

Avaliação do modo de ativação sobre a resistência à flexão e módulo de elasticidade de compósito restaurador com barras de diferentes formatos

Evaluation of activation modes on flexural strength and elastic modulus of a restorative composite testing bars with different shapes

Ailla Carla Lancellotti*

Ana Carolina Horita**

Rafael Ratto de Moraes***

Luciano de Souza Gonçalves****

Simonides Consani*****

Resumo

Introdução e objetivo: O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de dois modos de fotoativação sobre resistência à flexão e módulo de elasticidade de um compósito restaurador em dois formatos de barras. **Materiais e método:** Como controle (CO) foram confeccionadas dez barras seguindo a norma 4049/2000 da ISO (25 x 2 x 2 mm), fotoativadas em modo contínuo por 20s, e vinte barras experimentais com (comprimento x altura x largura) 7 x 1 x 2 mm foram confeccionadas e divididas em dois grupos G1 – fotoativação contínua por 20s e G2 – fotoativação por pulso tardio com ativação inicial de 2s e complementação de 18s após 5min. Após 24h da ativação, o teste foi realizado em uma máquina de ensaios com velocidade constante de 0,5 mm/min e monitorado pelo programa Blue Hill 2, que forneceu os valores de resistência à flexão (MPa) e módulo de elasticidade (GPa). Os valores foram submetidos à análise de variância de um fator e ao teste de Tukey (5%). **Resultados:** CO apresentou os maiores valores de resistência à flexão ($158,6 \pm 10,6$) e módulo de elasticidade ($12,20 \pm 0,25$), quando comparado a

G1 ($131,65 \pm 21,2$ e $9,28 \pm 3,7$) e G2 ($131,1 \pm 16,9$ e $10,1 \pm 4,4$), que não apresentaram diferença significativa entre si. **Conclusão:** Foi possível concluir que a barra nas dimensões da ISO apresentou maiores valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade que as barras experimentais e que os modos de ativação não influenciaram nas propriedades estudadas entre as barras experimentais.

Palavras-chave: Resina composta. Resistência à flexão. Materiais dentários.

Introdução

A tensão gerada pela contração de polimerização dos compósitos odontológicos tem sido estudada desde que esses materiais começaram a ser empregados como materiais restauradores diretos, uma vez que pode influenciar no resultado final das res-

* Mestra em Materiais Dentários e aluna de doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Departamento de Odontologia Restauradora, Área de Materiais Dentários, Piracicaba, São Paulo, Brasil.

** Cirurgião-dentista, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Departamento de Odontologia Restauradora, Área de Materiais Dentários, Piracicaba, São Paulo, Brasil.

*** Mestre e Doutor em Materiais Dentários, professor Adjunto, Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, Rio Grande do Sul, Brasil.

**** Mestre e Doutor em Materiais Dentários, professor Adjunto da Faculdade de Odontologia, Universidade de Uberaba, Uberaba, Minas Gerais, Brasil.

***** Doutor em Materiais Dentários, professor Titular, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Departamento de Odontologia Restauradora, Área de Materiais Dentários, Piracicaba, São Paulo, Brasil.

taurações^{1,2}. Diversas formas de contornar esse problema, como adição de diferentes tipos e formatos de partículas de carga^{3,4}, aplicação de diferentes monômeros^{5,6}, inserção do compósito em incrementos⁷ e a criação de diferentes técnicas de fotoativação^{2,8}, já foram propostas, das quais apenas as duas últimas são controladas pelo operador no momento da restauração.

O teste de resistência à flexão (RF), que possibilita a determinação do módulo de elasticidade (ME), apresenta o inconveniente do tamanho do corpo-de-prova e a necessidade de se efetuar mais de uma fotoativação para abranger toda a amostra, o que pode tornar o teste menos preciso. Além disso, modos de ativação como pulso tardio ou rampa tornam-se impraticáveis. Para contornar esse problema alguns autores têm realizado o teste de RF de três pontos como recomendado pela norma 4049 da ISO, alterando o tamanho da barra^{9,10}. Essa modificação permite que uma única ativação abranja toda a barra, possibilitando, assim, a avaliação dos modos de fotoativação sobre a RF e o ME dos compósitos.

Por outro lado, não existe um padrão para a confecção dessas barras, que podem apresentar diferentes dimensões dependendo de cada estudo^{9,10}, o que pode dificultar a comparação desses resultados. Além disso, alguns estudos demonstram que modificações no tamanho ou formato da barra podem alterar o comportamento mecânico do corpo-de-prova sob tensão^{11,12}. Um estudo prévio¹³ concluiu que a utilização do teste de flexão biaxial, com uma amostra em forma de disco, seria mais indicado que reduzir o formato da amostra do teste convencional de três pontos. Porém, a confecção dessa amostra é de

difícil execução, uma vez que o paralelismo das faces é fundamental para a que o teste seja executado de maneira satisfatória.

Os objetivos deste estudo foram: 1) comparar os resultados do teste de RF como preconizado pela norma 4049 da ISO e uma barra experimental que permite a fotoativação em uma única exposição; 2) avaliar a influência de dois modos de fotoativação (contínuo e pulso tardio) sobre a RF e o ME de um compósito restaurador direto em uma barra reduzida, que permitia a aplicação de diferentes métodos de fotoativação com uma irradiação única em toda a sua extensão. As hipóteses testadas foram que nem a variação no tamanho da barra nem os modos de fotoativação testados para as barras reduzidas afetariam a resistência à flexão e módulo de elasticidade do compósito.

Materiais e método

Para a confecção das amostras deste estudo foi utilizado o compósito Filtek Z350, na cor A3 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), cuja composição da matriz orgânica apresentada pelo fabricante contém Bisfenol-A glicidil dimetacrilato (Bis-GMA), Bisfenol-A glicidil dimetacrilato etoxilado (Bis-EMA), Trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA), uretano dimetacrilato (UDMA) e 59,5% em volume de sílica coloidal e zircônia, com tamanho entre 20 e 75 nm como carga de reforço. As barras para o teste de flexão de três pontos foram confeccionadas como demonstrado na Tabela 1.

Tabela 1 - Divisão dos grupos

Grupos	Dimensões (mm)	Modo de fotoativação	Tempo (s)	Número de ativações	Densidade de energia por ativação (J/cm ²)
CO	25 x 2 x 2 (ISO 4049)	Contínuo (em cinco pontos da barra no topo e na base)	20	10	20
G1	7 x 2 x 1	Contínuo	20	1	20
G2	7 x 2 x 1	Pulso-tardio	2 + 18	1	20

Confecção dos corpos-de-prova

Dez corpos de prova foram confeccionados para cada grupo por um único operador em ambiente com temperatura e umidade controlados (23 ± 2 °C e 50 ± 5%) com luz amarela, para que a iluminação ambiente não interferisse na polimerização do compósito. Para o estudo foram utilizadas matrizes bipartidas de aço inoxidável com uma fenda central nas dimensões mostradas na Tabela 1. As matrizes foram colocadas sobre uma placa de vidro interposta na região da fenda por uma tira de poliéster. O compósito foi inserido nas fendas com o auxílio de uma espátula de inserção Duflex n. 1 (S. S. White

do Brasil, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) até seu preenchimento. Sobre o compósito foi posicionada outra matriz de poliéster e, sobre ela, uma lâmina de vidro de 0,5 mm de espessura, sendo então aplicada uma força constante de 0,5 kgf durante 1min. Para a fotoativação foi utilizado o aparelho Ultra-Lume LED 5 (Ultradent Products Inc, South Jordan, UT, EUA) com irradiância de 1000 mW/cm², verificada com medidor de potência (Ophir Optronics Ltda.®, Jerusalém, Israel). A fotoativação do grupo de controle (GC) seguiu a recomendação da norma 4049 da ISO, com cinco ativações a partir do centro da barra no topo e na base, totalizando dez ativações de 20s em modo contínuo. No Grupo 1 (G1) foi re-

alizada uma única ativação de 20s em modo contínuo, envolvendo toda a amostra. Para a ativação do Grupo 2 (G2) foi utilizado o modo de pulso tardio, com uma ativação inicial de 2s e a complementação com 18s após 5min. A Figura 1 mostra uma representação esquemática da confecção das amostras.

Após um intervalo de 15min do fim da fotoativação cada corpo-de-prova foi polido com lixas de carbetto de silício com granulação de 1200 (Norton S.A., São Paulo, SP, Brasil) e armazenado a 37 °C em água deionizada durante 24h em ambiente livre de luz.

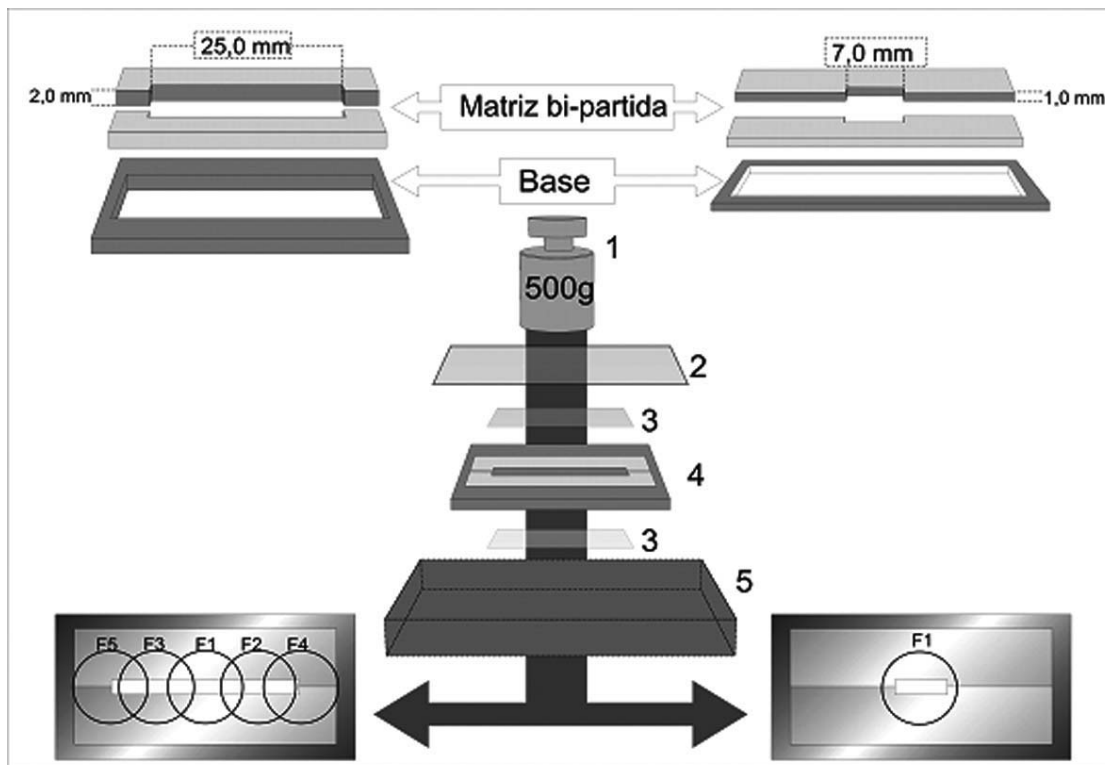


Figura 1 - Representação esquemática da confecção das amostras, onde são mostradas as matrizes para as barras de convencionais (25 mm) e a barra alternativa testada neste estudo (7 mm). (1) mostra a aplicação da carga de 500 g pelo período de 1 min, (2) placa de vidro utilizada para regularizar a barra de compósito através da qual foi realizada a fotoativação, (3) tira de poliéster posicionada sobre e sob a matriz, (4) matriz montada com a fenda central preenchida pelo compósito restaurador, (5) placa de vidro sobre a qual foi posicionado o sistema. As indicações de F1 a F5 mostram o esquema das fotoativações na barra convencional e na barra alternativa

Teste de resistência à flexão por 3 pontos

Após o período de armazenamento, o excesso de água foi removido com papel absorvente e as medições de altura e largura foram realizadas com um parquímetro digital com precisão de 0,01mm (Mitutoyo Corporation®, Tóquio, Japão) em cinco pontos equidistantes da amostra. Foi, então, calculada a média das dimensões da amostra para ser inserida no programa de ensaio que monitora o teste. O teste foi realizado em uma máquina de ensaios universal (Instron 4411, Instron Inc., Canton, MA, EUA) com velocidade constante de 0,5 mm/min. Os dados em Kgf fornecidos pelo teste foram coletados pelo programa de monitoramento Blue Hill 2 (Instron Inc.) acoplado à máquina de ensaio e foram calculados os valores de RF (MPa) e ME (GPa). Os resultados foram submetidos separadamente à análise de variância de um fator. O teste de Tukey foi realizado separadamente entre GC e G1, com o objetivo de analisar

o efeito da redução do tamanho da barra sobre as propriedades testadas, e entre G1 e G2, para avaliar o efeito da fotoativação sobre a RF e ME.

Resultados

Os resultados do teste de RF e ME para os grupos testados são mostrados na Tabela 2. Sobre os valores de RF foram aplicados análise de variância de um fator e o teste de Tukey com $\alpha = 0,05$ e o poder do teste igual a 0,935, ao passo que sobre os valores de ME foram aplicados o teste *Anova on Ranks* (Krukall-Wallis) e o teste de Tukey, entretanto nem todas as interações foram analisadas. Embora GC tenha apresentado maiores valores de RF e ME que os demais grupos testados, sua comparação com G2 não foi realizada por não representar o objetivo neste estudo. Na comparação entre G1 e G2 não foi encontrada diferença estatística para as propriedades avaliadas.

Tabela 2 - Resultados de resistência à flexão e módulo de elasticidade

Grupos	Resistência a flexão (MPa)	Módulo de elasticidade (GPa)
CO	158,57 (10,6) A	12,20 (0,25) A
G1	131,65 (21,2) B	9,28 (3,74) B
G2	131,06 (16,9) B	10,06 (4,36) B

Letras diferentes em coluna indicam diferença estatística significativa ($p < 0,05$).

Discussão

A hipótese avaliada foi parcialmente rejeitada, uma vez que os modos de ativação utilizados nas barras reduzidas não resultaram em diferença estatística nas propriedades avaliadas, entretanto G1 apresentou menores valores de RF e ME quando comparado a GC (Tab. 2). Isso pode ser explicado por duas razões: a primeira seria a maior probabilidade de a tensão desenvolvida na barra pequena encontrar uma falha, como ocorre no teste de RF de quatro pontos¹⁴. A segunda razão seria em razão da sobreposição de fotoativações aplicadas na barra utilizada pela norma 4049 da ISO¹³, resultando em maior grau de conversão quando comparado à barra alternativa, que recebeu uma única fotoativação. A sobreposição de fotoativações pode ter influenciado também no ME entre os dois formatos de barras, tornando a barra da ISO mais rígida, já que o grau de conversão apresenta influência sobre ME¹⁵. Outro fator que pode ter resultado em diferença estatística entre GC e G1 foi a não adaptação das fórmulas matemáticas às modificações realizadas na barra.

Vários estudos têm utilizado barras alternativas à preconizada pela norma 4049 da ISO^{9,10,13}. Entretanto, não existe um padrão para a confecção das barras, o que dificulta a comparação entre os testes, como ocorre entre os testes de 3 e 4 pontos¹⁴, ou entre os testes uniaxial (barra) e biaxial (disco)¹³. Dessa forma, não só o entendimento de como as tensões se desenvolvem dentro da barra alternativa é prejudicado, como também dados distorcidos podem estar sendo gerados.

Estudos anteriores mostram que, quando aplicado o teste de RF com quatro pontos, uma maior área do corpo-de-prova é submetida à tensão^{16,17}. Dessa forma, espera-se que os valores de RF sejam menores¹⁶, mas para isso uma nova fórmula foi deduzida para evitar erros nos cálculos. A redução das dimensões da barra pode promover o mesmo efeito, o que explicaria a redução dos valores de resistência, entretanto a adaptação na equação e novos testes devem ser realizados para confirmar a possibilidade.

O maior grau de conversão da barra preconizada pela ISO em função da sobreposição de fotoativações também pode ter resultado na maior RF e ME. Mesmo com cada ativação sendo realizada com a irradiância de 20 J/cm², o maior número de ativações

utilizadas no teste da ISO promove a sobreposição das incidências de luz, fornecendo mais energia para a polimerização do compósito.

O modo de ativação aplicado não promoveu diferença entre as propriedades das barras alternativas (G1 e G2), o que indica que os dois modos de fotoativação empregados podem ter resultado em valores semelhantes de grau de conversão e densidade de ligações cruzadas. Alguns autores relatam que o relaxamento da tensão de contração está relacionado ao escoamento da cadeia polimérica¹⁸. Com base em estudos anteriores^{19,20}, era esperado que a utilização do modo de ativação pulso-tardio promovesse alguma alteração no polímero formado que resultasse em alterações na RF e/ou no ME, uma vez que esse modo de ativação está relacionado a cadeias poliméricas lineares com menor densidade de ligações cruzadas^{19,21}. Entretanto, Pfeifer et al.⁸ (2006) mostraram que fatores como a intensidade do pulso inicial, o tempo entre os pulsos (inicial e complementar) e também a combinação e quantidade de monômeros do compósito utilizado podem resultar em polímeros de propriedades distintas, uma vez que a tensão de contração foi associada ao grau de conversão. Porém, a densidade de ligações cruzadas dos compósitos utilizados neste estudo não foi influenciada pelo método de fotoativação, o que poderia explicar a semelhança do ME entre as barras alternativas em nosso estudo.

A primeira hipótese em estudo foi rejeitada, pois a barra preconizada pela ISO 4049 apresentou maiores valores de RF e ME quando comparada à barra reduzida. A segunda hipótese foi aceita, uma vez que diferenças significativas não puderam ser detectadas quando os modos de ativação foram comparados pela barra reduzida. Observou-se que a literatura carece de informações sobre o comportamento das barras alternativas para o teste de flexão de três pontos quando comparado ao comportamento da amostra preconizada pela ISO. Portanto, equações matemáticas adequadas à realidade desses testes devem ser elaboradas caso sejam adotados. Outras formas de avaliação, como a análise de elementos finitos e extensometria, são necessárias para fornecer informações relevantes sobre a indicação e validade desses testes.

Conclusões

Dentro das limitações do estudo foi possível concluir:

- a barra preconizada pela ISO 4049/2000 (GC) apresentou maiores valores de RF e ME quando comparada a G1. A diferença no ME entre as barras de mesmo material pode indicar a necessidade de ajuste da fórmula para o cálculo das propriedades da barra alternativa;
- o modo de fotoativação não influenciou nas propriedades da barra alternativa quando G1 e G2 foram comparados.

Abstract

Introduction and objective: the objective of this study was to evaluate the influence of two photo-activation modes on flexural strength and elastic modulus of a composite resin by using two shapes bars. Materials and methods: ten bars were fabricated according to ISO 4049/2000 specification (25 x 2 x 2 mm) with 20s photo-activation as a control (CO) and twenty experimental bars with 7 x 1 x 2 mm (length x high x width) were fabricated and divided into 2 groups: G1 – 20s with continuous mode photo-activation and G2 – pulse delay irradiation with 2s initial irradiation and 18s second irradiation after a five minutes delay. After 24h of storage in distilled water (37 °C) the flexural strength test was performed in a universal testing machine with a cross head speed of 0.5 mm/min. The flexural strength (MPa) and elastic modulus data (GPa) were calculated by using the software Blue Hill 2 and submitted to one way ANOVA and Tukey's test (5%). Results: CO showed the highest values of flexural strength (158.6 ± 10.6) and modulus (12.20 ± 0.25) compared to G1 (131.65 ± 21.2 and 9.28 ± 3.7) and G2 (131.1 ± 16.9 e 10.1 ± 4.4) that resulted in equivalent values for the two properties. Conclusion: It was possible to conclude that the bar, which was under the ISO's recommendations, showed the highest values of flexural strength and elastic modulus compared to experimental bars shape. The activation modes had no influence on the properties of the experimental bars.

Key words: Composite resin. Flexural strength. Dental materials.

Referências

1. Suliman AH, Boyer DB, Lakes RS. Polymerization shrinkage of composite resins: comparison with tooth deformation J Prosthet Dent 1994; 71(1):7-12.
2. Tarle Z, Meniga A, Ristic M, Sutalo J, Pichler G, Davidson CL. The effect of the photopolymerization method on the quality of composite resin samples. J Oral Rehabil 1998; 25(6):436-42.
3. Braem M, Finger W, Van Doren VE, Lambrechts P, Vanherle G. Mechanical properties and filler fraction of dental composites Dent Mater 1989; 5(5):346-8.
4. Turssi CP, Ferracane JL, Vogel K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites Biomaterials 2005; 26(24):4932-7.
5. Carioscia JA, Lu H, Stanbury JW, Bowman CN. Thiol-ene oligomers as dental restorative materials Dent Mater 2005; 21(12):1137-43.
6. Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites Dent Mater 2005; 21(1):68-74.
7. Kuijs RH, Fennis WM, Kreulen CM, Barink M, Verdonschot N. Does layering minimize shrinkage stresses in composite restorations? J Dent Res 2003; 82(12):967-71.
8. Pfeifer CS, Braga RR, Ferracane JL. Pulse-delay curing: influence of initial irradiance and delay time on shrinkage stress and microhardness of restorative composites Oper Dent 2006; 31(5):610-5.
9. Asmussen E, Peutzfeldt A. Flexural strength and modulus of a step-cured resin composite Acta Odontol Scand 2004; 62(2):87-90.
10. Goncalves F, Pfeifer CS, Ferracane JL, Braga RR. Contraction stress determinants in dimethacrylate composites J Dent Res 2008; 87(4):367-71.
11. Adams DF (2006) The short beam shear test. High Perform Compos ((July))
12. Shigley JE, Mischke CR, Brown TH. Standard handbook of machine design New York: McGraw-Hill; 2004.
13. Pick B, Meira JB, Driemeier L, Braga RR. A critical view on biaxial and short-beam uniaxial flexural strength tests applied to resin composites using Weibull, fractographic and finite element analyses Dent Mater; 2009.
14. Rodrigues SA Jr., Ferracane JL, Della Bona A. Flexural strength and Weibull analysis of a microhybrid and a nano-fill composite evaluated by 3- and 4-point bending tests. Dent Mater 2008; 24(3):426-31.
15. Watts DC. Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerised networks Dent Mater 2005; 21(1):27-35.
16. Quinn GD. Weibull strength scaling for standardized rectangular flexure specimens. J Am Ceram Soc 2003; 86: 508-10.
17. Ritter JE. Critique of test methods for lifetime predictions Dent Mater 1995; 11(2):147-51.
18. Lu H, Stansbury JW, Bowman CN. Towards the elucidation of shrinkage stress development and relaxation in dental composites. Dent Mater 2004; 20(10):979-86.
19. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures J. Dent Res 2005; 80(6):1570-3.
20. Lim BS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Condon JR. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light-activation. Dent Mater 2002; 18(6):436-44.
21. 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.

Endereço para correspondência:

Ailla Carla Lancellotti
Departamento de Odontologia Restauradora,
Área Materiais Dentários Faculdade de
Odontologia de Piracicaba, Unicamp
Av. Limeira, 901, Caixa postal 52
13414-903 Piracicaba - SP
Fone: (19) 2106-5345
E-mail: lancellotti@fop.unicamp.br

Recebido: 19.05.2010 Aceito: 17.05.2011