

# CONTEÚDO DE CARGA, SORÇÃO DE ÁGUA E DUREZA VICKERS DE RESINAS COMPOSTAS PARA DENTES POSTERIORES

Carlos Alberto dos Santos CRUZ\*

Willian Celso RETTONDINI\*

Francisco Pedro Monteiro da SILVA FILHO\*

Gelson Luis ADABO\*

Deiwes Nogueira de SÁ\*

- **RESUMO:** Estudos têm demonstrado que o ambiente oral contribui consideravelmente para o processo de degradação das resinas compostas, diminuindo sua resistência mecânica. No presente trabalho foram avaliados conteúdo de carga, sorção de água e dureza Vickers de três resinas compostas para dentes posteriores (P10, P50 e FULFIL). O conteúdo de carga foi determinado percentualmente em peso, após evaporação da fase orgânica; a sorção, medida em ganho de água por unidade de volume, foi verificada após 1, 2, 7, 15 e 30 dias, enquanto os ensaios de dureza foram realizados em aparelhos WOLPERT, com diamante Vickers e carga de 100 g aplicada por 30 segundos, antes e após a imersão. Os resultados mostraram maior conteúdo de carga para P10 e P50 (respectivamente, 84,247 e 85,255%), quando comparados à resina FULFIL (74,430%). Ao final de trinta dias, os materiais estudados absorveram igual quantidade de água, porém com velocidades diferentes (P50, em 24 horas; P10, em 48 horas; FULFIL, em 15 dias). A dureza média foi estatisticamente diferente para os três materiais (P10 > P50 > FULFIL), porém apenas P10 e P50 mostraram redução após a imersão.
- **UNTERMOS:** Resinas compostas; materiais dentários.

## Introdução

O advento das resinas compostas parece ter sido o maior avanço tecnológico registrado entre os materiais restauradores, e não há dúvida de que a euforia observada na classe odontológica, alimentada por maciços investimentos em *marketing*, e os enormes recursos destinados às pesquisas têm estimulado cada vez mais avaliações sobre seu comportamento.

---

\* Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese – Faculdade de Odontologia – UNESP – 14800 – Araraquara.

Entretanto, apesar da rápida evolução e de terem ocupado definitivamente o mercado como material de eleição em restaurações anteriores, permanece ainda um grande desafio: trata-se da aplicação rotineira em dentes posteriores, em restaurações de cavidade de Classe I e Classe II.

Fatores intrínsecos como composição, tamanho, quantidade e distribuição das partículas de carga, tipo de agente de união e combinação de monômeros da fase orgânica, podem auxiliar na compreensão de algumas limitações clínicas das resinas compostas, dentre as quais podemos destacar a pequena resistência ao desgaste e os elevados índices de infiltração marginal<sup>6,9,13,17</sup>.

Paralelamente, testes clínicos têm revelado que o ambiente bucal contribui consideravelmente para o processo de degradação das resinas compostas, através de mecanismo que envolve danos tanto à matriz polimérica quanto às partículas de carga, e vários autores têm apontado prejuízos nas propriedades mecânicas provocados pela absorção de água. Soderholm<sup>15</sup> relata a degradação por hidrólise das partículas de carga, enquanto Leinfelder & Lundeen<sup>7</sup> acusam que a absorção de água pela matriz orgânica é uma propriedade que pode comprometer a durabilidade da resina, por ser a água agente plastificante e de solubilização. Resultados semelhantes foram também encontrados por Grenner<sup>5</sup> que registrou cerca de 30% de redução na dureza de resinas compostas, após o contato com o meio bucal.

À vista do exposto, decidimos analisar o conteúdo de fase inorgânica e a sorção de água de três resinas compostas indicadas para dentes posteriores, assim como sua dureza Vickers antes e após a imersão.

## Material e método

Os materiais em estudo (Quadro 1) tiveram seu conteúdo de carga determinado percentualmente em peso, através da evaporação da fase orgânica e pesagem do resíduo inorgânico, conforme metodologia empregada por Scholz Jr.<sup>14</sup>.

Quadro 1 – Materiais empregados

Material	Sistema de ativação	Conteúdo de carga (% em peso)
M <sub>1</sub> P10 (3M)	químico	84,247
M <sub>2</sub> P50 (3M)	fotoquímico	85,255
M <sub>3</sub> FULFIL (DENTSPLY)	fotoquímico	74,430

Para o teste de sorção, foram utilizados corpos-de-prova cilíndricos, medindo 4,25 mm de altura por 4,0 mm de diâmetro, obtidos em matriz metálica de aço inoxidável.

Para o material  $M_1$  (P10), quantidades iguais em peso foram espatuladas por 30 segundos e inseridas na matriz, com ligeiro excesso. Uma lâmina de vidro foi colocada sobre a superfície da resina, seguida de um peso de 1 kg, os quais foram mantidos até a polimerização.

Os materiais  $M_2$  (P50) e  $M_3$  (FULFIL) foram inseridos diretamente na matriz e fotopolimerizados em três incrementos, por 40 segundos cada um, sendo o último realizado após a colocação de uma lâmina de vidro sobre a superfície da resina composta.

Dez minutos após o início da espatulação ( $M_1$ ) e imediatamente após a fotopolimerização ( $M_2$  e  $M_3$ ), os CP foram removidos da matriz e pesados em balança analítica SARTORIUS, com sensibilidade de 0,0001 g. A seguir, foram armazenados em dessecador e pesados diariamente até a obtenção de peso constante, quando foram imersos em 10 ml de água destilada, depositada em frascos de vidro âmbar, e armazenados em estufa a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ .

Novas pesagens foram feitas após 1, 2, 7, 15 e 30 dias, secando-se o corpo-de-prova com papel-filtro, antes de levá-lo à balança analítica.

Foram realizadas 5 réplicas para cada material, em cada tempo estudado, e os resultados obtidos, em mg, foram convertidos em ganho de água por unidade de volume ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ).

Os testes de dureza foram realizados em aparelho WOLPERT, com diamante Vickers e carga de 100 g aplicada por 30 segundos, em corpos-de-prova obtidos a partir da mesma matriz utilizada para os testes anteriores.

Após a execução das leituras iniciais (Condição  $C_1$ ), o CP foi liberado da matriz, armazenado em frasco âmbar em estufa a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  por 7 dias e, completado este período (Condição  $C_2$ ), reposicionado na matriz para novas demarcações. A seguir, o CP foi imerso em 10 ml de água destilada e novamente armazenado em estufa a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ , agora por um período de 30 dias (Condição  $C_3$ ) para novas demarcações e leituras finais de dureza.

Foram também realizadas 5 réplicas para cada condição experimental e as leituras, em micrômetros, convertidas em número de dureza Vickers (VHN) através de tabelas que acompanham o aparelho.

## Resultado e discussão

Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância (Tabelas 1 e 2) que mostrou variabilidade significativa a 5% para fatores isoladamente ou em interação.

Tabela 1 – Análise de variância para sorção de água

Fonte de variação	gl	SQ	QM	F
Material	2	191,21	95,61	11,29 *
Tempo	4	801,05	200,26	23,64 *
Material x Tempo	4	177,88	22,24	2,63 *
Resíduo	60	508,08	8,47	
Total	74	–	–	–

\* Significativo, em nível de 5%.

Tabela 2 – Análise de variância para dureza Vickers

Fonte de variação	gl	SQ	SM	ROM
Material	2	36.306,66	18.153,33	2.497,33 *
Cond. experimental	2	2.071,38	1.035,69	142,48 *
Mat x Cond. exp.	4	318,44	79,61	10,95 *
Resíduo	36	261,69	7,27	
Total	44	–	–	–

\* Significativo, em nível de 5%.

Segundo Braden et al.<sup>3</sup>, a absorção de água em polímeros orgânicos é um fenômeno termodinâmico que apresenta dois parâmetros fundamentais: concentração de equilíbrio e coeficiente de difusão. A velocidade de absorção, ou seja, o tempo necessário para que a concentração de equilíbrio seja alcançada e o CP saturado, é governada pelo coeficiente de difusão. Além disso, à medida que o CP se satura, a velocidade de absorção tende a diminuir, uma vez que o coeficiente de difusão decresce com o aumento da concentração.

Tendo em vista estas observações e admitindo que comparações entre materiais somente terão significado dentro de determinados intervalos de tempo, foram construídas as Tabelas 3 e 4, que apresentam as médias, desvios-padrão e valores críticos em nível de 5%, para sorção de água, segundo "Tempo" e interação "Tempo x Material". Valores estatisticamente semelhantes estão assinalados ou sublinhados.

Quando analisamos o fator "Tempo" isoladamente (Tabela 3), verificamos que a sorção ocorreu em grande parte (aproximadamente 80%) nas primeiras 48 horas e manteve-se estável até 7 dias, aumentando nos períodos finais do experimento.

Tabela 3 – Médias, desvio padrão e valor crítico a 5% pelo teste de Tukey, para o fator 'Tempo'

Tempo	Sorção (ug/mm <sup>3</sup> )	Desvio padrão
T <sub>1</sub> 24 horas	14,35	0,75
T <sub>2</sub> 48 horas	18,56	0,75
T <sub>3</sub> 7 dias	18,97	0,75
T <sub>4</sub> 15 dias	22,84	0,75
T <sub>5</sub> 30 dias	23,22	0,75

Valor crítico em nível de 5% = 2,99.

Tabela 4 – Médias, desvio padrão e valor crítico em nível de 5% pelo teste de Tukey, para a interação 'Material x Tempo'

Material	Tempo				
	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>4</sub>	T <sub>5</sub>
M <sub>1</sub> – P10	11,98	18,72	21,35	22,47	22,09
M <sub>2</sub> – P50	19,47	20,60	19,85	23,59	24,34
M <sub>3</sub> – FULFIL	11,60	15,35	15,73	22,47	23,18
Desvio padrão = 1,30					

Valor crítico em nível de 5% = 5,18.

Nossos resultados confirmam as observações iniciais de Braden et al.<sup>3</sup> e são semelhantes aos descritos por Oysaed & Ruyter<sup>10</sup>, que encontraram na primeira semana rápido aumento de peso, porém, com estabilização somente após 30 ou 60 dias.

A análise da Tabela 4 mostra que os materiais estudados apresentaram aos 30 dias, médias de sorção estatisticamente iguais entre si, porém com velocidades de absorção diferentes. Assim, M<sub>2</sub> (P50) apresentou sorção mais rápida, com saturação em 24 horas, seguido por M<sub>1</sub> (P10), com saturação em 48 horas, e por M<sub>3</sub> (FULFIL), que apresentou sorção mais lenta, com saturação somente após 15 dias de imersão.

Resinas com maior conteúdo de carga e, conseqüentemente, menor quantidade de matriz orgânica, deveriam apresentar menor sorção. Entretanto, a sorção observada após 30 dias em M<sub>1</sub> e M<sub>2</sub>, respectivamente materiais com 84,247% e 85,255% de partículas de carga, por peso, é semelhante, estatisticamente, à verificada em M<sub>3</sub>, que possui 74,320% de fase inorgânica, também por peso. Segundo Asmussem<sup>1</sup>, tal fato parece estar primordialmente relacionado a prováveis diferenças na composição dos monômeros que possuem concentração de equilíbrio própria, determinando sua capaci-

dade higroscópica. Supondo que  $M_1$  e  $M_2$  possuem a mesma combinação monomérica, uma vez que são do mesmo fabricante, podemos admitir que a matriz orgânica destes materiais possui concentração de equilíbrio maior, sendo portanto mais higroscópica que a matriz de  $M_3$ , proporcionalmente em maior quantidade. Esta afirmação pode encontrar respaldo nos resultados de Mello et al.<sup>8</sup> que encontraram valores de sorção 4 vezes menor para a resina ADAPTIC II, denominada hidrofóbica, em comparação com os produtos tradicionais HERCULITE e P50, com conteúdo de carga semelhante<sup>9</sup>.

Por outro lado, em razão dos resultados verificados, podemos imaginar ainda que, além do conteúdo de matriz orgânica e de sua capacidade higroscópica, outros fatores contribuem para a magnitude deste fenômeno. Bowen & Reed<sup>2</sup> e Leinfelder & Lundeen<sup>7</sup> afirmam que a utilização de vidros cerâmicos como agente de carga pode provocar valores de sorção mais elevados, pois são porosos e sofrem alguma embebição, enquanto Thompson<sup>17</sup> relata que as resinas que não contêm micropartículas tendem a apresentar maior sorção pela maior ocorrência de microfendas na interface matriz/partícula. Soderholm et al.<sup>16</sup> advertem ainda que também o agente de união, silano, pode interferir no processo por sofrer hidrólise e expor as partículas.

As Tabelas 5, 6 e 7 apresentam as médias, desvios padrão e valores críticos em nível de 5% para dureza Vickers, segundo "Material", "Condição Experimental" e interação "Material x Condição Experimental". Valores estatisticamente semelhantes estão assinalados ou sublinhados.

Tabela 5 – Médias, desvio padrão e valor crítico a 5% pelo teste de Tukey para o fator 'Material'

Material	Dureza Vickers (VHN)	Desvio padrão
$M_1$ – P10	108,41	0,70
$M_2$ – P50	97,53	0,70
$M_3$ – FULFIL	43,46	0,70

Valor crítico a 5% = 2,44.

Tabela 6 – Médias, desvio padrão e valores críticos a 5% pelo teste de Tukey para o fator 'Condição Experimental'

Condição	Dureza Vickers (VHN)	Desvio padrão
$C_1$	74,78	0,70
$C_2$	91,39	0,70
$C_3$	83,24	0,70

Valor crítico a 5% = 2,44.

Tabela 7 – Médias, desvio padrão e valores críticos a 5% pelo teste de Tukey para a interação 'Material x Condição Experimental'

Material	Condição		
	C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>	C <sub>3</sub>
M <sub>1</sub> – P10	98,86	121,10	105,28
M <sub>2</sub> – P50	91,17	104,51	96,93
M <sub>3</sub> – FULFIL	34,30	48,57	47,50
Desvio padrão = 1,21			

Valor crítico a 5% = 5,61.

A análise isolada do fator "Material", Tabela 5, apresenta valores estatisticamente diferentes de dureza Vickers para as resinas estudadas. Assim, o material M<sub>1</sub> (P10) apresentou maior dureza, seguido pelos materiais M<sub>2</sub> (P50) e M<sub>3</sub> (FULFIL).

Embora P10 e P50 sejam resinas de um mesmo fabricante e possuam igual conteúdo de fase inorgânica, por peso, respectivamente, 84,247% e 85,255% (Quadro 1), apresentam dureza estatisticamente diferente. Tal fato pode ser explicado, provavelmente, pela composição diferente das partículas de carga que no material M<sub>1</sub> (P10) são de quartzo, reconhecidamente mais duras<sup>4</sup> que as partículas de zircônio que compõem o material M<sub>2</sub> (P50). Além disso, segundo Petrin<sup>12</sup> a matriz orgânica, quimicamente ativada do material M<sub>1</sub> (P10), seria mais resistente que a matriz fotoativada de M<sub>2</sub> (P50) por apresentar maior número de ligações cruzadas em sua estrutura.

Com relação ao material M<sub>3</sub> (FULFIL), embora apresentasse pequena redução no conteúdo de fase inorgânica, sua dureza média foi bastante inferior aos demais materiais. Com efeito, além do conteúdo de fase inorgânica, podem influir na dureza de uma resina composta vários fatores, entre eles composição, tamanho, forma, densidade, distribuição e tratamento das partículas de carga, tipo de agente de união e combinação de monômeros empregada na fase orgânica. Assim, não se pode justificar esta grande redução de dureza apenas pelo fato de M<sub>3</sub> apresentar menor conteúdo de fase inorgânica em sua composição. Podem confirmar esta observação os resultados de Scholz Jr.<sup>14</sup>, que mostram não haver relação direta entre conteúdo de carga e dureza Vickers para 7 marcas comerciais de resinas compostas (P30, P50, SILUX PLUS, HERCULITE, ESTILUX POSTERIOR, DEGU-FILL LC e FULFIL).

A Tabela 6 permite observar que a Condição C<sub>2</sub> (7 dias em dessecador a 37 ± 1°C) apresentou média de dureza Vickers estatisticamente maior que a Condição C<sub>1</sub> (imediatamente após a confecção do corpo-de-prova). Tal comportamento, devido provavelmente à progressão da reação de polimerização, já era esperado, uma vez

que vários autores, entre eles Watts<sup>18</sup>, relatam aumento de dureza após a armazenagem de seus corpos-de-prova. Em nosso trabalho, independentemente do fator "Material", a dureza média das resinas estudadas, em 7 dias, aumentou cerca de 22,7%.

Se considerássemos  $C_1$  (74,78 VHN) como valor inicial de dureza, os resultados poderiam ser erroneamente interpretados. Assim, considerando  $C_2$  (91,39 VHN) como valor inicial, verificamos que após 30 dias de imersão em água destilada houve redução estatisticamente significativa na dureza média dos materiais estudados, e esta redução foi de aproximadamente 8%.

Paralelamente, verificamos pela Tabela 7 que este fenômeno manifestou-se com maior intensidade em  $M_1$  (P10), sendo suave em  $M_2$  (P50) e não se manifestando estatisticamente em  $M_3$  (FULFIL). Este fato pode encontrar explicação em interessante trabalho de Pallav et al.<sup>11</sup>, no qual os autores estudaram a influência da adição de micropartículas em resina composta experimental de partículas pequenas, e verificaram que a resistência ao desgaste aumentou à medida que percentuais maiores de micropartículas foram utilizados. Relacionando estes dados com as afirmações anteriores, podemos admitir que, provavelmente, a dispersão de micropartículas na matriz resinosa, caso específico de  $M_3$  e em menor grau de  $M_2$ , minimize os efeitos negativos provocados pela sorção, reduzindo a ocorrência de microfendas entre a matriz orgânica e as partículas de carga. Além disso, a massa de resina resultante de um processo de espatulação (P10) contém, certamente, maior quantidade de bolhas de ar em seu interior que as resinas fotoativadas (P50 e FULFIL), fator que poderia contribuir ainda mais para a degradação da matriz orgânica, hidrólise das partículas e redução da dureza do material.

## Conclusão

Com base na metodologia empregada e nos resultados obtidos, podemos concluir que:

1. O material  $M_3$  (FULFIL) apresentou por peso menor conteúdo de partículas inorgânicas, 74,430%, que os materiais  $M_1$  (P10) e  $M_2$  (P50), respectivamente 84,247% e 85,255%.

2. Ao final de 30 dias, os materiais estudados absorveram igual quantidade de água, porém, com velocidade diferente, sendo maior em  $M_2$  (P50), com saturação em 24 horas, seguido por  $M_1$  (P10), com saturação em 48 horas e  $M_3$  (FULFIL), com saturação somente após 15 dias.

3. Independentemente do fator material, a sorção ocorreu em grande parte nas primeiras 48 horas do experimento, estabilizando-se a partir de 15 dias.

4. As resinas estudadas apresentaram valores médios de dureza Vickers estatisticamente diferentes entre si, com  $M_1 (P10) > M_2 (P50) > M_3 (FULFIL)$ .

5. Independentemente do fator material, houve redução na dureza média das resinas estudadas, após sua imersão por 30 dias em água destilada.

6. Estatisticamente, a redução manifestou-se apenas em  $M_1 (P10)$  e  $M_2 (P50)$ , não se manifestando em  $M_3 (FULFIL)$ .

CRUZ, C. A. dos S. et al. Filler contents, water sorption and Vickers hardness in posterior composite resins. *Rev. Odontol. UNESP, São Paulo*, v. 21, n. 1, p. 283-292, 1992.

■ **ABSTRACT:** *Studies have demonstrated that the oral environment enhances degrading process in composites resins, reducing their mechanical properties. The present study evaluated the filler contents, water sorption and Vickers hardness of three posterior composites (P10, P50, FULFIL). Filler contents was determined percentually by weight, after organic phase evaporation; sorption was measured in gain of water by unit of volume after 1, 2, 7, 15 and 30 days, while hardness tests were done in a WOLPERT set, with a Vickers diamond and 100 g charge applied for 30 seconds, before and after immersion. The results showed greatest filler contents in P10 and P50 (84.247% and 85.255%), as compared to FULFIL (74.430%). After 30 days, all materials absorbed the same amounts of water, through with different velocities (P50, 24 hours; P10, 48 hours and FULFIL, 15 days). Vickers hardness was statistically different for all materials ( $P10 > P50 > FULFIL$ ) but only P10 and P50 showed decrease in hardness after immersion.*

■ **KEYWORDS:** *Composite resins; dental materials.*

## Referências bibliográficas

1. ASMUSSEM, E. Analysis of monomers in restorative resins. *Acta Odontol. Scand.*, v. 33, p. 129-34, 1975.
2. BOWEN, R. L., REED, L. E. Semiporous reinforcing fillers for composites resins. I - preparation of provisional glass formulations. *J. Dent. Res.*, v. 55, p. 738-47, 1976.
3. BRADEN, M. et al. Diffusion of water in composite filling materials. *J. Dent. Res.*, v. 55, p. 730-2, 1976.
4. GARLIPP, O. A., CARVALHO, J. C. Compósitos: constituição e propriedades. Parte 1 - matriz e substrato. *Ars Cvrandi Odontol.*, v. 5, n. 4, p. 4-5, 1978.
5. GRENNER, E. H. The hardness of composites as a function of temperature. *J. Oral Rehabil.*, v. 11, p. 335-40, 1984.
6. JORGENSEN, K. D. Restorative resins: abrasion vs. mechanical properties. *Scand. J. Dent. Res.*, v. 88, p. 557-68, 1980.
7. LEINFELDER, K. F., LUNDEEN, T. F. Current status of posterior composite resins. *J. Colo. Dent. Assoc.*, v. 62, n. 1, p. 3-6, 1983.

8. MELLO, J. B. et al. Resinas compostas para dentes posteriores: sorção e manchamento. *Rev. Assoc. Paul. Cir. Dent.*, v. 44, p. 193-6, 1990.
9. NAGEM FILHO, H. *Classificação das resinas compostas*. Bauru: Grupo Brasileiro de Materiais Dentários, 1990.
10. OYSAED, H., RUYTER, I. E. Water sorption and filler characteristics of composites for use in posterior teeth. *J. Dent. Res.*, v. 65, p. 1315-8, 1986.
11. PALLAV, P. et al. The influence of admixing microfiller to small-particle composite resin on wear, tensile strength, hardness, and surface roughness. *J. Dent. Res.*, v. 68, p. 489-90, 1989.
12. PETRIN, P. Vergleichende Mikrohrtbestimmungen am modernen Kompositmaterialien. *Z. Stomatol.*, v. 81, p. 165-9, 1984.
13. SANTOS, J. F. F. et al. Avaliação clínica de restaurações de classe II com resinas compostas. Efeito do bisel na adaptação marginal. *Estomatol. Cult.*, v. 15, p. 1-6, 1985.
14. SCHOLZ JR., N. *Resinas compostas fotoativadas. Estudo do conteúdo de carga e dureza*. Araraquara, 1991. Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) – Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista.
15. SODERHOLM, K. J. Degradation of glass filler in experimental composites. *J. Dent. Res.*, v. 60, p. 1867-75, 1981.
16. SODERHOLM, K. J. et al. Hydrolytic degradation of dental composites. *J. Dent. Res.*, v. 63, p. 1248-54, 1984.
17. THOMPSON, V. P. et al. Dental resins with reduced shrinkage during hardening. *J. Dent. Res.*, v. 58, p. 1522-32, 1979.
18. WATTS, D. L. The development of surface hardness in visible light cured posterior composites. *J. Dent. Res.*, v. 65, p. 169-74, 1986.

Recebido em 14.1.1992.