise paralelamente ao plano horizontal.

O penetrador de Vickers foi ajustado com 100 gramas de carga pelo tempo de 15 segundos para cada penetração. Foram realizadas três indentações sobre a superfície topo de cada um dos cinco corpos de prova (n=15). Após a realização das indentações na superfície topo, os corpos de prova foram reposicionados sobre a placa de vidro com a superfície oposta para cima, esta superfície foi chamada de base do espécime. A placa foi reposicionada sobre a base do microdurômetro e as indentações foram novamente realizadas seguindo os mesmos critérios. Este mesmo processo foi repetido para todos os grupos.

Com os resultados, foram realizadas comparações entre a microdureza Vickers da superfície topo e base de cada resina seguindo os protocolos de fotoativação 1 e 2.

4.5 CITOTOXICIDADE

4.5.1 Preparo das Amostras

Após 24 horas na estufa, os corpos de prova passaram por um processo de desinfecção por meio de fricção de cotonetes com álcool sobre sua superfície e, após este processo, foram colocados individualmente em eppendorfs contendo o meio de cultura celular suplementado com 10% de soro fetal bovino (SFB), mantidos em estufa a 37°C durante 24 horas (**Figura 6**). Para criar um grupo controle, também foi levado à estufa eppendorfs com o meio de cultura celular e SFB sem a presença de corpos de prova. Posteriormente, para eluição de compostos, foram retirados os corpos de prova do meio e distribuídos o meio de cultura em três diferentes concentrações: amostra pura, diluição de 1:2 e diluição de 1:10, cujas diluições foram realizadas utilizando o mesmo meio de cultura que gerou o grupo controle.

Figura 6: Eppendorfs contendo o meio de cultura e os corpos de resina composta foram identificados e armazenados em estufa por 24 horas



FONTE: O autor.

Células de fibroblastos L-929 de camundongos foram semeadas na densidade de $1,0 \times 10^4$ células/mL nos 96 poços de cada placa, que por sua vez, foram submetidas à estufa na temperatura de 37°C e mantidas por 24 horas. Após este período, distribuiu-se 100µL de meio contendo os componentes eluidos das resinas compostas sobre cada poço, além de duas colunas de grupo controle que foram produzidas em cada placa. As placas voltaram para a estufa (37°C).

4.5.2 Viabilidade Celular – MTT

A solução de MTT foi preparada com 10% de MTT, concentração de 5mg/mL, e 90% de meio de cultura. Após 48 horas de incubação, as placas foram retiradas da estufa e o meio de cultura foi removido dos poços. Adicionou-se 100µL da solução preparada de MTT em cada poço e a placa foi mantida em incubadora (37°C) durante 2 horas. Em seguida, as soluções foram substituídas por 200µL de DMSO, após 10 minutos todos estes poços foram homogeneizados e 100µL deste meio foram transferidos para uma placa nova, cuja leitura foi realizada em espectrofotômetro (Leitor de Elisa Biotek EL 800, Biotek, Winooski, VT, EUA) a 550nm (**Figura 7**). As células que entraram em contato com o meio de cultura não tratado foram consideradas grupo controle, assumindo o resultado da média deste grupo como 100%. O resultado dos outros poços condiz com a porcentagem dos resultados em comparação com o controle.

Figura 7: Espectrofotômetro utilizado para leitura das placas.



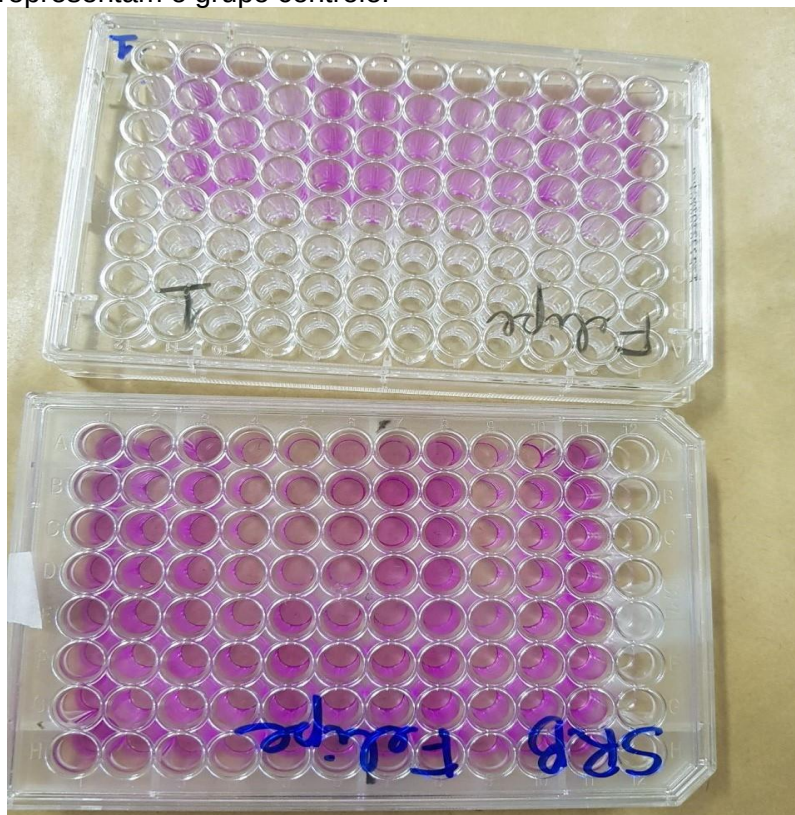
FONTE: O autor.

4.5.3 Viabilidade Celular – SRB

Após o período de incubação de 48 horas, cada poço foi lavado com 100µL de Tampão fosfato-salina (PBS) e adicionado 70µL de ácido tricloroacético 10% (TCA) gelado, para fixar as células. As placas foram mantidas em geladeira por 30 minutos e

depois os poços foram lavados com água destilada tipo I, cinco vezes cada. As placas foram mantidas em temperatura ambiente (21°C) para secar, após 24 horas foi adicionado 100µL da solução de SRB 0,4% em cada poço e mantido a temperatura ambiente. Após 30 minutos foi retirada a solução de SRB e cada poço foi lavado cinco vezes com 200µL de uma solução de ácido acético 1% e deixado para secar à temperatura ambiente, novamente por 24 horas. Posteriormente, adicionou-se 150µL de tribase 10mM em cada poço, realizando uma homogeneização com a pipeta antes de transferir 100µL dessa solução para outra placa nova (**Figura 8**). Foi realizada a leitura dos resultados em espectrofotômetro a 520nm e 620nm, o resultado final é a subtração dos valores de leitura de 620nm do valor de 520nm. As células que entraram em contato com o meio de cultura não tratado foram consideradas grupo controle, assumindo o resultado da média deste grupo como 100%, o resultado dos outros poços condiz com a porcentagem dos resultados em comparação com o controle.

Figura 8: Placas de 96 poços contendo 100µL de solução tribase prontas para a leitura. As colunas 1, 8 e 11 representam o grupo controle.



FONTE: O autor.

4.6 GRAU DE CONVERSÃO

Foi realizado o teste de grau de conversão FTi-R por reflectância total atenuada, para isto foi utilizada a máquina Prestige-21 (Shimadzu, Tóquio, Japão) acoplado com um acessório de reflectância total atenuada (DRS-8000, Shimadzu, Tóquio, Japão) (**Figura 9**). O aparelho foi operado sobre as seguintes condições espectrométricas: resolução de 2cm^{-1} e 16 scans. Os espectros de absorbância foram obtidos na região entre 400 e 4000cm^{-1} .

Figura 9: Acessório de reflectância total atenuada acoplado ao espectômetro de FT-iR



FONTE: O autor.

Para obtenção dos resultados das amostras polimerizadas foram posicionados os espécimes sobre o acessório com a face oposta à incidência de luz para cima. Para a resina composta não polimerizada foram esculpidos espécimes diretamente sobre a base do acessório com as mesmas dimensões dos espécimes utilizados.

Para cálculo do grau de conversão das amostras foi medido a relação dos valores de absorbância do pico das ligações $\text{C}=\text{C}$ em 1638cm^{-1} e o pico do padrão interno do aromático $\text{C}=\text{C}$ em 1608cm^{-1} , esta relação foi chamada de R. A porcentagem de grau de conversão foi calculada a partir da seguinte equação: $\% \text{ conversão} = 1 - \{R(\text{polimerizado}) / R(\text{não polimerizado})\} \times 100\%$.

4.7 CONTRAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO

4.7.1 Preparo das Fibras Óticas

A fibra ótica utilizada foi do tipo monomodo (padrão Draktel, ESMF) sem nenhum processo de tratamento para aumento da fotossensibilidade. O processo de gravação de redes de Bragg foi realizado por iluminação direta sobre máscara de fase, com laser de fluoreto de criptônio (Excímero) com comprimento de onda central de 248 nm, pulsos de 5ns, ajustado para uma energia de pulso de 6mJ e taxa de repetição de 500Hz. Foi utilizada uma íris com abertura de 2mm definindo assim o comprimento da rede de Bragg. Todos os sensores foram gravados nas mesmas condições. Foi realizada a padronização da amplitude das redes de Bragg em aproximadamente 11dB.

A fibra ótica foi descascada, clivada e levada no equipamento de emenda ARC Fusion SPLICER FSM-50S (FUJIKURA, Japan) unindo-se o pigtail ao sensor (**Figura 10**).

Figura 10: Equipamento de emenda ARC Fusion SPLICER FSM-50S no momento de sua utilização.

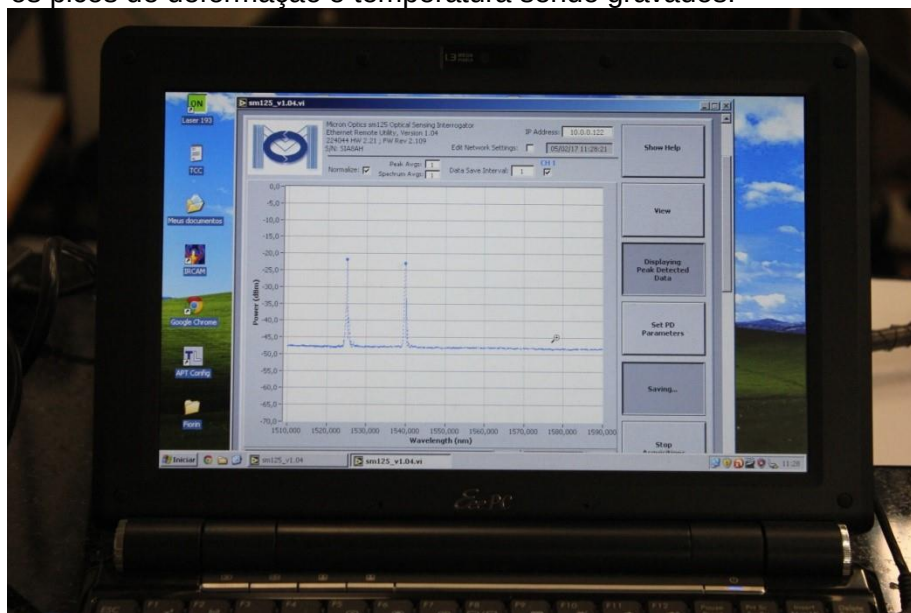


FONTE: O autor.

O sensor foi ligado a um sistema interrogador dinâmico SM125 (Micron Optics) acoplado a um computador com o software SM125 que permite observar o pico do comprimento de onda de 1540 nm e 1526nm pela potência em dBm (**Figura 11**). Foi

utilizado um ferro de solda aquecido para localizar a posição exata do sensor de fibra ótica. Este sensor é sensível às variações térmicas e deformações.

Figura 11: Programa SM125 em funcionamento. É possível observar os picos de deformação e temperatura sendo gravados.



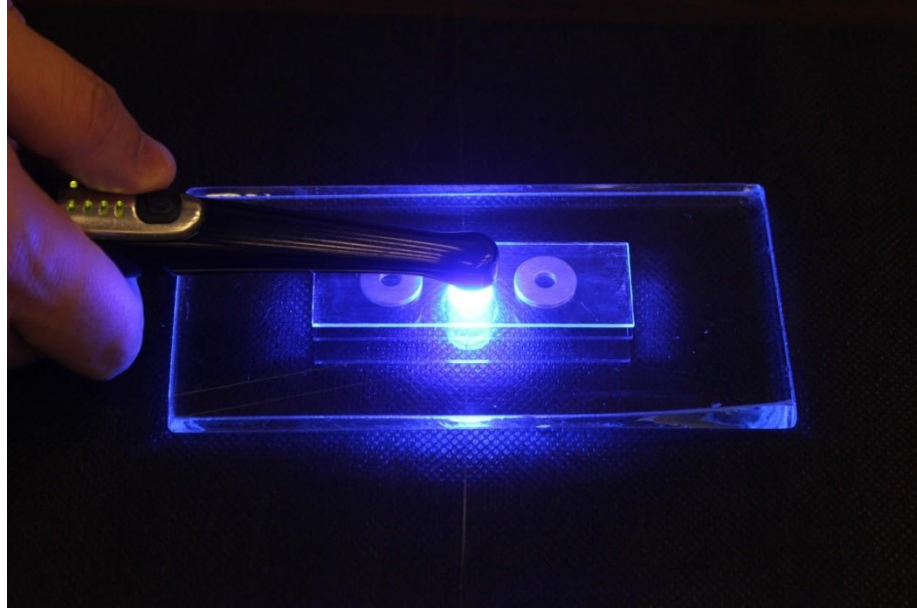
FONTE: O autor.

4.7.2 Contração de Polimerização

Foram confeccionados cinco espécimes para cada grupo. Foi utilizada uma placa de vidro sobre a qual foram posicionados dois espaçadores com a altura determinada do espécime como citado anteriormente no quadro 2. Sobre a placa de vidro foi dispensada uma porção de resina composta com a metade da altura dos espaçadores e $0,9 \pm 0,1$ mm de diâmetro. Um sensor de fibra ótica foi posicionado sobre a porção de resina composta na região central e dispensado uma segunda porção de resina composta ultrapassando levemente a altura final do espécime.

Sobre o conjunto foi pressionada uma lâmina de vidro e ligado o interrogador para gravar as variações térmicas e de contração de polimerização. Foi ativado o aparelho de fotopolimerização conforme a descrição de cada grupo (**Figura 12**). Após a fotoativação o interrogador permaneceu ligado para a realização das medições durante o período de 50 minutos. Os dados foram gravados em arquivos de texto (.txt) para tabulação, obtenção dos dados em microstrain e posterior confecção dos gráficos.

Figura 12: Momento da fotoativação. Sobre a placa de vidro estão posicionados a resina composta, as matrizes delimitando a espessura do corpo e a lâmina de vidro para padronizar a distância da ponta do aparelho de fotoativação.



FONTE: O autor.

4.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Para a tabulação dos resultados foi utilizado o programa Microsoft Office Excel 2007. Para análise estatística de comparação dos resultados das resinas compostas para os protocolos de fotoativação foi utilizado o programa SPSS versão 21 e foi realizado teste de comparação de médias para valores paramétricos, teste T student.

5 RESULTADOS

5.1 SORÇÃO E SOLUBILIDADE EM ÁGUA

Os resultados média e desvio padrão da sorção e solubilidade em água das resinas compostas testadas se apresentam na tabela 2. Os resultados de sorção apresentaram variações entre os diferentes protocolos de fotoativação. Para as resinas Filltek z350xt e Tetric N-Ceram o protocolo 2 apresentou valores superiores, enquanto que para a resina Palfique LX5 o protocolo 1 apresentou resultados superiores, enquanto que a resina Filltek Bulk Fill apresentou resultados sem diferença estatística para os dois protocolos. Nenhuma das resinas independente do protocolo de fotoativação obteve um resultado de solubilidade negativo, portanto a massa dos espécimes após o segundo ciclo de dissecação ainda foi superior à massa inicial.

As resinas compostas do tipo bulk fill não apresentaram diferenças estatísticas da solubilidade comparando os protocolos de fotoativação 1 e 2, enquanto que para as resinas nanoparticuladas houveram diferenças, a resina Filltek Z350xt fotoativada com o protocolo 2 obteve um resultado de solubilidade menor, enquanto que a resina Palfique LX5 obteve um resultado de solubilidade maior para o protocolo 2.

Tabela 2: Média e desvio padrão ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) dos resultados de sorção e solubilidade das resinas compostas testadas nos diferentes protocolos de fotoativação.

Material		Sorção ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)	Solubilidade ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)
ZXT	protocolo 1	31,46 $\pm$ 3,46	4,55 $\pm$ 4,32
	protocolo 2	45,33 $\pm$ 11,12*	3,22 $\pm$ 5,68*
PLX	protocolo 1	50,32 $\pm$ 15,67*	0,30 $\pm$ 10,15 *
	protocolo 2	16,81 $\pm$ 13,15	3,12 $\pm$ 6,19
FBF	protocolo 1	32 $\pm$ 20,34	2,33 $\pm$ 5,94
	protocolo 2	26,86 $\pm$ 17,22	2,34 $\pm$ 1,45
TNC	protocolo 1	19,47 $\pm$ 11,20	2,24 $\pm$ 7,22
	protocolo 2	41,97 $\pm$ 16,63*	2,84 $\pm$ 1,82

O (*) representa diferença estatística comparando os resultados de um protocolo de fotoativação sobre o outro, com valores superiores.

5.2 MICRODUREZA

Os resultados de dureza Vickers estão descritos na **Tabela 3**. Na comparação dos protocolos de fotoativação, com exceção da resina composta Tetric N-Ceram, os materiais apresentaram um maior valor de microdureza para a superfície base quando fotoativadas com o protocolo 1. A Tetric N-Ceram também foi a única resina composta que apresentou diferença para a superfície topo, com valores de microdureza superiores para o protocolo de fotoativação 2.

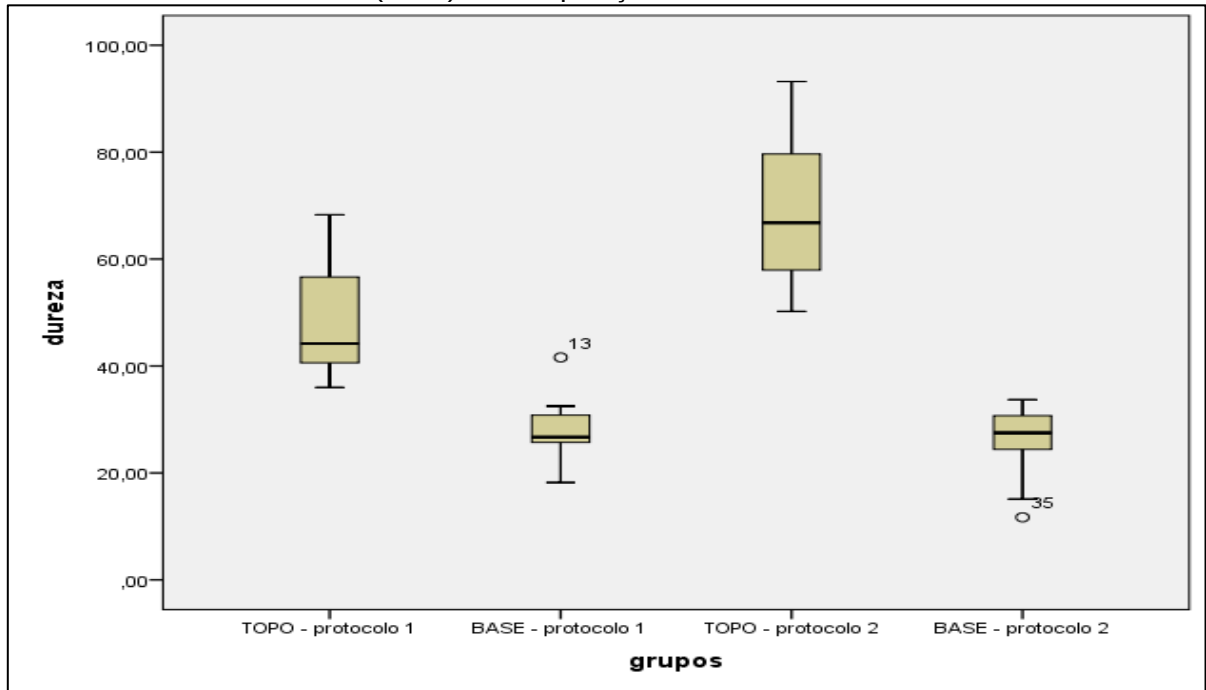
Quando comparados os valores de topo e base, nenhum dos materiais testados obteve um valor semelhante entre as duas superfícies, sendo o valor da superfície topo sempre superior. Os **Gráficos 1, 2, 3 e 4** apresentam a distribuição dos valores de dureza para cada resina composta, lado a lado as superfícies e os protocolos de fotoativação.

Tabela 3: Média de microdureza Vickers com o desvio padrão (dp) dos materiais investigados nas diferentes superfícies de acordo com cada protocolo de fotoativação após 24 horas de armazenamento em estufa (23°C) sem exposição à luz.

Material	Filltek Z350XT		Palfique LX5		Filltek Bulkfill		Tetric N-Ceram	
Superfície	topo	base	topo	base	topo	base	topo	base
Protocolo 1	61,90 (14,07)	43,72 (8,93)*	55,13 (9,83)	33,72 (5,54)*	79,20 (13,67)	43,08 (8,44)*	48,23 (10,93)	27,81 (5,35)
Protocolo 2	61,11 (17,19)	33,79 (5,54)	51,49 (13,87)	22,78 (6,00)	63,69 (14,64)	18,53 (8,90)	69,34 (15,94)*	25,43 (7,48)

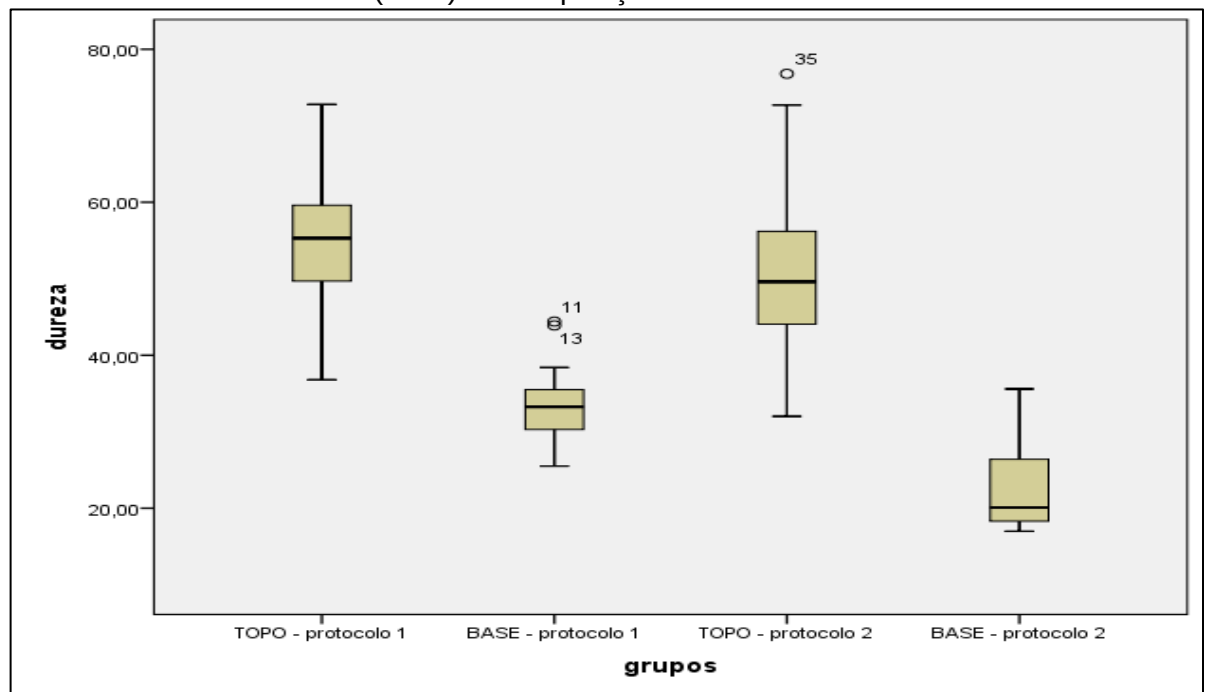
* Diferença estatisticamente significativa na comparação entre o protocolo 1 e o protocolo 2 para cada superfície de fotoativação. Realização de teste T de comparação de médias independentes, $p < 0,05$.

Gráfico 1: Distribuição dos resultados de microdureza Vickers da resina Tetric N-Ceram nas diferentes superfícies, de acordo com cada protocolo de fotoativação após 24 horas de armazenamento em estufa (23°C) sem exposição à luz.



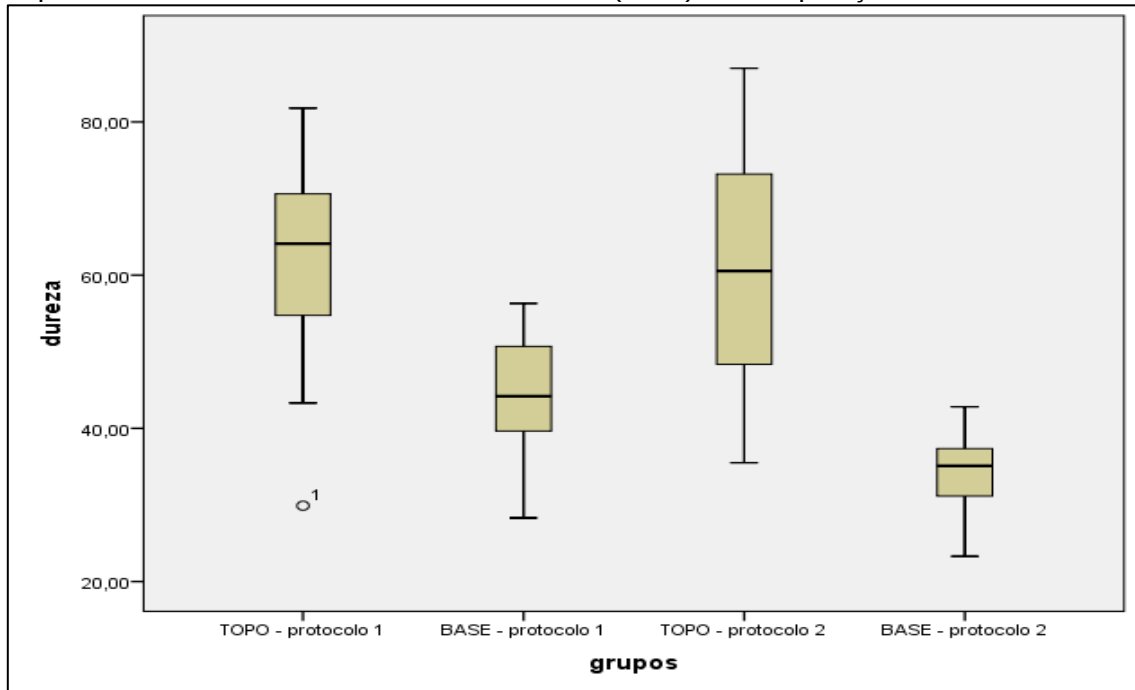
FONTE: O autor.

Gráfico 2: Distribuição dos resultados de microdureza Vickers da resina Palfique LX5 nas diferentes superfícies, de acordo com cada protocolo de fotoativação após 24 horas de armazenamento em estufa (23°C) sem exposição à luz



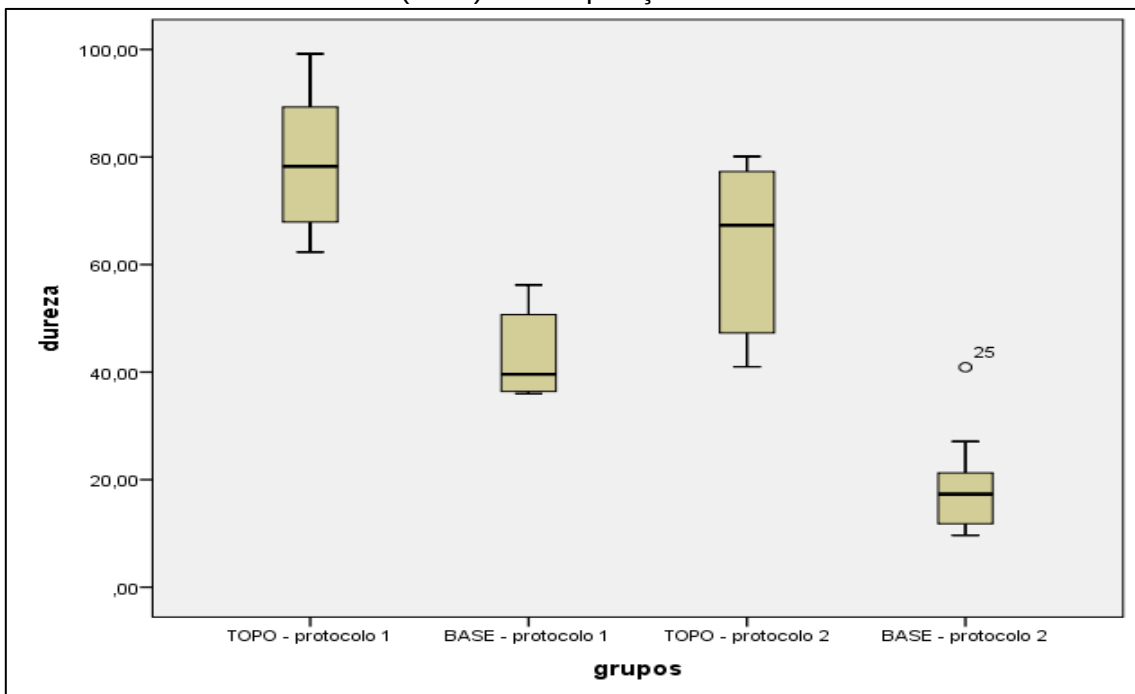
FONTE: O autor.

Gráfico 3: Distribuição dos resultados de microdureza Vickers da resina Filltek Z350XT nas diferentes superfícies, de acordo com cada protocolo de fotoativação após 24 horas de armazenamento em estufa (23°C) sem exposição à luz.



FONTE: O autor.

Gráfico 4: Distribuição dos resultados de microdureza Vickers da resina Filltek BulkFill nas diferentes superfícies, de acordo com cada protocolo de fotoativação após 24 horas de armazenamento em estufa (23°C) sem exposição à luz.



FONTE: O autor.

5.3 CITOTOXICIDADE

5.3.1 Viabilidade Celular - MTT

O teste de viabilidade celular pelo método MTT apresentou resultados entre 25 e 70% de sobrevivência celular após contato com os meios tratados não diluídos, podendo ser classificados de alta à média citotoxicidade. Analisando separadamente os resultados de cada resina composta e comparando os dois protocolos de fotoativação, os resultados das resinas compostas nanoparticuladas z350 ($p=0,001$) e PLX ($p=0,000$), obtiveram menor morte celular utilizando o protocolo de ativação 1.

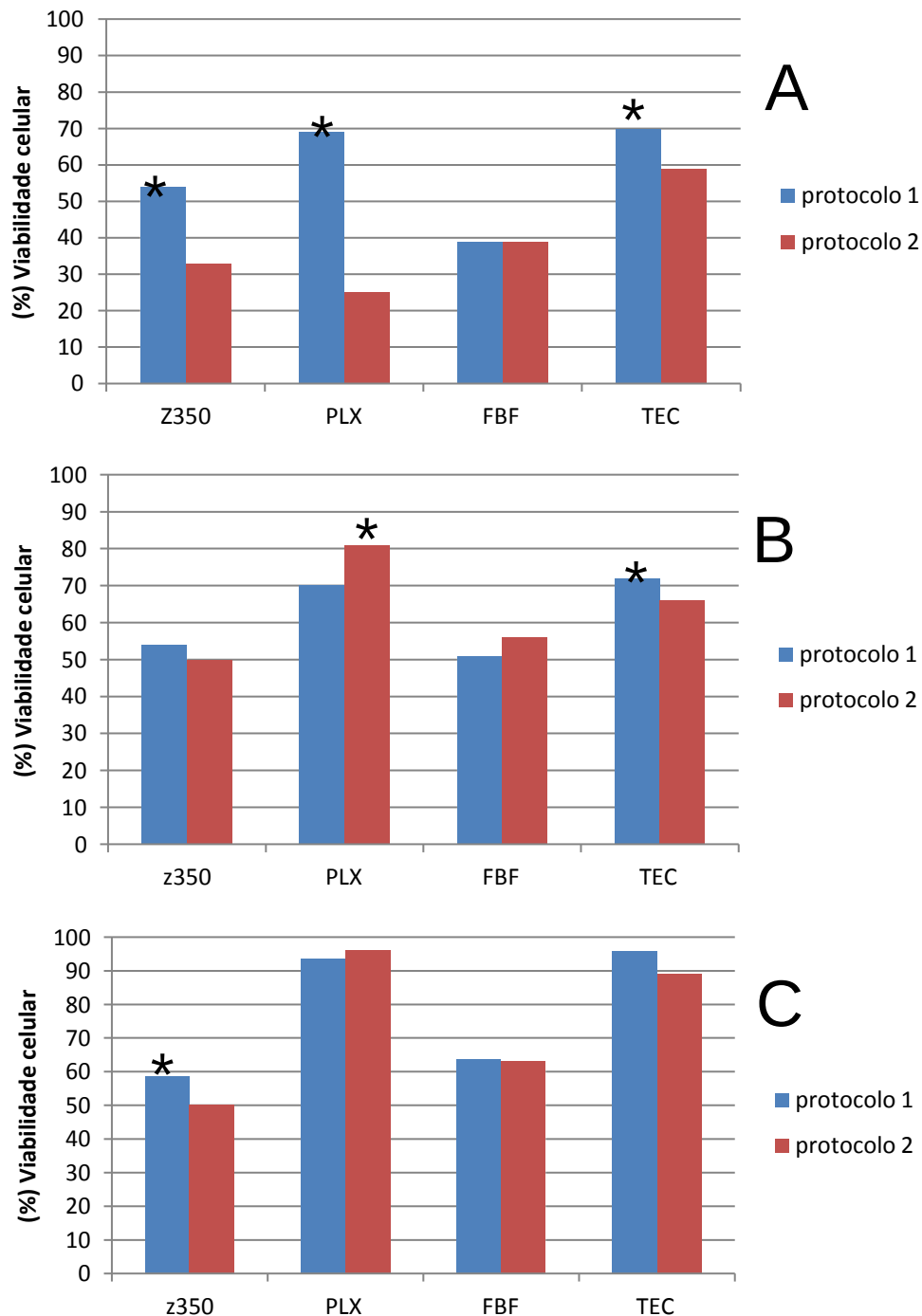
Para as resinas compostas bulkfill o resultado se repetiu com a resina TNC ($p=0,02$), porém com a resina FBF ($p=0,98$) a comparação entre os dois protocolos de fotoativação não apresentou diferença.

Os resultados da diluição 1:2 apresentam uma menor citotoxicidade do que suas amostras não diluídas, com exceção da resina z350 quando polimerizada pelo protocolo 1 que foi mais citotóxica do que sua amostra pura, e a resina filltek bulkfill polimerizada com o protocolo 1 que obteve o mesmo valor de morte celular.

As diluições de 1:10 obtiveram resultados ainda mais satisfatórios para viabilidade celular, apresentando valores superiores sobre as amostras puras, com exceção da resina z350 quando polimerizada com o protocolo 1, que apresentou resultados semelhantes. Outro destaque para esta diluição são os resultados das resinas Tetric N-Ceram e Palfique LX5 que para ambos os protocolos de polimerização apresentaram resultados de morte celular próximos ao grupo controle.

Os valores para as amostras originais e em suas diluições estão descritos na **Figura 13**.

Figura 13: Viabilidade celular de fibroblastos L-929 após 48h de contato com o meio de cultura tratado. Os valores representam uma porcentagem em relação ao grupo controle (meio de cultura puro). Estas células permaneceram 24 horas em contato com (A) amostras originais; (B) diluição 1:2 das amostras; (C) diluição 1:10 das amostras. Os resultados foram obtidos através do teste MTT realizado em três experimentos independentes com $n=4$. Os asteriscos apontam diferença estatística entre os dois protocolos de fotopolimerização para cada resina composta ($p>0,05$).



FONTE: O autor.

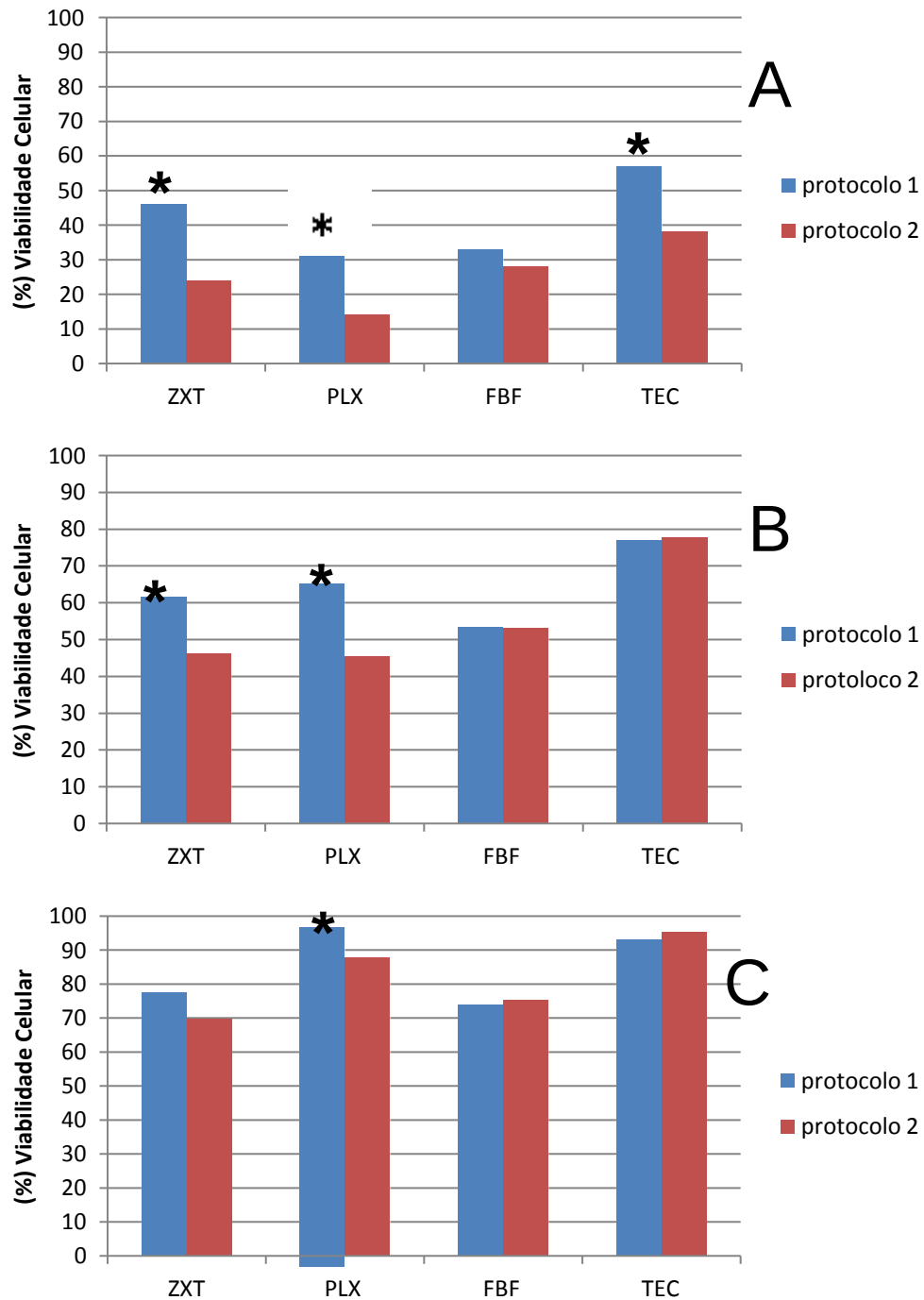
5.3.2 Viabilidade Celular - SRB

O teste de Sulforrodamina B apresentou resultados variando de 13 a 57% de viabilidade celular após contato dos fibroblastos com os meios de cultura não diluídos, sendo classificados como de alta à média citotoxicidade. A comparação dos protocolos de fotoativação obteve diferença nos resultados de três resinas compostas, a ZXT ($p=0,001$), a PLX ($p=0,001$) e a TEC ($p=0,018$), enquanto que para a FBF a comparação entre estes protocolos não obteve diferença estatística ($p=0,611$).

Para ambas as diluições para o método de SRB os resultados foram superiores às suas respectivas amostras sem diluição, e na comparação das diluições de 1:2 e 1:10 todos os grupos apresentaram resultados superiores para as amostras mais diluídas. As amostras da diluição 1:10 das resinas Palfique LX5 e Tetric N-Ceram para ambos protocolos de polimerização apresentaram resultados muito próximos ao grupo controle.

Os valores de viabilidade celular para as amostras originais e em suas diluições estão descritos na **Figura 14**.

Figura 14: Viabilidade celular de fibroblastos L-929 após 48h de contato com o meio de cultura tratado. Os valores representam uma porcentagem em relação ao grupo controle (meio de cultura puro). Estas células permaneceram 24 horas em contato com (A) amostras originais; (B) diluição 1:2 das amostras; (C) diluição 1:10 das amostras. Os resultados foram obtidos através do teste SRB realizado em três experimentos independentes com quatro amostras cada (n=12). Os asteriscos apontam diferença estatística entre os dois protocolos de fotopolimerização para cada resina composta ($p > 0,05$).



5.4 GRAU DE CONVERSÃO

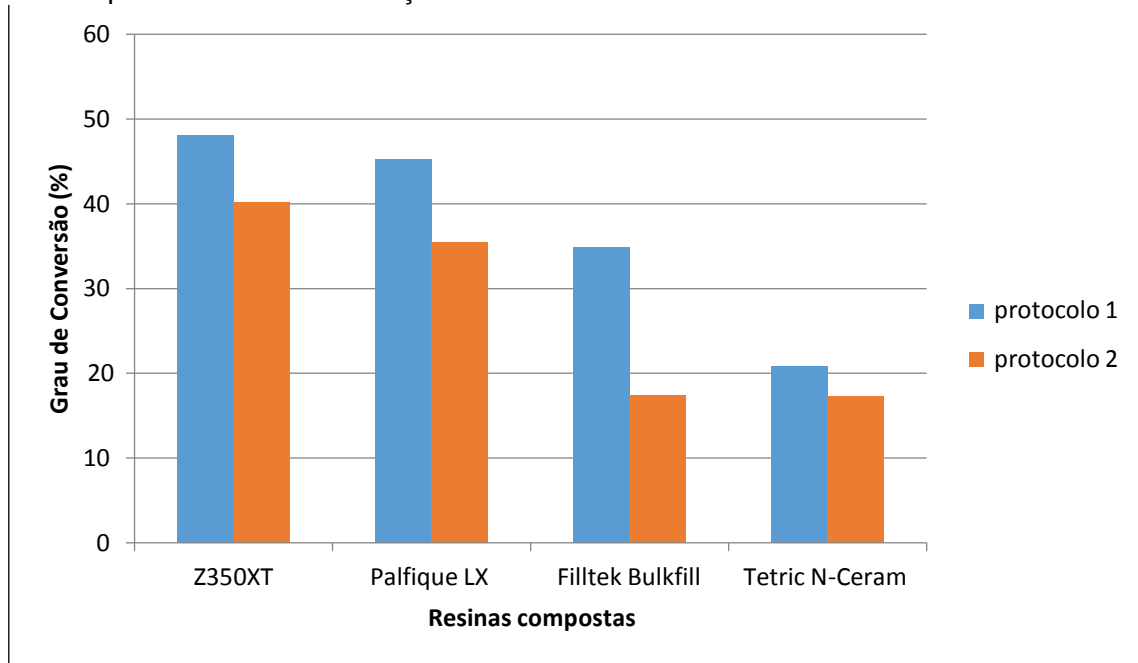
Os valores de grau de conversão e desvio padrão de cada grupo estão representados na Tabela 4. Os resultados de grau de conversão variaram de 17,30 até 48,06% para os grupos testados, sendo que a comparação dos protocolos de fotoativação apresentou diferença significativa para todas as resinas compostas, com exceção da resina Z350XT que não apresentou diferença entre os dois protocolos. O **Gráfico 5** contém os valores do grau de conversão de cada resina composta fotoativadas nos dois diferentes protocolos.

Tabela 4. Valor de média $\pm$ Desvio Padrão do grau de conversão (%) das resinas compostas testadas utilizando os diferentes protocolos de fotoativação.

Resina Composta	Protocolo de fotoativação	
	1	2
Filltek Z350XT	48,06 $\pm$ 9,62	40,22 $\pm$ 10,47
Palfique LX5	45,26 $\pm$ 2,89*	35,42 $\pm$ 3,00
Filltek Bulkfill	34,88 $\pm$ 11,85*	17,40 $\pm$ 5,59
Tetric N-Ceram	20,82 $\pm$ 0,87*	17,30 $\pm$ 1,43

(*) O asterisco representa diferença estatística na comparação entre os protocolos de fotoativação para a mesma resina composta.

Figura 15: Representação do grau de conversão (%) das resinas compostas utilizando os dois protocolos de fotoativação.



FONTE: O autor.

5.5 CONTRAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO E ALTERAÇÃO TÉRMICA

Foi utilizado o valor de contração de polimerização após 3000 segundos do início da fotoativação, optou-se por este tempo devido à estabilização dos valores observados próximos a este período.

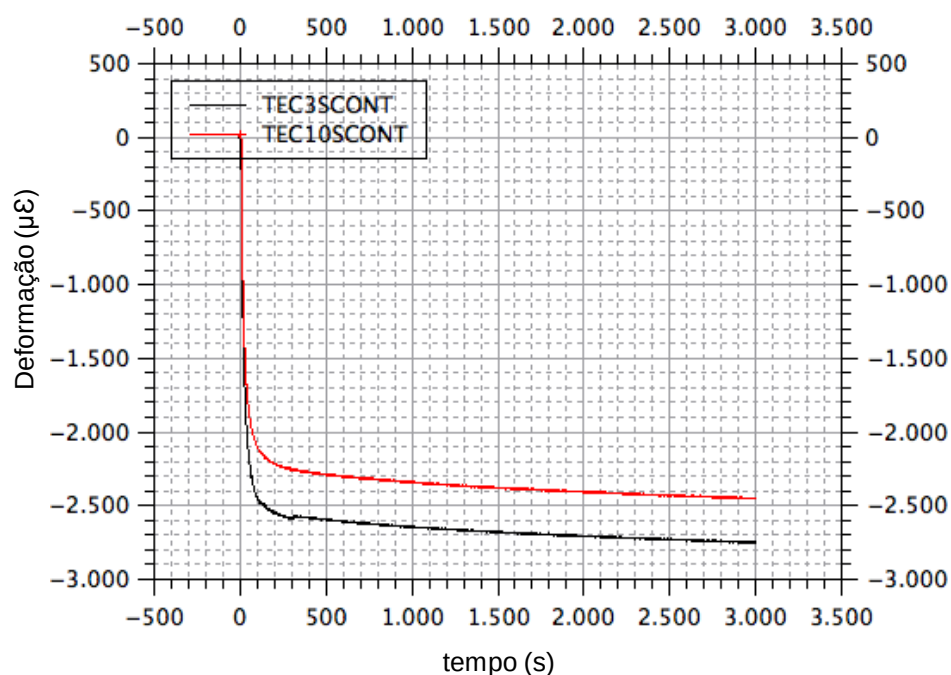
Os resultados de contração máxima após este período estão expostos na **Tabela 5**, dentre as quatro resinas compostas avaliadas apenas a resina nanoparticulada da Tokuyama, Palfique LX5, obteve diferença estatisticamente significativa entre os dois grupos, uma maior contração após a fotoativação com o protocolo 1 ($p=0,039$). Portanto, todas as outras resinas compostas não obtiveram diferenças estatísticas significativas. Os **Gráficos 5, 6, 7 e 8** representam as curvas de contração de polimerização para todas as resinas compostas.

Tabela 5 Valor médio $\pm$ desvio padrão de contração de polimerização ($\mu\epsilon$) 50 minutos após o início de fotoativação de cada resina composta utilizando os diferentes protocolos de fotoativação.

Resina Composta	Protocolo de fotoativação	
	1	2
Filltek Z350XT	-2668,40 $\pm$ 453,95	-2575,40 $\pm$ 176
Palfique LX5	-1958 $\pm$ 419,15*	-1392,50 $\pm$ 94,06
Filltek Bulkfill	-2754,60 $\pm$ 687,94	-2392,08 $\pm$ 430,84
Tetric N-Ceram	-2625,40 $\pm$ 379,41	-2760,80 $\pm$ 301,48

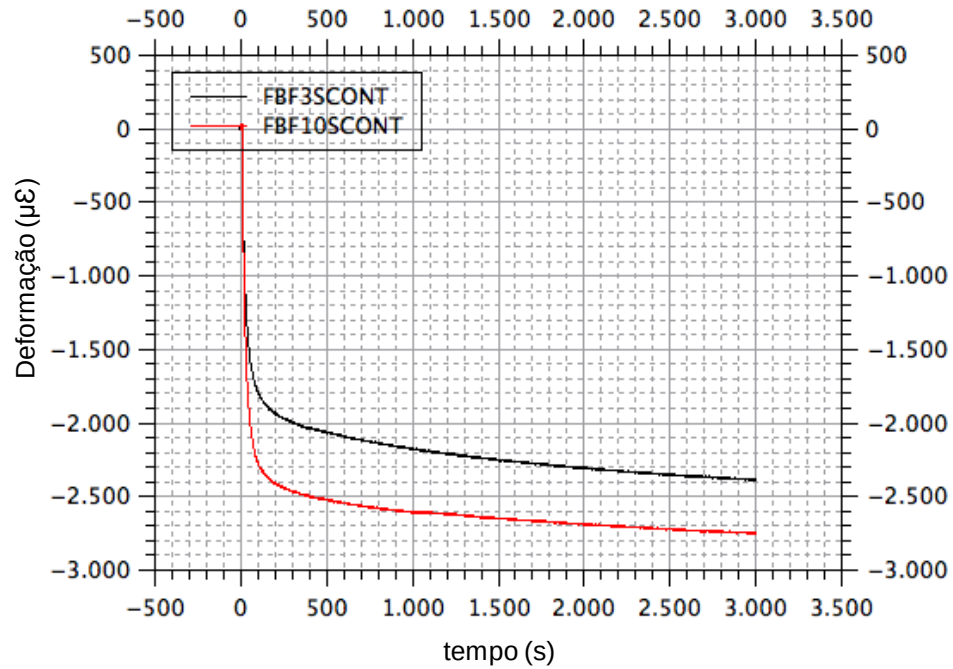
(*) O asterisco representa um resultado superior de um protocolo de fotoativação sobre o outro comparado com a mesma resina composta.

Gráfico 5: Curva de contração de polimerização (deformação x tempo) da resina Tetric N-Ceram comparando os 2 protocolos de fotoativação.



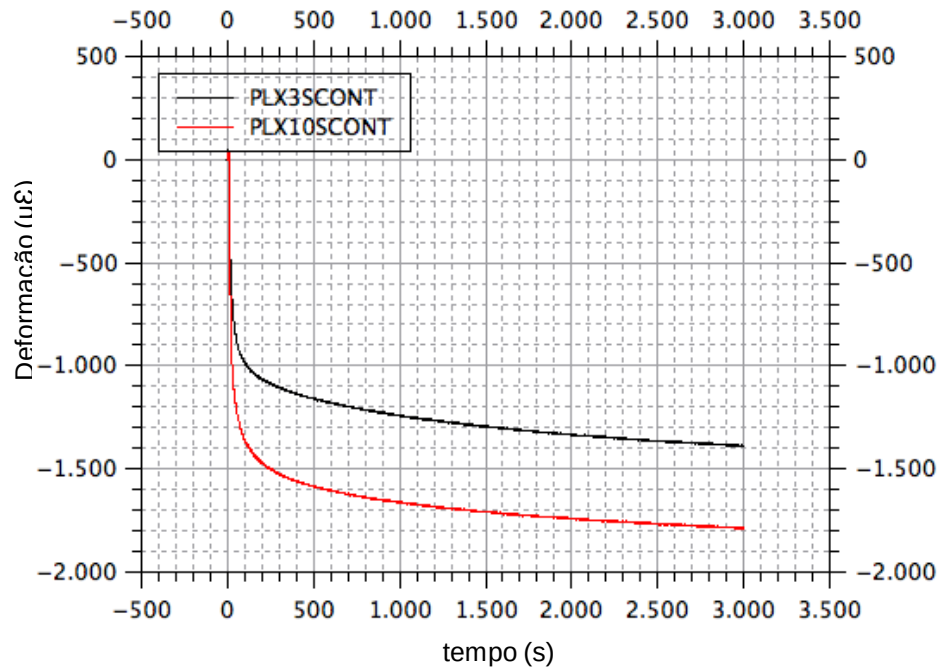
FONTE: O autor.

Gráfico 6: Curva de contração de polimerização (deformação x tempo) da resina Filtek Bulkfill comparando os 2 protocolos de fotoativação.



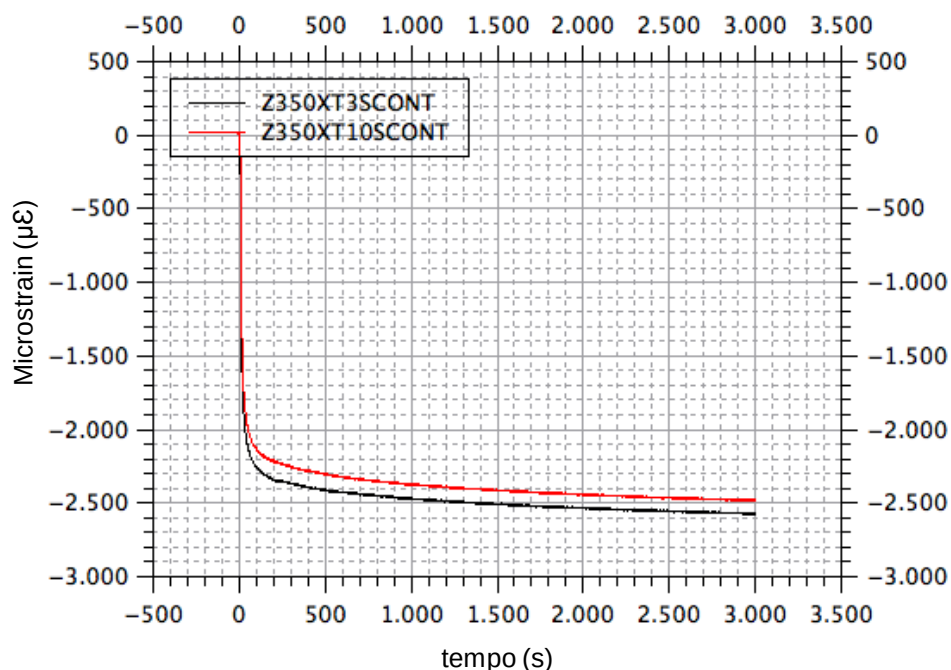
FONTE: O autor.

Gráfico 7: Curva de contração de polimerização (deformação x tempo) da resina Palfique LX5 comparando os 2 protocolos de fotoativação



FONTE: O autor.

Gráfico 8: Curva de contração de polimerização (deformação x tempo) da resina Filltek Z350XT comparando os 2 protocolos de fotoativação.



FONTE: O autor.

Para a alteração térmica dos compósitos foi comparada duas medidas, uma utilizando o resultado de aquecimento máximo do compósito. Estes resultados estão expostos na **Tabela 6**, apenas a resina composta Filltek Z350XT apresentou um aumento da temperatura quando fotoativada com o protocolo 1, as outras resinas possuíram resultados semelhantes.

Tabela 6: Valores médios de aquecimento máximo (°C) para cada resina composta utilizando os diferentes protocolos de fotoativação

Resina Composta	Protocolo de fotoativação	
	1	2
Filltek Z350XT	9,67	13,7
Palfique LX5	9,91	7,98
Filltek Bulkfill	7,25	6,84
Tetric N-Ceram	12,88	13,74

A outra comparação realizada foi quanto ao tempo em que o compósito demorou a atingir sua temperatura máxima após o início da fotoativação. Estes resultados estão expostos na **Tabela 7**. De forma geral, com exceção do grupo TEC10, todas as resinas obtiveram seu pico de temperatura muito próximo ao segundo final da fotoativação. O grupo TEC10 obteve entre o quinto e o sexto segundo de fotoativação seu como pico máximo de temperatura.

Tabela 7: Tempo (s) no qual a temperatura máxima do compósito foi atingida após o início da fotoativação

Resina Composta	Protocolo de fotoativação	
	1	2
Filltek Z350XT	9	2,75
Palfique LX5	10,25	3
Filltek Bulkfill	9,25	2,5
Tetric N-Ceram	5,5	2,75

6 DISCUSSÃO

Para as resinas testadas, três delas obtiveram melhores resultados do grau de conversão quando fotoativadas com o protocolo 1, enquanto que a resina Filltek Z350xt não obteve diferença do grau de conversão quando comparados os dois protocolos. Este teste avaliou o grau de conversão após 24 horas da cura dos espécimes, para registrar seu valor após a cura tardia, que ocorre após os primeiros cinco minutos até 24 horas (Pilo, Cardash⁴⁴,1992).

Esta diferença de resposta ao protocolo de fotoativação 2 da resina nanoparticulada Z350xt pode estar relacionada com os seus componentes orgânicos, tanto na sua composição como no tamanho de suas partículas, assim como sugerem Hadis et al.⁴², (2011) e Ilie e Stark⁴³ (2014) que a lei de reciprocidade é material dependente, portanto a maior diversidade de monômeros presentes na matriz desta resina pode colaborar com a sua melhor polimerização em altas intensidades.

Todos os grupos apresentaram um valor de microdureza inferior da base em relação ao topo do espécime, estes valores podem ser explicados pela relação direta do grau de conversão das resinas compostas com sua microdureza (Czasch, Ilie⁴⁵, 2013; Ferracane⁴⁶, 1985; Leprince et al.⁴⁷, 2012), portanto é possível afirmar que a base não obteve a mesma conversão em polímeros do que a base. Autores afirmam que se esta relação de microdureza da base para o topo estiver em 80% pode ser considerada uma polimerização satisfatória (Bucuta, Ilie²⁵, 2014; Karacolak et al.⁴⁸, 2017), porém, o presente trabalho apresentou resultados para todos os grupos inferiores a 80%, caracterizando uma polimerização insuficiente destes corpos de prova com os protocolos de ativação realizados. Assim como o trabalho de Garoushi et al.⁴⁹ (2016), baixos valores de grau de conversão e microdureza na base do espécime podem servir como um alerta aos clínicos na hora de escolher o material utilizado e o protocolo de fotoativação principalmente em cavidades profundas.

Na comparação das bases dos espécimes entre os protocolos de fotoativação, apenas a resina Tetric N-Ceram não apresentou diferença entre os grupos, todos os outros grupos apresentaram valores superiores para o protocolo de fotoativação 1, caracterizando portanto que a fotoativação mais intensa foi menos eficaz para a polimerização destas resinas nas espessuras utilizadas. Este resultado vai contra os

resultados de realizados por Alkhudairy⁵⁰ (2017), onde a polimerização mais intensa obteve melhores resultados de microdureza na superfície base, porém seu trabalho utilizou intensidades de 650mW/cm² e 1200mW/cm² para fotoativação. Estes resultados sugerem que a fotoativação em intensidades próximas de 1200mW/cm² provocam maior polimerização da base dos espécimes do que intensidades superiores ou inferiores, porém mais estudos devem ser realizados para justificar essa afirmação.

Quanto à avaliação de sorção em água das resinas compostas, o ISO regulamenta que a sorção das resinas compostas não ultrapasse 50µg/mm³, para as resinas testadas apenas a resina Palfique LX5 fotoativada com o protocolo 1 obteve resultado superior a este. Entre as outras resinas, a Filltek Bulkfill foi a única que não apresentou diferença entre os protocolos, a outra resina bulkfill Tetric N-Ceram apresentou menores resultados de sorção quando fotoativadas com o protocolo 1, a resina nanoparticulada Filltek Z350xt também apresentou menores resultados de sorção quando fotoativadas com o protocolo 1. Apesar de haver diferença entre os protocolos de fotoativação para três das quatro resinas, os resultados indicam que para esta propriedade ambos os protocolos podem ser utilizados, com exceção da resina Palfique LX5.

Todas as médias de solubilidade apresentaram resultados positivos, o que significa que após a sorção em água e a eluição de monômeros os espécimes perderam peso comparado com inicialmente. Segundo Boaro et al⁵¹ (2013) é esperado que a solubilidade esteja diretamente correlacionado com a sorção em água, porém o trabalho de Floyd e Dickens⁵² (2006) afirma que o grau de conversão exerce papel fundamental na solubilidade das resinas compostas. Apesar da literatura, não foi possível encontrar uma relação dos resultados de solubilidade ou do grau de conversão com os resultados obtidos de solubilidade, uma possível explicação é que durante a solubilidade alguns solventes permaneceram penetrados no compósito e não se difundiram, podendo mascarar alguns resultados, assim como no trabalho de Boaro et al⁵¹ (2013).

Para esta pesquisa, ambos os testes de citotoxicidade foram realizados utilizando células de fibroblastos de camundongos L-929, pois apesar de já ter sido utilizado diversos tipos de células para realização de testes deste tipo, como

fibroblastos de gengiva humana (Thonemann et al.⁵³, 2002), fibroblastos de ligamento periodontal (Geurtsen⁵⁴, 1998) e linhagem da polpa dental (Rodriguez-Lozano⁵⁵, 2013), os fibroblastos L-929 ainda são os mais comumente utilizados para avaliação de materiais na odontologia (Thonemann et al.⁵³, 2002; Tamilselvam, Divyanand, Neelakantan⁵⁶, 2013).

O teste pelo método de MTT apresentou valores de alta e média citotoxicidade, com resultados entre 25 e 70% de viabilidade celular, sendo que ambas as resinas nanoparticuladas e a resina bulk fill Tetric N-Ceram apresentaram maior viabilidade celular quando fotoativadas com o protocolo 1. Comparando com nossos resultados de grau de conversão, corroboramos com os resultados de Marigo⁵⁷ (2015), onde independente do grau de conversão dos compósitos, todas as resinas apresentam potencial de citotoxicidade. Porém um estudo mais antigo de Caughman (1991) afirmou que a citotoxicidade das resinas compostas está correlacionado com seu grau de conversão e eluição de monômeros, resultado observado quanto a citotoxicidade das resinas Palfique LX5 e Tetric N-Ceram do presente estudo.

Analisando os resultados de viabilidade celular das amostras diluídas das resinas bulk fill e da resina nanoparticulada Palfique LX5, podemos observar que quanto maior a diluição, menor a morte celular gerada, portanto é possível identificar uma dose dependência destes três materiais com a viabilidade dos fibroblastos. O mesmo resultado não acontece com a resina Filltek Z350xt, o que sugere alto potencial de citotoxicidade deste material para com os fibroblastos, isto porque em pequena dose do meio de cultura em contato com as células, obteve resultados de morte celular semelhante à amostra pura. O fato das diluições apresentarem resultados superiores de viabilidade celular pode caracterizar que estas resinas possuem baixo potencial de citotoxicidade quando no meio bucal, isto se considerarmos a lenta lixiviação dos monômeros e na frequente troca de fluidos do meio bucal, porém se faz necessário novas metodologias que possibilitem esta avaliação.

Os resultados do teste SRB foram de encontro com o método MTT, porém com resultados levemente superiores de morte celular, esta diferença pode ser explicada pelo funcionamento de cada teste, enquanto que o corante do MTT identifica a atividade mitocondrial das células, o método SRB identifica e cora as células aderidas,

através das proteínas de membrana. Portanto uma célula que está iniciando o processo de apoptose pode gerar uma intensa atividade mitocondrial tentando sobreviver, o que causa um resultado exacerbado de células vivas.

Apesar da diferença de sensibilidade da técnica, quando feita a comparação das resinas com seus protocolos de fotoativação, os resultados foram semelhantes, com o protocolo de fotoativação 1 com resultados de morte celular menor para ambas as resinas nanoparticuladas e para a resina Tetric N-Ceram, a resina Filltek Bulkfill não obteve diferença entre os protocolos de fotoativação. As respectivas diluições também mantiveram o mesmo padrão do método MTT, porém com a diferença que para a resina Filltek Z350xt as diluições também se mostraram dose dependente.

Os resultados de alteração térmica foram obtidos a partir de sensores de Bragg localizados no interior do incremento de resina composta que foi fotoativado, os sensores anotaram altos valores de aquecimento deste compósito, com as médias variando de 6,84 a 12,88°C. Há muito tempo se sabe que alterações de aquecimento na polpa de temperaturas superiores à 5,5°C tendem a causar pulpites irreversíveis (Zach, Cohen⁵⁸, 1965). Todas as resinas testadas no presente trabalho anotaram valores médios superiores que este limítrofe constatado por Zach e Cohen⁵⁸ (1965), portanto, caso este aquecimento fosse transmitido para a polpa ambos os protocolos de fotoativação não poderiam ser utilizados in vivo, porém estudos recentes afirmam que a condição para esquentar a polpa depende de uma gama de fatores, sendo a fonte de luz, o tempo de irradiação, a espessura da resina e a espessura da dentina cruciais (Armellin et al.⁵⁹, 2016; Andreatta et al.⁶⁰, 2016).

Quando avaliamos os resultados do tempo no qual a resina composta apresentou temperatura mais alta, corroboramos com os trabalhos de Armellin et al.⁵⁹ (2016) e Andreatta et al.⁶⁰ (2016) sugerindo que um fator de grande importância é o tempo de fotoativação, isto porque para ambos os protocolos o pico de temperatura acontece muito próximo do segundo final de fotoativação, e o resfriamento se inicia logo após o desligamento da lâmpada. A exceção do presente teste foram os resultados da resina composta Tetric N-Ceram quando fotoativadas com o protocolo 1, que obteve o seu pico de exotermia durante o processo de polimerização. Apesar dos trabalhos in vitro apontarem que tamanha alteração térmica não se estende para a polpa, os altos

valores de alteração térmica nas resinas compostas devem deixar um alerta para a realização de novas pesquisas em animais ou com novas metodologias para confirmar tal afirmação.

A contração de polimerização só apresentou diferença entre os protocolos de fotoativação da resina composta Palfique LX5, onde o protocolo 2 gerou menor contração do compósito, para as outras três resinas compostas não houve diferença entre o protocolo 1 e 2. Foram relatadas evidências de forte correlação positiva entre o grau de conversão e a contração de polimerização das resinas compostas (Benetti et al.³⁴, 2015; Jang, Park, Hwang⁶¹, 2015). No presente estudo esta relação pôde ser observada com a resina Z350xt, que não apresentou diferença entre os protocolos para a contração de polimerização e para o grau de conversão, e para a resina palfique LX5, que apresentou uma maior contração de polimerização para o protocolo 1, no qual também obteve um maior grau de conversão. Apesar de não ter evidenciado diferença estatística entre os protocolos 1 e 2 da contração de polimerização da resina Filltek Bulkfill, os resultados indicaram maior contração de polimerização e maior grau de conversão para o protocolo 1, sendo necessária realização de novos testes com um número maior de amostras para confirmação desta diferença.

Apesar das limitações do presente trabalho, foi possível verificar correlações de algumas propriedades com o grau de conversão, tanto para as resinas nanoparticuladas quanto para as resinas bulk fill. É importante destacar que de forma geral as resinas compostas fotoativadas com o protocolo de fotoativação 2 apresentaram resultados inferiores sobre estas fotoativadas com o protocolo 1. Esta divergência de resultados para os protocolos vai de encontro com a literatura, demonstrando que a lei de reciprocidade é vinculada a diversos fatores e não pode ser aplicada para todos os materiais.

Por fim fazem-se necessário, pesquisas buscando explicar as limitações da lei de reciprocidade, assim como pesquisas que busquem facilitar um protocolo, deixando mais claro para os clínicos as possibilidades de utilização de cada resina composta e da sua necessidade de polimerização, associando um menor tempo de procedimento e aproveitando as melhores propriedades do material selecionado.

7 CONCLUSÃO

Apesar das limitações do trabalho foi possível concluir que fotoativação em maior intensidade não reproduz o mesmo grau de conversão e as propriedades físicas da resina composta quando fotoativadas em menor intensidade. Portanto a lei de reciprocidade não pode ser utilizada para estas resinas com estas intensidades.

Também foi possível concluir que apesar dos melhores resultados do protocolo de fotoativação 1, para as resinas selecionadas na espessura realizada, ambos os protocolos não foram suficientes para realizar a conversão ideal dos monômeros. Portanto a indicação de densidade final utilizada para estas resinas, nas espessuras utilizadas, não se aplica com as intensidades utilizadas.

REFERÊNCIAS

1. Bowen RL. A method of preparing a monomer having phenoxy and methacrylate groups linked by hydroxy glycerol groups. US patent no 3179623; 1965.
2. Dart EC, Cantwell JB, Traynor JR, Jaworzyn JF, Nemeck J. Method of repairing teeth using a composition which is curable by irradiation with visible light. US patent no 4089763; 1976.
3. Ferracane JL. Resin-based composite performance: are there some things we can't predict? *Dent Mater.* 2013; 29(1):51-8
4. Rueggeberg FA, Blalock JS, Callan RS. LED curing lights - what's new? *Compend Contin Educ Dent.* 2005; 26:586-9.
5. Leprince, JG. Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in filled and unfilled photoactive resins. *Dent Mater.* 2011; 27(2):157-164.
6. Emami N, Soderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *Eur J Oral Sci.* 2003; 111:536-42.
7. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater.* 2002; 18:463-9.
8. Price RB, Felix CA, Andreou P. Effects of resin composite composition and irradiation distance on the performance of curing lights. *Biomaterials.* 2004; 25:4465-77.
9. Asmussen E, Peutzfeldt A. Polymerization contraction of resin composite vs. energy and Power density of light-cure. *Eur J Oral Sci.* 2005; 113:417-21.
10. Musanje L, Darvell BW. Polymerization of resin composite restorative materials: exposure reciprocity. *Dent Mater.* 2003; 19:531-41.
11. Dewaele M, Asmussen E, Peutzfeldt A, Munksgaard EC, Benetti AR, Finné G, Devaux J. Influence of curing protocol on selected properties of light-curing polymers: degree of conversion, volume contraction, elastic modulus, and glass transition temperature. *Dent Mater.* 2009; 25:1576-84.
12. Opdam NJ, Bronkhorst EM, Roeters JM, Loomans BA. A retrospective clinical study on longevity of posterior composite and amalgam restorations. *Dent Mater.* 2007; 32:2-8.
13. Lohbauer U, Belli R, Ferracane JR. Factors involved in mechanical fatigue degradation of dental resin composites. *J Dent Res.* 2013; 92:584-91.

14. Geurtsen W. Biocompatibility of resin-modified filling materials. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2000; 11(3):333-355.
15. Toh WS, Yap AUJ, Lim SY. In Vitro Biocompatibility of contemporary bulk-fill composites. *Oper Dent.* 2015; 40-5.
16. Heintze SD, Rousson V. Clinical effectiveness of direct class II restorations: a meta-analysis. *J Adhes Dent.* 20012;14(5):407–43.
17. Hickel R, Manhart J. Longevity of restorations in posterior teeth and reasons for failure. *J Adhes Dent* 2001; 3: 45–64.
18. Demarco F F, Corrêa M B, Cenci M S, Moraes R R, Opdam N J. Longevity of posterior composite restorations: Not only a matter of materials. *Dent Mater* 2012; 28: 87–101.
19. Zorzin J, Maier E, Harre S, Fey T, Belli R, Lohbauer U, Petschelt A, Taschner M. Bulk-fill resin composites: polymerization properties and extended light curing. *Dent Mater.* 2015; 31(3): 293–301.
20. Goracci C, Cadenaro M, Fontanive L, Giangrosso G, Juloski J, Vichi A, Ferrari M. Polymerization efficiency and flexural strength of low-stress restorative composites. *Dent Mater.* 2014;30:688–94.
21. Vianna-de-Pinho MG, Rego GF, Vidal ML, Alonso RCB, Schneider LFJ, Cavalcante LM. Clinical Time Required and Internal Adaptation in Cavities restored with Bulk-fill Composites. *J Contemp Dent Pract.* 2017;18(12):1107-11
22. Bayraktar Y, Ercan E, Hamidi M M, Colak H. One-year clinical evaluation of different types of bulk-fill composites. *J Invest Clin Dent.* 2016;0:1–9
23. Karaman E, Keskin B, Inan U. Three-year clinical evaluation of class II posterior composite restorations placed with different techniques and flowable composite linings in endodontically treated teeth. *Clin Oral Invest* 2016;19:1–8.
24. Van Dijken JW, Pallesen U. Posterior bulk-filled resin composite restorations: A 5-year randomised controlled clinical study. *J Dent.* 2016; 51:29–35
25. Bucuta S, Ilie N. Light transmittance and micro-mechanical properties of bulk fill vs. conventional resin based composites. *Clin Oral Invest.* 2014; 18(8):1991-2000.
26. Ilie N, Bucuta S, Draenert M. Bulk-fill Resin-based composites: an in vitro assessment of their mechanical performance. *Op Dent.* 2013;38: 618-25.
27. Garcia D, Yaman P, Dennison J, Neiva GF. Polymerization Shrinkage and Depth of Cure of Bulk Fill Flowable Composite Resins. *Oper Dent.* 2014; 39(4):441-8.

28. El-Damanhoury HM, Platt JA. Polymerisation shrinkage stress kinetics and related properties of bulk-fill resin composites. *Op Dent* 2014;39:374–82.
29. Chesterman J, Jowett A, Gallacher A, Nixon P. Bulk-fill resin-based composite restorative materials: a review. *British Dent J.* 2017; 222(5):337-44.
30. Isufi A, Plotino G, Grande NM. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with a bulkfill flowable material and a resin composite. *Annali di stomatologia* 2016;7:4–11
31. Furness A, Tadros MY, Looney SW, Rueggeberg FA. Effect of bulk/incremental fill on internal gap formation of bulk-fill composites. *J Dent.* 2014; 42:439–49.
32. Orłowski M, Tarczydło B, Chalas RB, Renata C. Evaluation of marginal integrity of four bulk-fill dental composite materials: In vitro study. *Sci World J.* 2015;1–7.
33. Agarwal RS, Hiremath H, Agarwal J, Garg A. Evaluation of cervical marginal and internal adaptation using newer bulk fill Composites: An in vitro study. *J Conserv Dent.* 2015;18: 56–61
34. Benetti AR, Havndrup-Pedersen C, Honore´ D, Pedersen MK, Pallesen U. Bulk-Fill Resin Composites: Polymerization Contraction, Depth of Cure, and Gap Formation. *Oper Dent.* 2015; 40(1):1-11.
35. Kelic K, Matic S, Marovic D, Klaric E, Tarle Z. Microhardness of bulk-fill composite materials. *Acta Clin Croat.* 2016;55(4):607-14
36. Silame FDJ, Geraldeli GP, Sinhoreti MAC, Pires-de-Souza FCP, Roulet JF, Geraldeli S. Dentin μ TBS and Hardness of Bulk-fill and Conventional Composites Placed in a Box-shaped Cavity Preparation. *J Adhes Dent.* 2017;19(5):39
37. Lai G, Zhao L, Wang J, Kunzelmann KH. Surface properties and color stability of incrementally-filled and bulk-fill composites after in vitro toothbrushing. *Am J Dent.* 2017;30(5):262-6
38. Bunsen RW, Roscoe HE. Photochemical studies. *Annals of physics.* 1923:108-23
39. Rueggeberg FA. State-of-art: dental photocuring - a review. *Dent Mater.* 2011;27:39-52.
40. Wydra JW, Cramer NB, Stansbury JW, Bowman CN. The reciprocity law concerning light dose–relationships applied to BisGMA/TEGDMA photopolymers: Theoretical analysis and experimental characterization. *Dent mater.* 2014;30(6):605-612.

41. Leprince JG, Hadis M, Shortall AC, Ferracane JL, Devaux J, Palin WM. Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in filled and unfilled photoactive resins. *Dent Mater.* 2011; 27:157-64
42. Hadis M, Leprince JG, Shortall AC, Devaux J, Leloup G, Pallin WM. High irradiance curing and anomalies of exposure reciprocity law in resin-based materials. *Journ of Dent.* 2011;39:531-41
43. Ilie N, Stark K. Effect of different curing protocols on the mechanical properties of low-viscosity bulk-fill composites. *Clin oral invest.* 2014;19:271-9
44. Pilo R, Cardash H. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. *Dent Mater.* 1992; 8(5):299-304.
45. Czasch P, Ilie N. In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites. *Clin Oral Investig.* 2013; 17:227-35
46. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1985; 1(1):11-4
47. Leprince JG, Leveque P, Nysten B, Gallez B, Devaux J, Leloup G. New insight into the "depth of cure" of dimethacrylate-based dental composites. *Dent Mater* 2012;28:521-20.
48. Karacolak G, Turkun LS, Boyacioglu H, Ferracane JL. Influence of increment thickness on radiant energy and microhardness of bulkfill resin composites. *Dent Mater J.* 2017; (0): 1-8.
49. Garoushi S, Vallittu P, Shinya A, Lassila L. Influence of increment thickness on light transmission, degree of conversion and micro hardness of bulk fill composites. *Odont.* 2016; 104(3):291-7.
50. Alkhudhairy FI. The effect of curing intensity on mechanical properties of different bulk-fill composite resins. *Clin Cosmet Investig Dent.* 2017; 9:1-6
51. Boaro LC, Gonçalves F, Guimarães TC, Ferracane JL, Pfeifer CS, Braga RR. Sorption, solubility, shrinkage and mechanical properties of "low-shrinkage" commercial resin composites. *Dent Mater.* 2013 Apr;29(4):398-404. doi: 10.1016/j.dental.2013.01.006.
52. Floyd CJ, Dickens SH. Network structure of Bis-GMA and UDMA-based resin systems. *Dent Mater.* 2006;22(12):1143-9.
53. Geurtsen W, Spahl W, Leyhausen G. Residual monomer/additive release and variability in cytotoxicity of light-curing glass-ionomer cements and compomers. *J Dent Res.* 1998;77:2012-19.

54. Tamilselvam S, Divyanand MJ, Neelakantan P. Biocompatibility of a conventional glass ionomer, ceramic reinforced glass ionomer, giomer and resin composite to fibroblasts: in vitro study. *Journal of Clinical Pediatric Dentistry*. 2013;37(4):403-406.
55. Marigo L, Spagnuolo G, Malara F, Martorana GE, Cordaro M, Lupi A, Nocca G. Relation between conversion degree and cytotoxicity of a flowable bulk-fill and three conventional flowable resin-composite. *Eur Rev Med Pharmacol Sci*. 2015; 19: 4469-80
56. Zach L, Cohen G. Pulp response to externally applied heat. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology*. 1965;19(4):515–30.
57. Armellin E, Bovesecchi G, Coppa P, Pasquantonio G, Cerroni L. LED curing lights and temperature changes in different tooth sites. *Biomed research internacional*. 2016;2016:1-10.
58. Andreatta LML, Furuse AY, Prakki A, Bombonatti JFS, Mondelli RFL. Pulp Chamber Heating: An In Vitro Study Evaluating Different Light Sources and Resin Composite Layers. *Brazilian Dental Journal*. 2016;27(6):675-80.
59. Jang JH, Park SH, Hwang IN. Polymerization Shrinkage and Depth of Cure of Bulk-Fill Resin Composites and Highly Filled Flowable Resin. *Oper Dent*. 2015; 40(2):172-80.