

**Avaliação da rugosidade superficial de compósitos odontológicos restauradores:
influência da profundidade de polimerização, do tempo e do meio de armazenagem**
**Evaluation of surface roughness of restorative dental composites: influence of depth cure, time and
storage medium**
**Evaluación de la rugosidad de la superficie de los composites de restauración dental: influencia de
la profundidad de polimerización, el tiempo y el medio de almacenamiento**

Recebido: 11/08/2021 | Revisado: 18/08/2021 | Aceito: 22/08/2021 | Publicado: 24/08/2021

Beatriz Araújo Suassuna Vaz

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1670-8228>
Universidade Federal da Paraíba, Brasil
E-mail: beatriz_araujosv@hotmail.com

Renally Bezerra Wanderley e Lima

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4477-7850>
Faculdades Nova Esperança, Brasil
E-mail: renallywanderley@gmail.com

Ana Karina Maciel de Andrade

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4520-5176>
Universidade Federal da Paraíba, Brasil
E-mail: kamandrade@hotmail.com

Sônia Saeger Meireles

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7328-2991>
Universidade Federal da Paraíba, Brasil
E-mail: soniasaeger@hotmail.com

Fábia Danielle Sales Cunha Medeiros e Silva

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7235-3740>
Universidade Federal da Paraíba, Brasil
E-mail: fabia.sales@academico.ufpb.br

Laryssa Mylenna Madruga Barbosa

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6226-3672>
Universidade Federal da Paraíba, Brasil
E-mail: laryssamylenna@hotmail.com

João Vitor do Nascimento Santos

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2421-0582>
Faculdades Nova Esperança, Brasil
E-mail: vitorDNS11@gmail.com

Hermano Nóbrega Macedo Neto

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7333-830X>
Faculdades Nova Esperança, Brasil
E-mail: hermanoover@gmail.com

Rosângela Marques Duarte

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4369-2951>
Universidade Federal da Paraíba, Brasil
Email: rose_marquesd@hotmail.com

Resumo

A resinas compostas Bulk-Fill tem obtido popularidade por sua inserção em incremento único de até 5,0 mm de espessura, alcançado através da composição, permitindo adequado grau de conversão. O grau de conversão reduzido pode alterar as propriedades dos compósitos odontológicos, bem como a rugosidade superficial. O objetivo deste estudo foi avaliar a influência da profundidade de polimerização, do tempo e do meio de armazenagem na degradação hidrolítica de compósitos odontológicos restauradores através do ensaio de rugosidade superficial. Foram confeccionados 20 corpos de prova (c.p.) para cada material (Filtek Z250 XT, Filtek Bulk Fill e Tetric N-Ceram Bulk Fill), utilizando duas matrizes com cavidade central de 5,0 mm de diâmetro e espessura de 2,0 mm. Sendo 10 c.p. para cada meio de imersão (água e etanol 75%) e profundidade de polimerização de 2,0 e 4,0mm, para avaliação da rugosidade da superfície. Após cada período de armazenagem (24 horas, 90 dias e 180 dias) a análise da rugosidade superficial foi realizada em Perfilômetro. Após 24 horas e 90 dias de armazenagem, o compósito Filtek Z250 exibiu aumento da rugosidade com o aumento da profundidade de polimerização. O compósito Filtek Bulk Fill exibiu maior rugosidade superficial com diferença estatística significativa quando comparado ao compósito Tetric N-Ceram Bulk

Fill, em todos os períodos de armazenagem e meios de imersão. Após 180 dias, houve aumento de rugosidade para todos os materiais, profundidades e meios avaliados. Todos os materiais apresentaram aumento da rugosidade superficial com o passar do tempo, provavelmente em virtude de degradação hidrolítica.

Palavras-chave: Resinas compostas; Polimerização; Propriedades de superfície.

Abstract

Bulk-Fill resin composites have gained popularity because their incremental insertion of up to 5.0 mm thickness, achieved through the composition, allowing an adequate degree of conversion. The reduced degree of conversion may alter the properties of dental composites as well as surface roughness. To evaluate the influence of polymerization depth, time and storage media on the hydrolytic degradation of restorative dental composites using surface roughness test. Twenty specimens were prepared for each material (Filtek Z250 XT, Filtek Bulk Fill e Tetric N-Ceram Bulk Fill) using two matrices with a central cavity of 5.0 mm in diameter and a thickness of 2.0 mm. 10 p.s. for each immersion medium (water and ethanol 75%) and depth of polymerization of 2.0 and 4.0 mm, for evaluation of surface roughness. After each storage period (24 hours, 90 days and 180 days) the surface roughness analysis was performed in Profilometer. After 24 hours and 90 days of storage, Filtek Z250 showed increased roughness with increasing polymerization depth. Filtek Bulk Fill showed significantly higher surface roughness when compared to Tetric N-Ceram Bulk Fill in all storage periods and immersion media. After 180 days, there was an increase of roughness for all materials, depths and storage medium evaluated. All materials show an increase in the surface roughness over time, probably due to hydrolytic degradation.

Keywords: Composite resins; Polymerization; Surface properties.

Resumen

El grado de composite Bulk-Fill ha ganado popularidad por su inserción en un solo incremento de hasta 5.0 mm de espesor, logrado a través de la composición, permitiendo un grado de conversión adecuado. El reducido grado de conversión puede alterar las propiedades de los composites dentales, así como la rugosidad de la superficie. Evaluar la influencia de la profundidad de polimerización, el tiempo y el medio de almacenamiento en la degradación hidrolítica de los composites de restauración dental mediante la prueba de rugosidad superficial. Se realizaron veinte probetas para cada material utilizando dos matrices con una cavidad central de 5,0 mm de diámetro y 2,0 mm de espesor. Con 10 c.p. por cada medio de inmersión (agua y 75% de etanol) y profundidad de polimerización de 2.0 y 4.0 mm, para evaluación de rugosidad superficial. Después de cada período de almacenamiento (24 horas, 90 días y 180 días) se realizó el análisis de rugosidad superficial en un Perfilómetro. Después de 24 horas y 90 días de almacenamiento, el compuesto Filtek Z250 mostró un aumento en la rugosidad al aumentar la profundidad de polimerización. El compuesto Filtek Bulk Fill mostró una mayor rugosidad superficial con una diferencia estadísticamente significativa en comparación con el compuesto Tetric N-Ceram Bulk Fill, en todos los períodos de almacenamiento y medios de inmersión. Después de 180 días, hubo un aumento en la rugosidad para todos los materiales, profundidades y medios evaluados. Todos los materiales mostraron un aumento en la rugosidad de la superficie con el tiempo, probablemente debido a la degradación hidrolítica.

Palabras clave: Resinas compuestas; Polimerización; Propiedades de superficie.

1. Introdução

A conduta de conservação da estrutura dental, associada à tecnologia da fabricação das partículas inorgânicas tem levado ao desenvolvimento de compósitos diversificados, capazes de mimetizar as características do dente natural, com propriedades melhoradas, ampliando assim sua utilização nos procedimentos restauradores estéticos (Ferracane, 2011).

Surgiram recentemente no mercado os compósitos Bulk Fill, possibilitando um procedimento clínico mais simples e rápido. Quando comparados aos compósitos convencionais, que são inseridos em incrementos de, no máximo, dois milímetros, os do tipo Bulk Fill são colocados em incremento único de até quatro milímetros com adequada polimerização, permitindo a redução dos incrementos, e, conseqüentemente proporcionando menor tempo de trabalho (Leprince et al., 2014; Tiba, Zeller, Estrich. & Hong, 2013).

A maior profundidade de polimerização alcançada nos compósitos do tipo Bulk Fill deve-se, principalmente, ao aumento da translucidez decorrente da redução do conteúdo de partículas, bem como ao tamanho e percentual de partículas, e adição de fotoiniciadores com maior absorção luminosa. Dessa maneira, possibilita-se um adequado grau de conversão, mesmo inserindo incrementos de quatro milímetros (Fronza et al. 2017; Lima, Troconis, Moreno, Murillo-Gómez & De Goes, 2018; Sunbul, Silikas & Wattas, 2016).

O sucesso das restaurações com compósitos está diretamente relacionado ao grau de conversão citado, que é a conversão de monômeros em polímeros durante o processo de polimerização. Fatores como composição da matriz orgânica, cor, tamanho e conteúdo das partículas inorgânicas exercem significativa influência no grau de conversão e, por conseguinte, nas propriedades finais dos compósitos. A redução do grau de conversão compromete propriedades como sorção, solubilidade, dureza, e rugosidade superficial, aumenta a degradação hidrolítica do monômero, o que pode ocasionar a falha prematura da restauração (Fronza et al. 2017; Fronza et al. 2015; Lima et al. 2018; Sunbul et al., 2016; Yap, Pandya & Toh, 2016)

Quando a restauração é finalizada, esta passa a interagir continuamente com o meio oral que contém flutuações de temperatura, pH e água. Ao associar-se a um grau de conversão reduzido, há o favorecimento da degradação hidrolítica do material com diminuição nas propriedades mecânicas, alterações superficiais, descoloração do material e lixiviação de componentes livres (Ortengren, Wellendorf, Karlsson & Ruyter, 2001; Wei, Silikas, Zhang & Watts, 2011; Zankuli, Devlin & Silikas, 2014).

A sorção de água de compósitos resinosos é um processo de difusão controlada que pode ser explicado por duas teorias: a teoria de volume livre, e a teoria da interação (Wei et al., 2011). Na teoria do volume livre as moléculas de água podem se acumular nos espaços vazios da rede de polímero, enquanto que na teoria de interação, a água liga-se a grupos iônicos específicos da cadeia de polímero. Esse processo de difusão leva a degradação química, na qual posteriormente os produtos de degradação são removidos da matriz, o que causa a erosão do material com o tempo (Alsunbul et al, 2016; Ortengren, 2001).

Essa degradação hidrolítica do compósito é fator a ser considerado em sua seleção na prática clínica. O efeito de amolecimento da matriz resinosa pode interferir nas propriedades do compósito, seja ela a dureza ou a rugosidade superficial (Alshali, Salim, Satterthwaite & Silikas, 2015; Czasch & Ilie, 2013; Delaviz, Finer & Santerre, 2014).

A rugosidade é o conjunto de irregularidades na superfície de um material e dependente dos instrumentos que atuam sobre ele, bem como das suas próprias características (Da Costa, Goncalves & Ferracane, 2011). Estas irregularidades, quando iguais ou superiores a 0,2 μm podem causar retenção de placa bacteriana, cárie secundária, irritação gengival, manchas e um maior desgaste do material (Da Costa et al., 2011; Dos Santos et al., 2011; Hosoya et al., 2011; Sirin Karaarslan et al, 2013). Dessa maneira, é imprescindível a confecção de uma superfície lisa, o que garantirá uma estética mais satisfatória, uma redução das chances de alteração de cor e maior durabilidade da restauração (Cruz et al., 2016).

Diante da necessidade de obter sucesso clínico nas restaurações realizadas com compósitos resinosos, estudos que analisam a influência grau de conversão e o efeito nas propriedades finais dos compósitos são de considerável importância e subsidiam os critérios para escolha de materiais e técnicas que possam ser empregados, disponibilizando informações relevantes para melhorar a desempenho e a longevidade clínica das restaurações.

Assim, este estudo objetivou analisar a rugosidade superficial de resinas compostas convencionais e Bulk Fill. A hipótese nula testada é de que a profundidade de polimerização, o tempo e os meios de armazenagem não influenciam as propriedades dos compósitos após período de armazenagem.

2. Metodologia

Foram utilizados o compósito microhíbrido: Filtek Z250 XT (3M-ESPE, St. Paul, MN, EUA), e os compósitos do tipo Bulk Fill: Filtek Bulk Fill (3M-ESPE, St. Paul, MN, EUA) e Tetric N-Ceram Bulk Fill (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). A composição da matriz orgânica, quantidade e tipo de partículas de carga de cada compósito estão representados na Tabela 1.

Tabela 1. Composição da matriz orgânica, quantidade e tipo de partículas de carga dos compósitos estudados.

Compósito	Composição da Matriz Orgânica	Quantidade de partículas de carga (volume/peso)	Tipo de partículas de carga
Filtek Z 350 XT*	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, TEGDMA, PEGDMA	63,3% / 78,5%	Combinação de sílica não aglomeradas (20nm), zircônia não aglomeradas (4-11 nm) e clúster agregado de zircônia/sílica (combinação de sílica com 20nm e zircônia 4-11nm).
Filtek Bulk Fill*	AUDMA, UDMA e 1, 12-dodecano-DMA.	76,5% / 58,5%	Combinação de partículas de sílica de 20 nm não-aglomeradas, partículas de zircônia de 4 a 11 nm não-aglomeradas, nanoaglomerados de zircônia/sílica (partículas de sílica de 20 nm e partículas de zircônia de 4 a 11 nm) e partículas de trifluoreto de itérbio em partículas aglomeradas de 100 nm
Tetric N-Ceram Bulk Fill*	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA	53-55% / 75-77%	Vidrio de bário, pré-polímero, trifluoreto de itérbio e óxidos mistos.

Bis-GMA: Bisfenol A glicidilmetacrilato
Bis-EMA: Bisfenol-A polietilenoflicol diéter dimetacrilato
UDMA: Uretano dimetacrilato
TEGDMA: trietilenoglicol dimetacrilato
PEGDMA: polietilenoglicol dimetacrilato
AUDMA: Uretano Dimetacrilato Aromático
Fonte: Perfil técnico do fabricante*

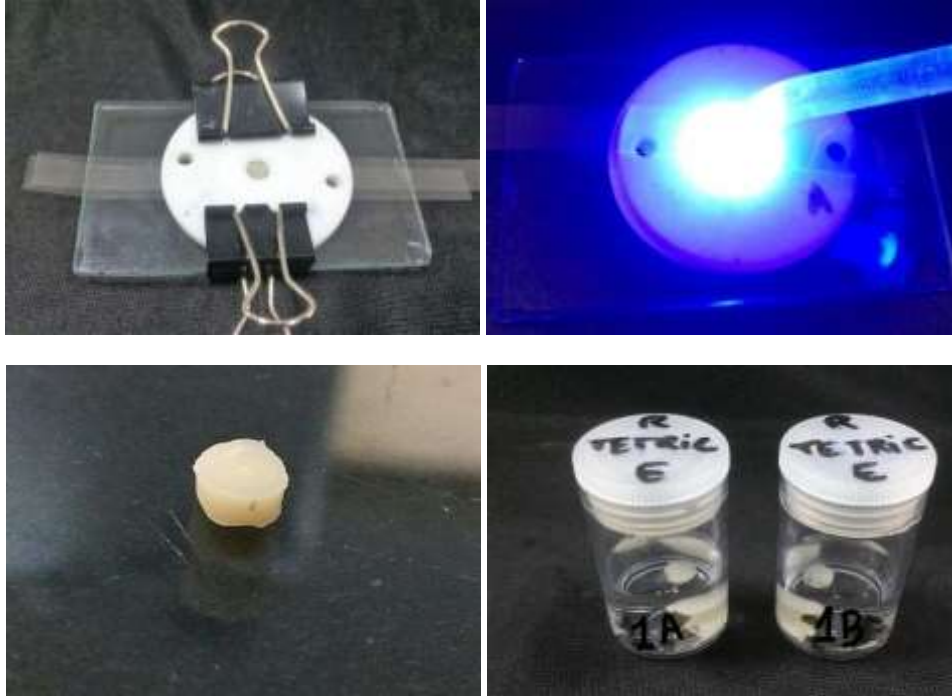
Para confecção dos corpos de prova (c.p.) os materiais foram manipulados de acordo com as recomendações dos fabricantes em temperatura mantida a $23\pm 10^{\circ}\text{C}$, fotoativados com o aparelho Emitter C (Schuster, Santa Maria, RS, Brasil) do tipo LED (Diodo emissor de luz), de acordo com tempo de polimerização indicado pelo fabricante por compósito, sendo com irradiância de 800 mW/cm^2 , conforme aferição em radiômetro RD -7 (ECCEL, Ribeirão Preto, SP, Brasil).

Os c.p. de compósito restaurador para cada método descrito abaixo foram distribuídos em doze grupos no total: de acordo com o material (três grupos), com o meio de armazenagem (2 grupos-água destilada e solução de etanol a 75%), e, profundidade de polimerização (três grupos-0,0; 2,0 e 4,0mm).

2.1 Confecção dos corpos de prova

Foram confeccionados 20 c.p. para cada material utilizando duas matrizes com cavidade central de 5,0 mm de diâmetro e espessura de 2,0 mm. Sendo 10 c.p. para cada meio de imersão (água destilada e solução etanol 75%) e profundidade de polimerização de 2,0mm e 4,0mm, sendo avaliado a rugosidade de superfície no topo e base de cada c.p. Sobre uma placa de vidro foi posicionada uma tira de poliéster e sobre esta a primeira matriz. Em seguida, o compósito foi inserido e uma nova tira de poliéster foi posicionada sobre o mesmo. Sobre o conjunto, foi posicionada uma segunda matriz para inserção de nova porção do compósito e posicionamento de última tira de poliéster (Figura 1A). Realizou-se a polimerização do conjunto de matrizes por 20 segundos (Figura 1B). Após polimerização os c.p. foram retirados das matrizes e foi realizado a remoção dos excessos de compósito com lâmina de bisturi, apresentando-se como aspecto final a Figura 1 C. A superfície de topo e base foram marcadas, e, posteriormente imersas em água destilada/deionizada por 24 horas a 37°C , em estufa (Figura 1 D).

Figura 1. **A.** Placa de vidro, tira de poliéster embaixo da resina inserida na matriz A e nova tira de poliéster para inserção de outra porção de resina na matriz B. **B.** Fotopolimerização. **C.** Exemplo de corpo de prova de resina composta confeccionado. **D.** Recipientes para armazenamento dos corpos de prova com nome da resina, meio de imersão e profundidade de polimerização.



Fonte: Autores (2021).

2.2 Ensaio de rugosidade superficial

Após o período de 24hrs de armazenagem, o ensaio de rugosidade superficial inicial foi realizado em Perfilômetro (Taylor Hobson, Leicester, Reino Unido) (Figura 2). Três leituras, na superfície de cada c.p. foram realizadas com as seguintes condições de teste: lente de 50x, modo XZ, zoom de 1 e velocidade de escaneamento de 3 vezes. A leitura considerada foi a média aritmética entre picos e vales (R_a). Em seguida, os c.p. foram armazenados individualmente nos meios de armazenagem a 37°C pelos períodos de 90 dias e 180 dias, onde houve a troca semanal dos meios. Decorrido os períodos de armazenagem foi realizado o segundo ensaio de rugosidade superficial nas condições de teste acima descritas.

Figura 2. Perfilômetro - Taylor Hobson, Leicester, Reino Unido.



Fonte: Autores (2021).

2.3 Análise dos dados

A média aritmética dos valores de rugosidade (Ra) obtida pela leitura da superfície de topo dos c.p. foi tabulada e os dados obtidos foram submetidos aos testes estatísticos de Mann-Whitney e Kruskal-Wallis ($p < 0,05$) pelo programa estatístico SPSS versão (20). O teste Kruskal-Wallis para comparação dos compósitos e o Mann Whitney para verificar as diferenças entre os materiais nas condições avaliadas, com as devidas penalizações.

3. Resultados

Nas Tabelas 2 e 3 observamos a comparação dos valores médios de rugosidade superficial entre cada profundidade de polimerização (0,0, 2,0 e 4,0mm) e cada período de armazenagem avaliado nesse estudo (24 horas, 90 e 180 dias).

Tabela 2. Valores médios de rugosidade nas profundidades de 0,0, 2,0 e 4,0 mm por material no meio de imersão água destilada após o período de 24 horas, 90 dias e 180 dias de armazenagem.

Água destilada									
	Filtek Z250			Tetric N-Ceram Bulk Fill			Filtek Bulk Fill		
	24 horas	90 dias	180 dias	24 horas	90 dias	180 dias	24 horas	90 dias	180 dias
0 mm	0,03±0,01 a A	0,03±0,01 a A	0,10±0,03 a B	0,02±0,002 a A	0,04±0,004 a B	0,07±0,01 a C	0,03±0,001 a A	0,10±0,001 a B	0,12±0,03 a B
2 mm	0,05±0,01 b A	0,05±0,008 b A	0,10±0,03 a B	0,02±0,001 a A	0,03±0,003 a A	0,05±0,01 a B	0,05±0,009 a A	0,10±0,05 a B	0,11±0,01 a B
4 mm	0,05±0,02 b A	0,07±0,01 c A	0,12±0,006 a B	0,02±0,01 a A	0,04±0,003 a B	0,06±0,01 a C	0,04±0,01 a A	0,08±0,02 a B	0,12±0,01 a C

(* Médias seguidas da mesma letra minúscula, nas colunas, e maiúscula, nas linhas, não diferem estatisticamente entre si ao nível de 5% de significância pelos testes Kruskal-Wallis e Mann-Whitney). Fonte: Autores (2021).

O compósito Filtek Z250, no meio de imersão água destilada (Tabela 2), exibiu aumento significativo da rugosidade a partir do aumento da profundidade. Em 24 horas de armazenagem, houve um aumento significativo da rugosidade entre 0.0 e 2.0 mm, que se manteve na profundidade de 4.0 mm. Após o período de 90 dias de armazenagem, o aumento da rugosidade foi crescente com o aumento da profundidade. Já no período de 180 dias de armazenagem, não houve aumento da rugosidade significativa entre as profundidades.

Os compósitos Tetric N-Ceram Bulk Fill e Filtek Bulk Fill, no meio de imersão água destilada (Tabela 2), não exibiram aumento de rugosidade significativo em comparação ao aumento da profundidade, nos três períodos de armazenagem avaliados, no entanto, demonstraram aumento dos valores médios de rugosidade, com diferença estatística significativa, em todas as profundidades nos períodos de armazenagem de 90 e 180 dias.

Tabela 3. Valores médios de rugosidade nas profundidades de 0,0, 2,0 e 4,0 mm por material no meio de imersão etanol a 75% após o período de 24 horas, 90 dias e 180 dias de armazenagem.

Etanol 75%									
	Filtek Z250			Tetric N-Ceram Bulk Fill			Filtek Bulk Fill		
	24 horas	90 dias	180 dias	24 horas	90 dias	180 dias	24 horas	90 dias	180 dias
0 mm	0,06±0,02 a B	0,03±0,01 a A	0,10±0,03 a C	0,03±0,006 a A	0,06±0,01 a B	0,07±0,04 a B	0,04±0,01 a A	0,10±0,02 a B	0,14±0,03 a C
2 mm	0,06±0,02 a A	0,06±0,02 b A	0,10±0,03 a B	0,03±0,006 a A	0,06±0,01 a B	0,07±0,01 a B	0,05±0,01 a A	0,10±0,03 a B	0,11±0,02 a C
4 mm	0,05±0,01 a A	0,09±0,01 c B	0,11±0,03 a C	0,02±0,001 a A	0,08±0,07 a B	0,11±0,02 b C	0,04±0,01 a A	0,11±0,03 a B	0,10±0,02 a B

(* Médias seguidas da mesma letra minúscula, nas colunas, e maiúscula, nas linhas, não diferem estatisticamente entre si ao nível de 5% de significância pelos testes Kruskal-Wallis e Mann-Whitney). Fonte: Autores (2021).

O compósito Filtek Z250, no meio de imersão etanol a 75% (Tabela 3), exibiu aumento da rugosidade com o aumento da profundidade apenas no período de 90 dias de armazenagem. Após os períodos de 24 horas e 180 dias de armazenagem, não houve aumento da rugosidade significativo entre as profundidades.

O compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill, no meio de imersão etanol 75% (tabela 3), não exibiu aumento de rugosidade significativo em comparação ao aumento da profundidade, nos períodos de 24 horas e 90 dias de armazenagem. Após o período de 180 dias de armazenagem, a profundidade de 0.0 e 2.0 mm não demonstraram aumento significativo da rugosidade, diferenciando de 4.0 mm que exibiu um aumento com diferença estatística significativa.

O compósito Filtek Bulk Fill, no meio de imersão etanol 75% (Tabela 3), não exibiu aumento de rugosidade com diferença significativa em comparação ao aumento da profundidade, nos três períodos de armazenagem avaliados.

O período de 180 dias de armazenagem ocasionou aumento da rugosidade para todos os materiais e em todas as profundidades avaliadas, tanto no meio de imersão água destilada como para etanol 75% (Tabela 2 e 3).

Nas Tabelas 4 e 5 observamos a comparação dos valores médios de rugosidade superficial entre materiais para cada profundidade de polimerização avaliada nesse estudo (0,0, 2,0 e 4,0mm).

Tabela 4. Valores médios de rugosidade nas profundidades de 0,0, 2,0 e 4,0 mm por material e por período de armazenagem no meio de imersão água destilada.

Material	Água destilada								
	24 horas			90 dias			180 dias		
	0,0mm	2,0mm	4,0mm	0,0mm	2,0mm	4,0mm	0,0mm	2,0mm	4,0mm
Filtek Z250	0,03±0,01 a	0,05±0,01 b	0,05±0,02 b	0,03±0,01 a	0,05±0,008 a	0,07±0,01 b	0,10±0,03 b	0,10±0,03 b	0,12±0,006 b
Tetric Bulk Fill	0,02±0,002 a	0,02±0,001 a	0,02±0,01 a	0,04±0,004 a	0,03±0,003 a	0,04±0,003 a	0,07±0,01 a	0,05±0,01 a	0,06±0,01 a
Filtek Bulk Fill	0,03±0,001 a	0,05±0,009 b	0,04±0,01 b	0,10±0,001 b	0,10±0,05 b	0,08±0,02 b	0,12±0,03 b	0,11±0,01 b	0,12±0,01 b

(* Médias seguidas da mesma letra minúscula, nas colunas, não diferem estatisticamente entre si ao nível de 5% de significância pelos testes Kruskal-Wallis e Mann-Whitney). Fonte: Autores (2021).

No meio de imersão água destilada, após o período de 24 horas de armazenagem (Tabela 4), os compósitos Filtek Z250 e Filtek Bulk Fill, nas profundidades de 2,0 e 4,0 mm, exibiram maior rugosidade superficial com diferença estatística quando comparado ao compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill.

Para o mesmo meio de imersão, no período de 90 dias de armazenagem (tabela 4), os compósitos Filtek Z250 e Tetric N-Ceram Bulk Fill demonstraram diferenças estatísticas significativas entre si quanto a rugosidade superficial na profundidade de 4,0 mm. Já o compósito Filtek Bulk Fill demonstrou maior rugosidade superficial com diferença estatística significativa quando comparado aos demais materiais, em todas as profundidades.

Após o período de 180 dias de armazenagem (Tabela 4), os compósitos Filtek Z250 e Filtek Bulk Fill, exibiram maior rugosidade superficial, em todas as profundidades, diferindo estatisticamente do compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill.

Tabela 5. Valores médios de rugosidade nas profundidades de 0,0, 2,0 e 4,0 mm por material e por período de armazenagem no meio de imersão etanol 75%.

Material	Etanol 75%								
	24 horas			90 dias			180 dias		
	0,0mm	2,0mm	4,0mm	0,0mm	2,0mm	4,0mm	0,0mm	2,0mm	4,0mm
Filtek Z250	0,06±0,02 b	0,06±0,02 b	0,05±0,01 b	0,03±0,01 a	0,06±0,02 a	0,09±0,01 a	0,10±0,03 b	0,10±0,03 b	0,11±0,03 a
Tetric Bulk Fill	0,03±0,006 a	0,03±0,006 a	0,02±0,001 a	0,06±0,01 b	0,06±0,01 a	0,08±0,007 a	0,07±0,04 a	0,07±0,01 a	0,11±0,02 a
Filtek Bulk Fill	0,04±0,01 a	0,05±0,01 b	0,04±0,01 b	0,10±0,02 c	0,10±0,03 b	0,11±0,03 b	0,14±0,03 b	0,11±0,02 b	0,10±0,02 a

(* Médias seguidas da mesma letra minúscula, nas colunas, não diferem estatisticamente entre si ao nível de 5% de significância pelos testes Kruskal-Wallis e Mann-Whitney). Fonte: Autores (2021).

Para o meio de imersão etanol 75%, após o período de 24 horas de armazenagem (Tabela 5), o compósito Filtek Z250 exibiu maior rugosidade superficial diferindo estatisticamente dos demais, mesmo na superfície (0,0mm), comportamento observado para o compósito Filtek Bulk Fill nas profundidades maiores (2,0 e 4,0mm).

No mesmo meio de imersão, após o período de 90 dias de armazenagem (Tabela 5), o compósito Filtek Bulk Fill exibiu maior rugosidade superficial, em todas as profundidades, quando comparado aos outros compósitos.

Após o período de 180 dias de armazenagem (Tabela 5), os compósitos Filtek Z250 e Filtek Bulk Fill exibiram maior rugosidade, nas profundidades de 0,0 e 2,0 mm, quando comparados ao compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill. Porém, na profundidade de 4,0 mm, o compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill exibiu um aumento de rugosidades superficial, não diferindo estatisticamente dos outros compósitos.

4. Discussão

Neste estudo, a escolha dos meios de imersão água e etanol a 75% se deu de acordo com a Food and Drug Administration (FDA) dos Estados Unidos que indica a imersão nesses meios. A durabilidade das restaurações com compósito odontológico é objeto de grande preocupação por parte de clínicos e pesquisadores, e motiva a avaliação deste material em condições próximas às da cavidade bucal, sendo o etanol a substância de eleição para simulação do envelhecimento de materiais restauradores (Sunbul et al., 2016).

O presente estudo mostrou que o compósito Filtek Z250 exibiu aumento significativo da rugosidade com o aumento da profundidade. Isso pode ser explicado devido ao fato de que esse compósito é convencional, ou seja, necessita ser inserido em incrementos de, no máximo, dois milímetros para ter um grau de conversão satisfatório, ocasionando, por conseguinte, no processo de erosão por degradação hidrolítica acentuada, exposição das partículas inorgânicas (81,8% em peso de tamanho 0,1 a 10 μ m), que conferiram o aumento dos valores médios de rugosidade observados (Han et al., 2014; Tiba et al., 2013).

Isso pode ser confirmado por Zorzin et al. (2015), que demonstrou em seu estudo que o compósito Filtek Z250 apresentou grau de conversão menor na espessura de quatro milímetros quando comparado a superfície do topo. Diferentemente dos compósitos Bulk Fill que não apresentaram diferença significativa quanto grau de conversão na espessura de dois e quatro milímetros em comparação a superfície do topo.

Os compósitos, Tetric N-Ceram Bulk Fill e Filtek Bulk Fill, não exibiram aumento de rugosidade significativo com aumento da profundidade, nos três períodos de armazenagem avaliados. Os compósitos Bulk Fill permitem inserção em incremento único, de até quatro milímetros, com uma polimerização adequada (Arbildo-Vega et al., 2020), o que provavelmente ocasionou o comportamento desses materiais quanto a profundidade. No entanto, com o tempo de armazenagem e consequente degradação hidrolítica, que culminou com o processo de erosão da superfície e exposição das partículas inorgânicas, houve aumento dos valores médios de rugosidade superficial.

Essa profundidade de polimerização é alcançada, provavelmente, pelo aumento da translucidez decorrente do tamanho de partículas inorgânicas, presença de partículas pré-polimerizadas (17%) e adição de fotoiniciadores com maior reatividade, como o Ivocerin presente no compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill, permitindo uma rápida polimerização e um alto grau de conversão (Alrahlah, Silikas & Watts, 2014; Alshali et al., 2015; Fronza et al., 2017; Han et al., 2014)

Por outro lado, os compósitos nanoparticulados demonstram maior lisura de superfície mesmo quando submetidos à escovação simulada ou ensaios de desgaste, por expor partículas com formas esféricas e com tamanho reduzido, que não difere muito da matriz resinosa (Han et al., 2014; O'Neill et al., 2018). O compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill não diferiu estatisticamente, quanto a rugosidade de superfície, após desgaste, dos compósitos Filtek Bulk Fill Flow e Filtek Z350 (nanoparticulado), e diferiu do compósito microhíbrido Filtek Z250 (Han et al., 2014), provavelmente em virtude da presença de pré-polímeros (17%) como partículas de carga, bem como do tamanho de partícula de 0,04 a 2,2 μ m (Fronza et al., 2017; Han et al., 2014).

O estudo de Gonçalves et al (2018), constatou que apenas três desses compósitos conseguiram manter uma conversão adequada na espessura de 4.0 mm, dentre eles o compósito Filtek Bulk Fill, devido a sua composição (Fronza et al., 2015; Lima et al., 2018; Yap et al., 2016). Entretanto, Alrahlah et al. (2014), em seu estudo, avaliou a profundidade de polimerização de compósitos Bulk Fill, e encontrou que o compósito Filtek Bulk Fill demonstrou os menores valores de profundidade de polimerização quando comparado ao compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill, que teve a maior profundidade de polimerização entre os compósitos examinados. Em nosso estudo, o compósito Filtek Bulk Fill quando comparado ao compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill demonstrou maior rugosidade superficial com diferença estatística significativa nos períodos e meios de armazenagem avaliados, o que provavelmente está relacionado composição inorgânica e presença de partículas pré-polimerizadas que conferem uma maior lisura de superfície.

Como demonstrado na tabela 1, o compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill é nanohíbrido com as partículas inorgânicas sílica, alumina e bário, com tamanho de 0,04 a 2,2 μ m, e percentual de 78% em peso, sendo 17% partículas pré-polimerizadas. Por sua vez, o compósito Filtek Bulk Fill é nanoparticulado de alta viscosidade com partículas de vidro fluoreto de ytérbio, sílica, zircônia, e cerâmica silanizada (4nm a 0,1 μ m) e percentual de 76,5 % em peso (Fronza et al, 2017; Han et al., 2014). A presença de partículas pré-polimerizadas, provavelmente, influenciou a maior lisura superficial demonstrada por este material no presente estudo, mesmo diante do processo de degradação hidrolíticas e consequente erosão da matriz resinosa. Entretanto, a progressão do processo de degradação hidrolítica, nos meios de armazenagem avaliados, com o passar do tempo, culminou com o aumento da rugosidade, provavelmente pela exposição das partículas inorgânicas e degradação a partir da interface matriz/partícula (Han et al, 2014; O'Neill et al., 2018)

É possível ainda observar no presente estudo, que o tempo influenciou o aumento da rugosidade superficial nos dois meios e materiais avaliados. Isso se deu, possivelmente, em virtude do ganho de água que ao passar do tempo conduziu à degradação hidrolítica do material. Esta situação pode ser explicada pela presença de componentes hidrófilos, monômeros BIS-EMA, UDMA e TEGDMA, presentes nos compósitos, que contribuem acentuando a absorção de solvente (Subul et al., 2016; Boaro et al., 2013).

As propriedades mecânicas dos compósitos do tipo Bulk Fill dependem do tipo, forma e porcentagem de partículas inorgânicas, da composição monomérica, e da interface matriz/partícula (Fronza et al., 2017; O'Neill et al., 2018). As partículas estão unidas quimicamente à matriz através de organossilanos bifuncionais, e podem se apresentar de forma diferente entre os diferentes materiais. Nos compósitos que possuem partículas pré-polimerizadas, por existir poucas duplas ligações disponíveis na superfície dessas partículas, a união entre a matriz e as partículas pré-polimerizadas podem ser frágeis e resultar em falhas na interface favorecendo a degradação da superfície, o que provavelmente explica o aumento da rugosidade com o tempo de armazenagem para o compósito Tetric N-Ceram Bulk Fill (Fronza et al, 2017; O'Neill et al., 2018)

Em nosso estudo, quando o meio de armazenagem utilizado foi etanol a 75% o aumento da rugosidade foi pronunciado para todos os materiais. Nossos achados corroboram com os achados de Hannan et al. (2016), que observaram a redução de 50% nos valores médios de dureza após imersão em álcool quando comparados com a água destilada, provavelmente esse resultado seja em virtude das diferenças nos parâmetros de solubilidade.

A presença de irregularidades na superfície dos materiais restauradores propicia a formação e acúmulo de biofilme e irritação tecidual, e, pode predispor ao desenvolvimento de cárie secundária e doença periodontal, comprometendo a longevidade da restauração. Entretanto, os valores médios de rugosidade encontrados em nosso estudo não ultrapassaram os valores críticos quando a rugosidade de superfície das restaurações de 0,2 μ m (Da Costa et al., 2011; Dos Santos et al., 2011; Hosoya et al., 2011), mantendo, portanto, para o período avaliado, a lisura de superfície necessária para a manutenção da saúde dos tecidos circunvizinhos a restauração. Estudos que avaliam um tempo maior de envelhecimento do material podem ser necessários para avaliar a continuidade do processo de degradação, bem como os componentes lixiviados.

5. Conclusão

De acordo com este estudo, concluiu-se que o tempo de armazenagem e o meio de imersão exerceu influência nos valores médios de rugosidade superficial, com aumento da rugosidade após 180 dias de armazenagem em todos os compósitos, profundidades de polimerização e meios de imersão avaliados. Além disso, a profundidade de polimerização exerceu influência nos valores médios de rugosidade superficial apenas no compósito Filtek Z250, com aumento da rugosidade.

Infere-se a necessidade da avaliação da profundidade de polimerização dos compósitos avaliados em ensaios clínicos futuros, para confirmar a durabilidade e qualidade das restaurações em boca. Assim como, com o atual avanço na composição

dos compósitos, compreende-se a necessidade de pesquisas contínuas in vitro sobre as propriedades das resinas estéticas lançadas no mercado.

Agradecimentos

Agradecimento ao CNPq pela concessão da bolsa de pesquisa de iniciação científica.

Referências

- Alrahlah, A., Silikas, N. & Watts, D. C. (2014). Post-cure depth of cure of bulk fill dental resin-composites. *Dent Mater*, 30(2), 149-54.
- Alshali, R. Z., Salim, N. A., Satterthwaite, J. D. & Silikas, N. (2015). Post-irradiation hardness development, chemical softening, and thermal stability of bulk-fill and conventional resin-composites. *J Dent*, 43(2), 209-218.
- Arbildo-Vega, H. I., Lapinska, B., Panda, S., Lamas-Lara, C., Khan, A. S., & Lukomska-Szymanska, M. (2020). Clinical Effectiveness of Bulk-Fill and Conventional Resin Composite Restorations: Systematic Review and Meta-Analysis. *Polymers*, 12(8), 1786
- Boaro, L.C. et al. (2013). Sorption, solubility, shrinkage and mechanical properties of "low-shrinkage" commercial resin composites. *Dent Mater.*, 29(4), 398-404.
- Cruz, J. et al. (2016). Análise da rugosidade de superfície e da microdureza de 6 resinas compostas. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*, 57(1), 38-45.
- Czasch, P. & Ilie, N. (2013). In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites. *Clin Oral Investig.*, 17(1), 227-235.
- Da Costa, J. B., Goncalves, F. & Ferracane J. L. (2011). Comparison of two-step versus four-step composite finishing/polishing disc systems: evaluation of a new two-step composite polishing disc system. *Oper Dent.*, 36(2), 205-212.
- Delaviz, Y., Finer, Y. & Santerre, J. P. (2014). Biodegradation of resin composites and adhesives by oral bacteria and saliva: a rationale for new material designs that consider the clinical environment and treatment challenges. *Dent Mater*, 30(1), 16-32.
- Dos Santos, P. H., et al. (2011). Effect of fluid resins on the surface roughness and topography of resin composite restorations analyzed by atomic force microscope. *J Mech Behav Biomed Mater*, 4(3), 433-439.
- Ferracane J. L. (2011). Resin composite – state of the art. *Dent Mater*, 27(1), 29-38.
- Fronza, B. M. et al. (2015). Monomer conversion, microhardness, internal marginal adaptation, and shrinkage stress of bulk-fill resin composites. *Dent Mater*, 31(12), 1542-51.
- Fronza, B. M. et al. (2017). Characterization of Inorganic Filler Content, Mechanical Properties, and Light Transmission of Bulk-fill Resin Composites. *Oper Dent.*, 42(4), 445-455.
- Gonçalves, F., et al. (2018). A comparative study of bulk-fill composites: degree of conversion, post-gel shrinkage and cytotoxicity. *Brazilian Oral Research*, 32(0), 1-9.
- Han, J. M. et al. (2014). Abrasive wear and surface roughness of contemporary dental composite resin. *Dent Mater J.*, 33(6), 725-732.
- Hosoya, Y., et al. (2011). Effects of polishing on surface roughness, gloss, and color of resin composites. *J Oral Sci.*, 53(3), 283-291.
- Lepince, J.G. et al. (2014). Physico-mechanical characteristics of commercially available bulk-fill composites. *J Dent*, 42(8), 993-1000.
- Lima, R. B. W., Troconis, C. C. M., Moreno, M. B. P., Murillo-Gómez, F. & De Goes, M. F. (2018). Depth of cure of bulk fill resin composites: A systematic review. *J Esthet Restor Dent.*, 30(6), 492-501.
- O'Neill C et al. (2018). Effect of tooth brushing on gloss retention and surface roughness of five bulk-fill resin composites. *J Esthet Restor Dent.*, 30(1), 59-69.
- Ortengren, U., Wellendorf, H., Karlsson, S. & Ruyter, I. E (2001). Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil*. 28(12), 1106-1115.
- Sirin Karaarslan, E., et al. (2013). Effects of different polishing methods on color stability of resin composites after accelerated aging. *Dent Mater J.*, 32(1), 58-67.
- Sunbul, H. A., Silikas, N. & Watas, D. C. (2016). Surface and bulk properties of dental resin-composites after solvent storage. *Dental Materials*, 32(8), 987-997.
- Tiba, A., Zeller, G. G., Estrich C. G. & Hong, A. A (2013). Laboratory evaluation of bulk-fill versus traditional Multi-increment-Fill Resin Based Composites. *J Am Dent Assoc*, 144(10), 1182-1183.
- Wei, Y. J., Silikas, N., Zhang, Z. T. & Watts, D. C. (2011). Diffusion and concurrent solubility of self-adhering and new resin-matrix composites during water sorption/desorption cycles. *Dent Mater*, 27(2), 197-205.
- Yap, A. U., Pandya, M. & Toh, W. S. (2016). Depth of cure of contemporary bulk-fill resin-based composites. *Dent Mater J.*, 35(3), 503-510.

Zankuli, M. A., Devlin, H. & Silikas, N. (2014). Water sorption and solubility of core build-up materials. *Dent Mater*, 30(12), 324-329.

Zorzin, J. et al. (2015). Bulk-fill resin composites: polymerization properties and extended light curing. *Dent Mater.*, 31(3), 293-301.