



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO DENTÍSTICA

CAMILA GONÇALVES SAVI

**AVALIAÇÃO DO TEMPO E CONDIÇÃO DE
ARMAZENAGEM NA FLUÊNCIA EM RESINAS COMPOSTAS**

Florianópolis, 2015



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO DENTÍSTICA

Camila Gonçalves Savi

**AVALIAÇÃO DO TEMPO E CONDIÇÃO DE
ARMAZENAGEM NA FLUÊNCIA EM RESINAS COMPOSTAS**

Dissertação submetida à Banca Examinadora de defesa de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Odontologia- Área de Concentração Dentística, da Universidade Federal de Santa Catarina.

Orientador: Prof. Dr. Hamilton Pires Maia
Co-orientador: Prof. Dr. Élito Araujo

Florianópolis, 2015

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Savi, Camila Gonçalves

Avaliação do Tempo e Condição de Armazenagem na Fluência em Resinas Compostas / Camila Gonçalves Savi ; orientador, Hamilton Pires Maia ; coorientador, Élito Araújo. - Florianópolis, SC, 2015.

75 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

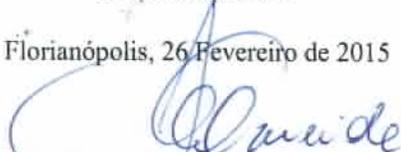
Inclui referências

1. Odontologia. 2. Fluência. 3. Creep. 4. Resina Composta. 5. Viscoelasticidade. I. Pires Maia, Hamilton. II. Araújo, Élito . III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. IV. Título.

AVALIAÇÃO DO TEMPO E CONDIÇÃO DE ARMAZENAGEM NA FLUÊNCIA EM RESINAS COMPOSTAS

Esta Dissertação foi julgada adequada para a obtenção do Título de Mestre em Odontologia, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 26 Fevereiro de 2015

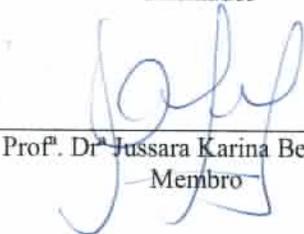


Prof.^a Dr.^a Izabel Cristina Santos Almeida
Coordenadora do Curso de Pós-graduação em Odontologia

Banca Examinadora:



Prof. Dr. Hamilton Pires Maia
Orientador



Prof.^a Dr.^a Jussara Karina Bernardon
Membro



Prof. Dr. Renata Gondo Machado
Membro



Prof. Dr. Simone Xavier Costa
Membro

Dedico este trabalho
A minha *família*,
meus pais e meu irmão,
por serem o alicerce da minha vida,
sempre me apoiando e acreditando com afabilidade
Amo muito.

AGRADECIMENTOS

A *Deus*, que guia, protege e acompanha meus caminhos. E que no decorrer da vida, esqueci muitas vezes de te agradecer.

Aos meus **pais Pedro e Magda**, pelos cuidados com que me criaram. Não poupando esforços, abdicando de seus próprios sonhos, para realizar os meus. Nunca descreditaram de mim, nem deixaram de investir em mim, seja financeiramente ou emocionalmente. Obrigada pelos estímulos e amor incondicional.

Ao meu **irmão Vitor** e melhor amigo, por ser esta pessoa tão especial, que me ensina, ajuda, empresta, torce, incentiva e dá apoio à mim em todos os momentos. Obrigada pela irmandade, não poderia ter um irmão melhor, o mundo é pequeno perto do nosso elo!

Tenho muito orgulho de vocês *família*, são meus exemplos. Imensurável, é o tamanho da minha gratidão por vocês. Obrigada por tudo! Vocês são pessoas admiráveis.

À *UFSC* - Universidade Federal de Santa Catarina, pela oportunidade de realizar o mestrado. Ao *Governo e a CAPES* por proporcionar bolsa de estudos.

Aos *Mestres* que tive ao longo dos estudos, pelos ensinamentos e apoio que me embasaram e permitiram com que me tornasse, hoje, seus colegas nesta linda profissão.

Ao meu **Orientador**, *Professor Dr. Hamilton Pires Maia*, pelo incentivo, pelo convívio, aprendizado e pelas broncas, tenho certeza que foram sempre dadas para que eu aprendesse com elas e assim poder evoluir. Obrigada professor pela paciência de ouvir e tirar minhas dúvidas (foram muitas) e principalmente pelo apoio na realização deste trabalho, sempre disposto em ajudar e estimular.

Ao meu **co-orientador**, *Professor Dr. Élito Araújo*, obrigada pelo convívio agradável, pelos ensinamentos e pela gentileza que sempre me tratou. Te admiro muito, você é meu exemplo!

Gratidão à todos os **Professores e Professoras da Dentística**: *Dr. Luiz Clóvis Cardoso, Dr. Hamilton Pires Maia Vieira, Dr. Sylvio Monteiro Júnior, Dr. Luiz Narciso Baratieri, Dr. Mauro Amaral Cadeira de Andrada, Dr. Guilherme Carpena Lopes, Dr. Élio Araújo,, Dr. Gilberto Arcari, Cléo Nunes Sousa, Dr. Fábio Andretti, Dr^a. Jussara Karina Bernardon, Dr^a. Renata Gondo Machado, Dr^a. Sheila Cristina Stolf, Dr^a Beatriz Barros*, pela alegria, por estarem sempre dispostos a ajudar e a ensinar, por dividirem seus conhecimentos, pelas conversas incentivadoras. Obrigada pela a oportunidade do convívio, carinho, aprendizado e crescimento profissional e pessoal também. Vocês são inesquecíveis e sempre serão lembrados e citados por nós! Admiração.

Aos amigos que fiz no mestrado **Arthur, Bruna, Cinara e Gabrielle**, obrigada pela amizade, carinho, parceria e tudo mais nesses dois anos!! Foi uma honra e uma ótima convivência, aprendi muito com cada uma de vocês e com certeza não somente sobre odontologia! Vocês são especiais e extraordinárias, pessoas como vocês plantam pensamentos bonitos no dia da gente.

Aos **Colegas e Amigos** que estavam fazendo mestrado e/ou Doutorado em Dentística:

Carla e Renan; Camila, Celso, Cristine, Idiane, Larissa e Ludimila;
Andria, Maynara, Vitor, Carolina, Renata, Afonso, Alana; Marceli, Vanessa, Shizuma, Gustavo, Diogo, Gustavo, que muitas vezes perturbei tirando dúvidas, conversando na salinha, no laboratório e em alguns almoços inesquecíveis no RU, obrigada pela agradável convivência e compartilharem seus conhecimentos e experiências, foi muito bom conhecê-los.

Aos **Colegas e Amigos** que estavam fazendo mestrado e/ou Doutorado em outras áreas de Concentração Ana Clara, Carla, Caroline, Débora, Loraine, Ricardo, fizeram o mestrado mais leve e agradável, obrigada por tudo!

As minhas grandes **Amigas** Gabriele, Jamile, Renata, obrigada pela amizade verdadeira, pelas boas conversas e risadas. Vocês são irmãs por opção e escolha!

Ao **Amigo** Eduardo, pois foi através dele que tive conhecimento do edital para o Mestrado na UFSC. Obrigada pela dica preciosa e incentivo!

A **Dona Léa** por sempre estar lá quando precisássemos e para nos lembrar e ajudar com tudo. Obrigada Dona Léa!

Grata a **Professora Dr^a Simone**, que tive durante a graduação, que sem saber contribuiu para que eu gostasse ainda mais da Dentística e optasse pela tal. Você foi e é uma referência para mim e para minha escolha.

Gratidão também a **Professora Keila** que contribuiu para esta pesquisa com a análise estatística, os ensinamentos e incentivo na graduação e agora nesta etapa.

A funcionária **Deise** do Laboratório Central de Microscopia Eletrônica de Varredura, pela simpatia, gentileza e colaboração com as leituras das imagens das amostras. Muito obrigada Deise.

Aos **Funcionários dos Laboratórios**, almoxarifados e clínicas por nos permitirem acesso e auxiliarem quando precisássemos.

Todos meus **Familiares** por torcerem por mim e incentivarem, principalmente a Moyra e Mateus!

As **Empresas** que doaram seus materiais para realização desta pesquisa!

Aos **convidados da banca Professoras Dr^{as}: Renata, Jussara, Simone e Sheila** pela colaboração a esta dissertação.

Gratidão à **todos** que de alguma maneira colaboraram e incentivaram a realização desta pesquisa e do mestrado!

Com carinho, Camila G. Savi.

LISTA DE FIGURA

Figura 1- Resinas Compostas avaliadas na pesquisa.....	33
Figura 2 - Matriz com suas dimensões	34
Figura 3 - Imagem ilustrativa da amostra com tempo de armazenamento para os teste.....	35
Figura 4 - Amostra com linhas imaginárias dos quadrantes divididos para auxiliar no posicionamento do fotopolimerizador.....	36
Figura 5 - (A) Matriz metálica sobre a placa de vidro e o papel celofane, (B) Resina composta sendo inserida na matriz com espátula, (C) Sob o conjunto da matriz preenchida com resina composta o papel celofane e outra placa de vidro.....	37
Figura 6 - (A- E) Amostra sendo fotopolimerizada em cada quadrante e no centro sob o papel celofane.....	37
Figura 7- (A) Dispositivo de polimento e a (B) amostra sendo polida.....	38
Figura 8 - Imagem ilustrativa da amostra com a distribuição das mensurações feitas por quadrante na amostra.....	39
Figura 9 - Microdurometro.....	41
Figura 10 - Ponteira Indentadora Vickers no microdurometro	41
Figura 11 - Imagem da microindentação no softwer. Indentação Inicial e Mensuração (A), Indentação Final e Mensuração (B).....	42

Artigo

Figura 1- (A- B- C) Imagens de MEV com aumento de 150X com barra de 100µm da resina **OPALLIS** e imagens de MEV com aumento

de 1200X com barra de 10µm das indentações e mensurações nas resinas utilizadas na pesquisa.....55

Figura 2- (A- B- C) Imagens de MEV com aumento de 150X com barra de 100µm da resina **CHARISMA DIAMOND** e imagens de MEV com aumento de 1200X com barra de 10µm das indentações e mensurações nas resinas utilizadas na pesquisa.....56

Figura 3- (A- B- C) Imagens de MEV com aumento de 150X com barra de 100µm da resina **Z250** e imagens de MEV com aumento de 1200X com barra de 10µm das indentações e mensurações nas resinas utilizadas na pesquisa.....57

Figura 4 - (A- B- C) - Imagens de MEV com aumento de 150X com barra de 100µm da resina **Z359** e imagens de MEV com aumento de 1200X com barra de 10µm das indentações e mensurações nas resinas utilizadas na pesquisa.....58

Figura 5 - (A- B- C) - Imagens de MEV com aumento de 150X com barra de 100µm da resina **IPS EMPRESS DIRECT** e imagens de MEV com aumento de 1200X com barra de 10µm das indentações e mensurações nas resinas utilizadas na pesquisa.....59

LISTA DE TABELA E GRÁFICOS

Tabela 1 – Composição e classificação dos materiais, tempo de fotopolimerização de acordo com seu fabricante.....32

Artigo

Tabela 1 – Composição e classificação dos materiais, tempo de fotopolimerização de acordo com seu fabricante.....47

Tabela 2- Tabela 2 - Média do teste de creep (%) com 24 h e 1 mês de armazenamento a seco e em água.....51

Gráfico 1- (A-B): Representando as médias dos valores de fluência referente as resinas compostas, variando o meio da armazenagem (água e seco) com os tempos de armazenagem representado por cores fracas 24h e cores fortes 30 dias.....54

Gráfico 2- Gráfico 2: Representando as médias dos valores de fluência referente as marcas comerciais das resinas variando a armazenagem a seco e umido (água), independente de tempo.....57

LISTA DE ABREVIATURAS

g- gramas

h- horas

s- segundos

gf –grama força

mm- milímetro

mW/cm² – miliwatts por centímetro quadrado

°C- Graus Celsius

Bis-GMA - Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato

Bis-EMA - Bisfenol A polietileno glicol diéter dimetacrilato;

UDMA- Diuretano dimetacrilato;

PEGDMA - Polyethylene glycol dimethacrylate

TEGDMA - Dimetacrilato de trietileno glicol; BTH: 2,6-di-terc-butil-p-cresol.

ASTM - American Society for Testing and Materials

ISO - International Organization for Standardization

SUMÁRIO

1. Apresentação.....	25
1.1 Introdução.....	25
2. Objetivos.....	29
2.1. Objetivos Gerais.....	29
2.2. Objetivos Específicos	29
2.3. Hipótese Nula.....	30
2.4. Justificativa	30
3. Material e Método.....	31
3.1 Material.....	31
3.2 Formação dos grupos e modo de armazenagem	33
3.3 Confeção das amostras.....	34
3.4 Ensaio Mecânico de Fluência	38
3.5 Análise Estatística.....	40
ARTIGO.....	43
1 INTRODUÇÃO.....	45
2 MATERIAL E MÉTODO.....	49
3 RESULTADOS.....	60
4 DISCUSSÃO.....	62
5 CONCLUSÃO	68
6 REFERÊNCIAS	69

Savi, Gonçalves, Camila. **AVALIAÇÃO DO TEMPO E CONDIÇÃO DE ARMAZENAGEM NA FLUÊNCIA EM RESINAS COMPOSTAS**

2015.

Dissertação (Mestrado em Odontologia , opção Dentística)- Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2015.

Camila Gonçalves Savi ¹
Hamilton Pires Maia ²
Élito Araújo ²

RESUMO

Objetivo: Avaliar o comportamento viscoelástico (creep) de resinas compostas dentais sob teste de fluência por microindentação Vickers, em duas condições diferentes: tempo (24 h e 1 mês) e armazenagem (seco e úmido), com carga e temperatura constantes.

Material e Método: Cem amostras cilíndricas (12 mm x 1 mm), foram confeccionadas a partir de 5 resinas compostas (Micro- híbrida, Nano-Híbrida, Micro-híbrida com nanopartículas, Nanoparticulada e Nano-híbrida), divididas em dois subgrupos de acordo com a armazenagem (seco e úmido) (n = 10), em estufa a $\pm 37^{\circ}$ C. Após o período de armazenagem concluído(24h e 1 mês), as amostras receberam uma carga compressiva estática de 100 g por 30 s em um microdurometro, permaneceram sob relaxamento (sem carga) de 30 s e foram mensuradas, repetiu-se o teste no mesmo local e uma nova mensuração foi realizada. Os valores dessas indentações foram armazenados e calculados.

Resultados e Conclusão: A Resina Opallis apresentou o maior valor para a fluência do que as outras resinas. Os menores valores foram encontrados na Filtek Z350. Não houve diferença estatisticamentesignificante entre IPS Empress Direct e Charisma Diamond ($P > 0,05$). Também não houve diferença significativa entre Filtek Z250 e IPS Empress Direct ($P > 0,05$). Porém, Filtek Z250 apresentou diferença da Charisma Diamond. As resinas tiveram uma menor deformação de fluência quando armazenadas a seco para todos os grupos. Quanto ao tempo de armazenagem em 24h teve maior deformação do que 1 mês.

Palavras Chaves: Creep, Resina composta, Viscoelásticidade.

1 Estudante de pós-graduação em Odontologia no programa de mestrado, área de concentração Dentística Restauradora. Universidade Federal de Santa Catarina. E-mail: camilagonsavi@hotmail.com

2 Professor titular de Dentística Restauradora. Universidade Federal de Santa Catarina

ABSTRACT

EVALUATION OF TIME AND STORAGE CONDITION IN CREEP IN COMPOSITE RESINS

Camila Gonçalves Savi¹
Hamilton Pires Maia²
Élito Araújo²

Objective: To evaluate the viscoelastic behavior (creep) of dental composite resins under fluency test by microindentação Vickers, in two different conditions: time (24 hours and 1 month) and storage (dry and wet), load and temperature constant.

Method: Hundred cylindrical samples (12 mm x 1 mm), were prepared from 5 resins composite (Micro-hybrid, Nano-Hybrid, Micro-hybrid with nanoparticles, Nanoparticle and nano-hybrid) were divided into two subgroups according to storage (dry and wet) (n = 10), in an oven at $37^{\circ} \pm C$. After the period concluded storage (24 h and 1 month), the samples have received a static compressive load of 100 g for 30 s in the microhardness, remained under relaxation (no load) for 30 s and were measured, the test was repeated in the same place and a new measurement was performed. The values of these indentations were stored and calculated.

Results and Conclusion: The Opallis resin showed the highest value to fluency than other resins. The lowest values were found in Filtek Z350. There was no statistically significant difference between IPS Empress Direct and Charisma Diamond ($P > 0.05$). There was also no significant difference between Filtek Z250 and IPS Empress Direct ($P >$

0.05). However, Filtek Z250 showed a difference of Charisma Diamond. The resins had a lower creep deformation when stored the dry for all groups and in relation to storage period 24 h with a greater deformation than 1 month.

Keywords: Resin-composite, Viscoelasticity, Creep.

¹ MSD. Student, Operative Dentistry, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brazil. E-mail: camilagonsavi@hotmail.com

² PhD, Professor, Operative Dentistry, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brazil

1. APRESENTAÇÃO

1.1 INTRODUÇÃO

Os materiais sofrem deformação quando submetidos a tensões variadas, em função do tempo e esta alteração pode limitar a vida útil do material. Fluência é uma propriedade encontrada em todos os materiais, sendo da natureza do comportamento dos materiais gerar microdefeitos por reações químicas em sua estrutura interna, determinada pela movimentação destes microdefeitos estruturais, que ocorre quando o material é submetido a determinada carga, gerando uma deformação. Fluência vem do termo em inglês Creep, pode ser denominado ainda de Escoamento ou pelo termo Deformação Viscoelástica, na literatura é mais encontrado com Creep..

A velocidade desta deformação depende da intensidade da carga aplicada (HIRANO, HIRASAWA, 1992), da temperatura (ODEGARD, GATES e HERRING, 2005; FERRACANE, MATSUMOTO, OKABE, 1985; OYSAED, RUYTER, 1986; RUYTER, OYSAED, 1982), do tempo de duração do teste, (PAPADOGIANIS, BOYER e LAKES, 1984; HIRANO, HIRASAWA, 1989) do tratamento, da composição química do material e de sua própria estrutura interna (MACCHI, 1980; COUTO, FRANCISCONI, COUTO, 2000). A deformação nos materiais odontológicos restauradores não ocorre de maneira diferente dos demais.

O amálgama dental, por muitos anos, foi o material restaurador odontológico mais empregado para dentes posteriores devido as suas excelentes propriedades mecânicas (OKABE, et.al., 2003) Com o

avanço tecnológico, surgiram as resinas compostas, que cada vez mais, estão sendo estudadas e melhoradas, em suas propriedades químicas, mecânicas e estéticas, substituindo com vantagens os anteriores. Uma das propriedades importantes a serem estudadas em materiais restauradores é a fluência (creep), principalmente por serem utilizados na região posterior, devido esta ser uma região de maior tensão durante a mastigação (NAGUEM, 199; SANG,1992).

Em situações clínicas, a deformação permanente do material é uma importante propriedade a ser considerada, principalmente onde existem áreas sujeitas as forças oclusais. As resinas compostas são passíveis de sofrerem deformação permanente em função do tempo e sob baixas tensões (PAPADOGIANIS, BOYER, LAKES, 1984). Como relatado por diversos autores (BAPNA, MUELLER, KNOEPEL,1985; COCK, WATTS,1985; HIRANO e HIRASAWA,1992), a deformação plástica é um aspecto importante do desempenho mecânico de materiais à base de polímero. Tem sido relatado que, se um material à base de resina tem uma elevada tensão de fluência, este irá afetar negativamente a sua resistência ao esforço mecânico e, assim, influenciar na longevidade clínica das restaurações (EL-SAFTY, SILIKAS e WATTS, 2012; BAROUDI, SILIKAS, WATTS, 2007).

Há testes experimentais que têm sido utilizados para avaliar a fluência de diferentes materiais compostos (WILLIAMS, JACOBSEN, 1980; BAPNA, MUELLER, KNOEPEL, 1985; COCK, SCHULMAN, 1988). Na maioria dos estudos realizados para determinar o comportamento de creep foi aplicado uma carga de compressão estática (MARGHALANI e AL-JABAB, 2004; ODÉN, RUYTER e OYSD, 1988; MAIA e NAGEN, 1994) .

Quando um material é submetido por uma carga, imediatamente sofre uma deformação elástica e, num curto período de tempo, ocorre ajustes iniciais, que continua a sofrer uma deformação que progride lentamente com o tempo, denominada fluência. A fluência ocorre devido à movimentação de falhas e defeitos existentes na estrutura do material. Não haveria fluência se estas falhas não existissem, é observada em todos os tipos de materiais (CALISTER,2008; VAN VLACK, 2003).

As resinas compostas quando expostas ao ambiente bucal, estão sujeitas a diferentes cargas oclusais, sofrendo assim alterações e que podem ter o processo acelerado devido a presença de fluídos. Estas restaurações são submetidas a forças de carga durante a mastigação. As cargas em áreas de contato na superfície oclusal têm sido relatadas com alcance de 66 N, podendo chegar até 90 N (LAURELL, LUNDGREN,1984). As forças relativamente elevadas indicam que as elevadas tensões desenvolvidas em restaurações oclusais durante o processo de mastigação podem resultar no seu fracasso. Assim, é essencial compreender o comportamento viscoelástico (creep) destes materiais.

O tempo e a frequência com que recebem essas cargas oclusais determinam alterações nas propriedades, escoando e/ou desgastando o material restaurador nas diferentes áreas das restaurações. A superfície do material é a área que está mais sujeita a ação destas forças e o Creep pode resultar de tensões oclusais durante o funcionamento clínico, podendo escoar o material restaurador sobre o dente, tendendo a torná-lo mais frágil, aumentando assim a possibilidade de fratura e afetar a sua integridade marginal (interface restauração-dente). Existe a possibilidade de ocasionar infiltração marginal, subsequente cárie

secundária e/ou sensibilidade e pigmentação da restauração trazendo possíveis prejuízos a curto e longo prazo ao material restaurador (ANUSAVICE, 1998; El-Saftyb, et al., 2012).

A força de carga na restauração durante a mastigação é baixa e repetida. O número estimado de ciclos da mastigação impostas intra-oral em uma restauração dental é mais do que 3×10^5 por ano. (GAROUSHI et al., 2007) Sob tais condições, há a possibilidade de recuperação de pressão durante as fases de descarregamento.

Assim, este estudo foi realizado para avaliar a deformação plástica de algumas resinas compostas. Quando um polímero é carregado abaixo do seu limite elástico, existe uma deformação elástica rápida imediata. Este é seguido por uma lenta deformação viscoelástica, dependente do tempo, que é conhecido como Fluência. Quando a carga é removida, uma recuperação imediata irá ter lugar, também é seguido por um tempo-dependente mais a recuperação viscoelástica, que podem ou não ser completa dentro do limite de tempo determinado de um teste (BAROUDI, SILIKAS e WATTS, 2007; VAIDYANATHAN e VAIDYANATHAN, 2001; PAPADOGIANNIS et al., 1991).

A análise de fluência sob compressão é um método que tem sido usado para adquirir informação útil sobre a propriedade Fluência de materiais restauradores dentários, como na resina composta. (WATTS, 1994). A técnica proporciona uma compreensão não só da capacidade do material de resistir às tensões sem falha catastrófica, mas também, como as tensões acomodadas pelo comportamento compatível através da viscoelasticidade sob constante tensão, até o material relaxar em sua condição original. (EL-HEJAZI e WATTS, 1999; WATTS, 1994).

O objetivo deste estudo foi avaliar o comportamento de Fluência de resinas compostas dentais sob teste de fluência por microindentação Vickers no Microdurometro em condições diferentes: tempo (24 h e 1 mês) e armazenagem (seco e água) com carga e temperatura constantes. As hipóteses nulas testadas foram: não há diferença significativa no comportamento de deformação de fluência das resinas compostas investigadas na condição de armazenamento(seco e úmido) e não há nenhum efeito sobre os parâmetros do tempo de Fluência da resina composta.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O objetivo deste estudo foi avaliar a Fluência de resinas compostas submetidas ao teste de Microindentação Vickers no microdumrometro.

2.2 Objetivos Especificos

1. Avaliar a variação das Resinas Compostas, sob carga (100g) e temperatura (37° C) constante.

2. Analisar a variação do tempo de armazenagem das amostras, 24h e 1 mês.
3. Avaliar as condições da armazenagem das amostras em meio diferente, em água e a seco.

3.1 Hipótese Nula

Não há diferença significativa na fluência das resinas compostas investigadas, quando submetidas nas condições testadas.

3.2 Justificativa

É de extrema importância estudar a resistência à deformação dos materiais resinosos, pois são muito utilizados clinicamente e no meio bucal, podem sofrer alterações com as cargas oclusais e deformar-se. Essa deformação, ocorre devido as microdefeitos internos da estrutura do material, que ao ser submetido a uma carga pode propiciar a movimentação destes defeitos, gerando um escoamento no material sob o dente ou sobre o próprio material, tornando-se uma espessura delgada e fragilizando-o. Aumentando assim a possibilidade de fratura, infiltração marginal, subsequente cárie secundária e/ou sensibilidade e pigmentação da restauração. Sabendo como o material se comporta, é possível utilizá-lo de uma forma mais adequada e confiável.

3. MATERIAL E MÉTODO

3.1 Material

As resinas compostas selecionadas para o estudo foram: Micro-híbrida (Opallis - FGM, Joinville, SC, Brasil); Nano-Híbrida (Charisma® Diamond - Heraeus - Kulzer, Hanau, Alemanha); Micro-híbrida com nanopartículas (Filtek™ Z250 XT - 3M ESPE, , Via Anhanguera, Nova Veneza Sumaré/ SP, Brasil); Nanopartículada (Filtek Z 350 XT - 3M ESPE, , Via Anhanguera, Nova Veneza Sumaré/ SP, Brasil) e Nano-híbrida (IPS Empress Direct - Ivoclar Vivadent, Liechtenstein), em cor Esmalte A₃ para uma possível padronização no índice de conversão dos monômeros (Tabela 1). As resinas compostas utilizadas no estudo são resinas composta diretas fotopolimerizáveis, indicadas pelos fabricantes para uso em áreas de suporte de estresse na região posterior e que são comumente empregadas pelos cirurgiões-dentistas.

Tabela 1 – Composição e classificação dos materiais, tempo de fotopolimerização de acordo com seu fabricante.

-Resina Composta - Fabricante -Lote	Matriz	Partículas			Polimeriza ção* LED Classificaçã o
		Tipo	%V ol	Tamanh o	
Opallis (FGM) 090413	Bis-GMA Bis-EMA, UDMA, TEGDMA	Vidro de Bário-Alumino silicato , dióxido de sílico	57- 58	40nm a 3,0mm *** 0,5mm	20s Micro-híbrida
Filtek ^{MR} Z250 XT (3M ESPE) 44466	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, PEGDMA e TEGDMA	Sílica e Zircônia/ Sílica	67, 8	20nm 0,1- 10µm	20s Micro-híbrida com nanopartículas
Filtek ^{MR} Z35 0 XT (3M ESPE) 8005987	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, PEGDMA e Bis- EMA BTH	Sílica, Óxido de Zircônia	63, 3	**20nm Aglomera do: 4-11nm 0,6-10µm	40s Nanoparticula da com aglomerados
IPS Empress Direct (Ivoclar Vivadent) S 14431	Bis-GMA, UDMA, Dimetacrilato-ci- cloalfático Bisfenol-A dimetacrilato- proxilado	Vidro de Bário, trifluoreto de itérbio, óxidos mistos, dióxido de sílico	52- 59	40 nm e 3000 nm (3µm) *** 550 nm	20 - 40s Nano-híbrida
Charisma @Diamond (Heraeus – Kulzer) 010054	TCD-DI- HEA, UDMA	Vidro de fluoreto de bário e alumínio	63, 5– 65,1	5nm - 20µm	40s Nano-híbrida

*Intensidade mínima 400mW/ cm² numa faixa de 400-500nm e na IPS Empress Direct no mínimo 500mW/ cm² por 20 s .Todos com 1mm de espessura de incremento.

Não aglomerado * Média

3.2 Formação dos grupos e modo de armazenagem

Os grupos foram determinados de acordo com a resina composta: Grupo I - Opallis; Grupo II - Charisma® Diamond; Grupo III - Filtek™ Z250 XT; Grupo IV - Filtek Z 350 XT e Grupo V - IPS Empress Direct. Foram confeccionadas de cada resina composta 20 amostras, totalizando 100 amostras.

Metade das amostras de cada grupo ($n = 10$), foram armazenadas a seco e a outra metade, ($n = 10$) foi armazenada em água, a temperatura de $37^{\circ}\text{C} \pm 1$, controlada em estufa no laboratório. As amostras foram imersas em recipientes separados por grupos e subgrupos. Os subgrupos foram determinados pela associação entre os tipos de resina, o tempo e a condição de armazenagem.



Figura 1- Resinas Compostas avaliadas na pesquisa.

Todas as amostras permaneceram na ausência de luz, por períodos de 24 h e 1 mês, armazenados até a realização do teste de Microindentação Vickers.

3.3 Confeção das amostras

Cada amostra foi confeccionada a partir de uma matriz metálica circular (100 amostras), com orifício de diâmetro de 12mm x 1mm de espessura (Figura 2).

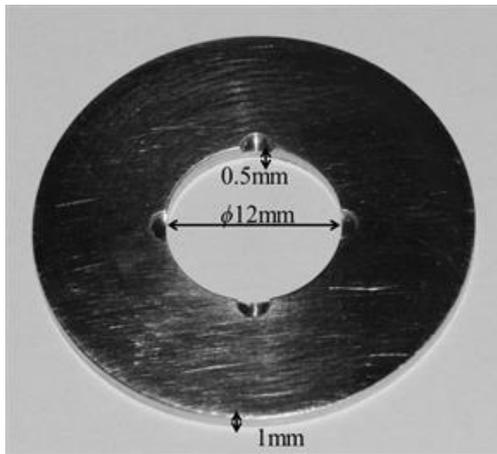


Figura 2 - Matriz com suas dimensões.

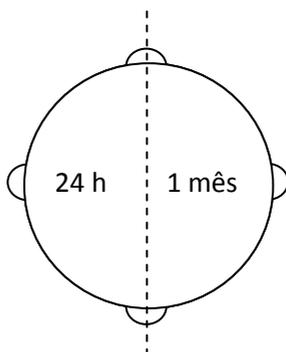


Figura 3 – Imagem ilustrativa da amostra com tempo de armazenamento para os teste.

A superfície de cada amostra foi dividida em 4 quadrantes, determinados por 4 sulcos perpendiculares a sua base com 0,5mm de comprimento na parede interna da matriz (Figura 2), que serviu para diferenciar a porção superior da inferior (a partir da aba que tem metade da espessura da amostra) e os lados: direito e esquerdo, onde possibilitou caracterizar os tempos de armazenagem para o teste (Figura 3). Cada quadrante serviu também de auxílio no posicionamento do fotopolimerizador, para a polimerização das amostras (Figura 4).

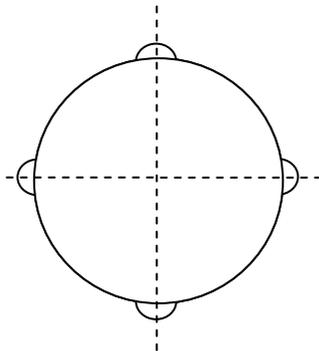


Figura 4 – Amostra com linhas imaginárias dos quadrantes divididos para auxiliar no posicionamento do fotopolimerizador.

Para confeccionar as amostras posicionou-se sobre a placa de vidro um papel celofane transparente e a matriz metálica. Com uma espátula, a resina composta foi inserida em um único incremento na parte interna da matriz. Sobre o material, foi novamente posicionada uma tira de papel celofane e uma placa de vidro, que foram pressionadas para remover o excesso e planificar a superfície da amostra (Figura 5- A à C). Após a remoção da placa de vidro, a amostra foi fotoativada. (Fotopolimerizador: Translux Power Blue, Heraeus Kulzer GmbH, Alemanha) mensurado previamente a fotoativação, com sua intensidade aferida de 732 mW/cm^2 , de acordo com o tempo de cada fabricante (tabela 1). A ponteira do fotopolimerizador foi sobre o papel celofane e foi fotopolimerizada no centro de cada quadrante e no centro da amostra (Figura 6 – A à E). Após a polimerização, as amostras foram removidas da matriz e polidas com um dispositivo (Figura 7- A e B) por 30 s na politriz rotatória (Panambra, São Paulo/ SP) sob a lixa de granulação 600, em água corrente e foram armazenadas em recipientes

individualizados de acordo com os grupos e subgrupos. Para garantir o paralelismo da amostra, foi inserida cera utilidade na porção inferior da amostra e levada ao durometro (Durometer Sematic ALPHA Sundbyberg Sweden).

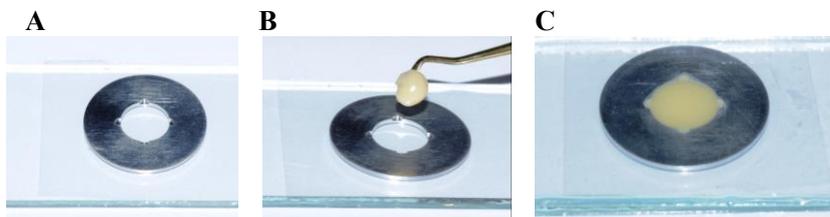


Figura 5- (A) Matriz metálica sobre a placa de vidro e o papel celofane, (B) Resina composta sendo inserida na matriz com espátula, (C) Sob o conjunto da matriz preenchida com resina composta, o papel celofane e outra placa de vidro.

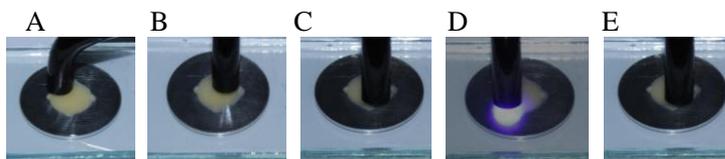


Figura 6- A à E- Amostra sendo fotopolimerizada em cada quadrante e no centro sob o papel celofane.

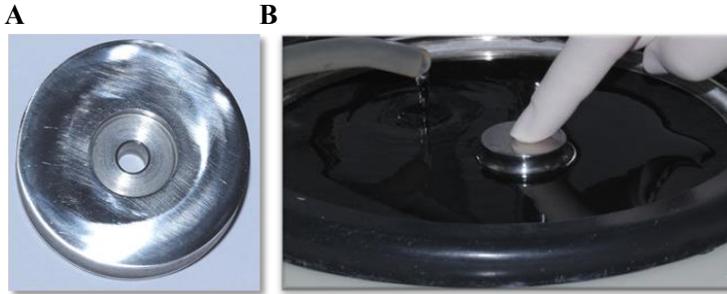


Figura 7 – (A) Dispositivo de polimento e (B) a amostra sendo polida.

3.4 Ensaio Mecânico de Fluência

As amostras foram submetidas ao teste de Fluência por microindentação, em um microdurômetro HMV-2, Micro HardnessTester, (Shimadzu), de acordo com a ISO 14577-1, 2002, no Laboratório da Universidade Federal de Santa Catarina.

O teste de Fluência foi feito no microdurômetro com ponta indentadora Vickers (Micro Hardness Tester; Shimadzu) e foram realizadas duas indentações no mesmo local, uma inicial e outra final.

A amostra foi submetida a um carregamento uniaxial de carga compressiva constante de 100 g durante 30 s. E em seguida permaneceu em relaxamento (sem carga) por 30 s. Após o tempo de relaxamento, suas dimensões foram mensuradas no software (Newage Testing Instruments C.A.M.S Testing System), obtendo a medida inicial. Sob a indentação inicial, a amostra recebeu mais 30 s de 100 g de carga, seguida por 30 s de relaxamento e então mensurada novamente, adquirindo a medida final. Esses valores foram salvos e aplicados na fórmula própria para este teste. A indentação foi realizada em três locais

aleatórios na mesma metade da amostra, para fazer a média dos valores (figura 8).

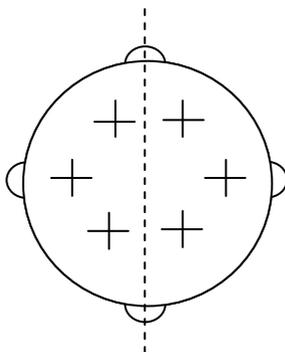


Figura 8 – Imagem ilustrativa da amostra com a distribuição das mensurações feitas por quadrante na amostra.

O quadrante onde realizou-se o teste, foi demarcado com esmalte na lateral, para que a próxima indentação fosse realizada em outro quadrante na mesma amostra. As amostras já mensuradas no tempo de 24 horas voltavam ao seu ambiente de armazenagem para completar 1 mês de armazenamento e serem testadas no segundo quadrante (figura 4).

Ao medir a alteração na profundidade de indentação com força de ensaio constante, uma mudança relativa na profundidade de indentação pode ser calculada, este é o valor para a fluência dos materiais. A carga

de indentação de acordo com a ASTM E-384-99 varia de 1 gf a 1000 gf, assim, a carga determinada para este teste foi de 100 gf. (ADEBAYO, et al., 2010; VIGNOLO, et al., 2012).

Por ser feita a indentação com ponteira Vickers, a profundidade de indentação (h_1 e h_2) é 1/7 da média aritmética das duas diagonais da indentação Vickers. Portanto, após o cálculo da profundidade e utilizando a fórmula citada na ISO-145771; 2002, encontra-se o valor de fluência em %.

$$\% \text{ creep} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \times 100$$

onde: h_1 é a profundidade de indentação no tempo t_1 e

h_2 é a profundidade de indentação no tempo t_2

Considerando que o comprimento inicial da diagonal representa h_1 e os valores do comprimento final da diagonal h_2 .

3.5 Análise Estatística

Os dados foram inseridos em um software estatístico (SPSS ver. 20:0, SPSS Inc, Illinois, EUA). Utilizando o teste de Levené para verificar homogenicidade de variância, One-way ANOVA para analisar se há

diferença entre as médias e Tukey HSD post hoc teste ($\alpha 00.05$) para verificar onde se encontra a diferença, que permitirá a comparação dos resultados de cada material e entre todos eles.



Figura 9 - Microdurometro.



Figura10 - Ponteira Indentadora Vickers no microdurometro.

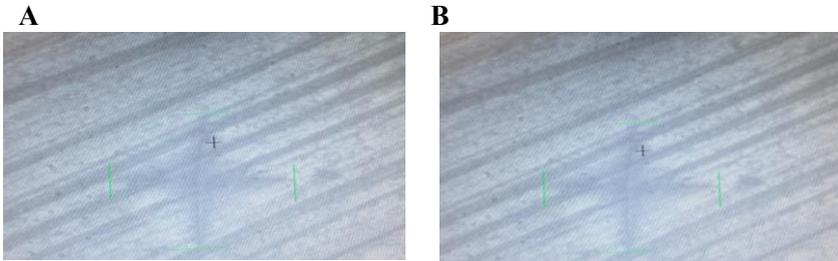


Figura 11 - Imagem da microindentação no software. Indentação Inicial e Mensuração (A), Indentação Final e Mensuração (B).

Artigo

INTRODUÇÃO

Os materiais sofrem deformação quando submetidos a tensões variadas, em função do tempo e esta alteração pode limitar a vida útil do material. A velocidade desta deformação depende da intensidade da carga aplicada (HIRANO, HIRASAWA, 1992), da temperatura (ODEGARD, GATES e HERRING, 2005; FERRACANE, MATSUMOTO, OKABE, 1985; OYSAED, RUYTER, 1986); (RUYTER, OYSAED, 1982), do tempo de duração do teste; (PAPADOGIANIS, BOYER e LAKES, 1984; HIRANO, HIRASAWA, 1989) do tratamento, da composição química do material e de sua própria estrutura interna (MACCHI,1980; COUTO, FRANCISCONI, COUTO, 2000). A deformação nos materiais odontológicos restauradores não ocorre de maneira diferente dos demais.

O amálgama dental, por muitos anos, foi o material restaurador odontológico mais empregado para dentes posteriores devido as suas excelentes propriedades mecânicas (OKABE, et.al., 2003) Com o avanço tecnológico, surgiram as resinas compostas, que cada vez mais, estão sendo estudadas e melhoradas, em suas propriedades químicas, mecânicas e estéticas, substituindo com vantagens os anteriores. Uma das propriedades importantes a serem estudadas em materiais restauradores é a fluência (creep), principalmente por serem utilizados na região posterior, devido esta ser uma região de maior tensão durante a mastigação (NAGUEM, 1999; SANG,1992).

Em situações clínicas, a deformação permanente do material é uma importante propriedade a ser considerada, principalmente onde existem áreas sujeitas as forças oclusais. As resinas compostas são passíveis de

sofrerem deformação permanente em função do tempo e sob baixas tensões (PAPADOGIANIS, BOYER, LAKES, 1984). Como relatado por diversos autores (BAPNA, MUELLER, KNOEPEL, 1985; COCK, WATTS, 1985; HIRANO e HIRASAWA, 1992), a deformação plástica é um aspecto importante do desempenho mecânico de materiais à base de polímero. Tem sido relatado que, se um material à base de resina tem uma elevada tensão de fluência, este irá afetar negativamente a sua resistência ao esforço mecânico e, assim, influenciar na longevidade clínica das restaurações (EL-SAFETY, SILIKAS e WATTS, 2012; BAROUDI, SILIKAS, WATTS, 2007).

Há testes experimentais que têm sido utilizado para avaliar a fluência de diferentes materiais compostos (WILLIAMS, JACOBSEN, 1980; BAPNA, MUELLER, KNOEPEL, 1985; COCK, SCHULMAN, 1988). Na maioria dos estudos realizados para determinar o comportamento de creep foi aplicado uma carga de compressão estática (MARGHALANI e AL-JABAB, 2004; ODÉN, RUYTER e OYSD, 1988; MAIA e NAGEN, 1994).

Quando um material é submetido por uma carga, imediatamente sofre uma deformação elástica e, num curto período de tempo, ocorre ajustes iniciais, que continua a sofrer uma deformação que progride lentamente com o tempo, denominada fluência. A fluência ocorre devido à movimentação de falhas e defeitos existentes na estrutura do material. Não haveria fluência se estas falhas não existissem, é observada em todos os tipos de materiais (CALISTER, 2008; VAN VLACK, 2003).

As resinas compostas quando expostas ao ambiente bucal, estão sujeitas a diferentes cargas oclusais, sofrendo assim alterações e que podem ter o processo acelerado devido a presença de fluídos. Estas

restaurações são submetidas a forças de carga durante a mastigação. As cargas em áreas de contato na superfície oclusal têm sido relatadas com alcance de 66 N, podendo chegar até 90 N (LAURELL, LUNDGREN, 1984). As forças relativamente elevadas indicam que as elevadas tensões desenvolvidas em restaurações oclusais durante o processo de mastigação podem resultar no seu fracasso. Assim, é essencial compreender o comportamento viscoelástico (creep) destes materiais.

O tempo e a frequência com que recebem essas cargas oclusais determinam alterações nas propriedades, escoando e/ou desgastando o material restaurador nas diferentes áreas das restaurações. A superfície do material é a área que está mais sujeita a ação destas forças e o Creep pode resultar de tensões oclusais durante o funcionamento clínico, podendo escoar o material restaurador sobre o dente, tendendo a torná-lo mais frágil, aumentando assim a possibilidade de fratura e afetar a sua integridade marginal (interface restauração-dente). Existe a possibilidade de ocasionar infiltração marginal, subsequente cárie secundária e/ou sensibilidade e pigmentação da restauração trazendo possíveis prejuízos a curto e longo prazo ao material restaurador (ANUSAVICE, 1998; El-Saftyb, et al., 2012).

A força de carga na restauração durante a mastigação é baixa e repetida. O número estimado de ciclos da mastigação impostas intra-oral em uma restauração dental é mais do que 3×10^5 por ano. (GAROUSHI et al., 2007) Sob tais condições, há a possibilidade de recuperação de pressão durante as fases de descarregamento.

Assim, este estudo foi realizado para avaliar a deformação plástica de algumas resinas compostas. Quando um polímero é carregado abaixo do

seu limite elástico, existe uma deformação elástica rápida imediata. Este é seguido por uma lenta deformação viscoelástica, dependente do tempo, que é conhecido como Fluência. Quando a carga é removida, uma recuperação imediata irá ter lugar, também é seguido por um tempo-dependente mais a recuperação viscoelástica, que podem ou não ser completa dentro do limite de tempo determinado de um teste (BAROUDI, SILIKAS e WATTS, 2007; VAIDYANATHAN e VAIDYANATHAN, 2001; PAPADOGIANNIS et al., 1991).

A análise de fluência sob compressão é um método que tem sido usado para adquirir informação útil sobre a propriedade Fluência de materiais restauradores dentários, como na resina composta (WATTS, 1994). A técnica proporciona uma compreensão não só da capacidade do material de resistir às tensões sem falha catastrófica, mas também, como as tensões acomodadas pelo comportamento compatível através da viscoelasticidade sob constante tensão, até o material relaxar em sua condição original. (EL-HEJAZI e WATTS, 1999; WATTS, 1994).

O objetivo deste estudo foi avaliar o comportamento de Fluência de resinas compostas dentais sob teste de fluência por microindentação Vickers no Microdurometro em condições diferentes: tempo (24 h e 1 mês) e armazenagem (seco e água) com carga e temperatura constantes. As hipóteses nulas testadas foram: não há diferença significativa no comportamento de deformação de fluência das resinas compostas investigadas na condição de armazenamento (seco e úmido) e não há nenhum efeito sobre os parâmetros do tempo de Fluência da resina composta.

MATERIAL E MÉTODO

As resinas compostas selecionadas para o estudo foram: Micro-híbrida (Opallis - FGM, Joinville, SC, Brasil); Nano-Híbrida (Charisma® Diamond - Heraeus - Kulzer, Hanau, Alemanha); Micro-híbrida com nanopartículas (Filtek™ Z250 XT - 3M ESPE, , Via Anhanguera, Nova Veneza Sumaré/ SP, Brasil); Nanopartículada (Filtek Z 350 XT - 3M ESPE, , Via Anhanguera, Nova Veneza Sumaré/ SP, Brasil) e Nano-híbrida (IPS Empress Direct - Ivoclar Vivadent, Liechtenstein), em cor Esmalte A₃ para uma possível padronização no índice de conversão dos monômeros (Tabela 1). As resinas compostas utilizadas no estudo são resinas composta diretas fotopolimerizáveis, indicadas pelos fabricantes para uso em áreas de suporte de estresse na região posterior e que são comumente empregadas pelos cirurgiões-dentistas.

Tabela 1 – Composição e classificação dos materiais, tempo de fotopolimerização de acordo com seu fabricante.

-Resina Composta - Fabricante -Lote	Matriz	Partículas			Polimerização LED
		Tipo	%Vol	Tamanho	Classificação
Opallis (FGM) 090413	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA	Vidro de Bário-Alumino silicato, dióxido de silício	57-58	40nm a 3,0mm *** 0,5mm	20s Micro-híbrida
Filtek ^{MR} Z250 XT (3M ESPE) 44466	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, PEGDMA e TEGDMA	Sílica e Zircônia/Sílica	67,8	20nm 0,1- 10µm	20s Micro-híbrida com nanopartículas
Filtek ^{MR} Z35 0 XT (3M ESPE) 8005987	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, PEGDMA e Bis-EMA BTH	Sílica, Óxido de Zircônia	63,3	**20nm Aglomerado: 4-11nm 0,6-10µm	40s Nanopartícula da com aglomerados
IPS Empress Direct (Ivoclar Vivadent) S 14431	Bis-GMA, UDMA, Dimetacrilato cicloalifático Bisfenol-A dimetacrilato-proxilado	Vidro de Bário, trifluoreto de itérbio, óxidos mistos, dióxido de silício	52-59	40 nm e 3000 nm (3µm) *** 550 nm	20 - 40s Nano-híbrida
Charisma®Diamond (Heraeus – Kulzer) 010054	TCD-DI-HEA, UDMA	Vidro de fluoreto de bário e alumínio	63,5–65,1	5nm - 20µm	40s Nano-híbrida

Aglomerado * Média

Os grupos foram determinados pela associação de acordo com os tipos de resina: Grupo I - Opallis; Grupo II - Charisma® Diamond; Grupo III - Filtek™ Z250 XT; Grupo IV - Filtek Z 350 XT e Grupo V - IPS Empress Direct. Foram confeccionadas de cada resina composta 20 amostras, totalizando 100 amostras.

Metade das amostras de cada grupo ($n = 10$), foram armazenadas a seco e a outra metade, ($n = 10$) foi armazenada em água, a temperatura de $37^{\circ}\text{C} \pm 1$, controlada em estufa no laboratório. As amostras foram imersas em recipientes separados por grupos e subgrupos. Os subgrupos foram determinados pela associação entre os tipos de resina, o tempo e a condição de armazenagem.

Todas as amostras permaneceram na ausência de luz, por períodos de 24 h e 1 mês, armazenados até a realização do teste de Microindentação Vickers.

Os corpos de prova foram confeccionados a partir de uma matriz circular de aço inoxidável (100 amostras), com um diâmetro de 12 mm x 1 mm de profundidade. A superfície de cada amostra foi dividida em 4 quadrantes, determinados por 4 sulcos perpendiculares a sua base com 0,5mm de comprimento na parede interna da matriz. Que serviu para diferenciar a porção superior da inferior (a partir da aba que tem metade da espessura da amostra) e os lados: direito e esquerdo, onde possibilitou caracterizar os tempos de armazenagem para o teste (24 h e 1 mês). Cada quadrante serviu também de auxílio no posicionamento do fotopolimerizador, para a polimerização das amostras.

Para confeccionar as amostras posicionou-se sobre a placa de vidro um papel celofane transparente e a matriz metálica. Com uma espátula, a resina composta foi inserida em um único incremento na parte interna da

matriz. Sobre o material, foi novamente posicionada uma tira de papel celofane e uma placa de vidro, que foram pressionadas para remover o excesso e planificar a superfície da amostra (Figura 5). Após a remoção da placa de vidro, a amostra foi fotoativada. (Fotopolimerizador: Translux Power Blue, Heraeus Kulzer GmbH, Alemanha) mensurado previamente a fotoativação, com sua intensidade aferida de 732 mW/cm^2 , de acordo com o tempo de cada fabricante (tabela 1). A ponteira do fotopolimerizador foi sobre o papel celofane e foi fotopolimerizada no centro de cada quadrante e no centro da amostra. Após a polimerização, as amostras foram removidas da matriz e polidas com um dispositivo por 30 s na politriz rotatória (Panambra, São Paulo/ SP) sob a lixa de granulação 600, em água corrente e foram armazenadas em recipientes individualizados de acordo com os grupos e subgrupos. Para garantir o paralelismo da amostra, foi inserida cera utilidade na porção inferior da amostra e levada ao durometro (Durometer Sematic ALPHA Sundbyberg Sweden).

O teste foi realizado no microdurômetro HMV-2 (Micro Hardness Tester; Shimadzu, com ponta indentadora Vickers) no Laboratório de Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina no ano de 2014.

A amostra foi então submetida a um carregamento uniaxial de carga compressiva constante de 100 g durante 30 s. E em seguida permaneceu em relaxamento (sem carga) por 30 s. Após o tempo de relaxamento, suas dimensões foram mensuradas no software (Newage Testing Instruments C.A.M.S Testing System), obtendo a medida inicial. Sob a indentação inicial, a amostra recebeu mais 30 s de 100 g de carga, seguida por 30 s de relaxamento e então mensurada novamente, adquirindo a medida final. Esses valores foram salvos e aplicados em

fórmula própria para este teste. A indentação foi realizada em três locais aleatórios na mesma metade da amostra, para fazer a média dos valores.

A metade onde realizou-se o teste, foi demarcado com esmalte na lateral, para que a próxima indentação fosse realizada na outra metade da mesma amostra. As amostras já mensuradas no tempo de 24 horas voltavam ao seu ambiente de armazenagem para completar 1 mês de armazenamento e serem testadas na segunda metade.

Ao medir a alteração na profundidade de indentação com força de ensaio constante, uma mudança relativa na profundidade de indentação pode ser calculada, este é o valor para a fluência dos materiais. A carga de indentação de acordo com a ASTM E-384-99 varia de 1 gf a 1000 gf, assim, a carga determinada para este teste foi de 100 gf. (ADEBAYO, et al., 2010; VIGNOLO, et al., 2012).

Por ser feita a indentação com ponteira Vickers, a profundidade de indentação (h_1 e h_2) é 1/7 da média aritmética das duas diagonais da indentação Vickers. Portanto, após o cálculo da profundidade e utilizando a fórmula citada na ISO-145771; 2002, encontra-se o valor de fluência em %.

$$\% \text{ Creep} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \times 100$$

onde: h_1 é a profundidade de indentação no tempo t_1 e

h_2 é a profundidade de indentação no tempo t_2

Considerando que o comprimento inicial da diagonal representa h_1 e os valores do comprimento final da diagonal h_2 .

Os dados foram inseridos em um software estatístico (SPSS ver. 20:0, SPSS Inc, Illioins, EUA), Utilizando o teste de Levené para verificar homogenicidade de variância, One-way ANOVA para analisar se há diferença entre as médias e Tukey HSD post hoc teste ($\alpha 00.05$) para verificar onde se encontra a diferença, que permitirá a comparação dos resultados de cada material e entre todos eles.

Para cada tipo de resina composta utilizada no teste foi obtida imagens ilustrativas do MEV apresentando a microindentação sob compressão pela ponteira indentadora Vickers.

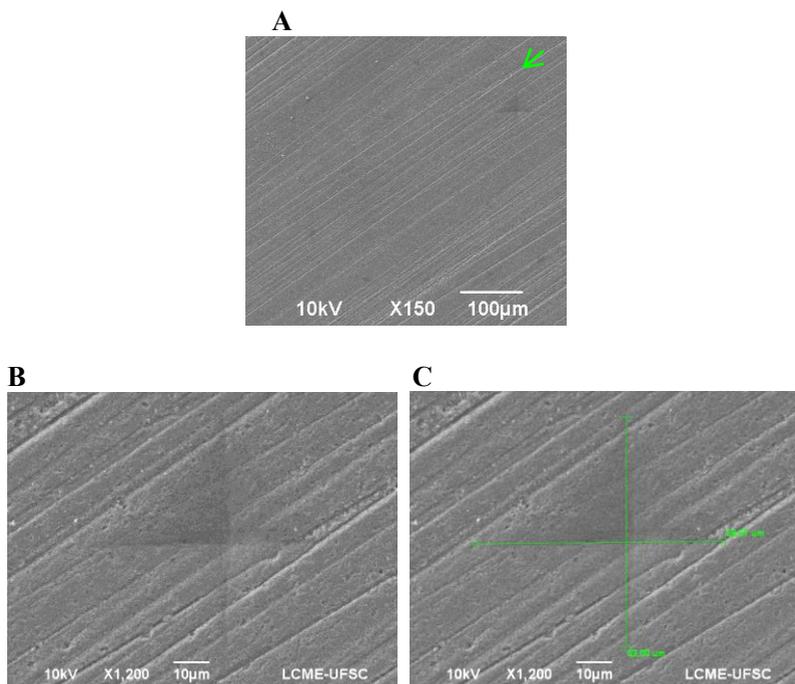
OPALLIS

Figura 1- (A- B- C) Imagens de MEV com aumento de 150X com barra de 100µm da resina **OPALLIS** e imagens de MEV com aumento de 1200X com barra de 10µm das indentações e mensurações nas resinas utilizadas na pesquisa.

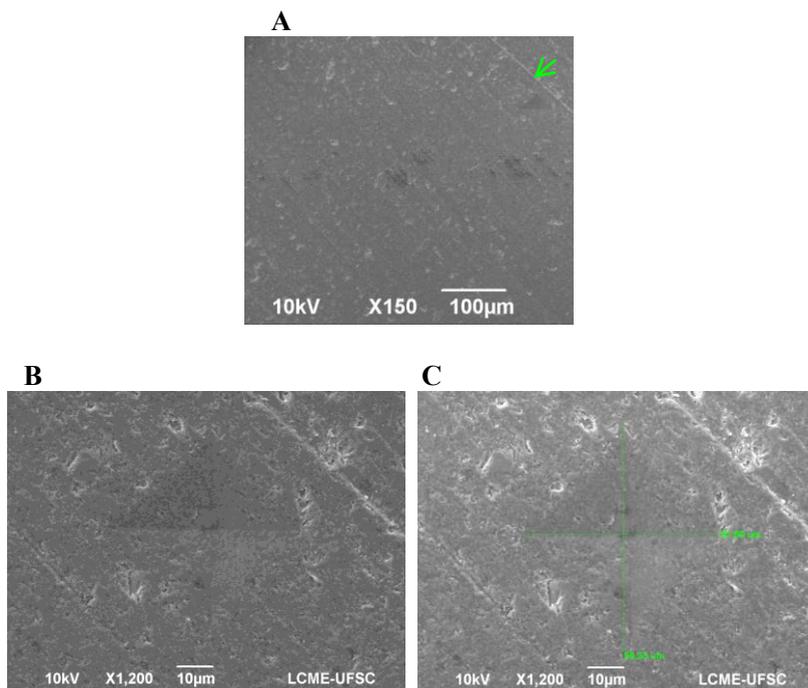
CHARISMA DIAMOND

Figura 2- (A- B- C) Imagens de MEV com aumento de 150X com barra de 100µm da resina **CHARISMA DIAMOND** e imagens de MEV com aumento de 1200X com barra de 10µm das indentações e mensurações nas resinas utilizadas na pesquisa.

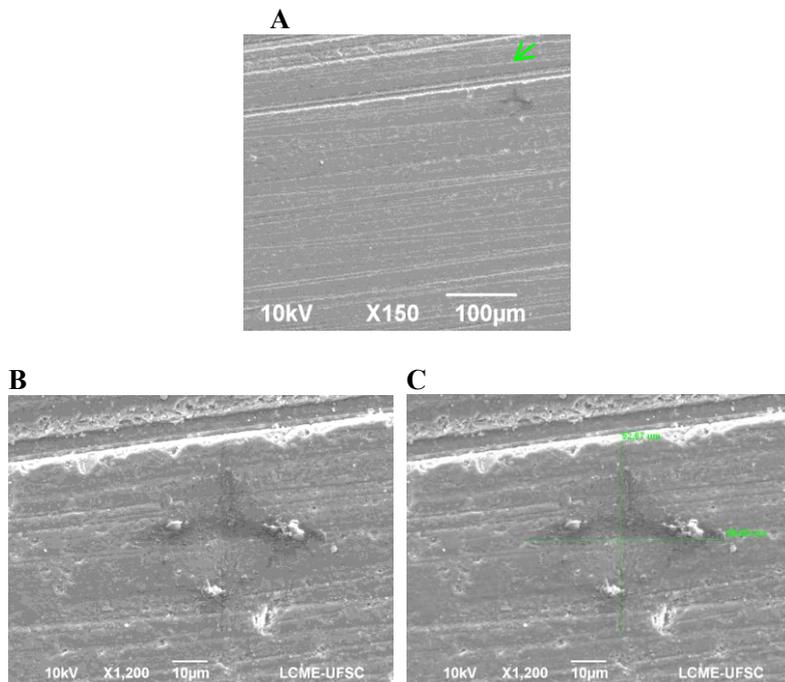
Z250

Figura 3- (A- B- C) Imagens de MEV com aumento de 150X com barra de 100µm da resina **Z250** e imagens de MEV com aumento de 1200X com barra de 10µm das indentações e mensurações nas resinas utilizadas na pesquisa.

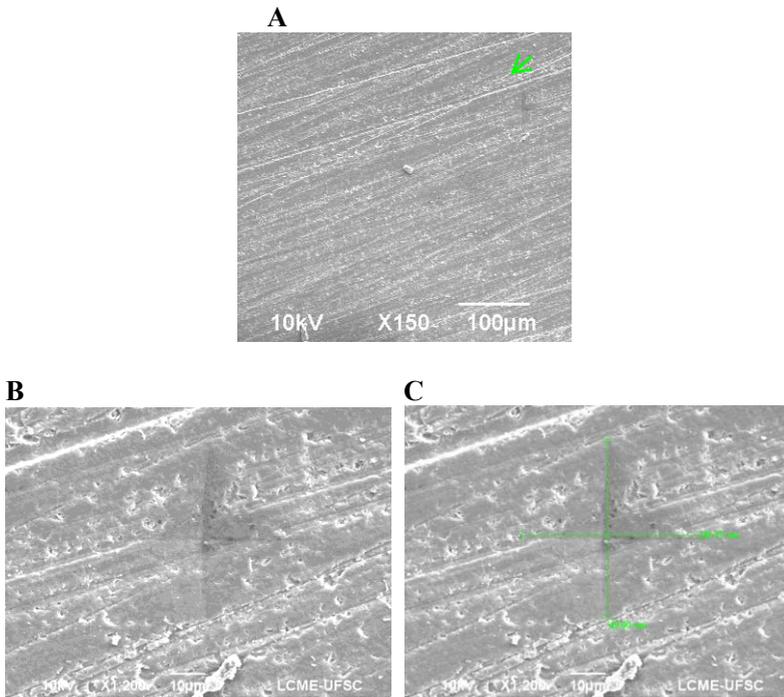
Z 350

Figura 4 - (A- B- C) - Imagens de MEV com aumento de 150X com barra de 100µm da resina **Z359** e imagens de MEV com aumento de 1200X com barra de 10µm das indentações e mensurações nas resinas utilizadas na pesquisa.

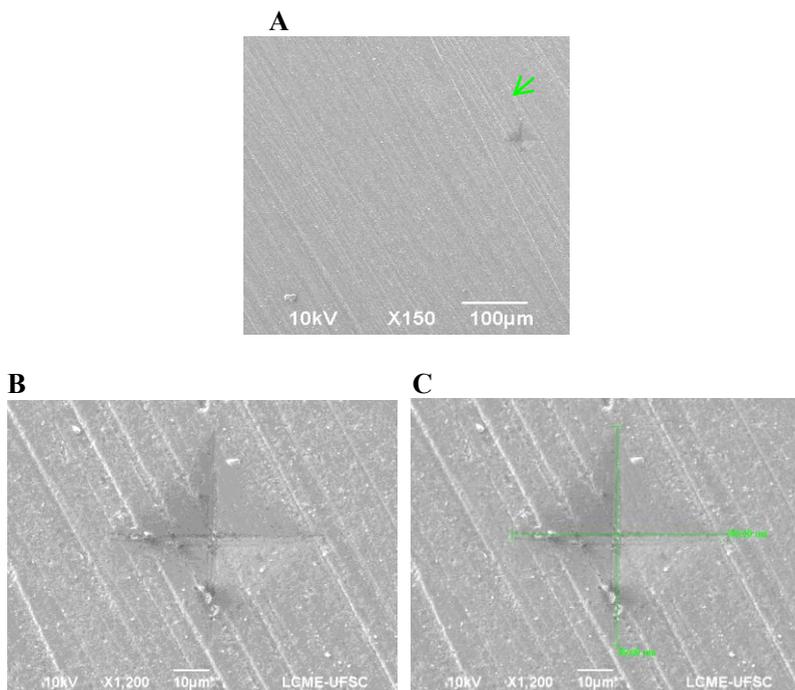
IPS EMPRESS DIRECT

Figura 5 - (A- B- C) - Imagens de MEV com aumento de 150X com barra de 100µm da resina **IPS EMPRESS DIRECT** e imagens de MEV com aumento de 1200X com barra de 10µm das indentações e mensurações nas resinas utilizadas na pesquisa.

RESULTADOS

A análise estatística foi realizada com os valores da deformação do material que foi calculada através da fórmula do creep. Para verificar a homogeneidade, foi realizado o teste de Levené que em todos os grupos foi considerado significativo (p valor < 0,05).

As diferenças entre as médias dos grupos foram analisadas pelo teste ANOVA. Como o teste ANOVA mostra que existe diferença, mas não específica, foi realizado o teste de TUKEY para verificar a diferença.

Os valores médios e desvio padrão do comportamento de Fluência com todas as variáveis estão resumidos na tabela 2.

Tabela 2 - Média do teste de creep (%) com 24 h e 1 mês de armazenamento a seco e em água e desvio padrão (DP)

RESINA COMPOST A		Água 24 h	Água 1 mês	Seco 24 h	Seco 1 mês
		\bar{X} creep \pm (DP)			
Opalis		3,91 (\pm 0,72)Da	3,63 (\pm 0,41)Db	3,49 (\pm 0,56)Dc	3,21 (\pm 0,32)Dd
Filtek 250	MRZ	3,68 (\pm 0,28)Ca	2,55 (\pm 0,37)Cb	3,05 (\pm 0,43)Cc	2,36 (\pm 0,36)Cd
Filtek 350	MRZ	2,76 (\pm 0,49)Aa	1,89 (\pm 0,28)Ab	2,13 (\pm 0,41)Ac	1,29 (\pm 0,21)Ad
IPS Empress Direct		3,97 (\pm 0,62)BCa	2,08 (\pm 0,37)BCb	3,44 (\pm 0,21)BCc	1,64(\pm 0,27)B Cd
Charisma ®Diamond		3,59 (\pm 0,21)Ba	2,07 (\pm 0,34))Bb	3,24 (\pm 0,21)Bc	1,79 (\pm 0,19)Bd

Letras Maiúsculas diferentes significam médias de creep diferente entre as Resinas através do teste de Tukey. (Vertical)

Letras Minúsculas diferentes significam médias de creep diferente no grupo da Resina através do teste de Tukey. (Horizontal)

Diferenças estatísticas significativas foram encontradas nos resultados levando em consideração as variáveis testadas para Fluência. Todos os materiais estudados deformaram com o tempo de carga aplicada sob compressão.

O teste Tukey aplicado para os materiais mostrou que Opallis apresentou o maior valor para a fluência do que as outras resinas, com diferenças estatisticamente significativas obtidas. Os menores valores para a Fluência foram encontrados na Filtek Z350, este mesmo padrão de significância foi demonstrado pelo grupo seco e úmido(água) para ambas as resinas. Porém, relacionado ao tempo de armazenagem, essas resinas apresentaram menores valores de fluência quando armazenadas a 1mês comparadas a de 24h.

No que diz respeito às diferenças estatisticamente significativas entre os compósitos investigados, para o grupo seco e para o grupo úmido (água) mostraram que, as resinas tiveram uma menor deformação de creep quando armazenadas a seco. Encontrou-se também uma diferença estatística em relação ao tempo de armazenagem das amostras, sendo que, a de 24h apresentou maior deformação de creep em relação as armazenadas por 1 mês, para todas as resinas.

Não houve diferença estatisticamente significante entre IPS Empress Direct e Charisma Diamond ($P > 0,05$). Também não houve diferença estatisticamente significante entre Filtek Z250 e IPS Empress Direct ($P > 0,05$). Porém, Filtek Z250 apresentou diferença estatisticamente significativa maior em relação à Charisma Diamond ($P < 0,05$).

Nenhuma diferença significativa foi observada na média dos valores de creep entre IPS Empress Direct e Charisma Diamond. Esse mesmo

padrão de significância entre os compósitos investigados do grupo seco foi demonstrado pelo grupo úmido (água) e em relação ao tempo de armazenagem também.

DISCUSSÃO

Este estudo investigou a deformação do creep de algumas resinas compostas convencionais utilizadas por cirurgiões dentistas. Para isso, foi utilizado o método de análise de Fluência sob compressão (WATTS, 1994). A análise de compressão estática é um procedimento aceitável para determinar a estabilidade viscoelástica das resinas compostas (MUHAMMAD, et al.,2012; EL HEJAZI e WATTS, 1999).

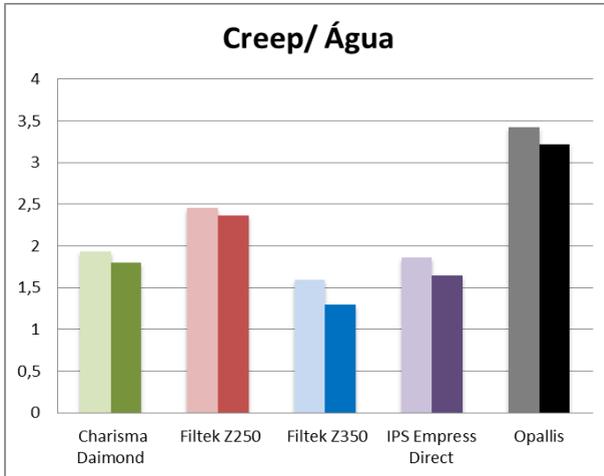
Como as resinas composta estudadas apresentaram diferenças estatisticamente significativas na média de Fluência % ($P < 0,05$), a hipótese nula foi rejeitada (Gráfico 1).

Segundo Baroudi , Silikas e Watts (2007), o creep pode variar de 1 a 6%, dependendo da fração de volume da carga. A porcentagem do comportamento da Fluência nesta pesquisa variou de 1,84-5,13 e 1,59-4,22 para os grupos 24 h úmido e 24 h seco respectivamente. E para os grupos 1 mês úmido e 1 mês seco variou 1,23 - 4,13 e 0,98 - 3,14 respectivamente, estando de acordo com os demais estudos de fluência no teste de compressão (MAIA e NAGEN, 1994; BAROUDI, SILIKAS e WATTS,2007; ODÉN, RUYTER e OYSD ,1988).

O valor mais elevado de deformação da fluência nos grupos foi exibido por Opallis 24h (2,92 - 5,13% úmido; seco 2,59- 4,22%) e 1 mês (2,99 - 4,13% úmido; seco 2,34 - 3,14%). Esta resina composta

apresenta-se com a menor quantidade de volume de partículas de carga inorgânica na sua composição, podendo chegar no máximo 58% do seu volume. Autores como Papadogiannis et al., (1984) explicaram que a resina composta com elevada carga de preenchimento apresenta menor deformação a fluência do que aqueles com menor porcentagem de carga (PAPADOGIANNIS et al., 1993).

A



B

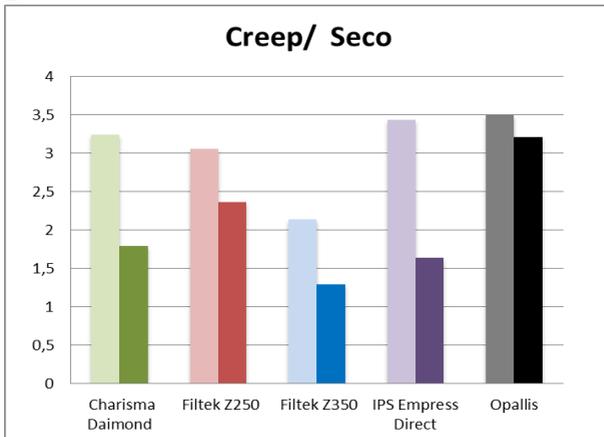


Gráfico 1 (A-B): Representando as médias dos valores de fluência referente as resinas compostas, variando o meio da armazenagem (água e seco) com os tempos de armazenagem representado por cores fracas 24h e cores fortes 30 dias.

Não houve diferença estatisticamente significativa entre IPS Empress Direct e Charisma Diamond em nenhuma das variáveis ($P > 0,05$), este resultado pode ter ocorrido devido à quantidade do volume de partículas 59% e 64% respectivamente.

Também não houve diferença estatística significativa entre Filtek Z250 e IPS Empress Direct ($P > 0,05$). O volume de partículas das resinas respectivamente são de 67% e 59%. Porém, o tipo de partículas é distinto, sendo constituída por Sílica e Zircônia/ Sílica com tamanhos de partículas 20nm, 0,1- 10 μ m, classificada como Micro-híbrida com nanopartículas e a IPS com partículas de Vidro de Bário, trifluoreto de itérbio, óxidos mistos, dióxido de sílica 40 nm e 3000 nm (3 μ m), media de 550 nm sendo Nano-híbrida. Portanto, pode ter ocorrido este fato, por serem partículas de diferentes materiais e tamanhos, com isso os valores de creep em relação ao volume de partículas não influenciou.

Porém, Filtek Z250 apresentou diferença estatisticamente significativa maior que Charisma Diamond ($P < 0,05$) conforme mostra na tabela 2. No entanto, seus volumes de partículas são similares 67% e 65%, sendo assim descartada essa hipótese de que o volume de partículas nesta situação não seria o motivo da variância. Podendo então ser devido a sua matriz e/ ou ao tipo de partículas (tabela 1). Os monômeros Bis-GMA e o UDMA são monômeros rígidos, tendo uma maior resistência a deformação do material (BAYNE , et al., 1998; LABELLA, et al., 1999). Na composição da matriz da Charisma Diamond não se encontra Bis-GMA, somente UDMA e TCD-DI-HEA que, segundo seu fabricante tem sua estrutura de núcleo rígido, com um grau elevado de conversão em comparação com os compósitos à base de Bis-GMA, aumentando sua resistência mecânica (www.heraeus-kulzer.com.br).

Todas as resinas compostas investigadas apresentaram maior deformação do creep (de fluência) no grupo armazenado em água do que no grupo seco; portanto, a primeira hipótese nula foi rejeitada (Gráfico 2).

O efeito da água sobre o comportamento em termos de fluência e plastificação é evidente na literatura (EL-SAFTY , SILIKAS e WATTS, 2012). A presença de água e outros fluídos levam a uma deteriorização, degradação na estrutura e na rigidez nas resinas compostas. A umidade tem um efeito plastificante na matriz polimérica, bem como a desunião da partícula de carga da matriz, as quais podem levar a um aumento da deformação de fluência e suas propriedades mecânicas (SIH, SHIH E CHOU , 1980; BAROUDI, SILIKAS e WATTS, 2007; SÖDERHOLM, et al., 1984).

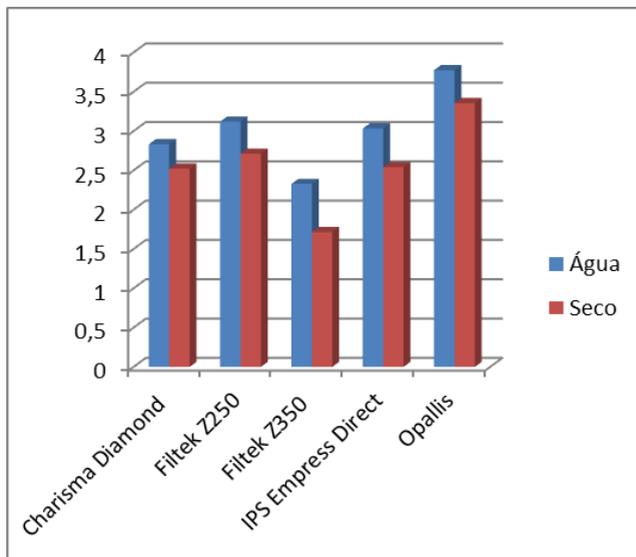


Gráfico 2: Representando as médias dos valores de fluência refetente as marcas comerciais das resinas variando a armazenagem a seco e umido (água), independente de tempo.

Quando as resinas compostas foram comparadas com o seu próprio grupo, nas diferentes variáveis (tempo e armazenagem), apresentaram uma menor deformação de creep ao serem armazenadas em seco por 1mês. Este fato pode ter ocorrido devido ao maior grau de conversão dos monômeros, pois a armazenagem pós- polimerização a temperaturas mais elevadas podem conduzir uma mobilidade dos monômeros , levando a uma maior ligação dos monômeros, obtendo uma rede mais rígida (FERRACANE, et al. 1997; BAROUDI K, SILIKAS N, WATTS, 2007).

Ao confeccionar as amostras de resina composta é essencial uma correta fotopolimerização. Os valores encontrados no estudo

comprovam que as amostras estavam devidamente polimerizadas, pois foram valores próximos e baixos de deformação por Fluência. Os resultados de fluência mostrou que estes materiais exibiram faixa aceitável de tensão de fluência e recuperação quando comparado com outros materiais à base de resina composta e outros estudos na literatura (BAROUDI, SILIKAS e WATTS,2007; DEVLIN, CASH e WATTS 1995; MARGHALANI e AL-JABAB ,2004).

A técnica proporciona uma compreensão não só da capacidade do material de resistir às tensões sem falha catastrófica, mas também como as tensões são acomodados pelo comportamento compatível através de visco-elástico e fluxo viscoso sob constante estresse e até o material relaxar em direção à sua condição original de remoção das tensões. (EL-HEJAZI, WATTS ,1999; WATTS, 1994).

Todas as resinas testadas apresentaram Fluência, independente do tempo e do meio de armazenagem, porém com valores aceitáveis comparados aos valores demonstrados nas demais pesquisas de fluência em resinas convencionais.

CONCLUSÕES

Todas as resinas testadas apresentaram deformação a Fluência, independente do tempo e do meio de armazenagem.

O armazenamento em água aumentou a deformação das resinas compostas investigadas. Com o aumento do tempo de armazenagem de 24 h para 1 mês diminui os valores de deformação para fluência das resinas compostas.

REFERÊNCIAS

- 1- HIRANO S, HIRASAWA T. Compressive creep and recovery of composite resin with various filler contents in water. **Dental Materials J.**, v. 11, p. 165-76, 1992.
- 2- ODEGARD GM, GATES TS, HERRING HM. Characterization of viscoelastic properties of polymeric materials through nanoindentation. **Experimental Mechanics** 2005;45:130–6.
- 3- FERRACANE JC, MATSUMOTO H, OKABE T. Time-depend deformation of composite resins- compositional considerations. **Journal of Dental Research**, v.64, n.11, p.1332-6, 1985.
- 4- OYSAED H, RUYTER IE. Composites for use in posterior teeth: mechanical properties tested under dry and wet conditions. **J. Biomed Mater Res**, v.20, n.2, p.261-71, 1986.
- 5- RUYTER IE, OYSAED H. Compressive creep of light cured resin based restorative materials. **Acta odont. Scand.**, v.40, n. 5, p. 319-24, 1982.
- 6- PAPADOGIANIS Y, BOYER DB, LAKES RS. Creep of conventional and microfilled dental composites. **J Bioned Mater Res**, v.18, p.15-25, 1984

7- MACCHI RL. Propriedades de los materiais. In: **Materiales dentales- fundamentos para su estudio**. Buenos Aires, Cap. 2, p. 20-45, 1980.

8- COUTO P., FRANCISCONI P.A. S., COUTO JÚNIOR M. P., Estudo do “creep” em cinco resinas compostas fotopolimerizáveis. **Rev. FOB** V.8, n. 3/4, p.37-42, jul./dez. 2000 .

9- OKABE T, ELVEBAK B, CARRASCO L, FERRACANE JL, KEANINI RG, NAKAJIMA H. Mercury release from dental amalgams into continuously replenished liquids. **Dental Materials** 2003;19:38–45.

10- NAGEM FH. Materiais Dentários: Resina Composta. Bauru, p. 84,1999

11- SANG J. et al. Creep studies of visible light-cured posterior composite resins. **Journal of Dental Research** V.71, p.137, 1992.

12- BAPNA MS, MUELLER HJ, KNOEPEL R. Compressive creep of dental composites. **J. Dental. Research**, v.64, n.9, p.1179-84, 1985.

13- COCK DJ, WATTS DC. Time-dependent deformation of composite restorative materials in compression. **Journal of Dental Research** 1985;64:147–50.

14- EL-SAFETY S, SILIKAS N, WATTS DC. Creep deformation of restorative resin-composites intended for bulk-fill placement. **Dental Materials** 2012;28:928–35.

15- WILLIAMS JR, JACOBSEN PH. Dynamic mechanical properties of resin-based filling materials. **Journal of Dental Research**, v.59, n.1, p.55-60, 1980.

16- BAPNA MS, MUELLER HJ, KNOEPEL R. Compressive creep of dental composites. **Journal of Dental Research**, 1985;64:1179.,

17- COCK SM, SCHULMAN A. Composites: yesterday, today, and...? Tomorrow. N.Y. St. **Dent J**, p. 34-8, 1988.

18- MARGHALANI HY, AL-JABAB AS. Compressive creep and recovery of light-cured packable composite resins. **Dental Materials** 2004;20:600–10.

19- ODÉN A, RUYTER LE, OYSAED H. Creep and recovery of composites for use in posterior teeth during static and dynamic compression. **Dental Materials**, v.4, p.147-50, 1988.

20- MAIA, H. P; NAGEM FILHO, H. Avaliação do creep estático em resinas compostas. **Revista FOB**. v. 2, n. 3, p. 46-49, 1994.

21- CALISTER, William D. Junior. **Ciência e Engenharia de Materiais. Uma Introdução**. 7ª Ed., Rio de Janeiro: LTC, 2008. 172 e 705p.

22- VAN VLACK, Lawrence H. **Princípios de ciência dos materiais**. 4ª Ed., Rio de Janeiro: Elsevier, 2003. LTDA.153e 154p.

23- LAURELL L, LUNDGREN D. A standardized programme for studying the occlusal force pattern during chewing and biting in prosthetically restored dentitions. **Journal of Oral Rehabilitation**, 1984;11:39–44.

24- ANUSAVICE KJ. Phillips/ **Materiais Dentários**. 10 ed. Rio de Janeiro. Cap. 3 e 4, p.19-43, 1998.

25- S. EL-SAFETYB, N. SILIKAS, R. AKHTAR, D.C. WATTS. Nanoindentation creep versus bulk compressive creep of dental resin-composites. **Dental Materials**, 2012; 28:1171-1182.

26- GAROUSHI S, LASSILA LVJ, TEZVERGIL A, VALLITTU PK. Static and fatigue compression test for particulate filler composite resin with fiber-reinforced composite substructure. **Dental Materials** 2007;23:17–23.

27- BAROUDI K, SILIKAS N, WATTS DC. Time-dependent viscoelastic creep and recovery of flowable composites. **European Journal of Oral Science** 2007;115:517–

28- VAIDYANATHAN J, VAIDYANATHAN TK. Flexural creep deformation and recovery in dental composites. **Journal of Dentistry** 2001;29:545–51.

29- PAPADOGIANNIS Y, HELVATJOGLOU-ANTONIADI M, LAKES RC, SAPOUNTJIS M. Creep behavior of glass-ionomer restorative materials. **Dental Materials** 1991;7:40–3.

30- WATTS DC. Elastic moduli and visco-elastic relaxation. **J Dent** 1994; 22: 154–158.

31- EL-HEJAZI AA, WATTS DC. Creep and visco-elastic recovery of cured and secondary-cured composites and resin-modified glass-ionomers. **Dent Mater** 1999; 15: 138–143.

32- ADEBAYO O A, et al. Enamel microhardness and bond strengths of self-etching primer adhesives. **European Journal of Oral Science**. v. 118: 191-196, 2010.

33- VIGNOLO V, et al. Microhardness of different resin cement shades inside the root canal. **Med. Oral. Patol. Oral. Cir. Bucal**. v.17, n.5; e59-64, 2012

34- PAPADOGIANNIS Y, LAKES RS, PETROU-AMERICANOS A, THEOTHORIDOU-PAHINI S. Temperature dependence of the dynamic viscoelastic behavior of chemical- and light-cured composites. **Dental Materials** 1993;9:118–22.

35- BAYNE SC, THOMPSON JY, SWIFT JR EJ, STAMATIADES P, WILKERSON M. A characterization of first-generation flowable composites. **Journal of American Dental Association** 1998;129:567–77.

36- LABELLA R, LAMBRECHTS P, VAN MEERBEEK B, VANHERLE G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. **Dental Materials** 1999;15:128–37.

37- SIH GC, SHIH MT, CHOU SC. Transient hygrothermal stresses in composites: coupling of moisture and heat with temperature varying diffusivity. **International Journal of Engineering Sciences** 1980;18:19–42.

38- MUHAMMAD KALEEM, KONSTANTINOS MASOURAS, JULIAN D. SATTERTHWAITTE, NICK SILIKAS , DAVID C. WATTS. Viscoelastic stability of resin-composites under static and dynamic loading. **Dental Materials** 2012;28; 15-18

39- EL HEJAZI AA, WATTS DC. Creep and visco-elastic recovery of cured and secondary-cured composites and resin-modified glass-ionomers. **Dental Materials** 1999;15: 138–43.

40- http://www.heraeus-venus.com/media/downloads/bn_nl/VenusDiamond_Scientific_Compendum_201111_Benelux.pdf. : Data 18-02-2015.

41- SÖDERHOLM KJ, ZIGAN M, RAGAN M, FISCHLSCHWEIGER W, BERGMAN M. Hydrolytic degradation of dental composites. **Journal of Dental Research** 1984;63:1248–54..

42- DEVLIN H, CASH AJ, WATTS DC. Mechanical behaviour and structure of light-cured special tray materials. **Journal of Dentistry** 1995;23:255–259.

43- FERRACANE JL, MITCHEM JC, CONDON JR, TODD R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cures. **Journal of Dental Research**, 1997; 76: 1508–1516.