

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-graduação em Odontologia

Manuela Regina Gomes Machado

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL EM RESINAS COMPOSTAS
DIRETAS COM DIFERENTES TEMPOS DE FOTOATIVAÇÃO E PÓS-CURA COM
CALOR E PRESSÃO**

Belo Horizonte
2020

Manuela Regina Gomes Machado

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAXIAL EM RESINAS COMPOSTAS
DIRETAS COM DIFERENTES TEMPOS DE FOTOATIVAÇÃO E PÓS-CURA COM
CALOR E PRESSÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia, da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Área de Concentração: Clínicas Odontológicas, Área Temática: Prótese Dentária.

Linha de Pesquisa: Propriedades físicas, químicas e biológicas dos materiais odontológicos

Orientador: Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes

Belo Horizonte

2020

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

M149a Machado, Manuela Regina Gomes
Avaliação da resistência à flexão biaxial em resinas compostas diretas com diferentes tempos de fotoativação e pós-cura com calor e pressão / Manuela Regina Gomes Machado. Belo Horizonte, 2020.
57 f. : il.

Orientador: Alberto Nogueira da Gama Antunes
Dissertação (Mestrado) - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais.
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

1. Resinas compostas. 2. Polimerização. 3. Adesivos dentários. 4. Cerâmicas dentárias. 5. Resistência de materiais. 6. Odontologia - Aspectos estéticos. 7. Restauração (Odontologia). 8. Tratamento dentário. 9. Resinas dentárias - Avaliação. I. Antunes, Alberto Nogueira da Gama. II. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

CDU: 616.314-08

Ficha catalográfica elaborada por Fernanda Paim Brito - CRB 6/2999

Manuela Regina Gomes Machado

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO BIAxIAL EM RESINAS COMPOSTAS
DIRETAS COM DIFERENTES TEMPOS DE FOTOATIVAÇÃO E PÓS-CURA COM
CALOR E PRESSÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Odontologia. Área de Concentração: Clínicas Odontológicas – Área Temática: Prótese Dentária.

COMPOSIÇÃO DA BANCA EXAMINADORA:

- 1- Prof. Dr. Ricardo Rodrigues Vaz – UFMG
- 2- Prof. Dr. Luís Henrique Andrade Maia – PUC Minas
- 3- Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes – PUC Minas

DATA DA APRESENTAÇÃO E DEFESA: 27 de fevereiro de 2020

A dissertação, nesta identificada, foi aprovada pela Banca Examinadora

Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes
Orientador

Prof. Dr. Rodrigo Villamarim Soares
**Coordenador do Programa de Pós-graduação
em Odontologia**

*Aos meus pais, Manoel Machado Lima e Erlânia Mendes Gomes,
por todo apoio e incentivo.*

*Ao meu irmão, Marcos Vinícius Gomes Machado,
por todo carinho e atenção.*

*E à minha filha, Antonella Gomes Machado Rodrigues,
por ser a minha fonte de força e inspiração.*

A presença deles é fundamental em minha trajetória.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por suas graças e bençãos ao trilhar meu caminho até aqui e nunca me abandonar nos desafios e alegrias. Por me trazer calma e sabedoria, e mostrar que sou capaz de ir mais além.

Gratidão e amor infinito aos meus pais, Manoel e Erlania, que sempre lutaram por e junto a mim, apoiando os meus estudos e me educando para vida. São eles que fazem de tudo para me verem bem e para eu conquistar as oportunidades que não tiveram. Sem eles eu não teria chegado até aqui.

Ao meu irmão Marcos Vinícius que sempre esteve ao meu lado e me incentivando a seguir com meus estudos.

À minha mãe por mudar sua rotina e vir cuidar de minha filha Antonella - uma luz que surgiu durante essa caminhada -, enquanto eu estudava.

Nada é por acaso, Antonella chegou para me dar forças e inspirar, a me ensinar ser paciente e jamais desistir, tornando-me uma pessoa melhor. Minha amada, você é minha luz e espero que esse trabalho seja também um incentivo no seu futuro.

Deus colocou em minha vida pessoas muito especiais, das quais foram suportes nos momentos de fraqueza. Haira e Palloma Kívia, minhas amigas da vida inteira, não poderia deixar de agradecer vocês por estarem sempre presentes, independente da distância. Às Meninas que moraram comigo e a todas amizades sinceras que permaneceram junto a mim, meu muito obrigado por me trazerem leveza nos momentos de angústia.

Aos colegas do mestrado, obrigada pela partilha de conhecimento e pelos momentos de descontração. Em especial, minha gratidão à Larissa, que me cativou com sua personalidade sincera e meiga. Tornou-se amiga estando comigo desde o início, não permitindo que eu desistisse.

Ao Sebastião Armond, que se tornou mais que um mestre para mim, um amigo. Acompanhou toda minha trajetória desde a faculdade até aqui, obrigada pelas nossas conversas que me fizeram crescer e pelo carinho imensurável.

Ao meu orientador Professor Alberto Antunes que a todo momento foi paciente e transmitiu calma. Que ensinou em cima de evidências, porém de maneira leve e descontraída. Propagando além de conhecimento científico, o cultural. Obrigada por todo apoio.

Ao Professor Paulo Seraidarian, o qual me orientou a busca do *stricto sensu*, e se demonstrou sempre disponível a ajudar no que precisasse. Seus conselhos me ajudaram a evoluir e seguir em frente.

Ao Professor Guilherme Rocha Pereira que ofereceu seus ensinamentos e suas aulas de Química Orgânica I, na Engenharia Química da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais.

Ao técnico de laboratório da Engenharia Mecânica, Lucas Wilker, que confeccionou o dispositivo para ensaio mecânico e esteve disposto a ajudar no que fosse preciso.

A toda coordenação do Programa de Pós-graduação em Odontologia, que me deram total apoio e compreensão durante a gravidez, em especial o coordenador Rodrigo Villamarim, e as secretárias Silvania Martins Ferreira e Maria Angélica Paradizi Rodrigues

Agradeço à minha banca, Professor Dr. Luís Henrique Andrade Maia (PUC Minas) e Professor Dr. Ricardo Rodrigues Vaz (UFMG), por fazerem considerações relevantes e pertinentes.

Por fim, agradeço cada um que derramou energias positivas e luz ao cruzar comigo nessa trajetória. Agradeço a cada palavra doce e encorajadora que me evoluíram para melhor e conseguir chegar aqui sem desistir.

“Consagre ao Senhor tudo o que faz e os seus planos serão bem-sucedidos. [...] É melhor obter sabedoria do que ouro! É melhor obter entendimento do que prata!”

Provérbios 16:3,16

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência à flexão biaxial de quatro resinas compostas (Z100 - 3M, Filtek Z350 XT - 3M, IPS Empress Direct - Ivoclar Vivadent e Palfique LX5 - Tokuyama) de diferentes composições e na cor A2, submetidas a dois tempos de fotoativação e, em seguida, pós-cura com calor e pressão. Foram confeccionados 480 discos de resinas compostas com espessura e diâmetro de, respectivamente, 0,5 mm e 7 mm, sendo 120 discos de cada resina composta. Desses 120 discos, 60 foram fotoativados por 20 segundos, os outros 60 por 60 segundos. Em seguida, metade de cada grupo fotoativado (n=30) foi submetido à pós-cura por calor e pressão e a outra metade (n=30) não. Posteriormente, os discos foram armazenados em água destilada por 24 horas antes dos testes realizados. Após a análise estatística, verificou-se que as resinas Z100 e Filtek Z350 tiveram maior valor de resistência à flexão biaxial nos grupos de 20 e 60 segundos no método convencional. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os tempos de 20 e 60 segundos em nenhuma das resinas fotopolimerizadas. Na condição de 20 segundos pós-cura, os maiores valores são atingidos pelas resinas Z100 (18.65 MPa) e Filtek Z350 (24.71 MPa), enquanto na condição de 60 segundos e pós-cura o melhor resultado alcançado foi com a resina Z100 (64.88 MPa). A resina IPS Empress Direct foi a que apresentou menor valor (7.56 MPa) entre os materiais da condição 60 segundos com pós-cura. Houve decréscimo da resistência à flexão biaxial, estatisticamente significativa, na resina Z100 que recebeu o processo de polimerização por 20 segundos e pós-cura (18.65 MPa), quando comparada à polimerização convencional (28.29 MPa). No grupo de 60 segundos, a Z100 mostra um aumento de resistência à flexão biaxial, estatisticamente significativa, quando submetida ao processo de pós-cura. Já para a IPS Empress Direct esse processo levou à redução do valor de resistência à flexão biaxial. Portanto, não há necessidade de fotopolimerizar as resinas excedendo o tempo de recomendação pelo fabricante, no método convencional. O protocolo de pós cura promoveu aumento da resistência à flexão biaxial apenas para a resina Z100 fotopolimerizada por 60 segundos.

Palavras-chave: Resistência à flexão. Resinas compostas. Fotopolimerização de adesivos dentários. Polimerização.

ABSTRACT

The objective of the study was to evaluate the biaxial flexural strength of four composite resins (Z100 - 3M, Filtek Z350 XT - 3M, IPS Empress Direct - Ivoclar Vivadent and Palfique LX5 - Tokuyama) of different compositions and in color A2, light-cured in two stages, and then, post-cure using heat and pressure. There were 480 composite resins disks, were made with thickness and diameter, respectively, 0.5 mm and 7 mm, being 120 disks of each one. Of these 120 disks, 60 were light-cured for 20 seconds, the other 60 for 60 seconds. Then, half of each photoactivated group ($n = 30$) was subjected to post-cure using heat and pressure and the other half ($n = 30$) was not. Next, the disks were stored in distilled water for 24 hours before testing. After the statistical analysis, it was found that the composite Z100 and Filtek Z350 had a higher value of biaxial flexural strength in the groups of 20 and 60 seconds in the conventional method. There was no statistically significant difference between the times of 20 and 60 seconds in any of the photopolymerized resins. In the condition of 20 seconds post-cure, the highest values are achieved in resins Z100 (18.65 MPa) and Filtek Z350 (24.71 MPa), while in the condition of 60 seconds and post-cure the best result was achieved with composite Z100 (64.88 MPa). The IPS Empress Direct was the one with the lowest value (7.56 MPa) among the materials in the 60 second condition with post-cure. There was a statistically significant decrease of the biaxial flexural strength in the Z100 composite that completed the polymerization process for 20 seconds and post-cure (18.65 MPa), when compared to conventional polymerization (28.29 MPa). In the 60-second group, the Z100 shows a statistically significant increase in resistance to biaxial flexion when subjected to the post-cure process. For IPS Empress Direct, this process led to a reduction in the biaxial flexural strength value. Therefore, there is no need to light-cured the composite resins exceeding the manufacturer's recommendation time, in the conventional method. The post cure protocol promoted increase in biaxial flexural strength only for the Z100 resin light-cured for 60 seconds

Keywords: Flexural strength. Composite resins. Light curing of dental adhesives. Polymerization.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	19
2 OBJETIVOS	23
2.1 Objetivo geral	23
2.2 Objetivos específicos	23
3 MATERIAL E MÉTODOS	25
3.1 Materiais	25
3.2 Confeção das amostras	26
3.3 Tratamento térmico adicional (calor e pressão)	29
3.4 Armazenamento das amostras	30
3.5 Teste de Resistência à Flexão Biaxial	31
3.6 Análise estatística	33
4 ARTIGO CIENTÍFICO	35
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	53
REFERÊNCIAS	54

1 INTRODUÇÃO

Dentre os materiais restauradores a resina composta fotoativada é um dos materiais mais utilizado na odontologia restauradora clínica, uma vez que atende a um excelente custo-benefício. Isto é, a resina composta promove estética ao paciente, com custo e tempo de tratamento menor - quando comparada aos materiais cerâmicos -, tratamentos conservadores e é de fácil manuseio clínico.

Desde a sua introdução ao final dos anos 1950, por Rafael Bowen, até os nanocompósitos recentes, a resina composta é alvo de muitas pesquisas, evoluindo em suas propriedades químicas e físicas (FERRACANE, 2011; RUEGGEBERG, 2002).

Seus componentes base são: matriz orgânica, partículas inorgânicas (carga) e agente de união. Além desses, há os componentes adicionais que são os pigmentos de coloração, o sistema iniciador-ativador (canforoquinona + amina terciária) - responsáveis por desencadear a polimerização do compósito - e estabilizadores (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; FERRACANE, 2011; MELO JÚNIOR *et al.*, 2011; STANSBURY, 2000).

A matriz orgânica é constituída por monômeros dimetacrilato aromáticos e/ou alifáticos - tais como bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (Bis-GMA), Bisfenol A polietilenoglicol diéter dimetacrilato (Bis-EMA), dimetacrilato de uretano (UDMA), o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA) e etileno glicol dimetilacrilato (EGDMA) – gerando alta resistência e rigidez (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; FERRACANE, 2011; GAJEWSKI, 2012; MELO JÚNIOR *et al.*, 2011).

Já a inorgânica é composta por carga mineral transparente (quartzo, sílica, vidros de bário, zinco, estrôncio e zircônio, vidros de borossilicato de alumínio e lítio), cuja função básica é aumentar as propriedades mecânicas da resina composta e minimizar a quantidade de matriz orgânica, favorecendo a redução de contração de polimerização, do coeficiente de expansão térmica e da absorção de água.

Como agente de união da parte orgânica com a inorgânica destaca-se o silano (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; HABIB *et al.*, 2015; MELO JÚNIOR *et al.*, 2011;).

As propriedades químicas se baseiam na maneira como as moléculas se interagem, se combinam e se alteram de acordo com o que elas são expostas. O grau de conversão é a medida percentual da quebra das ligações duplas de carbono

convertidas em ligações simples, durante a polimerização dos monômeros (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; DA SILVA *et al.*, 2008; PEUTZFELDT, 1997).

Para obter sucesso no processo restaurador, é preciso que a resina sofra um adequado grau de conversão, ou seja, boa quantidade de monômeros resinosos (60%) devem ser sensibilizados no processo de polimerização (ALSHALI *et al.*, 2015). Dentre os fatores que influenciam o grau de conversão têm-se o tipo de fotopolimerizador, a distância entre a luz emitida e o compósito resinoso - quanto mais próximo à fonte de luz maior será a quantidade de monômeros polimerizados -, o tamanho do incremento de resina composta na cavidade, opacidade da resina, entre outros (DA SILVA *et al.*, 2008).

Para o desencadeamento da reação de polimerização, as resinas compostas fotopolimerizáveis têm como sistema iniciador-ativador a combinação entre a canforoquinona e uma amina terciária – que é utilizada para acelerar o processo, por exemplo, dimetilaminoetil metacrilato (DMAEMA). Esse sistema é sensibilizado com o comprimento de onda de luz azul entre 400 e 500 nm, que está presente nos fotopolimerizadores. Ao receber a luz, a canforoquinona alcança um estado de excitação e interage com a amina, formando-se radicais livres da canforoquinona e da amina. Os radicais livres da canforoquinona são desativados por extrair um hidrogênio do grupo amino. Então, durante a fotoativação, apenas radicais livres amino são capazes de realizar a reação de polimerização por adição (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013; FERRACANE, 2011; NOMOTO, 1997; PRICE; FELIX, 2009; STANSBURY, 2000).

Além da fotoativação, a polimerização pode ser complementada por um tratamento adicional, como calor e pressão, que podem ser feitos sob condições ambientais controladas. Esses tratamentos adicionais levam a um aumento no grau de conversão, a melhoria das propriedades mecânicas, estabilidade de cor e uma redução do desgaste desses materiais (CESAR; MIRANDA; BRAGA, 2001; LEE *et al.*, 2011; POSKUS *et al.*, 2009). A autoclave pode ser usada para esta finalidade, pois seu funcionamento é baseado na aplicação de calor e pressão (DIAS *et al.*, 2020; DIMER *et al.*, 2015; GRAZIOLI *et al.*, 2019).

Dentro das propriedades físicas, há um subgrupo baseado nas leis da mecânica que estuda a dureza, tensões, propriedade elásticas, propriedades de resistência, e outras mais. Todo material restaurador precisa ter integridade mecânica suficiente para suportar as forças atuantes na cavidade oral por um longo

período. Por isso é relevante o estudo dessas propriedades para o dia a dia clínico, uma vez que uma das principais falhas é devido à fratura, seja pela qualidade do material ou pela técnica (BACK *et al.*, 2015; ILIE *et al.*, 2017). As propriedades mecânicas são relevantes para a durabilidade dos compósitos (DALTOÉ *et al.*, 2013; REIS *et al.*, 2013) e está relacionada com a matriz de preenchimento, que inclui fatores tais como a forma, o tipo, número e distribuição de partículas de carga. Ou seja, consistem nas medidas de resistência dos materiais, se eles sofrem alguma deformação, trinca ou fratura após a exposição de uma força, pressão ou tensão (BEUN *et al.*, 2007).

Resistência a uma força é o quanto que um material suporta até o momento em que ocorra a deformação plástica ou a sua fratura (ANUSAVICE; SHEN; RAWLS, 2013). O teste de resistência à flexão biaxial é um método em que a amostra em forma de disco é colocada no topo de um suporte, seja um suporte de três pontas ou em um anel que suporta toda a circunferência da amostra. (ASTM F394-78, 1996; ILIE *et al.*, 2017). Neste estudo, o ensaio mecânico utilizou corpos de prova em forma de disco, apoiados sobre um suporte vazado com borda de 45°. E então foram submetidos a um carregamento mecânico, através do contato de um pistão feito de metal. O pistão metálico desce de forma controlada ao encontro da borda do suporte inferior e força o corpo de prova até o momento de sua deformação.

A medida do corpo de prova e a força necessária para deformá-lo são anotadas e, posteriormente, o valor de resistência biaxial é determinada por meio de uma fórmula matemática. Assim, com esse tipo de ensaio é possível avaliar a resistência biaxial de pequenos incrementos de resina composta.

Mais especificamente, pode-se avaliar um tipo característico de resina composta, aquela que possui a tonalidade de esmalte, que toda empresa possui atualmente. Este incremento pode ser então isolado e estudado separadamente do núcleo do material, logo, a metodologia do presente estudo foi o ensaio de resistência à flexão biaxial de pequenos incrementos de resina composta na cor de esmalte. Essa intenção foi gerada a partir da escassez de estudos na literatura que abordam o efeito de diferentes técnicas em algum tipo de propriedade mecânica da resina composta.

De posse ao conhecimento adquirido, o objetivo dessa pesquisa foi de avaliar a resistência à flexão biaxial em resinas compostas diretas que receberam

fotopolimerizações em dois tempos de exposição à luz e, também, com tratamento pós-cura através de calor e pressão ou não.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar a resistência à flexão biaxial de quatro tipos de resinas compostas diretas (Z100 - 3M, Filtek Z350 XT - 3M, IPS Empress Direct - Ivoclar Vivadent e Palfique LX5 - Tokuyama) em diferentes tempos de fotoativação (20s e 60s), submetidas em sequência ao tratamento de pós-cura com autoclave e armazenadas em água destilada 24 horas antes do teste mecânico.

2.2 Objetivos específicos

- a) avaliar qual o tipo de resina composta direta tem a maior resistência à flexão biaxial no tempo de fotoativação em 20 segundos;
- b) avaliar qual o tipo de resina composta direta tem a maior resistência à flexão biaxial no tempo de fotoativação em 60 segundos;
- c) avaliar o efeito da aplicação do calor e pressão como método de pós-cura nas resinas compostas polimerizadas por 20 segundos;
- d) avaliar o efeito da aplicação do calor e pressão como método de pós-cura nas resinas compostas polimerizadas por 60 segundos.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Materiais

Foram avaliadas quatro marcas resinas compostas diretas para esmalte de diferentes composições, sendo elas: Resina Z100™ (3M/ESPE, St Paul MN, Estados Unidos), Filtek™ Z350 XT (3M/ESPE, St Paul MN, Estados Unidos), IPS Empress Direct (Ivoclar Vivadent, AG, Schaan/Liechtenstein, Alemanha) e Palfique LX5 (Tokuyama, Japão). O Quadro 1 apresenta as características dessas resinas.

Quadro 1: Características técnicas dos materiais testados

RESINAS	FABRICANTE	CLASSIFICAÇÃO	LOTE	VALIDADE	COMPOSIÇÃO (% por peso)
Z100™	3M/ESPE, St Paul MN, Estados Unidos.	Micro-híbrida	182670 0549	30/09/2021	Cerâmica silanizada tratada (80-90%); Dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA) (1-10%); Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (Bis-GMA) (1-10%); 2-Benzotriazolil-4-metilfenol (0.1416-0.145%).
Filtek™ Z350 XT	3M/ESPE, St Paul MN, Estados Unidos.	Nanoparticulada	181660 0592	abr/21	Cerâmica silanizada tratada (60-80%); Sílica tratada de silano (1-10%); Dimetacrilato de uretano (UDMA) (1-10%); Bisfenol A polietilenoglicol diéter dimetacrilato (Bis-EMA) (1-10%); Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (Bis-GMA) (1-10%); Cerâmica de zircônia, superfície modificada com 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano, material a granel (1.96-5%); Polietilenoglicol dimetacrilato (PEGDMA) (< 5%); Dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA) (0.2364- 0.99587375%).
IPS Empress Direct	Ivoclar Vivadent, AG, Schaan/ Liechtenstein, Alemanha.	Nano-híbrida	X20930	21/08/2021	Dimetacrilato de uretano (UDMA) (10-<25%); Trifluoreto de itérbio (2,5-10%); Dimetacrilato de dimetanol de triciclododecano (2,5-10%); Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (Bis-GMA) (2,5-10%).
Palfique LX5	Tokuyama, Japão.	supra- nano-particulada	E7201 e E7501	11/2020 e 02/2022	Dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA) (1-10%); Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (Bis-GMA) (1-10%); Sílica-zircônio (82%).

Fonte: Elaborado pela autora com informações do manual técnico e home page de cada resina composta

A escolha dessas resinas deve-se ao seu uso por todo o mundo, por conterem o mesmo padrão de escala de cor – escala VITA - e apresentarem cores de esmalte específicas mais translúcidas no matiz/croma A2.

O fotopolimerizador utilizado foi o VALO[®] (ULTRADENT – USA), com base LED (Light Emitting Diode), potência de 1000 mW/cm².

A autoclave utilizada é a vapor sob pressão Vitale Class (Cristófoli Biossegurança – Brasil), com 12 litros de capacidade e potência 1.200 Watts. Este equipamento cumpre a norma NBR ISO 13485.

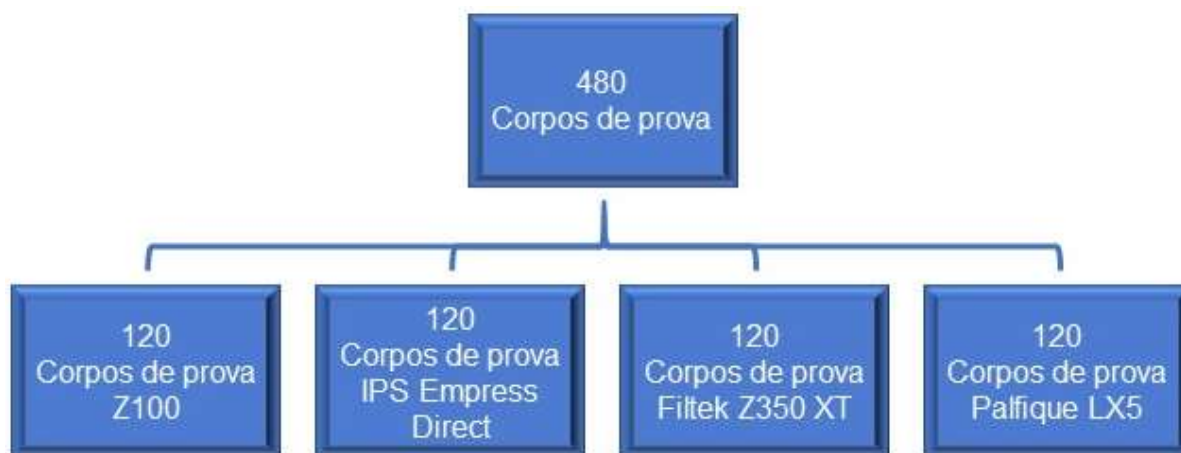
O paquímetro digital para aferir a espessura dos corpos de prova foi o VONDER[®] - modelo: PD 150/150 mm.

Os recipientes de armazenamento dos discos de resina confeccionados foram microtubos de Eppendorf (1,5 ml) e a substância escolhida foi a água destilada.

3.2 Confeção das amostras

As amostras foram confeccionadas em formato de disco por meio de uma matriz de silicone, desse modo uniformizando o diâmetro (7 mm) e a espessura (0,5 mm). Ao todo, foram 480 discos de resinas, sendo 120 discos de cada resina composta (Figura 1).

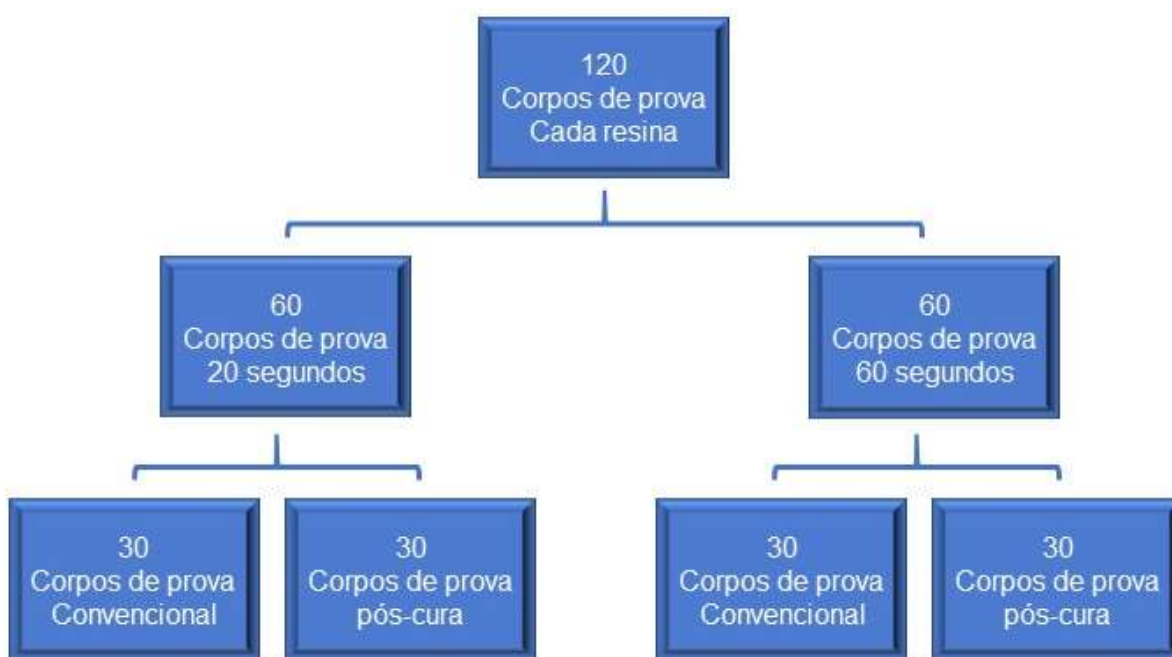
Figura 1: Fluxograma confecção das amostras – total das amostras referente a cada resina composta



Fonte: Elaborado pela autora

Desses 120 discos, 60 foram fotoativados por 20 segundos (recomendação do fabricante), os outros 60 por 60 segundos (excedendo essa recomendação). Em seguida, metade de cada grupo fotoativado ($n=30$) foi submetido à pós-cura por calor e pressão e a outra metade ($n=30$) não (Figura 2). Posteriormente, os discos foram armazenados em água destilada por 24 horas antes dos testes realizados.

Figura 2: Fluxograma confecção das amostras – separação dos grupos por tempo de fotopolimerização e pós-cura



Fonte: Elaborado pela autora

Com auxílio de uma espátula de resina, acomodou-se a resina sobre o molde e colocou uma tira de poliéster sobre ela simulando o polimento (Figura 3).

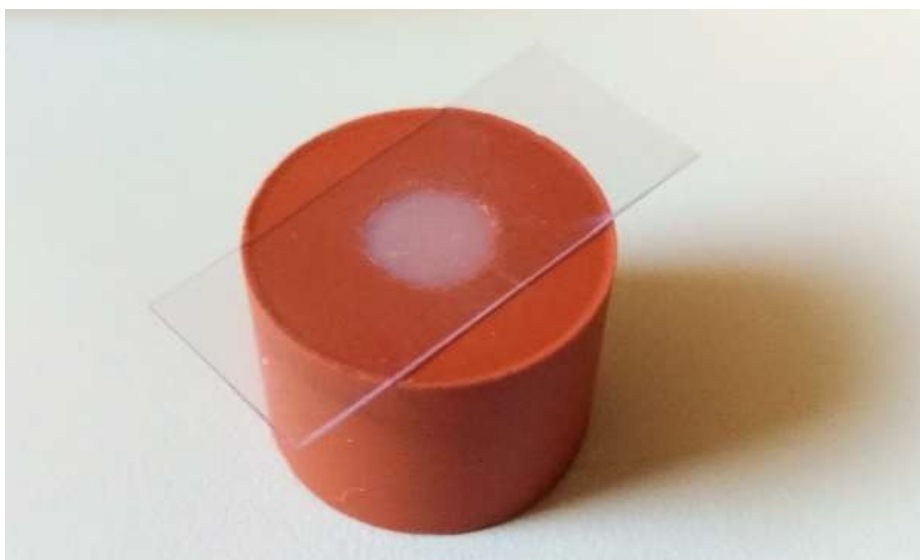
Figura 3: Acomodação da resina composta na matriz de silicone com auxílio da espátula de resina



Fonte: Elaborado pela autora

Assentou-se uma lamínula de microscópio ótico sobre a tira de poliéster e aplicou uma pressão manual sobre ela, fazendo escoar possíveis excessos e tornando a superfície uniforme (Figura 4).

Figura 4: Tira de poliéster sobre a resina, após a pressão manual sobre a lamínula de microscópio



Fonte: Elaborado pela autora

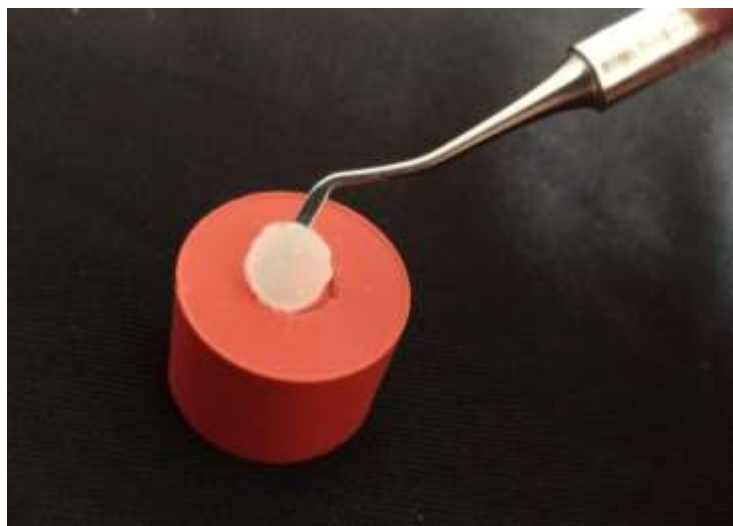
Em seguida, retirou a lâmina e realizou a fotopolimerização com o VALO® (ULTRADENT – USA) a uma distância de 1 mm entre o fotopolimerizador e o disco de resina (Figuras 5 e 6).

Figura 5: Fotopolimerização do disco de resina



Fonte: Elaborado pela autora

Figura 6: Disco fotopolimerizado



Fonte: Elaborado pela autora

3.3 Tratamento térmico adicional (calor e pressão)

Metade de todos os discos de resina - 240 corpos de prova, sendo 60 discos de cada resina composta e desses 60, 30 discos de cada tempo (20 e 60 segundos) - foram submetidos a um tratamento térmico adicional por meio de uma autoclave.

Cada grupo de resina e fotoativação foi embalado de forma adequada (Figura 7) para uso em autoclave e aplicou-se um ciclo de esterilização de acordo com as instruções do fabricante da autoclave para esterilização de instrumental odontológico. O ciclo correspondeu a um tempo de aquecimento de 10 a 35 minutos, com uma temperatura de 134°C a uma pressão de 216 kPa (2.2 kgf/cm²), tempo de esterilização de 10 minutos e tempo de secagem de 35 minutos (temperatura máxima de secagem 120°C). Esse processo é chamado de pós-cura.

Figura 7: Discos embalados para serem auto clavados

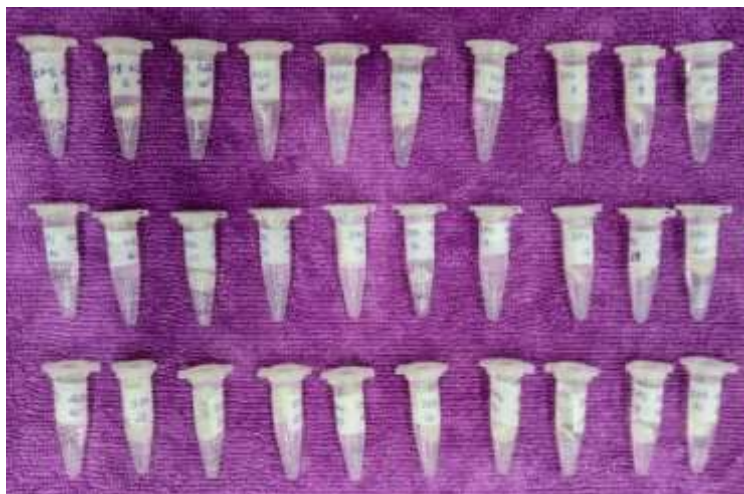


Fonte: Elaborado pela autora

3.4 Armazenamento das amostras

Cada disco foi armazenado em um microtubos Eppendorf (1,5 ml), preenchidos por completo com água destilada, fechados e armazenados em local fresco com temperatura ambiente por 24 horas (Figura 88).

Figura 8: Armazenamento das amostras em microtubos Eppendorf



Fonte: Elaborado pela autora

Imediatamente após a retirada da água, aferiu-se a espessura de cada corpo de prova com um paquímetro digital (VONDER® - modelo: PD 150/150 mm) e suas medidas foram anotadas em uma planilha apropriada. Em seguida, realizou-se o teste.

3.5 Teste de Resistência à Flexão Biaxial

Após obter as amostras, todas foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão biaxial. Os corpos de prova foram centralizados na borda do suporte inferior (vazado com borda de 45°) do dispositivo para depois serem submetidos à carga mecânica no centro da porção superior do disco, através do contato de um pistão feito de metal (Figura 9).

Figura 9: Dispositivo superior e inferior consecutivamente



Fonte: Elaborado pela autora

O pistão metálico desce de forma controlada ao encontro da borda do suporte inferior e força o corpo de prova até o momento de sua deformação (Figura 10). A máquina de ensaio universal estava equipada com célula de carga de 500 N (EMIC DL 500, Curitiba Paraná, Brasil) com programação de descida constante na velocidade de 0,5mm/minuto.

Figura 10: Dispositivo acoplado à máquina de ensaio e disco apoiado



Fonte: Elaborado pela autora.

Um computador acoplado à máquina de ensaio registrou a carga em Newtons (N) alcançada no momento de deformação de cada amostra. Este valor juntamente com as dimensões de espessura de cada disco foi aplicado à seguinte fórmula para cálculo da resistência à flexão biaxial de cada resina composta direta (HSUEH; LANCE; FERBER, 2005):

$$\sigma_{bf} = \frac{3P(1+\nu)}{4\pi t^2} \left[1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \frac{1-\nu}{1+\nu} \left[1 - \frac{b^2}{2a^2} \right] \frac{a}{R^2} \right]$$

Nessa equação temos que:

P = carga (N);

ν = coeficiente de Poisson da resina;

t = espessura da resina (mm);

a = diâmetro do suporte metálico (mm);

b = diâmetro da haste metálica (mm);

R = raio do corpo de prova (mm).

Sendo o valor do Coeficiente de Poisson (ν) definido como 0,27 (DE JAGER; PALLAV; FEILZER, 2004).

3.6 Análise estatística

Os valores em MegaPascal (MPa), dentro de cada condição experimental, foram submetidos ao teste Análise de Variância um fator e teste de post-hoc Tukey, com $p < 0.05$, para a comparação entre a polimerização por 20 e 60 segundos das resinas, no modo convencional e com pós-cura. O teste t ($p < 0,05$) foi usado para analisar possíveis diferenças em cada tempo (20 ou 60 segundos) dentro de cada condição de polimerização: sem e com pós-cura.

4 ARTIGO CIENTÍFICO

A proposta de artigo, de acordo com o tema da pesquisa, será enviada para publicação na revista Journal of Materials Science com o título:

Evaluation of biaxial flexural strength in direct composite resins using different light-curing times and post-cure using heat and pressure

A realização do artigo seguiu as normas da revista **Journal of Materials Science (Qualis B1)**, disponíveis no site para apreciação: <https://www.springer.com/journal/10853/submission-guidelines>.

EVALUATION OF BIAXIAL FLEXURAL STRENGTH IN DIRECT COMPOSITE RESINS USING DIFFERENT LIGHT-CURING TIMES AND POST-CURE USING HEAT AND PRESSURE

Manuela Regina Gomes Machado^{1*}, Larissa Costa de Souza Lima¹, Paulo Isaias Seraidarian², Alberto Nogueira da Gama Antunes²

¹ Master's student, Posgraduate Program in Dentistry, Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brazil.

² Adjunct Professor, Department of Dentistry, Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brazil.

Correspondence to the author: Manuela Regina Gomes Machado E-mail: manuela.machado@sga.pucminas.br; Phone: +55 31 99379-1708.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the biaxial flexural strength of four composite resins of different compositions, light-cured in two stages, and then, post-cure using heat and pressure. There were made 480 composite resin disks, being 120 disks each one. Of these 120 disks, 60 were light-cured for 20 seconds, the other 60 for 60 seconds. Then, half of each photoactivated group ($n = 30$) was subjected to post-cure using heat and pressure and the other half ($n = 30$) was not. Next, the disks were stored in distilled water for 24 hours before testing. After the statistical analysis, it was found that the composite Z100 and Filtek Z350 had a higher value of biaxial flexural strength in the groups of 20 and 60 seconds in the conventional method. In the condition of 20 seconds post-cure, the highest values are achieved by Z100 (18.65 MPa) and Filtek Z350 (24.71 MPa). While in the condition of 60 seconds post-cure the best result was achieved with the Z100 (64.88 MPa) and the lowest value was the IPS Empress Direct (7.56 MPa). There was a statistically significant decrease in biaxial flexural strength in the Z100 that received the light-curing for 20 seconds and post-cure (18.65 MPa), when compared to conventional polymerization (28.29 MPa). Therefore, there is no need to light-cure the composites exceeding the manufacturer's recommended time, in the conventional method. The post-cure protocol promoted increase in biaxial flexural strength only for the Z100 light-cured for 60 seconds.

Keywords: Flexural strength. Composite resins. Light-curing of dental adhesives. Polymerization.

INTRODUCTION

Among the restorative materials, the composite resin is one of the most used materials in clinical restorative dentistry, as it caters to a cost-benefit. Since its introduction in the late 1950s, by Rafael Bowen, to recent nanocomposites, composite resin has been the subject of much research, evolving in its chemical and physical properties [1,2].

Its basic components are: organic matrix, inorganic particles (filler) and bonding agent. Besides these, there are additional components which are the coloring pigments, the initiator-activator system (camphorquinone + tertiary amine) - responsible for triggering the polymerization of the composite - and stabilizers [2, 3-5].

The chemical properties are based on how the molecules interact, combine and change according to which they are exposed. The degree of conversion measured is the percentage of breakage of carbon double bonds converted to single bonds during polymerization of monomers [5-7]. To succeed in restoration process, it is necessary that the resin undergoes an adequate degree of conversion, that is, good amount of resin monomers (60%) must be sensitized in the polymerization process [8].

To trigger the polymerization reaction, the composite resins have the combination of camphorquinone and a tertiary amine as a primer-activator system - which is used to accelerate the process.

In addition to photoactivation, polymerization can be complemented by additional treatment, such as heat and pressure, which can be carried out under controlled environmental conditions. These additional treatments lead to an increase in the degree of conversion, an improvement in the mechanical properties, color stability and a reduction in the wear of these materials. [9-11]. The autoclave may be used for this purpose because its operation is based on the application of heat and pressure [12-14].

Within the physical properties, there is a subgroup based on the laws of mechanics that consist of the measures of resistance of the materials, if they undergo any change when exposed to a force, pressure or tension [15].

A resistance force is as a support material until the time at which plastic deformation or a fracture [5]. The biaxial flexural strength test is a method in which the shaped sample disk is placed on top of a support, either a three-legged support

or on a ring that supports the entire circumference of the sample [16,17]. In this study, the mechanical test used disk-shaped specimens, supported on a hollow support with a 45° edge. And then they were subjected to mechanical loading, through the contact of a piston made of metal. The metallic piston descends in a controlled way to the edge of the lower support and forces the specimen up to the moment of its deformation.

The measurement of the specimen and the force required to deform it are noted and, subsequently, the biaxial strength value is determined by means of a mathematical formula. Thus, with this type of test can evaluate the biaxial strength resin made small increments.

More specifically, can evaluate a characteristic type of composite resin, one that has shade of enamel, which every company currently has. This increment can then be isolated and studied separately from the core of the material, therefore, the methodology of the present study was the biaxial flexural strength test of small increments of composite resin in the color of enamel. This intention was generated from the scarcity of studies in the literature that address the effect of different techniques on some type of mechanical property of composite resin.

With the knowledge acquired, the objective of this research was to evaluate the biaxial flexural strength on in direct composite resins that received photopolymerizations in two times of exposure to light and, also, with post-cure treatment through heat and pressure or not.

MATERIALS AND METHODS

Materials

Four direct composite resins brands for enamel of different compositions were evaluated, as follow: Z100 TM Resin (3M / ESPE, St Paul MN, United States), Filtek TM Z350 XT (3M/ESPE, St Paul MN, United States), IPS Empress Direct (Ivoclar Vivadent, AG, Schaan/Liechtenstein, Germany) and Palfique LX5 (Tokuyama, Japan). Figure 1 shows the characteristics of these composites.

The photopolymerizer used was VALO® (ULTRADENT - USA), with LED base (Light Emitting Diode), power of 1,000 mW/cm².

The autoclave used is a steam under pressure Vitale Class (Biosafety Cristófoli - Brazil), with 12 liters capacity and power 1,200 Watts. This equipment complies with the NBR ISO 13485 standard.

The digital caliper to measure the thickness of the specimens was VONDER®

- Model: PD 150/150 mm.

The storage containers for the samples were Eppendorf microtubes (1.5 ml) and the substance chosen was distilled water.

Figure 1: Technical characteristics of the tested materials

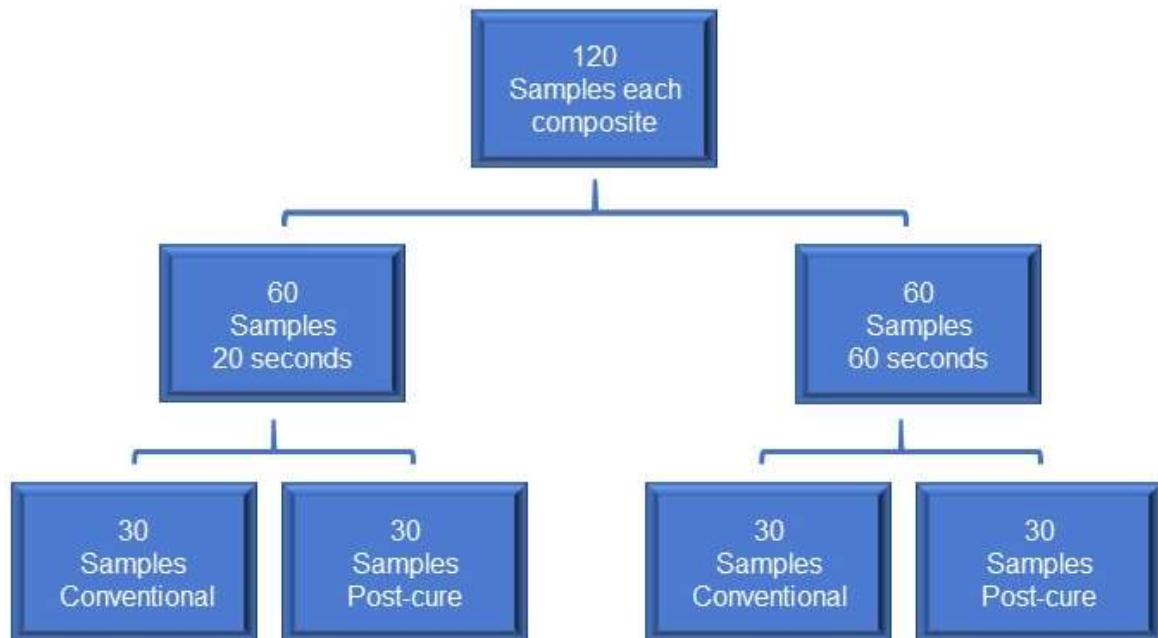
COMPOSITE	MANUFACTURER	CLASSIFICATION	LOT	SHELF LIFE	COMPOSITION (% WEIGHT)
Z100™	3M/ESPE, St Paul MN, USA.	Micro-hybrid	1826700 549	30/09/2021	Ceramics treated silanized (80-90%); Triethyleneglycol dimethacrylate (TEGDMA) (1-10%); Bisphenol A diglycidyl ether dimethacrylate (Bis-GMA) (1-10%); 2-Benzotriazolyl-4-methylphenol (0.1416-0.145%).
Filtek™ Z350 XT	3M/ESPE, St Paul MN, USA.	Nanofiller	1816600 592	abr/21	Ceramics treated silanized (60-80%); Silane treated silica (1-10%); Urethane dimethacrylate (UDMA) (1-10%); Bisphenol A polyethylene glycol diether dimethacrylate (Bis-EMA) (1-10%); Bisphenol A diglycidyl ether dimethacrylate (Bis-GMA) (1-10%); Zirconia ceramic, surface modified with 3-methacryloxypropyltrimethoxy silane, bulk material (1.96-5%); Polyethylene glycol dimethacrylate (PEGDMA) (<5%); Triethyleneglycol dimethacrylate (TEGDMA) (0.2364- 0.99587375%).
IPS Empress Direct	Ivoclar Vivadent, AG, Schaan/ Liechtenstein Germany.	Nano-hybrid	X20930	21/08/2021	Urethane dimethacrylate (UDMA) (10- <25%); Ytterbium trifluoride (2.5-10%); Tricyclodecane dimethanol dimethacrylate (2.5-10%); Bisphenol A diglycidyl ether dimethacrylate (Bis-GMA) (2.5-10%).
Palfique LX5	Tokuyama, Japan.	Supra nano-filler	E7201 e E7501	11/2020 e 02/2022	Triethyleneglycol dimethacrylate (TEGDMA) (1-10%); Bisphenol A diglycidyl ether dimethacrylate (Bis-GMA) (1-10%); Silica-zirconium (82%).

Source: Prepared by the author with information from technical manual and home page of each composite

Sample making

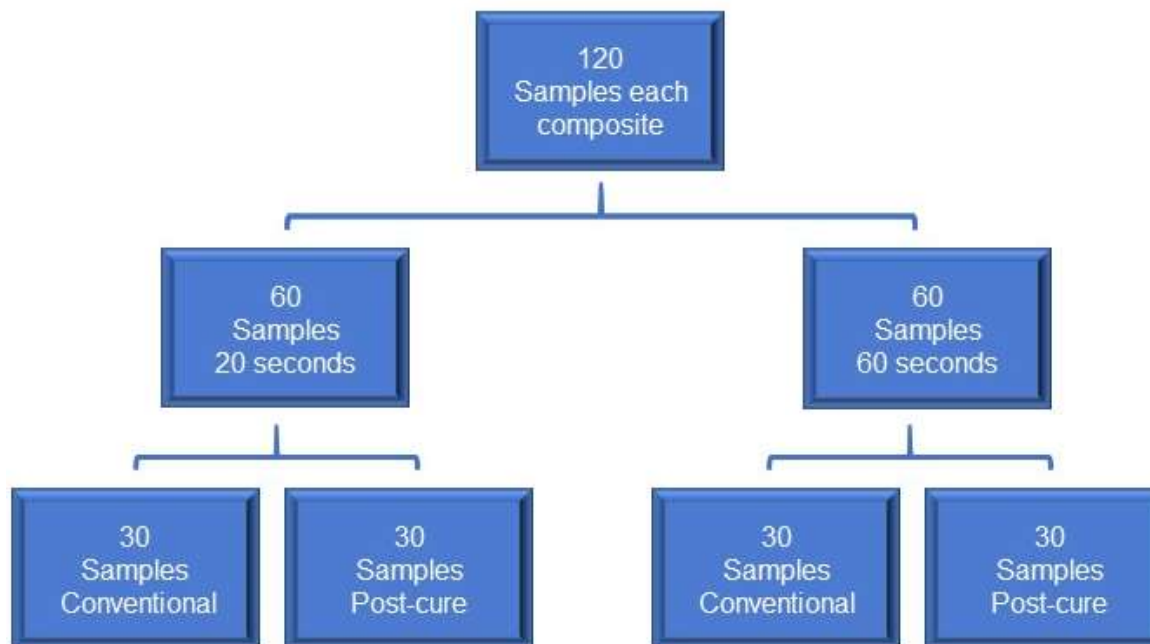
The samples were made in a disk format using a silicone matrix, thereby standardizing the diameter (7 mm) and thickness (0,5 mm). Altogether, there were 480 composite resins disks, being 120 of each one (Figure 2).

Figure 2: Flowchart for making sample - total sample for each composite resin



Of these 120 disks, 60 were light-cured for 20 seconds (manufacturer's recommendation), the other 60 were photoactivated for 60 seconds (exceeding this recommendation). Then, half of each photoactivated group ($n = 30$) was subjected to post-curing by heat and pressure and the other half ($n = 30$) was not (Figure 3). Subsequently, the disks were stored in distilled water for 24 hours before of the tests. With the resin spatula, the composite resin was accommodated on the mold and placed a strip of polyester on it simulating the polishing. An optical microscope coverslip was seated on the polyester strip and applied manual pressure on it, allowing possible excesses to flow and making the surface uniform. Then, the blade was removed and carried out the photopolymerization with VALO® (ULTRADENT - USA) at distance of 1 mm between the photopolymerizer and the sample.

Figure 3: Flowchart for making sample - separation of the groups by time of light curing and post-cure



Additional heat and pressure treatment

Half of all resin disks - 240 specimens, being 60 disks of each composite resin and of these 60, 30 disks each time (20 and 60 seconds) - were subjected to an additional heat treatment using an autoclave.

Each group of composite resin and photoactivation was properly packaged for use in an autoclave and a sterilization cycle was applied according to the instructions of the autoclave manufacturer for sterilization of dental instruments. The cycle corresponded to a heating time of 10 to 35 minutes, with a temperature of 134°C at a pressure of 216 kPa (2.2 kgf/cm²), sterilization time of 10 minutes and drying time of 35 minutes (maximum temperature drying temperature 120°C). This process is called post-cure.

Sample storage

Each disk was stored in an Eppendorf microtube (1.5 ml) completely filled with distilled water, sealed and stored in a cool room temperature for 24 hours. Immediately after removal of water, has measured the thickness of each test piece with a digital caliper (VONDER® - Model: PD 150/150 mm) and their measurements were recorded on an appropriate sheet. Then, the test was performed.

Biaxial Flexural Strength Test

After obtaining samples, they were subjected to the biaxial flexural strength test. The samples were centered on the lower support edge (edge cast with 45°) of the device and then being specimen subjected to mechanical load on the top center portion of the disk, through contact of a piston made of metal.

The metal piston descends in a controlled way to the edge of the lower support and forces the sample up to the moment of its deformation. The universal testing machine was equipped with a 500 N load cell (EMIC DL 500, Curitiba Paraná, Brazil) with constant descent programming at a speed of 0.5 mm/minute.

A computer attached to the testing machine recorded the load in Newtons (N) achieved at the moment of deformation of each sample. This value together with the thickness dimensions of each disk was applied to the following formula to calculate the biaxial flexural strength of each composite resin direct [18]:

$$\sigma_{bf} = \frac{3P(1 + \nu)}{4\pi t^2} \left[1 + 2\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \frac{1 - \nu}{1 + \nu} \left[1 - \frac{b^2}{2a^2} \right] \frac{a}{R^2} \right]$$

In this equation we have:

P = load (N);

ν = Poisson's ratio of the composite;

t = thickness of the composite disk (mm);

a = metal support diameter (mm);

b = metal stem diameter (mm);

R = specimen radius (mm).

Being the Poisson's ratio (ν) value defined as 0.27 [Sendo o valor do Coeficiente de Poisson (ν) definido como 0,27 [19].

ANALYSIS

The MegaPascal (MPa) values, within each experimental condition, were subjected to the Analysis of Variance one factor test and Tukey post-hoc test, with $p < 0.05$, for the comparison between the light-curing for 20 and 60 seconds of the composite resins, in conventional and post-cure mode. The t test ($p < 0.05$) was used

to analyze potential differences in each time (20 or 60 seconds) within each polymerization condition: with and without post-cure.

RESULTS

Table 1 shows the values in MPa of undergoing photoactivation groups only in the conventional manner without the post cure procedure. In the 20-second group, Z100 (28.51 MPa) and Filtek Z350 (25.89 MPa) achieved the highest values for resistance to biaxial flexion, statistically different from the other groups. Within 60 seconds, the same result occurred - Z100 (30.61 MPa) and Filtek Z350 (26.04 MPa). There was no statistically significant difference between the times of 20 and 60 seconds in any of the photopolymerized resins.

Table 1. Biaxial flexure strength (MPa) and standard deviation (in parentheses) of composite resins subjected to two curing times in the conventional method

	20 seconds	60 seconds
Z100	28.51 (9.83) Aa	30.61(9.39) Aa
Filtek Z350	25.89 (8.16) Aa	26.04 (13.76) Aa
Palfique LX5	12.19 (3.46) Ba	13.69 (4.53) Ba
IPS Empress Direct	13.25 (4.52) Ba	16.59 (4.03) Ba

^{A,B} Averages and standard deviations in columns followed by the same capital letters are not considered statistically different from each other ($p > 0.05$). P values were obtained using Analysis of Variance factor-1 and Tukey post-hoc test. ^{a,b} Average and standard deviation on the lines followed by the same lowercase letters do not show statistically significant differences.

In Table 2, the biaxial flexural strength values of the composite resins subjected to light-cure and post-curing process are available. It is observed that in the condition of 20 seconds post-cure the highest values are achieved by composites Z100 and Filtek Z350 (18.65 MPa and 24.71 MPa, respectively), while in the condition of 60 seconds and post-cure the best result was achieved with Z100 (64.88 MPa). This material obtained a high result, showing a statistically significant difference in relation to the other composites. The Z100 also showed a statistically higher value in the condition of 60 seconds post-cure, when compared to 20 seconds post-cure.

The IPS Empress Direct showed the lowest value (7.56 MPa) among the materials of the condition 60 seconds with post-cure. This value was also considered

lower and significantly different from the 20-second polymerization condition followed by the post-curing process (15.85 MPa).

Table 2. Biaxial flexural strength (MPa) and standard deviation (in parentheses) of composite resins subjected to two curing times followed by the post-cure step

	20 seconds post-curing	60 seconds post-curing
Z100	18.65 (6.58) Ab	64.88 (28.34) Aa
Filtek Z350	24.71 (14.30) Aa	21.00 (9.38) Ba
Palfique LX5	13.54 (5.09) Ba	13.59 (4.99) BCa
IPS Empress Direct	15.85 (4.03) Ba	7.56 (2.53) Cb

^{A,B} Averages and standard deviations in columns followed by the same capital letters are not considered statistically different from each other ($p > 0.05$). P values were obtained using Analysis of Variance factor-1 and Tukey post-hoc test. ^{a,b} Average and standard deviation on the lines followed by the same lowercase letters do not show statistically significant differences.

Table 3. Biaxial flexural strength (MPa) and standard deviation (in parentheses) of composite resins subjected to a time of 20 seconds

	20 seconds	20 seconds post-curing
Z100	28.51 (9.83) a	18.65 (6.58) b
Filtek Z350	25.89 (8.16) a	24.71 (14.30) a
Palfique LX5	12.19 (3.46) a	13.54 (5.09) a
IPS Empress Direct	13.25 (4.52) a	15.85 (4.03) a

^{a,b} Averages and standard deviation in the lines followed by the same lowercase letters do not show statistically significant differences according to the test-t with a significance level of 0.05.

Table 3 shows the comparison of the materials within the time of 20 seconds submitted by two polymerization methods (conventional and with post-cure). There was a decrease in the biaxial flexural strength, statistically significant, in the Z100 composite that received the post-cure process (18.65 MPa), when compared to conventional polymerization (28.51 MPa). The other resins do not show statistical differences between their polymerization methods.

Table 4 provides the comparison between composite resins within 60 seconds submitted to different polymerization protocols. The Z100 shows a statistically significant increase in biaxial flexural strength when subjected to the post-cure process. For IPS Empress Direct, the post-curing process (7.56 MPa) caused a reduction in the biaxial flexural strength value, when compared to the conventional method (15.85 MPa).

Table 4. Biaxial flexural strength (MPa) and standard deviation (in parentheses) of composite resins subjected to a time of 20 seconds

	60 seconds	60 seconds post-curing
Z100	30.61(9.39) b	64.88 (28.34) a
Filtek Z350	26.04 (13.76) a	21.00 (9.38) a
Palfique LX5	13.69 (4.53) a	13.59 (4.99) a
IPS Empress Direct	16.59 (4.03) a	7.56 (2.53) b

^{a,b} Averages and standard deviation in the lines followed by the same lowercase letters do not show statistically significant differences according to the test-t with a significance level of 0.05.

DISCUSSION

Composite resins are used to solve a good part of direct procedures and also have applications for the production of indirect or semi-direct restorations. Thus, the composite resin is made on a die model, subjected to photoactivation of its increments and, after the sculpture is finished, an additional heat cycle is made on the material in order to increase the degree of conversion of its monomers. The expectation of using the additional polymerization method is to improve the durability of the resinous material.

The degree of conversion is the percentage measure of the breakdown of carbon double bonds converted into single bonds, during the polymerization of monomers. Thus, being one of the chemical properties, which are based on how the molecules interact, combine and change according to which they are exposed [5-7].

Among the factors that influence the conversion of monomers have the type of curing, the distance between the light emitted and the composite resin - the closer to the source of greatest light is the amount of polymerized monomers - the size of the resin increment composite in the cavity, resin opacity, among others [7].

When the photoinitiator system is sensitized to the wavelength of blue light (between 400 and 500 nm) present in the photopolymerizers, the camphorquinone reaches a state of excitation and interacts with the amine, forming free radicals of the camphorquinone and the amine. Camphorquinone free radicals are deactivated by extracting a hydrogen from the amino group. Then, during photoactivation, only amino free radicals can carry out the polymerization reaction by addition [2,3,5,20,21]. Many polymer chains are formed during polymerization.

However, in this study can be seen from the results that this method was not always effective in increasing the values of biaxial strength. Resistance to a force is how much a material can withstand until plastic deformation or fracture occurs [5]. It

is found within physical properties, in a subgroup based on the laws of mechanics, which studies hardness, stresses, elastic properties, resistance properties, and more.

All restorative material must have sufficient mechanical integrity to withstand the forces acting on the oral cavity for a long period. So, it is important to study these properties for the day to day clinical, as one of the major flaws is due to fracture, either the quality of the material or the technical [17,22]. Mechanical properties are relevant to the durability of composites [23,24] and it is related to the fill matrix, which includes factors such as the shape, type, number and distribution of charged particles. That is, it consists in the resistance measures of the materials, if they suffer any deformation, crack or fracture after the exposure of a force, pressure or strain [15].

Some authors show high biaxial strength of the composite resin Z100 polymerized in a conventional way when compared to indirect laboratory and CAD/CAM composite resins, and provisional acrylic resins, similar to the results found [24,26]. The same result was found in this study in the time of 20 seconds in the conventional method (28.29 MPa) and in the time of 60 seconds (29.76 MPa in the conventional mode and 64.88 MPa with post-cure).

Excess polymerization in the group with 20 seconds and post-curing may have caused a lesser making up capacity of the material against the application of a mechanical load. In other words, the resin became highly friable, breaking with little applied load, without any stretching mechanism their polymers that could serve as a means of absorbing the applied load. Similarly, in the time of 20 seconds.

IPS Empress Direct showed a reduction in biaxial resistance in the group of 60 seconds and post-cure. When polymerizing the monomers which that have C=C bonds and intermolecular space of 0.3 nm to 0.4 nm, are converted into covalent chemical bonds C-C between different monomer units, with the molecular distance falling to 0.15 nm [6]. It is interesting to know that long linear chains of monomers maintained by covalent bonds C-C have high flexibility given the capacity that this bond has to rotate when some effort reaches its limits. Something that could prevent the rotation is the largest number of cross-links between the polymer chains.

The same result was found by Benalcázar Jalkh et al. [27] in the year 2019 for the Z350 composite. However, other studies have found higher values in mechanical properties to the Z350 [28]. The present study found that for the Z350 no improvement by increasing the exposure time and/or subject the material to the post-

cure process. The Palfique composite showed the same behavior but with the difference always have lower biaxial strength values than the Z350, except on condition of 60 seconds over the post-curing effect.

Differences between materials can be explained by differences in organic and inorganic composition and the amount of them in each resin.

The organic matrix is made up of aromatic and/or aliphatic dimethacrylate monomers - such as bisphenol A diglycidyl ether dimethacrylate (Bis-GMA), bisphenol A polyethylene glycol diether dimethacrylate (Bis-EMA), triethylene glycol **dimethacrylate** (TEGDMA), urethane dimethacrylate (UDMA) - generating high strength and stiffness [2,4,5,29].

Already inorganic is composed of transparent mineral filler (quartz, silica, barium, zinc, strontium and zirconium glasses, aluminum borosilicate and lithium glasses), whose basic function is to increase the mechanical properties of the composite resin and minimize the amount of matrix organic, favoring the reduction of polymerization shrinkage, thermal expansion coefficient and water absorption [4,5,30].

Therefore, there must be a balance between the organic matter and the inorganic filler to reach an ideal composite.

The way organ system captures the light, its ability to convert monomers into polymers are factors that govern the effect of further polymerization. Alongside the initial effects of light application, the behavior of the material after application of post-curing polymerization methods is governed by the ability of residual monomers (which did not participate in the polymer chain) to react with each other or with the polymer chains have grown (as is the case with cross-linking agents).

Usually cross-linking is mediated by monomers of low molecular weight, with dimensions smaller than the other resinous materials and that are able to remain between two larger linear chains [2]. TEGDMA, present only in the Z100 resin, is a type of monomer that is used in the resin for this purpose. Increased amount of TEGDMA determines a resinous material having little effect to an additional curing process [31].

This result verified by the authors cited above, partially contradicts what was observed in the present study, however, 20 seconds of exposure to light probably generated a material with a greater amount of unreacted monomers (TEGDMA among them). Probably, this mixture became wispy sensitive applying heat pressure

soon after. With the time of 60 seconds, immediately, a dense polymeric network is formed for the Z100 and the other materials.

Despite this, only the Z100 responded positively, with a greater increase in the value of biaxial flexural strength compared to other brands of composite resins. Differences in the composition of the materials may have been the cause of this different response. Assuming this reasoning, heat and pressure could not produce increase in biaxial flexural strength in this case.

CONCLUSIONS

Within the limits this study, it is concluded that the post-cure method promoted increase in biaxial flexural strength in only one composite resin (Z100), in 60 seconds.

For the other situations in 20 seconds, there was no increase in the biaxial flexural strength value.

In the conventional method, the composite resins in this study polymerized for 60 seconds showed no statistical difference in the biaxial flexural strength value, as compared to 20 seconds.

Considering these aspects, there is no need to light-cure the composite resins exceeding the manufacturer's recommendation time. Except for the post-cure protocol with Z100 composite.

DECLARATIONS

Acknowledgments

This study was only possible thanks to the entire structure offered by Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Minas.

Conflicts of interest

The authors declare no conflicts of interest.

REFERÊNCIAS

1. Rueggeberg FA (2002) From vulcanite to vinyl, a history of resins in restorative dentistry. *J Prosthet Dent* 87(4):364-379. doi:10.1067/mpr.2002.
2. Ferracane JL (2011) Resin composite--state of the art. *Dent Mater* 27(1):29-38. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.020.
3. Stansbury JW (2002) Curing dental resins and composites by photopolymerization. *J Esthet Dent* 12(6):300-8. doi: 10.1111/j.1708-8240.2000.tb00239.x.
4. Melo Junior PC, Cardoso RM, Magalhães BG, Guimarães RP, Silva CHV, Beatrice LCS (2011) Selecting correctly the composite resins. *Int J Dent* 10(2):91-96.
5. Anusavice KJ, Rawls HR, Shen C (2013) *Phillips Science of Dental Materials*. 12th ed. Elsevier, Rio de Janeiro.
6. Peutzfeldt A (1997) Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci* 105 (2):97-116. doi: 10.1111/j.1600-0722.1997.tb00188.x
7. da Silva EM, Poskus LT, Guimarães JG, de Araújo Lima Barcellos A, Fellows CE (2008) Influence of light polymerization modes on degree of conversion and crosslink density of dental composites. *J Mater Sci Mater Med* 19(3):1027-32. doi: 10.1007/s10856-007-3220-5.
8. Alshali RZ, Salim NA, Satterthwaite JD, Silikas N (2015) Post-irradiation hardness development, chemical softening, and thermal stability of bulk-fill and conventional resin-composites. *J Dent* 43(2):209-18. doi: 10.1016/j.jdent.2014.12.004.
9. Cesar PF, Miranda WG Jr, Braga RR (2001) Influence of shade and storage time on the flexural strength, flexural modulus, and hardness of composites used for indirect restorations. *J Prosthet Dent* 86(3):289-96. doi: 10.1067/mpr.2001.114513.
10. Poskus LT, Latempa AM, Chagas MA, Silva EM, Leal MP, Guimarães JG (2009) Influence of post-cure treatments on hardness and marginal adaptation of composite resin inlay restorations: an in vitro study. *J Appl Oral Sci* 17(6):617-22. doi: 10.1590/s1678-77572009000600015.
11. Lee YK, Yu B, Lim HN, Lim JI (2011) Difference in the color stability of direct and indirect resin composites. *J Appl Oral Sci* 19(2):154-60. doi: 10.1590/s1678-77572011000200012.
12. Dimer AR, Arossi GA, Santos LH, Kappaun DR (2015) Effect of different post-cure polymerization treatment on composite resin hardness. *RGO* 63(4):426-31. <https://doi.org/10.1590/1981-863720150003000082908>

13. Grazioli G, Francia A, Cuevas-Suárez CE, Zanchi CH, Moraes RR (2019) Simple and Low-Cost Thermal Treatments on Direct Resin Composites for Indirect Use. *Braz Dent J* 30(3):279-284. doi: 10.1590/0103-6440201902473.
14. Dias MF, Espíndola-Castro LF, Lins-Filho PC, Teixeira HM, Silva CH, Guimarães RP (2020) Influence of different thermopolymerization methods on composite resin microhardness. *J Clin Exp Dent* 12(4)e335-e341. doi: 10.4317/jced.56772.
15. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G (2007) Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dent Mater* 23(1):51-9. doi: 10.1016/j.dental.2005.12.003.
16. American Society for Testing and Materials. International. Test method for biaxial flexure strength (modulus of rupture) of ceramic substrates. ASTM F394-78. West Conshohocken, Philadelphia, Pennsylvania, United States of America, 1996.
17. Ilie N, Hilton TJ, Heintze SD, Hickel R, Watts DC, Silikas N, Stansbury JW, Cadenaro M, Ferracane JL (2017) Academy of Dental Materials guidance-Resin composites: Part I - Mechanical properties. *Dent Mater* 33(8):880-894. doi: 10.1016/j.dental.2017.04.013.
18. Hsueh CH, Lance MJ, Ferber MK. Stress distributions in thin bilayer discs subjected to ball-on-ring tests. *J Am Ceram Soc* 88(6):1687-90. doi: 10.1111/j.1551-2916.2005.00343.x
19. De Jager N, Pallav P, Feilzer AJ (2004) The apparent increase of the Young's modulus in thin cement layers. *Dent Mater* 20(5):457-62. doi: 10.1016/j.dental.2003.07.002.
20. Nomoto R (1997) Effect of light wavelength on polymerization of light-cured resins. *Dent Mater J* 16(1):60-73. doi: 10.4012/dmj.16.60.
21. Price RB, Felix CA (2009) Effect of delivering light in specific narrow bandwidths from 394 to 515nm on the micro-hardness of resin composites. *Dent Mater* 25(7):899-908. doi: 10.1016/j.dental.2009.01.098.
22. Beck F, Lettner S, Graf A, Bitriol B, Dumitrescu N, Bauer P, Moritz A, Schedle A (2015) Survival of direct resin restorations in posterior teeth within a 19-year period (1996-2015): A meta-analysis of prospective studies. *Dent Mater* 31(8):958-85. doi: 10.1016/j.dental.2015.05.004.
23. De Oliveira Daltoé M, Lepri CP, Wiesel JG, Tornavoi DC, Agnelli JA, Reis AC (2013) Analysis of the microstructure and mechanical performance of composite resins after accelerated artificial aging. *Minerva Stomatol* 62(3):63-9.
24. dos Reis AC, de Castro DT, Schiavon MA, da Silva LJ, Agnelli JA (2013) Microstructure and mechanical properties of composite resins subjected to accelerated artificial aging. *Braz Dent J* 24(6):599-604. doi: 10.1590/0103-6440201302263.

25. Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Scheidel D, Erickson RL, Latta MA, Miyazaki M (2015) Mechanical Properties and Simulated Wear of Provisional Resin Materials. *Oper Dent* 40(6):603-13. doi: 10.2341/14-132-L.1.
26. Lim K, Yap AU, Agarwalla SV, Tan KB, Rosa V (2016) Reliability, failure probability, and strength of resin-based materials for CAD/CAM restorations. *J Appl Oral Sci* 24(5):447-452. doi: 10.1590/1678-775720150561.
27. Benalcázar JEB, Machado CM, Gianinni M, Beltramini I, Piza M, Coelho PG, Hirata R, Bonfante EA (2019) Effect of Thermocycling on Biaxial Flexural Strength of CAD/CAM, Bulk Fill, and Conventional Resin Composite Materials. *Oper Dent* 44(5):E254-E262. doi: 10.2341/18-146-L.
28. Meenakumari C, Bhat KM, Bansal R, Singh N (2018) Evaluation of Mechanical Properties of Newer Nanoposterior Restorative Resin Composites: An In vitro Study. *Contemp Clin Dent* 9(Suppl 1):S142-S146. doi:10.4103/ccd.ccd_160_18
29. Gajewski VES, Pfeifer CS, Fróes-Salgado NRG, Boaro LCC, Braga RR (2012) Monomers used in resin composites: degree of conversion, mechanical properties and water sorption/solubility. *Braz Dent J* 23(5): 508-14. <http://dx.doi.org/10.1590/S0103-64402012000500007>.
30. Habib E, Wang R, Wang Y, Zhu M, Zhu XX (2015) Inorganic Fillers for Dental Resin Composites: Present and Future. *ACS Biomater Sci Engng* 2(1):1–11, 2015. doi: 10.1021/acsbiomaterials.5b00401
31. Tarumi H, Imazato S, Ehara A, Kato S, Ebi N, Ebisu S (1999) Post-irradiation polymerization of composites containing bis-GMA and TEGDMA. *Dent Mater* 15(4):238-42. doi: 10.1016/s0109-5641(99)00040-8.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

As resinas compostas direta possuem um alto valor a resistência biaxial quando comparadas às indiretas ou às que receberam pós-cura citadas em outros estudos. Porém o presente estudo observou que em algumas circunstâncias não foi possível aumentar os valores da resistência.

A resina composta Z100 e Filtek Z350 permaneceram com valores maiores de resistência biaxial. Apesar do grupo de 20 segundos da Z100 que recebeu a cura adicional ter tido a diminuição à resistência, ainda sim permaneceu com valores maiores comparadas à Palfique LX5 e Ips Empress Direct.

A Filtek Z350 e Palfique Lx5 mantiveram valores de resistência biaxial estatisticamente semelhantes entre si em todos os grupos, ou seja, não teve diferença em fotoativação estendida, nem ao receber tratamento adicional. No entanto, a Palfique LX5, foi a de menor valor para resistência biaxial entre as quatro, exceto no grupo da IPS Empress Direct que recebeu fotoativação de 60 segundos e pós-cura.

Há poucos estudos na literatura de novas resinas compostas – como a Palfique LX5 e IPS Empress Direct – e de diferentes composições, voltados às propriedades mecânicas, como a resistência à flexão biaxial, e/ou à tratamento adicional (pressão e calor).

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM International. Test method for biaxial flexure strength (modulus of rupture) of ceramic substrates. **ASTM F394-78**. West Conshohocken, Philadelphia, Pennsylvania, United States of America, 1996.

ALSHALI, R. Z. et al. Post-irradiation hardness development, chemical softening, and thermal stability of bulk-fill and conventional resin-composites. **Journal of Dentistry**, v. 43, n. 2, p. 209-18, 2015.

ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C.; RAWLS, H. Ralph. **Phillips science of dental materials**. 12th. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2013.

BECK, F. et al. Survival of direct resin restorations in posterior teeth within a 19-year period (1996–2015): a meta-analysis of prospective studies. **Dental Materials**, v. 31, n. 8, p. 958–85, 2015.

BENALCÁZAR JALKH, E. B. et al. Effect of Thermocycling on Biaxial Flexural Strength of CAD/CAM, Bulk Fill, and Conventional Resin Composite Materials. **Operative Dentistry**, v. 44, n. 5, p. E254–62, 2019.

BEUN, S. et al. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. **Dental Materials**, v.23, p. 51-59, 2007.

CESAR, P. F.; MIRANDA JUNIOR, W. G.; BRAGA R. R. Influence of shade and storage time on the flexural strength, flexural modulus, and hardness of composites used for indirect restorations. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 86, p289-296, 2001.

DALTOÉ, M. O. et al. Analysis of the microstructure and mechanical performance of composite resins after accelerated artificial aging. **Minerva Stomatologica**, v.62, p. 63-69, 2013.

DA SILVA, E. M. et al. Influence of light polymerization modes on degree of conversion and crosslink density of dental composites. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v. 19, n. 3, p. 1027-32, 2008.

DE JAGER, N.; PALLAV, P.; FEILZER, A. J. The apparent increase of the Young's modulus in thin cement layers. **Dental Materials**, v.20, n.5, p. 457-462, Jun. 2004.

DIAS, M. F. et al. Influence of different thermopolymerization methods on composite resin microhardness. **Journal of Clinical and Experimental Dentistry**, v. 12, n. 4, p. 335-41, 2020

DIMER, Ariani Rodrigues et al . Effect of different post-cure polymerization treatment on composite resin hardness. **Revista Gaúcha de Odontologia**, Campinas , v. 63, n. 4, p. 426-431, Dec. 2015.

FERRACANE, J. L. Resin composite state of the art. **Dental Materials**, v.27, n.1, p. 29-38 Jan. 2011.

GRAZIOLI, Guillermo et al. Simple and Low-Cost Thermal Treatments on Direct Resin Composites for Indirect Use. **Brazilian Dental Journal**, Ribeirão Preto, v. 30, n. 3, p. 279-284, June 2019.

GAJEWSKI, Vinícius E. S. et al . Monomers used in resin composites: degree of conversion, mechanical properties and water sorption/solubility. **Brazilian Dental Journal**, Ribeirão Preto, v. 23, n. 5, p. 508-514, Oct. 2012.

HABIB, E. et al. Inorganic Fillers for Dental Resin Composites: Present and Future. **ACS Biomaterials Science & Engineering**, v. 2, n. 1, p. 1–11, 2015.

HSUEH, C. H.; LANCE, M. J., FERBER, M. K. Stress Distributions in Thin Bilayer Discs Subjected to Ball-On-Ring Tests. **Journal of the American Ceramic Society**, v.88, n.6, p. 1687–90, 2005.

ILIE, et al. Academy of Dental Materials guidance—Resin composites: Part I—Mechanical properties. **Dental Materials**, v. 33, n. 8, p. 880–94, Aug. 2017.

LEE, Y. K. et al. Difference in the color stability of direct and indirect resin composites. **Journal of Applied Oral Science**, v. 19, n. 2, p. 154-60, 2011.

LIM, K. et al. Reliability, failure probability, and strength of resin-based materials for CAD/CAM restorations. **Journal of Applied Oral Science**, v. 24, n. 5, p. 447–52, 2016.

MEENAKUMARI, C. et al. Evaluation of Mechanical Properties of Newer Nanoposterior Restorative Resin Composites: An In vitro Study. **Contemporary clinical dentistry**, v. 9, n. 1, p. S142–46, 2018.

MELO JUNIOR, P. C. et al. Selecting correctly the composite resins. **International Journal of Dentistry**, v.10, n.2, p. 91-6, jun. 2011

NOMOTO, R. (1997). Effect of Light Wavelength on Polymerization of Light-cured Resins. **Dental Materials Journal**, v. 16, n. 1, 60–73, 1997.

PEUTZFELDT A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. **European Journal of Oral Sciences**, v. 105, n. 2, p. 97-116, 1997.

POSKUS, L. T. et al. Influence of post-cure treatments on hardness and marginal adaptation of composite resin inlay restorations: an in vitro study. **Journal of Applied Oral Science**, v. 17, n. 6, p. 617–22, 2009.

PRICE, R. B.; FELIX, C. A. Effect of delivering light in specific narrow bandwidths from 394 to 515nm on the micro-hardness of resin composites. **Dental Materials**, v.25, n.7, p. 899-908, July 2009.

REIS, A. C. et al. Microstructure and mechanical properties of composite resins subjected to accelerate artificial aging. **Brazilian Dental Journal**, v.24, n.6, p. 599-604, 2013.

RUEGGEBERG, F. A. From vulcanite to vinyl, a history of resins in restorative dentistry. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 87, n. 4, p. 364–79, 2002.

STANSBURY, J. W. Curing dental resins and composites by photopolymerization. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v.12, n.6, p.300-308, Nov. 2000.

TAKAMIZAWA, T. et al. Mechanical Properties and Simulated Wear of Provisional Resin Materials. **Operative Dentistry**, v. 40, n. 6, p. 603–13, 2015.

TARUMI et al. Post-irradiation polymerization of composites containing bis-GMA and TEGDMA. **Dental Materials**, v. 15, n. 4, p. 238-42, Jul. 1999.