AMANDA CAVALCANTE PEREIRA

Influência da profundidade e de um processo de envelhecimento acelerado em propriedades de resinas *bulk fill*

> São Paulo 2017

AMANDA CAVALCANTE PEREIRA

Influência da profundidade e de um processo de envelhecimento acelerado em propriedades de resinas *bulk fill*

Versão corrigida

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia (Biomateriais e Biologia oral) para obter o título de Mestre em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Leonardo Eloy Rodrigues Filho

São Paulo 2017 Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catalogação-na-Publicação Serviço de Documentação Odontológica Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Pereira, Amanda Cavalcante.

Influência da profundidade e de um processo de envelhecimento acelerado em propriedades de resinas *bulk fill /* Amanda Cavalcante Pereira ; orientador Leonardo Eloy Rodrigues Filho. -- São Paulo, 2017. 87 p. : fig., tab.; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) -- Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Biomateriais e Biologia oral. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida

1. Resinas compostas. 2. Módulo de elasticidade. 3. Dureza. 4. Envelhecimento. I. Rodrigues Filho, Leonardo Eloy. II. Título.

Pereira AC. Influência da profundidade e de um processo de envelhecimento acelerado em propriedades de resinas *bulk fill*. Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Aprovado em: / /2017

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a)		
Instituição:	Julgamento:	

Prof(a). Dr(a)	
Instituição:	Julgamento:

Prof(a). Dr(a)		
Instituição:	Julgamento:	

Dedico este trabalho inteiramente aos meus pais e à minha família que sempre foram a razão para tudo na minha vida.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à **Deus** pelas bênçãos derramadas sobre mim, por me dar sabedoria e discernimento para alcançar meus objetivos, por estar sempre presente e ter me guiado durante este mestrado. Não seria nada sem a fé **Nele**.

Agradeço à minha família, principalmente aos meus pais **Ronaldo** e **Soraya** por serem tudo pra mim e não medirem esforços para tornar meus objetivos possíveis. Obrigada por sempre confiar em mim. Todo meu esforço é dedicado a vocês.

Agradeço às minhas irmãs **Camila** e **Bianca**, que me acompanharam por toda minha vida, me incentivando e me dando apoio. Amo vocês.

Agradeço ao meu noivo **Daniel**, por estar sempre do meu lado, torcendo por mim e me acalmando nas horas difíceis. Sem teu apoio cotidiano nada disso seria possível. Te amo.

Agradeço à **Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Maranhão** pela minha formação, por todo aprendizado e pelas oportunidades oferecidas à mim. Por ter me ensinado que a vida é combate sempre!

Agradeço à **Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo** por esta oportunidade única. Este lugar além de ser referência em qualidade de ensino, me mostrou como podemos ser sempre melhores.

Agradeço ao **Departamento de Biomateriais e Biologia Oral**, por ser minha segunda casa, por me disponibilizar todos os meios de tornar este mestrado possível e pela oportunidade de conhecer colegas, professores e funcionários que foram de suma importância para que este trabalho fosse concluído.

Também agradeço ao **Departamento de Dentística** pela disponibilização dos seus materiais e equipamentos, e por toda a ajuda para conclusão deste trabalho.

Agradeço imensamente aos **professores**, dos quais tive a honra de conhecer e compartilhar dos seus conhecimentos. Cada aula, cada conversa e cada orientação foi imprescindível para eu me tornar a profissional que sou hoje.

Agradeço especialmente ao meu professor-orientador **Leonardo Eloy Rodrigues Filho** por todo o conhecimento repassado, pela paciência, pelas conversas e conselhos. Serei eternamente grata por ter tido a oportunidade de realizar este mestrado sob sua orientação. Muito obrigada!

Agradeço às funcionárias **Rosinha**, **Eli** e **Dona Fran**, que sempre estiveram presentes e dispostas a ajudar no que fosse preciso. Foram um ombro amigo nas horas difíceis e comemoraram nossas vitórias como se fossem delas. Vocês também foram muito importantes para mim.

Agradeço em especial ao funcionário **Antônio**, que sempre esteve presente e disposto a me ajudar de todas formas possíveis. Além de ter sido um dos grandes responsáveis pela realização deste trabalho, tornou-se um grande amigo. Muito obrigada por tudo que fizeste por mim. Você é 10!!!!

Agradeço aos amigos de departamento Alexander Nishida, Alice Natsuko, Ana Carolina Romero, Bruno Lopes, Diego Manarão, Erick de Lima, Juliana Aguiar, Juliana Castro, Kelli Monteiro, Mariana Basílio, Pavel Capetillo, Pedro Albuquerque, Ranulfo Miranda, Sabrina Vargas, Stéphanie Favero, Mariel Maas, Sandra Almeida, Talita Souza, Lívia Natale, Yvette Alania, Marina Chiari, Katherine, Marcelo e Ines pelo companheirismo, pelas risadas, por toda a ajuda e por partilhar nossas angústias e sucessos.

Agradeço em especial ao amigo **Ezequias Rodrigues** por ter me guiado durante todo meu trabalho, foi meu conselheiro e esteve sempre disponível para me ajudar. Além disso, sei que posso contar sempre com sua amizade e saiba que você também tem em mim um ombro amigo. Muito obrigada!!

Agradeço em especial à minha prima **Mariana Reis** por tudo que fizeste por mim. Por me guiar, por me ajudar, por me apresentar a pessoas incríveis e por fazer possível a realização deste sonho. Sem você nada disso seria possível. Muitíssimo obrigada!

Agradeço aos fabricantes, Heraeus Kulzer, KaVo Kerr, Ivoclar Vivadent, FGM e 3M ESPE pela doação dos materiais utilizados na pesquisa.

Agradeço a **Capes** pela concessão da bolsa de mestrado.

"É na educação dos filhos que se revelam as virtudes dos pais."

Coelho Neto

RESUMO

Pereira AC. Influência da profundidade e de um processo de envelhecimento acelerado em propriedades de resinas *bulk fill* [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2017. Versão Corrigida.

O presente estudo teve como objetivo avaliar o desempenho de quatro resinas bulk fill (Filtek Bulk Fill (FBF), Opus Bulk Fill (OBF), Sonicfill (SF) e Tetric N-Ceram Bulk Fill (TNBF)) e uma resina convencional (Charisma Diamond (CD)) quanto às seguintes propriedades: resistência à flexão (RF), módulo de elasticidade (ME) e dureza Knoop (KHN) em função da profundidade e após a realização de um envelhecimento acelerado. Corpos de prova em formato de barra foram confeccionados simultaneamente em diferentes profundidades (1, 2, 3, 4 e 5 mm) para realização dos testes de resistência à flexão (n=10), módulo de elasticidade (n=10) e dureza Knoop (n=3). Os testes foram realizados em dois momentos, previamente e após a realização de um envelhecimento acelerado, que consistiu na realização de uma termociclagem com banhos alternados em água a 5 e 55°C, com 1 min de imersão em cada, por 2000 ciclos. Os resultados para o teste de RF e ME mostraram que os valores para estas duas propriedades diminuíram em função da profundidade e após a realização da termociclagem para todas as resinas estudadas. Apenas a resina TNBF não apresentou diferença estatística para valores de ME após o envelhecimento acelerado. Quanto à dureza, os valores também diminuíram em função da profundidade, porém aumentaram após a realização do envelhecimento acelerado. Apenas a resina SF não apresentou diferença estatística entre os valores de dureza antes e após o envelhecimento. A resina convencional CD após a ciclagem térmica foi a única que apresentou relação base/topo (2 mm) acima de 80%. Nenhuma das resinas do tipo bulk fill apresentou uma relação base/topo acima de 80% para a dureza quando avaliadas na espessura máxima recomendada. Com base nos resultados obtidos, pode-se afirmar que, quando fotoativadas na espessura máxima recomendada, apenas a resina convencional CD apresentou resultados condizentes com a homogeneidade esperada em todas as condições deste estudo. Entretanto, para as resinas do tipo bulk fill, pode-se observar que as propriedades estudadas, de modo geral, sofreram uma diminuição

significativa em função da profundidade. Para o envelhecimento, a dureza, diferentemente dos outros parâmetros, mostrou uma tendência de aumento.

Palavras-chave: Resinas Compostas. Módulo de Elasticidade. Dureza. Envelhecimento.

ABSTRACT

Pereira AC. Influence of depth and an accelerated aging process on bulk fill resin properties [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2017. Versão Corrigida.

The purpose of this study was to evaluate the performance of four bulk fill resins (Filtek Bulk Fill (FBF), Opus Bulk Fill (OBF), Sonicfill (SF) and Tetric N-Ceram Bulk Fill (TNBF)) and a conventional resin (Charisma Diamond (CD)) for the following properties: flexural strength (FS), flexural modulus (FM) and Knoop hardness (KHN) as a function of depth and after accelerated aging. Specimens were made simultaneously with different depths (1, 2, 3, 4 and 5 mm) for flexural strength tests (n = 10), flexural modulus (n = 10) and Knoop hardness (n = 3). The tests were carried out in two moments, before and after the accelerated aging process, which consisted of thermocycling with alternating baths in water at 5 and 55°C, with 1 min immersion in each, for 2000 cycles. The results for the FS and FM tests showed that the values for these two properties decreased as a function of depth and after the thermocycling for all the studied resins. Only TNBF resin showed no statistical significant differences in FM values after accelerated aging. For the hardness test, values also decreased as a function of depth, but increased after accelerated aging. SF resin was the only one that showed no statistical significant differences between hardness values before and after aging. CD, after thermal cycling, was the exclusive resin to show a bottom/top ratio above 80%. None of the bulk fill resins had a bottom/top ratio above 80% for hardness when evaluated at the maximum recommended thickness. Based on the results obtained, it can be stated that, when photoactivated at the maximum recommended thickness, only the conventional resin CD presented results consistent with the expected homogeneity in all the conditions of this study. However, for bulk fill resins, it can be observed that the studied properties, in general, suffered a significant decrease as a function of depth. For aging, the hardness, unlike the other parameters, showed a tendency to increase.

Keywords: Composite Resin. Elastic Modulus. Hardness. Aging.

LISTA DE FIGURAS

Figura	2.1	-	Estrutura	molecular	dos	monômeros	utilizados	nas	resinas	compostas.
			Fonte: Ga	ajewski et a	al. ²⁴					30

Figura 2.2 - Evolução das modificações do conteúdo orgânico utilizado nos compósitos resinosos. Fonte: Adaptado de Ferracane, J. L.².......32

- Figura 4.4 Deflectômetro acoplado à máquina universal de ensaios para aferição da deflexão sofrida pelos corpos de prova em formato de barra durante a realização do teste de resistência à flexão.......49
- Figura 4.5 Ilustração representativa das indentações realizadas nos espécimes para o teste de dureza Knoop......51

LISTA DE TABELAS

- Tabela 5.3 Médias (Mpa), desvios padrão e comparações (Tukey) do teste de resistência à flexão para todas as resinas testadas até o 4º mm......54

- Tabela 5.7 Médias (MPa), desvios padrão e comparações (Tukey) do teste de módulo de elasticidade para todas as resinas testadas até o 4º mm .57

Tabela 5.10 - Dureza (desvio padrão) e Tukey para a resina Charisma Diamond....60

Tabela 5.11 - Dureza (desvio padrão) e Tukey para a resina Filtek Bulk Fill60

Tabela 5.12 - Dureza (desvio padrão) e Tukey para a resina Opus Bulk Fill60

Tabela 5.13 - Dureza (desvio padrão) e Tukey para a resina Sonicfill60

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA	Análise de variância
AUDMA	Uretano dimetacrilato modificado
BisEMA	Bisfenol A etoxilado dimetacrilato
BisGMA	Bisfenol A glicidil dimetacrilato
CC	Com ciclagem
CD	Charisma diamond
CQ	Canforoquinona
DDDMA	1,12 dodecano dimetacrilato
EBPADMA	Bisfenol A etoxilado dimetacrilato
FBF	Filtek Bulk Fill
GC	Grau de conversão
ISO	International Standard Organization
KHN	Dureza Knoop
LED	Luz Emissora de Diodo
n	Número de espécimes por grupo
OBF	Opus <i>Bulk Fill</i>
PMMA	Polimetil metacrilato
RF	Resistência à flexão
SC	Sem ciclagem
SF	Sonicfill
TCD-DI-HEA	Bis-(acriloiloximetil) triciclo[5.2.1.0.sup.2,6) decano
TEGDMA	Trietileno glicol dimetacrilato
TNBF	Tetric N-Ceram Bulk Fill
ТРО	2,4-6 óxido trimetilbenzoil difenilfosfino
UDMA	Uretano dimetacrilato

LISTA DE SÍMBOLOS

Pascal
Grama(s) por mol
Milipascal-segundo
Graus Celsius
Nanômetro
Porcentagem
Milímetro(s)
Micrômetro
Número
Joule por centímetro quadrado
Miliwatt por centímetro quadrado
Milipascal
Newton
Milímetros por minuto
Megapascal
Gigapascal
Grama(s)
Centímetro
Minuto(s)
Miliwatts
Segundo

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	25
2	REVISÃO DE LITERATURA	29
2.1	RESINAS COMPOSTAS	29
2.2	REAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO	32
2.3	RESINAS BULK FILL	36
2.3	CICLAGEM TÉRMICA	39
3	PROPOSIÇÃO	43
4	MATERIAL E MÉTODOS	45
4.1	CONFECÇÃO DOS ESPÉCIMES	46
4.2	FOTOATIVAÇÃO	47
4.3	ENVELHECIMENTO ACELERADO	48
4.4	TESTE DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO E MÓDULO DE ELASTICIDADE .	48
4.5	DUREZA KNOOP	50
4.6	ANÁLISE ESTATÍSTICA	51
5	RESULTADOS	53
5.1	RESISTÊNCIA À FLEXÃO (RF)	53
5.2	MÓDULO DE ELASTICIDADE (ME)	56
5.3	DUREZA KNOOP (KHN)	59
6	DISCUSSÃO	63
7	CONCLUSÕES	75
	REFERÊNCIAS	77

1 INTRODUÇÃO

Restaurações dentárias com resinas compostas fotoativadas tornaram-se, na maior parte das vezes, a primeira opção para a realização de restaurações diretas. A capacidade destes materiais de reproduzirem a cor e a translucidez da estrutura dentária¹, bem como sua característica adesiva são atributos que permitem sua ampla utilização na clínica odontológica².

Contudo, apesar da sua grande popularidade, estes materiais apresentam limitações que dificultam e até restringem a sua utilização, como a contração de polimerização³ e a dificuldade de transmissão de luz em profundidade⁴. O fenômeno da contração de polimerização, gera uma tensão na interface adesiva entre dente/restauração que pode levar a eventos prejudiciais que induzem o insucesso do procedimento restaurador como a formação de fendas, sensibilidade pósoperatória, manchamentos e até a fratura da restauração e/ou do dente^{5, 6}. Já a transmissão limitada de luz em profundidade ocorre devido à diferença do índice de refração dos componentes de carga e da matriz polimérica, que dificulta a passagem de luz, consequentemente limitando a profundidade de cura, que geralmente gira em torno de 2 mm por incremento na maioria das resinas compostas ditas convencionais^{7, 8}.

A maior implicação clínica destas duas limitações, presentes nos compósitos resinosos, é a necessidade da utilização da técnica incremental⁹, que consiste em realizar a inserção e fotoativação de porções de no máximo 2 mm de espessura por vez, evitando desta forma a indução de maiores tensões nas interfaces adesivas e a subpolimerização nas camadas mais profundas do incremento⁸. Contudo, restaurações extensas demandam um maior tempo clínico e possuem uma técnica sensível, o que pode ser desconfortável para os pacientes e trabalhoso para os dentistas, aumentando a chance de ocorrer falhas durante a confecção da restauração, como a incorporação de bolhas e o risco de contaminação entre camadas.

Tendo em vista esta problemática e a procura por materiais restauradores diretos que permitissem uma maior economia de tempo clínico, fabricantes introduziram no mercado uma nova categoria de resinas compostas, as chamadas resinas *bulk fill*¹⁰, que têm como principal apelo comercial a possibilidade da

utilização de porções únicas de até 5 mm de espessura, o que tornaria o procedimento restaurador, principalmente em cavidades extensas de dentes posteriores, muito mais rápido e simples.

Segundo os fabricantes, esta nova técnica só é possível devido à duas características comuns aos novos materiais disponíveis: a baixa contração de polimerização, que consequentemente induz uma menor tensão de polimerização, e a maior translucidez das resinas, que permite uma maior passagem de luz em profundidade¹¹. Dessa forma, é possível uma modificação da técnica de inserção incremental, que passa de 2 para até 5 mm de espessura.

Para que esta adaptação da técnica fosse possível, os fabricantes utilizaram diversas estratégias envolvendo principalmente modificações na composição da resina. A formulação de novos monômeros à base de dimetacrilato, diferentes tamanhos e proporções de partículas de carga, o desenvolvimento de novos sistemas de iniciação e a adição de moduladores da reação de polimerização têm sido estratégias adotadas para garantir altos valores de conversão e resistência, permitindo a utilização de incrementos maiores, sem, entretanto, aumentar o estresse gerado na interface adesiva e sem comprometer as propriedades mecânicas¹²⁻¹⁵.

Estudos *in vitro*, avaliando a qualidade destes materiais, mostram que propriedades como o grau de conversão e dureza apresentam valores satisfatórios quando comparados com resinas convencionais^{11, 15, 16}. Porém, segundo YAP et al.¹⁷, quando avaliada a profundidade de cura, as resinas *bulk fill* não apresentaram resultados considerados adequados para utilização de incrementos de 4 mm, contrariando a orientação de fabricantes e outros estudos.

No que se refere às propriedades mecânicas, o trabalho de Leprince et al.¹⁸ mostrou que a maioria das resinas *bulk fill* testadas apresentaram valores inferiores quando comparadas às resinas convencionais, o que pode levar a comprometer o sucesso e a longevidade de restaurações realizadas com este tipo de material.

Por se tratar de um material relativamente novo, os resultados apresentados pelas pesquisas ainda são insuficientes para afirmações mais categóricas a respeito das propriedades desse grupo de compósitos. Além disto, o ambiente da cavidade oral, por ser sabidamente muito agressivo, pode conduzir esses materiais a uma degradação importante. Assim, mais estudos se fazem necessários para podermos, com alguma segurança, prever melhor o desempenho desses compósitos,

sobretudo aqueles que, de alguma forma, promovam condições de envelhecimento acelerado.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 RESINAS COMPOSTAS

As resinas compostas atualmente disponíveis no mercado são materiais que apresentam propriedades óticas e mecânicas bem superiores daquelas encontradas no início da década de 60¹⁹, quando estes compósitos surgiram. Entretanto, a busca por materiais que apresentem além destas qualidades, uma fácil manipulação, baixo custo e longevidade ainda são o objetivo de pesquisas mais recentes²⁰.

Uma das primeiras estratégias utilizadas para melhorar a qualidade das resinas foi a inserção de partículas de sílica na matriz de polimetil metacrilato (PMMA). Essa estratégia visava aumentar a resistência destas resinas e, consequentemente, melhorar as propriedades mecânicas²¹. Contudo, a constatação de uma alta contração de polimerização da matriz resinosa associada à uma baixa adesão às estruturas dentárias e pouca resistência ao desgaste contribuíram para o fracasso deste material. Diante deste cenário, a introdução de um agente de união organossilânico, com a função de ligar as partículas de sílica à matriz resinosa através de ligações químicas covalentes, conferiu às resinas uma melhoria tanto nas propriedades mecânicas em geral quanto na resistência ao desgaste²². Apesar deste avanço, a grande contração de polimerização e a baixa adesão do material às estruturas dentárias ainda persistia.

Neste momento surge-se a necessidade da substituição ou incorporação de novos componentes na matriz resinosa que diminuíssem a contração de polimerização. A alternativa encontrada por Bowen²³ foi a substituição da matriz de PMMA pela utilização de monômeros de alto peso molecular, como o BisGMA (bisfenol A glicidil dimetacrilato). Este material confere à resina uma grande diminuição na contração de polimerização quando comparada com o PMMA, porém, por possuir uma alta viscosidade (1200 Pa) devido ao seu alto peso molecular (510,6 g/mol), dificulta a incorporação dos componentes de carga e restringe a mobilidade das moléculas reativas durante a polimerização²⁴. A incorporação de monômeros diluentes de baixa viscosidade, como o TEGDMA (trietilenoglicol dimetacrilato), e posteriormente o UDMA (uretano dimetacrilato) e o BisEMA

(bisfenol A dimetacrilato etoxilado) entre outros, foi necessário para melhorar a manipulação e facilitar a incorporação das partículas inorgânicas ao material^{25, 26} pois, enquanto a viscosidade da água é de 1 mPa.s (23°C), a viscosidade do BisGMA é de aproximadamente 1.000.000 mPa.s (23°C) e a do TEGDMA é de 10 mPa.s (23°C)^{25, 26}.

Um monômero alternativo para o BisGMA é o uretano dimetacrilato (UDMA). Ambos possuem pesos moleculares semelhantes, porém o UDMA é menos viscoso (11.000 mPa.s à 23°C)²⁷. Quanto menor a viscosidade da matriz, maior a quantidade de carga que pode ser incorporada. Logo, a diluição do BisGMA possibilita a obtenção de uma resina com alto conteúdo inorgânico. Todavia, essa diluição pode resultar em um aumento da contração de polimerização por causa do menor tamanho dos monômeros incorporados nas cadeias poliméricas.

Figura 2.1 - Estrutura molecular dos monômeros utilizados nas resinas compostas. Fonte: Gajewski et al.²⁴



As resinas comercialmente disponíveis possuíam uma apresentação pastapasta e um sistema de ativação química, que limitava o tempo de trabalho e tornava a manipulação crítica, dificultando a utilização da resina e aumentando o risco de incorporação de ar, levando o material a ser menos resistente. A introdução de fotoiniciadores nas resinas permitiu que grande parte destes problemas fossem solucionados, concedendo um maior controle do tempo de trabalho antes da fotopolimerização²⁸⁻³⁰. Outro avanço que melhorou significativamente a qualidade das resinas e permitiu uma ampliação na sua indicação foram as modificações do conteúdo inorgânico³¹. Modificações no tipo de carga, tamanho, quantidade e formato das partículas permitiram conceder às resinas compostas melhores propriedades de resistência ao desgaste, de polimento, de translucidez e de resistência mecânica, além da redução da contração e do estresse causados pela polimerização².

Quantidades maiores de partículas de carga implicam em menores quantidades de matriz orgânica, passível de contração durante a polimerização. Portanto, quanto maior a quantidade de partículas inorgânicas, menor o volume ocupado pela matriz orgânica, e, por consequência, menor o número de grupos reativos metacrilatos, o que produz uma contração final menor³². Este aumento do conteúdo de carga também leva a um aumento do módulo de elasticidade, pois a deformação elástica da matriz orgânica é reduzida pela adesão às partículas de carga e pelo encurtamento das cadeias poliméricas^{33, 34}. Dessa forma, as resinas com maior conteúdo de carga passaram a apresentar uma menor contração de polimerização.

Todavia, a utilização de altos conteúdos de carga também tende a reduzir a transmissão de luz em profundidade, devido a grande probabilidade de refração da luz nas interfaces entre partículas de carga e a matriz resinosa ocasionado pela diferença entre seus índices de refração³⁵. Esta transmissão de luz depende de outros fatores como reflexão da luz, dispersão e absorção, que variam de acordo com a composição de cada material. A utilização de partículas com diâmetros de aproximadamente metade do comprimento de onda do fotopolimerizador utilizado aumentam a dispersão de luz, portanto a transmissão de luz em profundidade tende a aumentar com o aumento do tamanho das partículas de carga, pois a dispersão de luz é diminuída³⁶.

A evolução do conteúdo inorgânico utilizado nos compósitos resinosos mostra o quanto esses materiais foram modificados desde o seu surgimento, e como este componente mudou as características mecânicas e o desempenho deste material². A inovação mais recente refere-se ao desenvolvimento dos compósitos "*nanofill*" ou nanoparticulados, contendo apenas partículas em nano escala. A maioria dos fabricantes atuais modificou as formulações de seus microhíbridos para incluir mais nanopartículas e possivelmente parcelas de resina pré-polimerizada, semelhantes aos encontrados nos compósitos "*microfill*", e nomearam este grupo

"nanohíbridos". Em geral, é difícil distinguir os nanohíbridos dos microhíbridos. Suas propriedades, como a resistência à flexão e módulo de elasticidade, tendem a ser semelhantes^{2, 37}.

Figura 2.2 - Evolução das modificações do conteúdo inorgânico utilizado nos compósitos resinosos. Fonte: Adaptado de Ferracane, J. L.²



2.2 REAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO

A polimerização das resinas compostas ocorre através de uma reação de adição por radicais livres^{5, 6}. Esta reação é desencadeada pela irradiação de luz azul, que sensibiliza uma molécula fotossensível iniciadora que gera radicais livres. Estes radicais são responsáveis por quebrarem as duplas ligações presentes nos grupos metacrilatos, gerando uma reação em cadeia, induzindo a ligação de monômeros entre si, formando cadeias poliméricas entrelaçadas³⁸. A reação de polimerização continua até que o crescimento da cadeia polimérica cesse devido à desativação de um centro reativo por uma ou mais possíveis reações de terminação, caracterizada pelo estabelecimento de uma ligação primária de carbono entre duas moléculas previamente sensibilizadas³⁹. Se o oxigênio estiver presente, os radicais livres irão preferencialmente reagir com ele, formando um radical de peróxido, pouco reativo, gerando a inibição da polimerização⁴⁰.

O iniciador mais comumente utilizado nas resinas compostas fotoativáveis é a canforoquinona (CQ), que absorve luz no comprimento de onda de 400 a 550 nm, com pico máximo de absorção no comprimento de 470 nm⁴¹. Para acelerar a reação de polimerização, uma quantidade razoável de amina terciária é adicionada à mistura. A reação ocorre quando a molécula de CQ, no estado excitado, interage com a amina, resultando na formação de um radical livre. Este radical livre irá reagir com o monômero, possuidor de uma ligação dupla de carbono (C=C), quebrando esta ligação e induzindo a união de outros monômeros²⁵.

A CQ é um composto sólido caracterizado por sua cor amarela, de modo que grandes quantidades deste fotoiniciador em formulações de resina levam a uma cor amarelada indesejável, afetando a aparência estética final do material após a cura. Isso, por sua vez, coloca em prática limites à concentração de CQ e, consequentemente, limita grau de polimerização e a profundidade da cura que pode ser alcançado³⁸. Porém, existe um consenso de que uma maior conversão de duplas ligações durante a polimerização é crítica para a otimização das propriedades mecânicas, biocompatibilidade e estabilidade de cor das resinas ativadas por luz^{16, 31, 42, 43}. Portanto, a busca por materiais que permitissem uma reação de polimerização mais eficaz, e que não comprometesse a estética das resinas e, ainda assim possuíssem altos valores de grau de conversão tem sido um desafio para os fabricantes desde então³⁸.

À medida que a reação de polimerização acontece, e os monômeros presentes na massa começam a se unir formando as cadeias poliméricas, o peso molecular aumenta bem como o grau de conversão e a dureza da resina. Entretanto, um outro fenômeno inerente aos materiais poliméricos também se inicia neste momento: a contração de polimerização.

A partir do momento em que a resina passa do estado fluido para o estado viscoso é denominado o ponto gel. Até chegar neste ponto, os monômeros ainda possuem mobilidade dentro da massa, e conseguem deslizar e adquirir novas posições e orientações, compensando o estresse da contração de polimerização²⁸. Entretanto, após o ponto gel, conhecida como fase pós-gel, a capacidade de escoamento da resina fica restrita, devido ao número de ligações cruzadas já estabelecidas na matriz. Toda força do estresse de contração gerado a partir desse ponto é transferido para a interface de união dente-restauração⁴⁴. Este fenômeno ocorre devido a diminuição da distância entre as moléculas monoméricas, que se

unem formando cadeias entrelaçadas, causando uma diminuição do volume da massa que pode variar entre 1,8% a 3,3% nas resinas compostas⁴⁵. Esta magnitude da contração volumétrica experimentada por um compósito é determinada por fatores intrínsecos ligados à sua composição, como a matriz monomérica, a quantidade e o tamanho da carga, além do grau de conversão da matriz resinosa³, do módulo de elasticidade, da sorção de água⁴⁶ e de outros fatores extrínsecos, como intensidade da fonte de luz e configuração cavitária.

Estudos *in vitro* mostram que a contração de polimerização também está diretamente relacionada com a rigidez do material (propriedade relacionada ao módulo de elasticidade da resina)⁴⁷. Portanto, para um determinado valor de contração, o material com maior rigidez (ou seja, aquele com maior módulo de elasticidade), irá causar o maior estresse. E o módulo de elasticidade também aumenta à medida que a reação de polimerização continua⁴⁸. Quanto maior o módulo de elasticidade e a contração de polimerização do compósito, maior o estresse de contração sofrido pelo material⁴⁶.

O efeito mais significativo causado pela contração volumétrica é a indução de tensões de contração nas paredes cavitárias, mais precisamente na interface adesiva dente/restauração que pode levar a falhas como o aparecimento de fendas, manchamentos, cáries marginais e até a fratura do dente e/ou restauração^{5, 6, 34}. A magnitude deste estresse de contração também está diretamente relacionada com a configuração da restauração, isto é, o número de superfícies aderidas divido pelo número de faces não aderidas, também denominado como fator C, assim como com a área de superfície, com o *compliance* do material e da estrutura do dente circundante e com o grau e sua taxa de conversão⁴⁹.

Algumas abordagens alternativas foram propostas a fim de minimizar os efeitos prejudiciais da tensão de contração sem, entretanto, diminuir o grau de conversão das resinas. Segundo Rueggeberg et al.⁴⁴ e Silikas et al.⁵⁰, uma rede de polímeros que se desenvolve a uma taxa mais lenta pode ser capaz de ceder às forças de contração através de rearranjos moleculares, diminuindo o acúmulo de estresse nas paredes cavitárias. Uma estratégia utilizada foi a redução da taxa de cura das resinas, que pode ser conseguida através de uma modulação da densidade de potência entregue nos estágios iniciais do período de fotoativação ou pelo uso de uma densidade de baixa potência para tempos de exposição prolongados (técnica *soft-start* ou "pulso tardio") que poderia levar a uma diminuição da velocidade de
polimerização, permitindo uma maior relaxação das tensões induzidas pela união monomérica dentro da resina⁵⁰.

A realização de restaurações mistas, utilizando bases de ionômero de vidro em restaurações mais profundas, com a finalidade de diminuir a quantidade de resina composta utilizada e, consequentemente, a contração causada pelo material também foi outra alternativa utilizada⁴⁶. As vantagens dessa técnica incluem a utilização de um material mais biocompatível, menores chances de sensibilidade pós operatória e irritação pulpar em cavidades mais profundas, além da ação anticariogênica, devido a liberação do flúor presente nos ionômeros de vidro^{46, 51, 52}. Contudo, esta técnica torna-se mais demorada, pois demanda a utilização de mais de um material restaurador, o que tornaria o procedimento menos atraente.

A tática mais comumente utilizada, e mais eficaz na utilização de resinas convencionais, é a utilização da técnica de inserção incremental⁵³. Este método, além de diminuir a indução de tensões de contração nas paredes cavitárias, diminuindo o efeito do fator C, preconiza a utilização de incrementos de no máximo 2 mm de espessura, que evita subpolimerização das camadas mais profundas da restauração⁵⁴. Porém, em restaurações mais extensas e profundas demanda um maior tempo clínico, que pode ser desconfortável para o paciente e trabalhoso para o dentista, aumentando a chance de erros como a contaminação entre incrementos e a incorporação de bolhas entre camadas⁸.

2.3 RESINAS BULK FILL

Tendo em vista a procura por novos materiais que permitissem uma diminuição do tempo clínico e uma maior facilitação da técnica restauradora, surge uma nova categoria de resinas compostas, as resinas do tipo *bulk fill.* A particularidade deste novo material é a presença de uma maior translucidez que permite a utilização de grandes volumes de material que podem ser inseridos e fotoativados em espessuras de até 5 mm, diferentemente dos 2 mm preconizados na técnica de inserção incremental atual e que, segundo seus fabricantes, não produziria tensões exageradas pela contração de polimerização, nem afetariam a adaptação à cavidade ou o grau de conversão¹⁶. Leprince et al.¹⁸ afirmam que a indução de menores tensões de contração é possível através da diminuição do módulo de elasticidade, enquanto a translucidez é aumentada através da diminuição da quantidade de carga e maior tamanho destas partículas³⁵.

Em geral, pode-se notar que a principal inovação destes materiais está na modificação e adição de componentes na estrutura química e molecular das resinas. A baixa contração de polimerização deve-se provavelmente à utilização de "moduladores de polimerização", ou seja, componentes químicos adicionados à porção orgânica da resina com a função de aumentar a flexibilidade e assim relaxar a rede polimerizada sem prejudicar o grau de conversão¹⁵. A utilização de monômeros modificados como o AUDMA (uretano dimetacrilato modificado) que contêm grupos fotoativos com a função de controlar a cinética da reação de polimerização, e retardar a indução do estresse de contração, é um exemplo desta modificação⁵⁵.

Embora a tendência das resinas convencionais tenha sido claramente para maximizar o conteúdo inorgânico para obter melhores propriedades mecânicas e, ao mesmo tempo, minimizar o tamanho das partículas de carga para melhorar a estética², as resinas *bulk fill* geralmente apresentam uma quantidade de carga mais baixa e um tamanho aumentado das partículas¹⁵. Esta característica influencia diretamente na translucidez do material, permitindo que maior quantidade de luz penetre em profundidade. O resultado é uma maior conversão monomérica nas camadas mais profundas do incremento, possibilitando uma cura maior nessas regiões do que aquela observada nas resinas ditas convencionais³⁵.

O sistema de fotoiniciação destas resinas permaneceu baseado na CQ, semelhante ao encontrado nas resinas convencionais^{10, 46}, porém alguns fabricantes utilizaram coiniciadores alternativos para aumentar o grau de conversão das resinas em profundidade, como por exemplo, o Ivocerin presente na resina Tetric N-Ceram *bulk fill.* Este sistema iniciador, tem um espectro de absorção de comprimento de onda menor que o da CQ, mais próximo ao violeta, e foi relatado conter uma maior atividade fotopolimerizante, devido à sua maior absorção de luz visível⁵⁶.

Apesar destas modificações, a química fundamental dos compósitos do tipo *bulk fill* não difere consideravelmente daquela das resinas convencionais. Sua composição permanece baseada em uma mistura de monômeros metacrilatos bifuncionais fotopolimerizáveis e partículas de vidro silanizadas⁵⁷.

O grau de conversão (GC) de uma resina é uma propriedade importante que pode prever a performance mecânica do material, porém irá depender tanto de fatores intrínsecos, como a estrutura química dos monômeros dimetacrilato e a concentração de fotoiniciadores, como de fatores extrínsecos, como as condições de fotopolimerização⁵⁸. Os valores de GC encontrados para as resinas compostas geralmente variam entre 52-75%⁵⁹, e segundo Silikas et al.⁵⁰, compósitos apresentando valores de CG abaixo de 55% podem apresentar propriedades mecânicas insatisfatórias que comprometeriam a performance e longevidade de restaurações submetidas a grandes esforços, como aquelas encontradas em faces oclusais de dentes posteriores⁵⁰. Apesar desta propriedade ser um indicativo quanto a qualidade de uma resina, também é necessário ressaltar que o GC avaliado isoladamente não pode ser um parâmetro de predição do desempenho mecânico de um compósito visto que, além do GC, o grau de reticulação de uma resina também é determinante para as propriedades mecânicas do material¹⁵.

Tendo em vista a importância da obtenção de um GC dentro dos limites aceitáveis, Alshali et al.¹⁶ avaliaram essa propriedade de resinas *bulk fill*, em comparação com resinas convencionais, imediatamente após a fotoativação e após 24 horas. Constataram que o GC nas resinas *bulk fill* apresenta resultados semelhantes aos encontrados nas resinas convencionais, e que é possível notar um aumento desta propriedade após 24 horas da fotoativação. Afirmaram ainda, que tanto as resinas *bulk fill* quanto as convencionais apresentam valores de GC semelhantes quando avaliadas nas regiões mais próximas da fonte de luz, ou seja, no primeiro milímetro¹⁶. Outro estudo, avaliando as propriedades de duas resinas

bulk fill flow, também demonstrou que a utilização de incrementos de 4 mm e tempos de fotoativação de 20 segundos foram suficientes para que estas resinas apresentassem propriedades como CG, resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza Vickers semelhantes às resinas convencionais¹⁵.

Ibarra et al.¹⁰, ao analisarem as propriedades físicas de resinas *bulk fill,* constataram que estes compósitos possuem profundidade de cura maior que as resinas convencionais, como sugerido pelos fabricantes, e contração de polimerização, resistência à flexão e módulo de elasticidade semelhantes às resinas convencionais¹⁴. Resultados semelhantes foram relatados por Goracci et al.⁶⁰, que constataram um alto grau de conversão e uma resistência à flexão acima do valor recomendado pela ISO 4049, de 80 MPa como o limite de aceitabilidade para materiais restauradores utilizados em superfícies oclusais⁶⁰.

Outro parâmetro utilizado para analisar a qualidade destes materiais tem sido a avaliação da dureza, para determinar a profundidade de cura alcançada pelas resinas *bulk fill.* Um estudo de Flury et al.⁸ mostrou que o método "*scrapping*", preconizado pela ISO 4049 para determinação da espessura máxima indicada para utilização de incrementos de resina composta, superestima a profundidade de cura nas resinas *bulk fill* em comparação com os valores determinados pelo teste de dureza, sendo este último o método o mais eficaz⁸.

Este fato também foi constatado por Yap et al.¹⁷, ao avaliarem a profundidade de cura de resinas *bulk fill* utilizando tanto o método ISO 4049 quanto o da avaliação da dureza Knoop, pois relataram que a profundidade de cura avaliada pela norma da ISO variou de 2,54 mm a 3,66 mm, enquanto baseado nos testes de dureza esses valores variaram entre 1,5 mm a 3 mm. Para todos os materiais, foi observada uma diminuição da dureza em função da profundidade, e que esta propriedade era material dependente. Assim, as resinas do tipo *bulk fill*, obtiveram valores maiores de profundidade de cura quando comparada com os compósitos convencionais. Porém, com uma espessura de 4 mm, nenhuma das resinas do tipo *bulk fill* apresentou uma relação de 80% entre as durezas da base e topo¹⁷, corroborando com os achados de Garcia et al.⁶¹. Estes resultados podem estar associados à dificuldade de penetração da luz em profundidade através do compósito ao se utilizar espessuras maiores, o que provavelmente leva a uma pequena disponibilidade de luz para excitar co-iniciadores em maiores profundidades^{17, 61}.

Como já mencionado anteriormente, a quantidade de luz transmitida através de uma resina depende da quantidade de luz refletida, dispersa e absorvida, e varia dependendo da composição de cada resina³⁵. Visto que as resinas apresentam substâncias heterogêneas, como os monômeros resinosos e partículas de carga, a luz transmitida é espalhada na interface resina-carga, devido a diferenças individuais nos índices de refração destes compostos⁶². No entanto, foi observado que o aumento do tamanho da carga leva à um aumento da transmissão da luz em profundidade⁶³, devido à menor probabilidade de dispersão na interface monômero/carga em partículas menores que o comprimento de onda da luz azul incidente, o que torna as nanopartículas incapazes de espalhar a luz azul³⁵.

Apesar de estudos anteriores demonstrarem que a transmissão de luz para resinas do tipo *bulk fill* apresenta-se maior que aquela obtida para as resinas convencionais^{11, 36}, estudos avaliando propriedades mecânicas de resinas do tipo *bulk fill* em função da profundidade constataram valores inferiores para as porções mais profundas^{10, 17, 61}. Isto levanta questionamentos quanto à eficácia de polimerização em profundidade e à qualidade do polímero formado ao se utilizar porções maiores, como os utilizados para resinas do tipo *bulk fill*.

2.4 CICLAGEM TÉRMICA

Os materiais restauradores presentes na cavidade oral devem ser capazes de suportar um ambiente bastante severo e que varia bastante de paciente para paciente. A presença de forças mastigatórias, a anatomia oral, disfunções oclusais, fatores dietéticos, umidade e flutuações de temperatura, são fatores incontroláveis que podem afetar a longevidade dos materiais⁶⁴.

Diversos métodos de envelhecimento acelerado de resinas compostas têm sido utilizados para avaliar as propriedades destes materiais, e prever o desempenho frente ao estresse causado e, comparando-as com as condições que serão encontradas no ambiente oral⁶⁵⁻⁶⁷. Embora a avaliação laboratorial e os estudos *in vitro* não possam simular exatamente condições na cavidade oral, como no ambiente clínico, eles podem, até certo ponto, simular o ambiente da cavidade oral através dos procedimentos de envelhecimento dos dentes e/ou restaurações⁶⁸.

A termociclagem é um destes processos que vem sendo amplamente utilizado como método de degradação artificial, que busca simular as alterações de temperatura sofridas no ambiente oral^{68, 69}.

A ciclagem térmica consiste na indução de repetidos banhos em água em temperaturas quente e fria, gerando expansões e contrações no dente e/ou material restaurador que podem levar a formação ou à propagação de fendas. Além das repetidas contrações e expansões, a termociclagem também está diretamente relacionada à hidrólise, já que seus efeitos podem ser atribuídos ao aumento de temperatura da água que acelerariam a degradação hidrolítica da interface adesiva, bem como facilitariam a lixiviação de componentes não reagidos presentes na composição do material⁷⁰.

Apesar de ser um método reconhecidamente eficaz e largamente utilizado para avaliação do desempenho de materiais odontológicos⁷¹⁻⁷³, principalmente das resinas compostas, a ciclagem térmica não possui um protocolo bem definido. Uma revisão de literatura realizada em 2014 fez um levantamento dos principais protocolos utilizados entre 1998 e 2013 e constatou que a quantidade de ciclos, as temperaturas e tempo de imersão utilizados são geralmente escolhidos por uma questão de conveniência do pesquisador⁶⁸. Temperaturas que variam entre, 4°C – 60°C⁷⁴, 5°C – 45°C⁷⁵, 5°C - 55°C⁷⁶, 5°C - 60°C⁷⁷, 6°C – 60°C⁷⁸, 7°C – 63°C⁷⁹, tempos de imersão entre 15 segundos⁸⁰ e 1 minuto⁸¹ e quantidades de ciclos que variam de 100⁸² e até 100.000⁸³ ciclos foram relatados na literatura, evidenciando a grande discrepância de protocolos utilizados, o que dificulta a comparação e padronização dos trabalhos a serem realizados.

As mudanças de temperatura na cavidade oral são bastantes dinâmicas por natureza, por isso é muito difícil definir o alcance de temperatura mais próximo da fisiologia da boca. Fatores como a mucosa jugal, língua, tecido periodontal, presença ou ausência de dentes e/ou próteses, são fatores que interferem e regulam a temperatura oral⁸⁴.

Um estudo de Moore et al.⁸⁵ avaliando a faixa de temperatura intra-oral medida *in vivo* mostra que a temperatura média mínima em que o ambiente oral está exposto está em torno de 5.6°C nos incisivos e 7.9°C nos molares, e a temperatura média máxima gira em torno de 58.5°C nos incisivos e 54°C nos molares. Tendo estes dados como referência, e os materiais a serem estudados em questão, o estudo aqui proposto utilizou como protocolo de ciclagem térmica, a utilização de

banhos alternados de 5° C – 55° C com tempo de imersão de 1 minuto durante um total de 2.000 ciclos.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente trabalho foi o de avaliar o desempenho de quatro resinas *bulk fill* (Filtek *Bulk Fill*, Opus *Bulk Fill*, Sonicfill e Tetric N-Ceram *Bulk Fill*) e uma resina convencional (Charisma Diamond) quanto às seguintes propriedades: resistência à flexão (RF), módulo de elasticidade (ME) e dureza Knoop (KHN) em função da profundidade e de um protocolo de envelhecimento acelerado.

As hipóteses nulas testadas foram:

1) As propriedades mecânicas de todos os materiais não são afetadas em função da profundidade.

 Não há diferença entre as propriedades dos compósitos testadas antes e após o envelhecimento acelerado.

4 MATERIAL E MÉTODOS

As resinas utilizadas no presente trabalho estão descritas na tabela 4.1 a seguir.

Tabela 4.1 – Características das resinas compostas utilizadas

Resina (Sigla)	Cor	Fabricante	Descrição (espessura do incremento*)	Conteúdo orgânico	Conteúdo inorgânico	Lote
Charisma Diamond (CD)	A3	Heraeus Kulzer	Compósito convencional nanohíbrido de alta viscosidade (2 mm)	TCD-DI-HEA, UDMA.	Vidro de fluoreto de bário e de alumínio (5 nm - 20 µm, média de 0,6 µm): 81% em peso, 64% em volume.	010061A
Filtek <i>Bulk Fill</i> (FBF)	A3	3M ESPE	Compósito <i>bulk fill</i> nanoparticulado de alta viscosidade (5 mm)	AUDMA, UDMA e DDDMA (1,12- dodecano-DMA),	vidro de fluoreto de itérbio, benzotriazol, cerâmica silanizada, partículas de sílica e zircônia (4 nm a 0,1 µm): 76,5% em peso e 58,4% em volume.	HB004415863
Opus <i>Bulk Fill</i> (OBF)	A3	FGM	Compósito <i>bulk fill</i> nanohíbrido de alta viscosidade (5 mm)	Monômeros uretanadimetacrí licos, Oligômeros metacrílicos com conformação espacial em alfa hélice, Oligômeros uretânicos;	iniciadores especiais (Sistema APS). Carga de dióxido de silício silanizado, vidro de bário aluminosilicato, 10 μm, 2 μm, 1 μm e 0,7 μm. (79% em peso).	271016
Sonicfill (SF)	A3	Kavo-Kerr	Compósito <i>bulk fill</i> nanohíbrido de alta viscosidade (5 mm)	Bis-GMA, TEGDMA, EBPADMA.	SiO ₂ , vidros e óxidos: 83,5% em peso, 67% em volume.	6112610
Tetric N-Ceram B <i>ulk Fill</i> (TNBF)	IVA	Ivoclar Vivadent	Compósito <i>bulk fill</i> híbrido de alta viscosidade (4 mm)	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA (19 - 21% em peso),	Canforoquinona, Ivocerin, TPO Vidro de Bário, pré- polímero, tri-fluoreto de itérbio e óxidos mistos (0,04 - 3,0 µm): 75-77% em peso, 53-55% em volume.	V19409

* Espessura do incremento indicada pelo fabricante.

4.1 CONFECÇÃO DOS ESPÉCIMES

Espécimes em formato de barra foram confeccionados a partir de uma matriz de aço segmentada com profundidade de 5 mm (Figura 4.1 e Figura 4.2). Cada porção de resina foi separada em "fatias" (ou segmentos) de 1 mm por tiras de poliéster interpostas entre cada secção da matriz. Desta forma, para cada porção de 5 mm de resina foi possível a confecção de 5 corpos de prova simultaneamente. Cada "fatia" da matriz produzia corpos de prova nas seguintes dimensões: 10 mm de comprimento, 2 mm de largura e 1 mm de espessura.

Para a inserção e acomodação de todas as resinas na matriz foi utilizada uma espátula de inserção nº 1, exceto para a resina Sonicfill, que foi acomodada com a utilização de uma peça de mão de vibração sônica indicada pelo fabricante. As resinas foram inseridas em cada secção individualmente e uma tira de poliéster transparente foi interposta entre cada fatia a fim de separar cada milímetro do incremento até que se alcançasse a espessura máxima de 5 mm. Estas secções da matriz foram colocadas em um suporte metálico que assegurava que todas as fatias permanecessem paralelas entre si. Seguinte à acomodação de todas as fatias uma sobre a outra, todas as porções foram fotoativadas simultaneamente para posterior avaliação das propriedades em função da profundidade (distância da fonte de luz).

Após a fotoativação, os espécimes foram identificados, com a utilização de uma caneta de tinta permanente multiuso (Faber-Castell – São Carlos, São Paulo), quanto à face voltada para irradiação de luz e quanto a sua localização em relação a ponta da unidade fotoativadora (1 mm, 2 mm, 3 mm, 4 mm e 5 mm de profundidade). Em seguida, foram removidos os excessos de material com o auxílio de uma lâmina de bisturi nº 11 (Solidor - Barueri, São Paulo).

Para a resina do tipo convencional, Charisma Diamond, foram confeccionados espécimes com até 4 mm de profundidade, distância até a qual foi possível a obtenção de espécimes suficientemente polimerizados para serem submetidos aos ensaios propostos.



Figura 4.1 - Matriz de aço seccionada utilizada para confecção dos espécimes (vista frontal)

Figura 4.2 - Matriz de aço seccionada utilizada para confecção dos espécimes (vista superior)



4.2 FOTOATIVAÇÃO

A fotoativação dos espécimes foi realizada com o aparelho LED Valo Cordless (Ultradent - South Jordan, Estados Unidos) com ponta emissora de luz de 10 mm de diâmetro e faixa de comprimento de onda de 395 nm a 480 nm. A dose de energia padrão utilizada foi de 20J/cm², o que corresponde a um tempo de 20 segundos sob irradiação de 1000 mW/cm².

Após a fotoativação e remoção dos excessos, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C em estufa durante 24 horas. Em seguida, metade dos espécimes foram submetidos aos ensaios mecânicos de resistência. A outra metade foi primeiramente submetida a um protocolo de envelhecimento acelerado, e, posteriormente, foram realizados os ensaios mecânicos.

4.3 ENVELHECIMENTO ACELERADO

A termociclagem, que foi o protocolo de envelhecimento acelerado utilizado, consistiu em banhos alternados em água a 5°C e 55°C por 2.000 ciclos, com um tempo de permanência de 60 segundos em cada temperatura. Todos os espécimes foram submetidos simultaneamente à ciclagem térmica de forma que todos os corpos de prova estiveram expostos às mesmas condições ambientes, sem distinção. Após finalizada a termociclagem, os espécimes seguiram, como anteriormente citado, para os testes propostos.

4.4 TESTE DE RESISTÊNCIA À FLEXÃO E MÓDULO DE ELASTICIDADE

Previamente à realização do teste de resistência à flexão, os espécimes foram medidos com o auxílio de paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana – Suzano, São Paulo). Dez espécimes de cada "fatia", ou segmento, foram utilizados para cada resina. Para a resina Charisma Diamond somente foi possível a polimerização até a profundidade de 4 mm de distância em relação à fonte de luz, gerando portanto 4 "fatias". Já para as demais resinas, foram confeccionados corpos de prova até o quinto milímetro, o que resulta em um total de 40 espécimes para a resina Charisma Diamond e 50 espécimes para as demais.

Os testes foram conduzidos em uma máquina universal de ensaios mecânicos (modelo 5565, InstromCorp - Canton, Estados Unidos) com célula de carga de 1000 N, velocidade do teste de 0,5 mm/min e ação da força incidente voltada para a face irradiada. A distância entre os apoios foi de 8 mm (Figura 4.3). Um deflectômetro foi acoplado à máquina universal de ensaios para aferição da deflexão sofrida pelos corpos de prova durante a realização do teste até o momento da fratura (Figura 4.4). Os valores de carga de ruptura e os valores de deflexão foram tabulados juntamente com as dimensões dos espécimes para o cálculo da tensão máxima de resistência à flexão segundo a equação 1 e cálculo do módulo de elasticidade através da equação 2.

48

$$RF = rac{3Fd}{2bh^2}$$
 Equação 1

$$E=\frac{Fd^{3}}{4bh^{3}L}x10^{-3}~$$
 Equação 2

Onde RF é a resistência à flexão (MPa), E é o módulo de elasticidade (GPa), F corresponde à carga medida no momento da fratura (N), d corresponde à distância entre os apoios (mm), b à largura (mm), h à espessura do espécime (mm) e L é a deflexão (mm) correspondente à carga F.

Figura 4.3 - Posicionamento do corpo de prova em formato de barra para o teste de resistência à flexão. Distância de 8 mm entre os apoios



Figura 4.4 - Deflectômetro acoplado à máquina universal de ensaios para aferição da deflexão sofrida pelos corpos de prova em formato de barra durante a realização do teste de resistência à flexão



4.5 DUREZA KNOOP

Para o teste de dureza também foram confeccionados espécimes em formato de barra assim como descrito para o teste de resistência à flexão (n=3). Após confecção e armazenamento em estufa, em água a 37 °C durante 24 horas, foi realizado polimento dos espécimes em uma politriz (Automet 2000 - Buehler) utilizando uma lixa P4000. Em seguida os espécimes seguiram para realização do teste de dureza. Foram realizadas cinco indentações no topo (superfície voltada para irradiação) de cada espécime sob carga de 100 g por 15 segundos em microdurômetro HMV-2T (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japão). Apenas os corpos de prova da base, ou seja, os espécimes mais distantes da fonte de luz, foram indentados tanto no topo quanto na face contrária à irradiada (base).

Para aquelas resinas em que a indicação do fabricante orientava um incremento menor que os 5 mm (CD – 2 mm e TNBF – 4 mm), o espécime correspondente à indicação também foi testado nas suas duas superfícies (topo e base).

Para todas as resinas do tipo *bulk fill* foram confeccionados espécimes até 5 mm de profundidade, apenas para a resina CD foram confeccionados espécimes apenas até o terceiro milímetro, pois não foi possível realizar a leitura das indentações nos corpos de prova confeccionados com 4 mm de distância da fonte de luz.

As indentações foram realizadas respeitando uma distância mínima de 0,5 mm das bordas do espécime, de modo que o teste fosse sempre realizado a uma distância padrão dos limites do corpo de prova. A distância mínima entre as indentações foi de 1 mm. Para cada corpo de prova, a média dos cinco valores obtidos foi utilizada como valor de dureza para aquele espécime e a média de três espécimes foi considerada o valor de dureza para cada "fatia", ou profundidade, de cada resina testada.

O mesmo espécime utilizado para o teste de dureza na condição acima descrita foi reutilizado para novas medidas de dureza após a realização da termociclagem.

Figura 4.5 – Ilustração representativa das indentações realizadas nos espécimes para o teste de dureza Knoop

	0,5 mm	\sim	$\langle \rangle$	$\langle \rangle$	<>/
0,5 mm	0,5 mm				/ /

4.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise estatística dos dados obtidos foi realizada através do programa Minitab Estatistical versão 17. Para os testes de resistência à flexão e módulo de elasticidade foi utilizado o teste de análise de variâncias (ANOVA) de três fatores (*resina, profundidade* e *ciclagem*) primeiramente considerando todas as resinas utilizadas no estudo até o 4º mm, e em seguida outro teste ANOVA 3 fatores considerando apenas as resinas do tipo *bulk fill* até o 5º mm. Para todas as análises foi utilizado o método de comparação de Tukey.

Para o teste de dureza Knoop, foi realizado um ANOVA para medidas repetidas para dois fatores (*profundidade* e *ciclagem*) para cada resina separadamente e o método de comparação de Tukey. Em seguida, um teste ANOVA 3 fatores (*resina, superfície* e *ciclagem*) também foi realizado para comparação entre as superfícies do topo e base de todas as resinas estudadas.

Para todos os testes realizados neste trabalho foi adotado um nível de significância de 5%.

TESTE	ANÁLISE ESTATÍSTICA
Resistência à Flexão	ANOVA 3 fatores + Tukey
Módulo de Elasticidade	ANOVA 3 fatores + Tukey
Dureza Knoop	ANOVA 2 fatores para medidas repetidas + Tukey ANOVA 3 fatores + Tukey

Tabela 4.2 - Resumo das análises estatísticas realizadas no estudo

5 RESULTADOS

5.1 RESISTÊNCIA À FLEXÃO (RF)

Para o teste de resistência à flexão, foi realizada uma análise de variância (ANOVA) de 3 fatores (resina, profundidade e ciclagem) para comparar os resultados obtidos entre as resinas convencional e as do tipo *bulk fill* até a profundidade de 4 mm. Isto se deveu ao fato de que foi possível a obtenção de espécimes para a resina convencional (CD) até o 4° mm de profundidade, apesar do fabricante recomendar a utilização de espessura de material até 2 mm, e, desta forma, uma comparação mais abrangente entre todas as resinas do estudo foi viabilizada. Contudo, como para as resinas do tipo *bulk fill* foram obtidos espécimes para a profundidade de 5 mm, assim, uma outra análise estatística (ANOVA de 3 fatores), agora somente para esta classe de material, foi realizada, permitindo uma comparação mais detalhada para estas resinas.

A Tabela 5.1 e a Tabela 5.2 a seguir descrevem os resultados das análises de variância para a interação resina, profundidade e ciclagem comparando todas as resinas até o 4º mm e, em seguida, apenas as resinas do tipo *bulk fill* até o 5º mm.

	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Resina	4	97767	24442	207.93	0.000
Profundidade	3	79662	26554	225.90	0.000
Ciclagem	1	190441	190441	1620.09	0.000
resina*profundidade	12	28553	2379	20.24	0.000
resina*ciclagem	4	6976	1744	14.84	0.000
profundidade*ciclagem	3	4699	1566	13.32	0.000
resina*profundidade*ciclagem	12	4084	340	2.90	0.001

Tabela 5.1 - Análise de variância para o teste de resistência à flexão para os fatores resina, profundidade e ciclagem, considerando todas as resinas testadas até o 4º mm (p<0.05)

	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Resina	3	118620	39540	394.36	0.000
Profundidade	4	111080	27770	276.97	0.000
Ciclagem	1	131555	131555	1312.09	0.000
resina*profundidade	12	15744	1312	13.09	0.000
resina*ciclagem	3	1890	630	6.28	0.000
profundidade*ciclagem	4	6308	1577	15.73	0.000
resina*profundidade*ciclagem	12	4377	365	3.65	0.000

Tabela 5.2 – Análise de variância para o teste de resistência à flexão para os fatores resina, profundidade e ciclagem considerando todas as resinas *bulk fill* até o 5º mm (p<0.05)

A análise estatística para todas as resinas testadas (convencional e *bulk fill*) até o 4º mm detectou a presença de diferença estatisticamente significante para a interação entre os fatores resina, profundidade e ciclagem. Quando avaliadas apenas as resinas do tipo *bulk fill* até a profundidade de 5 mm, também foi possível observar que a interação tripla, bem como as demais interações e fatores isolados, foi significante (p<0.05)

A Tabela 5.3 e a Tabela 5.4 a seguir descrevem as médias, desvios padrão e comparações (Tukey) para o teste de resistência à flexão, para todas as condições do experimento para todas as resinas até o 4º mm de profundidade e, na sequência, somente para as resinas do tipo *bulk fill*, agora até o 5º mm de profundidade.

	CD		FBF		O	BF	s	F	TNBF	
Prof. (mm)	SC	СС	SC	сс	SC	СС	SC	СС	SC	СС
1	139.3 ^A	79.7 ^{FGH}	130.0 ^{AB}	82.3 ^{FGH}	91.3 ^{EF}	51.2 ^{LMNOP}	119.8 ^{BCD}	75.2 ^{FGHI}	86.0 ^{FGH}	52.5 ^{KLMNO}
	(12.8)	(8.7)	(15.8)	(8.5)	(11.6)	(12.2)	(9.8)	(9)	(5)	(12.1)
2	124.4 ^{ABC}	55.9 ^{JLKMNO}	117.4 ^{BCD}	74.8 ^{FGHI}	88.9 ^{EFG}	44.6 ^{NOPQ}	107.6 ^{CDE}	68.6 ^{HIJKL}	74.7 ^{FGHIJ}	33.5 ^{pqr}
	(18.2)	(8)	(12.4)	(10)	(9.9)	(10.8)	(9)	(10)	(8.9)	(9.3)
3	105.5 ^{DE}	29 ^{QRS}	114.2 ^{BCD}	72.0 ^{GHIJ}	75.3 ^{FGHI}	37.6 ^{OPQR}	106.6 ^{CDE}	60.2 ^{IJKLMN}	67.9 ^{HIJKLM}	24.5 ^{RS}
	(10.5)	(5.2)	(9.3)	(13.1)	(9)	(11.9)	(21.1)	(14.9)	(9.5)	(6.8)
4	49.2 ^{MNOP}	14.2 ^s	106.6 ^{CDE}	68.6 ^{HIJKL}	52.1 ^{LMNOP}	28.9 ^{QRS}	71.3 ^{GHIJK}	43.4 ^{NOPQ}	60.7 ^{IJKLMN}	19.2 ^{RS}
	(17.5)	(3.4)	(16)	(8)	(5.3)	(5.8)	(4.8)	(7.7)	(10.3)	(3.9)

Tabela 5.3 – Médias (Mpa), desvios padrão e comparações (Tukey) do teste de resistência à flexão para todas as resinas testadas até o 4º mm

Legenda: Prof. = profundidade; CD = Charisma Diamond; FBF = Filtek *Bulk fill;* OBF = Opus *bulk fill;* SF = Sonicfill, TNBF = Tetric N-Ceram *Bulk Fill;* SC = sem ciclagem; CC = com ciclagem

	FBF		OE	BF	\$	SF	TNBF		
Prof. (mm)	SC	СС	SC	сс	SC	сс	SC	сс	
1	130.0 ^A	82.3 ^{DEFGH}	91.3 ^{CD}	51.2 ^{KLM}	119.8 ^{AB}	75.2 ^{DEFGHI}	86.0 ^{DEFG}	52.5 ^{JKLM}	
	(15.8)	(8.5)	(11.6)	(12.2)	(9.8)	(9)	(5)	(12.1)	
2	117.4 ^{AB}	74.8 ^{DEFGHI}	88.9 ^{DE}	44.6 ^{LMNO}	107.6 ^{BC}	68.6 ^{GHIJ}	74.7 ^{DEFGHI}	33.5 ^{NOPQ}	
	(12.4)	(10)	(9.9)	(10.8)	(9)	(10)	(8.9)	(9.3)	
3	114.2 ^{AB}	72.0 ^{EFGHI}	75.3 ^{DEFGHI}	37.6 ^{MNOP}	106.6 ^{BC}	60.2 ^{IJKL}	67.9 ^{HIJK}	24.5 ^{PQRS}	
	(9.3)	(13.1)	(9)	(11.9)	(21.1)	(14.9)	(9.5)	(6.8)	
4	106.6 ^{BC}	68.6 ^{GHIJ}	52.1 ^{JKLM}	28.9 ^{OPQR}	71.3 ^{FGHI}	43.4 ^{LMNO}	60.7 ^{IJKL}	19.2 ^{QRS}	
	(16)	(8)	(5.3)	(5.8)	(4.8)	(7.7)	(10.3)	(3.9)	
5	87.3 ^{DEF}	49.9 ^{LMN}	18.1 ^{QRS}	10.8 ^s	39.1 ^{MNOP}	28.0 ^{OPQRS}	51.7 ^{JKLM}	15.5 ^{RS}	
	(11.4)	(7.6)	(4.9)	(3.9)	(10.2)	(7.6)	(4)	(5)	
Logond	o: Drof – n	rofundidada. C	D - Chariama	Diamond: ED	E - Eiltak D		Onue hulk fills	CE Coniofill	

Tabela 5.4 – Médias (MPa), desvios padrão e (comparações) Tukey para o teste de resistência à flexão para todas as resinas do tipo *bulk fill* até o 5º mm

Legenda: Prof. = profundidade; CD = Charisma Diamond; FBF = Filtek *Bulk fill;* OBF = Opus *bulk fill;* SF = Sonicfill, TNBF = Tetric N-Ceram *Bulk Fill;* SC = sem ciclagem; CC = com ciclagem

Pode-se notar na Tabela 5.3 que a resina convencional CD no primeiro (139.3 MPa) e segundo (124.4 MPa) milímetros SC, assim como a resina FBF no 1º mm (130.0 MPa), também na condição SC, apresentaram os maiores valores de RF dentre todas as resinas testadas. Já os menores valores de RF, quando comparadas as resinas convencional e *bulk fill*, aparecem na condição CC, nas profundidades de 3 e 4 mm para as resinas CD, OBF e TNBF.

Dentre as resinas do tipo *bulk fill,* a FBF no primeiro (130.0 MPa), segundo (117.4 MPa) e terceiro (114.2 MPa) milímetros SC apresentou os maiores valores de RF, bem como o 1º mm da resina SF (119.8 MPa) na condição não ciclada. Os menores valores de RF foram observados para a resina OBF na profundidade 5 mm (CC=10.8 MPa e SC=18.1 MPa), semelhantes ao quinto milímetro na condição CC da resina SF (28.MPa) e às profundidades 3 (24.5 MPa), 4 (19.2 MPa) e 5 mm (15.5 MPa) da resina TNBF após a ciclagem térmica.

Em geral, pode-se notar que todas as resinas sofreram uma diminuição dos valores de RF em função da profundidade, ou distanciamento da fonte de luz, e após a termociclagem.

5.2 MÓDULO DE ELASTICIDADE (ME)

Para a avaliação do módulo de elasticidade, assim como mencionado anteriormente para o teste de resistência à flexão, foi realizado um teste ANOVA de 3 fatores (resina, profundidade e ciclagem) para comparar os resultados obtidos entre as resinas convencional e as do tipo *bulk fill* até a profundidade de 4 mm. Em seguida, uma outra análise estatística (ANOVA de 3 fatores), agora somente para as resinas do tipo *bulk fill*, também foi realizada.

A Tabela 5.5 e a Tabela 5.6 a seguir descrevem os resultados das análises de variância para a interação resina, profundidade e ciclagem comparando todas as resinas até o 4º mm e, em seguida, apenas as resinas do tipo *bulk fill* até o 5º mm.

	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Resina	4	156.33	39.083	37.36	0.000
Profundidade	3	751.23	250.412	239.40	0.000
Ciclagem	1	93.33	93.335	89.23	0.000
resina*profundidade	12	326.63	27.219	26.02	0.000
resina*ciclagem	4	6.30	1.574	1.50	0.200
profundidade*ciclagem	3	36.54	12.178	11.64	0.000
resina*profundidade*ciclagem	12	19.96	1.663	1.59	0.092

Tabela 5.5 - Análise de variâncias para o teste de módulo de elasticidade para os fatores resina, profundidade e ciclagem considerando todas as resinas testadas até o 4º mm (p<0.05)

Tabela 5.6 - Análise de variância para o teste de módulo de elasticidade para os fatores resina *bulk fill*, profundidade e ciclagem considerando todas as resinas do tipo *bulk fill* até o 5º mm (p<0.05)

	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Resina	3	256.26	85.421	105.84	0.000
Profundidade	4	1086.48	271.620	336.55	0.000
Ciclagem	1	61.75	61.748	76.51	0.000
resina*profundidade	12	116.97	9.748	12.08	0.000
resina*ciclagem	3	3.95	1.315	1.63	0.182
profundidade*ciclagem	4	43.86	10.964	13.59	0.000
resina*profundidade*ciclagem	12	12.61	1.051	1.3	0.215

O teste ANOVA para todas as resinas estudadas (convencional e *bulk fill*) até o 4º mm não detectou a presença de diferença estatisticamente significante para a interação entre os fatores resina, profundidade e ciclagem assim como para a interação resina*ciclagem (p>0.05). Este mesmo resultado também foi encontrado quando realizada a análise de variância considerando apenas as resinas do tipo *bulk fill* até a profundidade de 5 mm.

A Tabela 5.7 e a

Tabela 5.8 abaixo apresentam as médias (MPa), desvios padrão e comparações (Tukey) para o teste de módulo de elasticidade, considerando os fatores resina, profundidade e ciclagem, primeiro para todas as resinas até o 4º mm e, na sequência, para todas as resinas do tipo *bulk fill* até o 5º mm.

Tabela 5.7 - Médias (MPa), desvios padrão e comparações (Tukey) do teste de módulo de elasticidade para todas as resinas testadas até o 4º mm

	C	CD FBF		BF	OBF			F	TN	BF
Prof. (mm)	SC	сс	SC	СС	sc	сс	SC	СС	sc	сс
1	9.8 ^A (2.4)	7.7 ^{BC} (1)	7.6 ^{BC} (1.3)	6 ^{CDEFGHIJ} (1)	7.5 ^{BC} (0.8)	5.3 EFGHIJKL (1.3)	6.5 ^{CDEFGH} (1.7)	5.7 ^{EFGHIJKL} (0.5)	6 ^{CDEFGHIJ} (0.7)	5.2 ^{EFGHIJKL} (1)
2	8.2 ^{AB} (1.1)	6.7 ^{BCDEF} (1.1)	7.6 ^{BC} (1)	6.5 ^{CDEFG} (0.9)	6.4 ^{CDEFGHI} (1.2)	5 ^{FGHIJKL} (1.2)	6.9 ^{BCDE} (1.3)	5.2 ^{DEFGHIJK} (1)	5.9 ^{CDEFGHIJ} (0.9)	5 ^{FGHIJKL} (1.2)
3	4.6 ^{IJKLM} (0.7)	4.7 HIJKLM (1.1)	7.1 ^{BCD} (1.4)	6 ^{CDEFGHIJ} (0.9)	5.6 DEFGHIJK (0.8)	4.3 ^{JKLM} (0.9)	6.7 ^{BCDEF} (0.6)	4.9 ^{GHIJKL} (0.7)	5.3 ^{EFGHIJKL} (0.6)	4.4 ^{JKLM} (0.7)
4	1 ^Q (0.5)	1.4 ^{PQ} (0.8)	6.3 ^{CDEFGHI} (0.5)	5.2 ^{EFGHIJKL} (0.7)	1.9 ^{OPQ} (0.6)	2.3 ^{NOPQ} (0.6)	3.1 ^{MNOP} (0.6)	3 ^{MNOP} (0.5)	3.6 ^{LMNO} (1.1)	4 ^{KLMN} (1)
Legend	la: Prof. = p	orofundidad	e; CD = Char	isma Diamono	l; FBF = Filte	k <i>Bulk fill;</i> C	DBF = Opus E	Bulk Fill; SF =	Sonicfill, TNB	F = Tetric N-

Legenda: Prot. = profundidade; CD = Charisma Diamond; FBF = Flittek Buik fill; OBF = Opus Buik Fill; SF = Sonicfill, TNBF = Tetric N Ceram Bulk Fill; SC = sem ciclagem; CC = com ciclagem

Tabela 5.8 - Médias (MPa), desvios padrão e comparações (Tukey) para o teste de módulo de elasticidade para todas as resinas do tipo *bulk fill* até o 5º mm

	F	BF	O	BF	:	SF	TNBF		
Prof. (mm)	sc	сс	sc	сс	sc	сс	SC	СС	
1	7.6 ^A	6 ^{BCDEF}	7.5 ^{AB}	5.3 ^{DEFGHI}	6.5 ^{ABCDE}	5.7 ^{DEFGHIJ}	6 ^{BCDEF}	5.2 ^{DEFGHIJ}	
	(1.3)	(1)	(0.8)	(1.3)	(1.7)	(0.5)	(0.7)	(1)	
2	7.6 ^A	6.5 ^{ABCDE}	6.4 ^{ABCDEF}	5 ^{EFGHIJ}	6.9 ^{ABC}	5.2 ^{CDEFG}	5.9 ^{BCDEF}	5 ^{EFGHIJ}	
	(1)	(0.9)	(1.2)	(1.2)	(1.3)	(1)	(0.9)	(1.2)	
3	7.1 ^{ABC}	6 ^{BCDEF}	5.6 ^{CDEFGH}	4.3 ^{GHIJK}	6.7 ^{ABCD}	4.9 ^{FGHIJ}	5.3 ^{DEFGHI}	4.4 ^{GHIJK}	
	(1.4)	(0.9)	(0.8)	(0.9)	(0.6)	(0.7)	(0.6)	(0.7)	
4	6.3 ^{ABCDEF}	5.2 ^{DEFGHI}	1.9 ^{DE}	2.3 ^{LMN}	3.1 ^{KLM}	3 ^{KLM}	3.6 ^{JKL}	4 ^{ніјк}	
	(0.5)	(0.7)	(0.6)	(0.6)	(0.6)	(0.5)	(1.1)	(1)	
5	4 ^{IJK}	3.9 ^{IJK}	0.3 ^o	0.8 ^{NO}	1 ^{NO}	1 ^{NO}	2.2 ^{LMN}	2 ^{MN}	
	(0.9)	(0.4)	(0.1)	(0.4)	(0.5)	(0.4)	(0.4)	(0.7)	
Legend	la: Prof. = prof	undidade; FBF =	= Filtek <i>Bulk fil</i>	l; OBF = Opus	Bulk Fill; SF =	Sonicfill, TNBF	= Tetric N-Ce	ram <i>Bulk Fill;</i>	

Pode-se observar na Tabela 5.7 que o maior valor de módulo de elasticidade encontrado dentre todas as resinas testadas foi para o 1º mm, ou 1°segmento, da resina CD antes da ciclagem térmica, ou na condição não envelhecida, (9.8 GPa), que foi estatisticamente semelhante ao seu segundo milímetro na mesma condição de não ciclado (8.2 GPa). Por sua vez, o 2° mm da resina CD, na condição não ciclado, foi estatisticamente semelhante ao 1° mm das resinas FBF e OBF, na mesma condição já mencionada. Ainda assim, vale destacar que todas as resinas do tipo *bulk fill* apresentaram valores de módulo de elasticidade inferiores à resina convencional no 1° mm. Por outro lado, os menores valores de módulo de elasticidade encontrados também pertencem à profundidade de 4 mm da resina CD (SC=1 GPa e CC=1.4 GPa), semelhantes apenas ao quarto milímetro da resina OBF (1.9 GPa e 2.3 GPa).

Quando avaliadas apenas as resinas do tipo *bulk fill,* todas apresentaram valores de ME semelhantes no primeiro e segundo segmentos na condição de não ciclado, exceto a TNBF, que apresentou valores inferiores às demais. Os menores valores de ME foram observados para o quinto milímetro das resinas OBF (0.3 GPa e 0.8 GPa) e SF (1 GPa e 1 GPa).

5.3 DUREZA KNOOP (KHN)

A análise estatística para os testes de dureza foi realizada, para cada resina separadamente, através do teste de análise de variância (ANOVA) para medidas repetidas considerando a interação entre os fatores profundidade e ciclagem, e complementada com a análise de Tukey.

As indentações foram realizadas em todas as superfícies dos espécimes voltadas para fonte de irradiação (topo) e na base do espécime mais distante da luz. Apenas para as resinas CD e TNBF foram realizadas indentações tanto na base do espécime confeccionado mais distante da fonte de luz, quanto na base do espécime correspondente a indicação de espessura máxima dada pelo fabricante.

Os resultados das análises de variância de cada resina estão colocados lado a lado na Tabela 5.9 a seguir.

Tabela 5.9 – Análise de variâncias para medidas repetidas para o teste de dureza de todas as resinas testadas. Cada coluna corresponde a uma análise estatística realizada

		CD	FBF			OBF	SF		TNBF	
Fatores	GL	Valor -P	GL	Valor -P	GL	Valor -P	GL	Valor -P	GL	Valor -P
Profundidade	4	0.000	5	0.000	5	0.000	5	0.000	6	0.000
Ciclagem	1	0.000	1	0.000	1	0.000	1	0.142	1	0.003
Espécime (profundidade)	10	0.009	12	0.104	12	0.176	12	0.229	14	0.207
Profundidade* Ciclagem	4	0.018	5	0.298	5	0.000	5	0.113	6	0.305

Pode-se notar que o fator profundidade apresentou diferença estatisticamente significante para todas as resinas estudadas, bem como o fator ciclagem. Apenas para a resina SF, este último não exerceu influência sobre a dureza. Observa-se que para as resinas CD e OBF, a interação entre os fatores profundidade e ciclagem foi significante (p<0.05), o que não ocorreu para as demais resinas estudadas (p>0.05).

A Tabela 5.10, Tabela 5.11, Tabela 5.12, Tabela 5.13, Tabela 5.14 a seguir descrevem as médias, desvios padrão e comparações (Tukey) para todas as resinas estudadas individualmente considerando os fatores profundidade e ciclagem.

Tabela 5.10 - Dureza (desvio padrão) e Tukey para a resina Charisma Diamond

	Topo	Topo	Base	Topo	Base
	1º mm	2⁰ mm	2º mm	3⁰ mm	3º mm
Sem	60.2 ^{AB}	55.2 ^в	45.5 ^c	34.8 ^D	23.0 ^D
ciclagem	(3.3)	(1.6)	(1.6)	(1.7)	(6.5)
Com	68.6 ^A	61.0 ^{AB}	59.5 ^{AB}	55.5 ^c	40.7 ^C
ciclagem	(1.5)	(4.4)	(2.4)	(5)	(5.9)

Tabela 5.11 - Dureza (desvio padrão) e Tukey para a resina Filtek Bulk Fill

	Topo 1º mm	Topo 2º mm	Topo 3⁰ mm	Topo 4⁰ mm	Topo 5⁰ mm	Base 5⁰mm
Sem	44.6 ABC	42.8 ^{AB}	35.3 ^{CD}	30.2 DE	19.5 ^{FG}	13.8 ^G
ciclagem	(3)	(1.6)	(0.2)	(2.3)	(3.2)	(0.3)
Com	51.4 ^A	45.6 ^{AB}	38.0 ^{BC}	34.6 ^{CD}	23.6 ^F	20.5 ^{EF}
ciclagem	(2.1)	(1.1)	(2.9)	(1.6)	(5)	(5.6)

Tabela 5.12 - Dureza (desvio padrão) e Tukey para a resina Opus Bulk Fill

	Topo	Topo	Topo	Topo	Topo	Base
	1º mm	2⁰ mm	3º mm	4º mm	5⁰ mm	5⁰mm
Sem	55.2 ^A	47.2 ^{CD}	46.0 ^{CD}	29.3 ^E	14.2 ^F	4.0 ^G
ciclagem	(1.8)	(1.9)	(1.5)	(8.8)	(2.1)	(0.9)
Com	54.9 ^{AB}	52.5 ^{AB}	48.3 ^{BC}	40.0 ^D	26.5 [⊨]	7.7 ^G
ciclagem	(3.3)	(1.9)	(2.4)	(2.3)	(1.9)	(2)

Tabela 5.13 - Dureza (desvio padrão) e Tukey para a resina Sonicfill

	Topo	Topo	Topo	Topo	Topo 5⁰	Base
	1º mm	2º mm	3º mm	4º mm	mm	5⁰mm
Sem	73.7 ^A	69.7 ^A	63.0 ^{AB}	53.9 ^{AB}	20.6 ^c	13.7 ^C
ciclagem	(5.6)	(6.8)	(4.2)	(8.8)	(7.5)	(4.5)
Com	66.3 ^A	64.9 ^A	59.8 ^A	61.9 ^A	39.9 ^{BC}	19.3 ^C
ciclagem	(5.2)	(2)	(6.8)	(1.4)	(6.8)	(5)

Tabela 5.14 - Dureza (desvio padrão) e Tukey para a resina Tetric N-Ceram Bulk Fill

	Topo	Topo	Topo	Topo	Base	Topo	Base
	1º mm	2º mm	3⁰ mm	4º mm	4º mm	5⁰ mm	5⁰mm
Sem	48.5 ^A	43.7 ^{AB}	43.8 ^{AB}	35.4 ^{BC}	22.5 ^D	20.9 ^D	20.6 ^D
ciclagem	(1.1)	(9.8)	(1.3)	(0.5)	(5.2)	(3.6)	(4.5)
Com	50.9 ^A	50.4 ^A	47.8 ^A	40.9 ^{ABC}	29.8 ^{CD}	22.5 ^D	20.8 ^D
ciclagem	(4.5)	(1.4)	(1.1)	(0.7)	(5)	(3.8)	(0.3)

Para todas as resinas estudadas é possível observar uma diminuição dos valores de dureza em função da profundidade em ambas as condições de ciclagem testadas. Porém, para a superfície mais próxima da fonte de luz (topo) de todas as resinas, o fator ciclagem térmica não exerceu influência sobre os valores de dureza encontrados.

A Tabela 5.15 a seguir mostra a análise de variância para a interação resina, superfície e ciclagem considerando os valores de dureza do topo, do primeiro segmento, e da base, segundo a indicação dos fabricantes.

Tabela 5.15 - Análise de variância para o teste de dureza Knoop para os fatores resina, superfície e ciclagem considerando os valores de dureza do topo e base de todas as resinas estudadas (correspondente a orientação do fabricante) (p<0.05)

	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
resina	4	6372.8	1593.2	92.74	0.000
superfície	1	16257.2	16257.2	946.38	0.000
ciclagem	1	166.8	166.8	9.71	0.003
resina*superfície	4	3217.9	804.5	46.83	0.000
resina*ciclagem	4	320.3	80.1	5.66	0.003
superfície*ciclagem	1	62.8	62.8	3.66	0.063
resina*superfície*ciclagem	4	49.5	10.1	0.59	0.672

A análise de variância mostrou que a interação entre os fatores resina, superfície e ciclagem não apresentou diferença estatisticamente significante. Porém, para a interação resina/ciclagem e resina/superfície essa diferença pôde ser observada (p<0.05).

A Tabela 5.16 descreve os valores de dureza (desvio padrão), comparações (Tukey) e a relação base/topo encontradas para todas as resinas testadas neste estudo.

Tabela 5.16 – Médias (desvio	padrão) e relação	base/topo (segu	ndo as recomend	dações do fabricante)
para o teste de	dureza (KHN)			

	C	D	FB	F	OF	BF	S	F	TN	BF
Espessura recomendada	2 mm		5 mm		5 mm		5 mm		4 mm	
Superfície	SC	СС	sc	СС	sc	СС	SC	СС	SC	СС
Торо	60.2 ^{ABC} (3.3)	68.6 ^A (1.5)	44.6 ^D (3)	66.3 ^D (5.2)	55.2 ^{BCD} (1.8)	54.9 ^{BCD} (3.3)	73.7 ^A (5.6)	66.3 ^{AB} (5.2)	48.5 ^{CD} (1.1)	50.9 ^{CD} (4.5)
Base	45.5 ^D (1.6)	59.0 ^{ABC} (2.4)	13.8 ^{EFG} (0.3)	20.5 ^E (5.6)	4.0 ^G (0.9)	7.7 ^{FG} (2)	13.7 ^{EFG} (4.5)	19.3 ^{EF} (5)	20.6 ^E (4.5)	20.8 ^E (0.3)
Relação Base/Topo	75%	86%	30%	30%	7%	14%	18%	30%	42%	40%

Legenda: CD = Charisma Diamond; FBF = Filtek *Bulk Fill;* OBF = Opus *Bulk Fill;* TNBF = Tetric N-Ceram *Bulk Fill;* SC = sem ciclagem; CC = com ciclagem

Pode-se observar na Tabela 5.16 que todas as resinas apresentaram maiores valores de dureza no topo em relação à base, exceto pela resina CD na condição CC, que apresentou médias semelhantes no topo e na base.

6 DISCUSSÃO

A avaliação de propriedades mecânicas de compósitos resinosos, tais como a resistência à flexão, o módulo de elasticidade e a dureza, dentre outras, constitui importante subsídio para estimar o desempenho de materiais submetidos a grandes esforços mastigatórios, como aqueles utilizados em restaurações de dentes posteriores, onde se inclui as resinas do tipo bulk fill^{10, 15, 36, 86}. Essa classe de material, relativamente nova, idealizada para diminuir o tempo clínico restaurador, deve cumprir os requisitos de permitir um alto grau de conversão em grandes volumes, de até 5 mm de espessura, para manter um a boa condição de propriedades mecânicas, mas sem gerar demasiada tensão na interface dente/restauração. Sabe-se também, que as propriedades dos compósitos resinosos se alteram em resposta à exposição a diferentes fatores^{65, 87}, e, de maneira geral, se deterioram em função do tempo de utilização, assim, justifica-se a realização de testes *in vitro*, tanto aqueles que visam aferir as propriedades iniciais do material, como aqueles do tipo envelhecimento acelerado, para que possam ajudar a predizer o comportamento destes materiais ao longo do tempo decorrente da utilização clínica. Portanto, o objetivo principal do presente estudo foi o de analisar o comportamento mecânico de compósitos resinosos através da avaliação de propriedades como a resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza em função da profundidade de cura e da submissão a um protocolo de envelhecimento acelerado.

Ao analisar os resultados aqui obtidos, pode-se rejeitar a primeira hipótese nula, enquanto a segunda hipótese foi parcialmente rejeitada. O aumento da profundidade exerceu influência sobre todas as propriedades testadas, no sentido da diminuição. Já o processo de envelhecimento acelerado, de maneira geral, diminuiu os valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade, porém aumentou a dureza superficial das resinas testadas. Exceto para a resina TNBF, em que apresentou médias de ME semelhantes nas duas condições SC e CC e a resina SF que não sofreu influência da termociclagem para a propriedade da dureza. Para uma melhor argumentação dos resultados obtidos neste trabalho, a discussão será realizada na mesma sequência em que os resultados foram descritos anteriormente.

Para o teste de resistência à flexão, a análise estatística mostrou que para todas as resinas avaliadas até o quarto milímetro (Tabela 5.1), assim como apenas para as resinas do tipo *bulk fill* até o quinto milímetro (Tabela 5.2), a interação entre os fatores resina, profundidade e ciclagem foi significante, bem como as demais interações e fatores isolados (p<0.05).

Ao analisar o desempenho geral das resinas estudadas, pode-se afirmar que estas apresentaram médias de RF diferentes entre si, contudo a resina convencional CD apresentou a maior média geral de RF (99.8 MPa) quando comparada com as resinas bulk fill (isto é, quando avaliada na recomendação do fabricante, ou seja, 2 mm para a resina convencional, 4 mm para a resina TNBF e 5 mm para as resinas FBF, OBF e SF). Este resultado pode estar associado à alta quantidade de carga presente nesta resina, que possui cerca de 81% em peso e que, segundo alguns autores, pode levar à uma melhora da resistência a flexão^{16, 24, 88}. Entretanto, a resina SF, apesar de também apresentar um alto conteúdo de carga, cerca de 83,5% em peso, apresentou média de RF inferior à resina CD (72.0 MPa), sinalizando a influência de outros fatores. Corrobora com isso, o fato de que as demais resinas, apesar de apresentarem um conteúdo inorgânico semelhante entre si, entre 79% e 76% em peso, também não apresentaram médias de resistência à flexão semelhantes (FBF = 90.3 MPa, TNBF = 52.3 MPa e OBF = 49.8 MPa). Além de outros fatores ligados à composição, os resultados aqui obtidos certamente estão associados aos baixos valores de RF encontrados nas camadas mais distantes da fonte de luz quando comparados com os valores obtidos nas regiões mais superficiais.

Cabe ressaltar que, de maneira geral, todas as resinas apresentaram uma diminuição da resistência à flexão em função da profundidade (distância da fonte de luz). Os maiores valores de resistência foram sempre obtidos nas profundidades 1 mm e 2 mm para todas as resinas, associado à maior disponibilidade de energia nestas regiões e à diminuição da transmissão de luz em profundidade. Isto fica ainda mais claro quando se compara os valores obtidos para o primeiro e o último segmento de cada marca de resina utilizada neste trabalho.

Apesar de estudos anteriores afirmarem que resinas do tipo *bulk fill* apresentam maior translucidez à luz azul e permitem maior transmissão de luz em profundidade^{11, 35} refletindo em médias de RF semelhantes entre os primeiros e últimos milímetros testados^{15,36}, os baixos valores de RF nas profundidades mais

distantes da luz, tanto na condição sem ciclagem quanto após o envelhecimento, indicam o contrário, que houve uma pobre conversão monomérica nestas regiões, consequentemente refletindo em piores propriedades mecânicas. Estes resultados têm sido associados à perda de energia por dispersão ou pela opacidade do material resinoso, o que proporciona uma quantidade insuficiente de luz que chega nas camadas mais profundas, resultando em um baixo grau de conversão e que pode levar até a porções de resina não polimerizadas⁸⁹. Como consequência, a resina pode apresentar uma diminuição das suas propriedades mecânicas^{90, 91}, conduzindo a um menor desempenho da restauração ou maior eluição de monômeros⁹², induzindo a um maior risco de citotoxicidade pulpar⁹³.

No presente estudo, apenas a resina CD, na condição SC, apresentou médias de RF semelhantes entre o segmento mais superficial e o da espessura máxima recomendada pelo fabricante (2 mm). Todas as resinas do tipo *bulk fill* não apresentaram valores de RF semelhantes entre o primeiro milímetro testado e o último. Apesar deste fato, vale ressaltar que a resina FBF (na condição SC), assim como a convencional CD, foi a única resina *bulk fill* que apresentou valores de RF em todas as profundidades – dentro da recomendação dos fabricantes - acima do limite de 80 MPa estabelecido pela ISO 4049/2009 para materiais restauradores diretos baseados em polímeros indicados para restaurações oclusais⁹⁴. Estes dados podem indicar que mesmo não havendo uma semelhança estatística, como no caso da resina FBF, pode-se esperar que esta resina possua um bom desempenho mecânico quando submetida aos esforços mastigatórios.

Como já citado, a resina convencional CD apresentou médias semelhantes nos dois primeiros milímetros na condição SC, porém, após a termociclagem essa condição não foi mantida, pois o segundo segmento apresentou menor valor de RF em relação ao primeiro. Os terceiros e quartos milímetros não apresentaram-se semelhantes aos primeiros milímetros testados nas duas condições de envelhecimento, o que era esperado, visto que a indicação do fabricante recomenda a utilização de incrementos de no máximo 2 mm de profundidade. Em valores percentuais, pode-se notar uma queda da ordem de 64% nos valores de RF do primeiro ao quarto milímetro antes da ciclagem e de 82% após a termociclagem. Quando avaliada na recomendação do fabricante (até 2 mm de espessura), a queda na resistência é bem menor nas duas condições testadas, cerca de 10% antes da ciclagem e 29% após o envelhecimento. Estes resultados indicam que até a profundidade de 2 mm na condição SC, pode-se esperar que esta resina apresente uma resistência à flexão semelhante àquela encontrada na superfície mais próxima da fonte de luz, porém, após o envelhecimento acelerado, esta propriedade tende a sofrer uma degradação significativa.

Já para a resina FBF na condição SC (não envelhecida), os valores encontrados nos primeiros três milímetros apresentaram-se semelhantes, e o quarto milímetro semelhante ao terceiro. Após a termociclagem, pode-se observar que esta resina apresentou valores menores de RF, e semelhantes até o 4º mm, o que indica um efeito uniforme na degradação proporcionada pelo protocolo de envelhecimento utilizado. O último milímetro (5 mm) em ambas as condições apresentaram resultados inferiores àqueles obtidos nos milímetros anteriores. A queda na RF do primeiro para o quinto milímetro antes da ciclagem foi de 32% e após a termociclagem de 39%. Apesar desta resina ter obtido resultados piores para o 5º mm, ainda assim os valores de RF, na condição SC, estão acima do mínimo preconizado pela norma da ISO 4049.

A resina OBF apresentou resultados de RF semelhantes nos três primeiros milímetros, tanto na condição SC como na CC. Quando avaliada a propriedade em maior profundidade, apresentou as menores médias no último milímetro (5° mm) testado nas duas condições (18.1 MPa e 10.8 MPa), o que leva a uma diminuição de cerca de 80% em relação ao 1° mm antes da ciclagem e de 78% após o envelhecimento. Este resultado pode estar associado à pobre polimerização nas camadas mais distantes da fonte de luz. Mesmo, segundo o fabricante, com a utilização de um novo sistema de iniciação APS (*Advanced Polimerization System*), os resultados aqui descritos indicam que esta estratégia talvez não tenha sido suficiente para proporcionar uma utilização de porções maiores do que aquelas recomendadas para as resinas convencionais, já que os valores encontrados após o segundo milímetro, mesmo na condição SC, encontram-se abaixo de 80 MPa.

Quanto à resina SF, as médias de RF foram semelhantes até o terceiro milímetro, dentro de cada condição de envelhecimento (SC e CC), assim como ocorreu para a resina OBF. Já para os dois últimos milímetros, nas duas condições, esta resina apresentou resultados inferiores às demais profundidades testadas. A queda da RF no quinto milímetro na condição SC foi de 67% e após a ciclagem foi de 62%. O recurso adotado para aumentar a transmissão de luz em profundidade, e permitir a utilização de porções maiores de resina, foi a utilização de partículas de

carga com dimensões maiores que aquelas utilizadas em outras formulações, que são menores que 10 µm, neste caso, com cerca de 20 µm ou mais, o que diminui a superfície de contato total e, consequentemente, a interface entre matriz e partícula de carga. Isso proporciona melhor condição de passagem de luz, pela diminuição da dispersão¹⁰. Os resultados dos testes de RF mostram que para esta propriedade, os valores obtidos foram relativamente altos até o 3° mm (SC), mas baixos para os segmentos seguintes, menores que 80 MPa, como ocorreu para todos os segmentos na condição CC. Esses resultados sinalizam que a fórmula proposta para uma melhor polimerização em regiões mais profundas não foi tão eficiente.

Os valores de RF aferidos para a resina TNBF parecem seguir a mesma tendência das demais bulk fill, diminuição em profundidade e após envelhecimento. No entanto, somente no primeiro milímetro da condição SC foi alcançado um valor maior que 80 MPa (86 MPa). Quando avaliada a queda da RF até o quinto milímetro, na condição SC, a resina apresentou uma diminuição de 39% e após o envelhecimento de 70%. Contudo, o fabricante desta resina indica a utilização de porções de até no máximo 4 mm. Quando avaliada a RF até esta profundidade, de 4 mm, a resina apresentou uma redução de 29% na condição SC e de 63% após a ciclagem, o que também evidencia uma grande perda da resistência à flexão em função da profundidade quando comparada com à resina convencional, quando se compara a espessura máxima recomendada pelo fabricante. Para esta resina, o fabricante utilizou-se de duas táticas para permitir a indicação de porções de 4 mm de espessura; uma delas foi a utilização de um fotoiniciador adicional, o Ivocerin, que aumentaria a conversão monomérica, devido à sua maior reatividade à luz em comparação com a CQ, permitindo uma melhor polimerização em profundidade^{13, 95}. A outra modificação está na utilização de 17% de matriz pré-polimerizada, que também contribui no somatório de polimerização final¹⁰. Entretanto, ao analisarmos os resultados deste estudo, pode-se verificar que estas modificações não foram suficientes para que esta resina apresentasse uma resistência à flexão semelhante em toda a extensão da massa.

Ao avaliar o desempenho de todas as resinas, pode-se notar que os maiores valores de RF estão presentes nas profundidades mais próximas da fonte de luz. Estes resultados estão associados à maior disponibilidade de energia nos primeiros milímetros, que levam a uma maior conversão de monômeros em polímeros e, consequentemente, em melhores propriedades mecânicas^{11, 35, 95}. Segundo a norma

ISO 4049, a fotoativação de uma porção com a dimensão máxima recomendada pelo fabricante, deveria conduzir a uma polimerização semelhante em toda a extensão da massa e, consequentemente, propriedades gerais também semelhantes.⁹⁴. Desta forma, seria viabilizada uma condição mais favorável para as restaurações obtidas desses materiais. No entanto, não foi possível observar essa homogeneização na distribuição dos valores de RF para as resinas do tipo *bulk fill.*

Ao comparar-se a RF da resina convencional com as resinas *bulk*, pode-se observar que enquanto na resina CD (na indicação do fabricante) a diminuição da RF é cerca de apenas 10% na condição SC, para todas as resinas *bulk fill* é observado uma diminuição de no mínimo 30% da RF, indicando que, de maneira geral, a utilização de espessuras maiores que 2 mm podem levar a uma redução desta propriedade.

Também é possível afirmar que a termociclagem causou um efeito degradador significativo nesta propriedade de RF, da ordem de 45% para as resinas bulk fill e, de maneira geral, esse efeito ocorreu também quando se compara as diversas profundidades. As exceções ficam por conta do 5º mm das resinas OBF e SF, onde já se parte de valores muito baixos na condição SC, o que também ajuda a entender o fato de que a interação profundidade/ciclagem ter sido significante. Uma possível explicação para este fenômeno encontrado é que o estresse causado pelo processo de envelhecimento leva estes materiais a degradarem mais rapidamente, provavelmente devido à absorção de água por meio de um processo de difusão que causa lixiviação de monômeros que não reagiram e causando o inchaço com a plastificação da matriz⁹⁶. A água atua como um plastificante e assim enfraquece a estrutura do polímero, causando a deterioração da interface matriz/resina através da hidrólise da interface silano/carga^{96, 97}. Portanto, fica evidente que a polimerização não alcançou os melhores patamares, já que processo de degradação, conforme descrito acima, foi absolutamente claro nas condições deste estudo. Este efeito da termociclagem sob a resistência à flexão de materiais resinosos também foi evidenciado em trabalhos anteriores onde a ciclagem térmica foi utilizada como método de envelhecimento acelerado⁹⁸.

Assim como para a resistência à flexão, um valor satisfatório para o módulo de elasticidade é considerado, por alguns autores, fundamental para a longevidade das restaurações na cavidade oral⁹⁹⁻¹⁰¹. Um material restaurador com um baixo módulo de elasticidade, particularmente quando colocado em áreas submetidas a

grandes cargas, pode sofrer deformações importantes e, como consequência, conduzir a falhas catastróficas¹⁰. Por isso, Leinfelder et al.¹⁰⁰ preconizam um valor mínimo de ME de 10 GPa para compósitos destinados para restaurações em dentes posteriores.

De acordo com uma revisão de literatura sobre as propriedades mecânicas da dentina humana, o ME para este tecido dentário varia entre 12 e 20 GPa¹⁰², sendo portanto recomendável que materiais restauradores utilizados para substituição deste tecido também apresentem tais parâmetros. Entretanto, segundo Leprince et al.¹⁸, o módulo de elasticidade de resinas do tipo *bulk fill* mostram-se inferiores a estes, podendo variar entre 3.3 e 9.4 GPa. Valores mais altos também já foram reportados^{14, 95}, porém, foi observado que para esta classe de resina, os resultados obtidos foram sempre inferiores àqueles encontrados para as resinas do tipo convencional¹⁰³.

No presente estudo, os valores de ME para todas as resinas testadas em todas as condições não ultrapassaram o valor de 9.8 GPa. A resina convencional CD apresentou a maior média geral de ME (quando avaliada segundo a recomendação do fabricante para espessura máxima) 8.1 GPa. Já as demais resinas apresentaram as seguintes médias: FBF = 6.0 GPa, TNBF = 4.9 GPa, SF = 4.4 GPa e OBF = 3.9 GPa. Este resultado confirma os achados anteriores, em que é possível afirmar que resinas do tipo *bulk fill* apresentam valores de ME inferiores aos encontrados para resinas convencionais^{10, 18, 36, 104}. É sugerido que existe uma correlação entre a alta quantidade de carga e o módulo de elasticidade, onde um maior conteúdo de carga implicaria em maiores valores de ME em compósitos resinosos^{37, 105, 106}. Contudo, os resultados aqui obtidos não corroboram incondicionalmente com esta constatação. A resina SF, mesmo possuindo o maior conteúdo inorgânico dentre todas as resinas utilizadas, apresentou uma média geral inferior à resina convencional e até mesmo que outras resinas do tipo *bulk fill* como a FBF e TNBF.

Ao analisar o ME em função da profundidade, pode-se observar que para todas as resinas este fator influenciou os valores obtidos, exceto para a resina convencional CD em ambas as condições de ciclagem (SC e CC) e para a resina TNBF na condição CC (quando avaliadas na recomendação de espessura máxima), que obtiveram valores semelhantes em todas as profundidades. De maneira geral, é possível observar que para as resinas do tipo *bulk fill*, os valores se mantêm semelhantes desde o primeiro milímetro até o terceiro em todas as condições, exceto para a resina OBF na condição SC, cujo ME no terceiro milímetro foi menor em relação ao primeiro, fato que também pode estar relacionado a uma perda de energia luminosa em função da profundidade.

Deve-se ressaltar que para os segmentos mais profundos (4 mm e 5 mm), foi possível observar, no momento da realização do teste, que alguns corpos de prova já encontravam-se mais "moles", ou pouco polimerizados, de forma que ao iniciar a aplicação da carga, durante o teste sobre o espécime em formato de barra, já fosse possível observar uma deflecção do corpo de prova sobre os apoios. Este fato pode ser considerado como ilustrativo para a obtenção de menores valores de ME para estas profundidades polimerizadas mais distantes da fonte de luz. Apenas para a resina FBF este efeito visual não foi observado.

Ao avaliarmos o efeito da termociclagem, é possível afirmar que este fator influenciou, no sentido da diminuição dos valores de ME obtidos após o envelhecimento. Apenas para a resina TNBF não foi possível observar diferença entre os valores de ME na condição SC e CC, o que, por si só, explica a interação significante entre os fatores envelhecimento e resina. Pode-se inferir, a partir do exposto, que durante a termociclagem pode ter havido suficiente sorção de água com efeito plastificante, o que pode ter influenciado para a diminuição dos valores de ME para a maioria das resinas.

A constatação de valores de ME mais baixos para resinas do tipo *bulk fill* em comparação com a resina convencional pode estar associado à formulação necessária para conduzir a menores tensões de polimerização^{61, 107}. Nota-se que, para um determinado valor de contração, o material com maior rigidez (ou seja, aquele que apresenta um maior módulo de elasticidade), apresenta um maior estresse de contração⁴⁸. Portanto, a presença de moduladores da reação de polimerização e a utilização de monômeros modificados com o objetivo de diminuir as tensões de contração e assim possibilitar a utilização em maiores volumes, pode estar associado à diminuição dos valores de ME para compósitos do tipo *bulk fill*.

Após os questionamentos quando à validade do método scrapping, preconizado pela ISO 4049 para avaliação da profundidade de cura de resinas do tipo *bulk fill*⁸, o teste de dureza realizado na superfície do topo e da base de uma amostra de resina composta fotoativada tem sido utilizado como instrumento de avaliação para esta aferição. A obtenção de um mínimo de 80% para a relação
base/topo é o parâmetro utilizado por diversos autores como o aceitável para avaliar a profundidade de cura alcançada por estes materiais e, consequentemente, para definir a espessura incremental máxima recomendada^{4, 8, 11, 15}. Partindo deste preceito, o presente estudo realizou o mapeamento da dureza superficial de todas as profundidades estudadas.

Conforme já verificado em estudos anteriores^{11, 17, 95, 108}, a tendência de diminuição da microdureza à medida em que se aumenta o volume do material irradiado foi confirmada para todas as resinas aqui estudadas. Nenhum dos compósitos do tipo *bulk fill* apresentou valores de dureza dentro da relação preconizada, de pelo menos 80% para base em relação ao topo. Apenas a resina convencional CD, na espessura máxima recomendada e na condição CC, foi capaz de preencher tal requisito.

A condição CC (envelhecida), de modo geral, conduziu a um valor maior de dureza. Isto pode estar atrelado ao fato de que a primeira avaliação da dureza foi realizada apenas 24 horas após a fotoativação, e a segunda avaliação após a ciclagem térmica só foi realizada cerca de 12 dias após a confecção do espécime. É sabido que o grau de conversão em polímeros aumenta, mesmo que sutilmente, após 24 horas da fotoativação^{109, 110}. Este fato pode ter levado à obtenção de uma dureza superficial maior. Em associação a isto, uma possível explicação para este aumento da dureza é que a imersão em banhos de água à 55°C durante a termociclagem tenha contribuído para a posterior polimerização da superfície, inicialmente levando ao aumento da dureza como também observado no trabalho de Souza et al.⁹⁸.

Ao analisar os resultados do teste de dureza para a resina convencional CD, segundo a recomendação de espessura máxima dada pelo do fabricante, pode-se observar que apesar da diminuição dos valores em profundidade, a relação base/topo para a condição CC encontrou-se acima dos 80%, e para a condição SC este valor ficou próximo, cerca de 76%. As médias obtidas para profundidades maiores que os 2 mm encontraram-se bem abaixo do recomendado, o que reafirma que a utilização de incrementos maiores que os preconizados para esta resina convencional não é uma boa prática.

Quando avaliados os valores de dureza do topo do 1º mm, a SF foi a resina que apresentou as maiores médias (SC - 73.7 KHN e CC - 66.3 KHN) semelhante apenas à resina CD (SC = 60.2 KHN e CC = 68.6 KHN). Alguns autores sugerem

que estes valores de dureza podem estar relacionados a uma grande quantidade de carga presente na composição³¹, como observado para estas duas resinas (SF - 83,4 % e CD - 81% em peso). Entretanto, ao analisar a dureza em função da profundidade, não foi possível a obtenção de uma relação mínima base/topo de 80% para a resina SF quando avaliada segundo a recomendação do fabricante (5 mm). Valores de dureza dentro deste mínimo recomendado só foi obtido até o topo do 3º mm na condição SC, e ao topo do 4º mm na condição CC. Este resultado pode estar relacionado à dificuldade de penetração da luz em profundidade, provavelmente pela grande quantidade de carga presente nesta composição e a dispersão provocada. Além disso, é possível que a técnica de segmentação utilizada neste trabalho tenha influenciado na cinética da reação de polimerização e, dessa forma, conduzido a menores valores, de maneira geral, para todas as propriedades em função do aumento da profundidade.

Para a resina TNBF, também não foi possível a obtenção de uma relação base/topo acima dos 80% quando avaliada segundo a recomendação do fabricante (4 mm). Apenas até o topo do 3º mm na condição SC, e até o topo do 4º mm na condição CC foi possível observar uma relação mínima dentro desta margem percentual. A resina FBF, apresentou relação base/topo de apenas 30% quando avaliada segundo a recomendação de espessura máxima. A menor relação base/topo observada em ambas condições de envelhecimento pertenceu à resina OBF quando avaliada até a base do 5º mm de profundidade. Esta relação mínima de dureza de 80% só foi alcançada até o topo do 3º mm de profundidade para esta resina.

De maneira geral, pode-se notar valores maiores de profundidade de cura para todas resinas do tipo *bulk fill* quando comparada com a resina convencional porém, com uma profundidade de 5 mm, nenhuma das resinas apresentou uma relação de 80% entre as durezas da base e do topo, corroborando com os achados de Garcia et al.⁶¹ e Yap et. al.¹⁷.

Ao avaliar os resultados das propriedades aqui estudadas, pode-se questionar a utilização de incrementos de espessuras de 4 ou 5 mm para resinas do tipo *bulk fill*. Porém, deve ser levado em consideração as limitações deste trabalho, e o fato de que o grau de conversão dependeu quase que exclusivamente da irradiação de cada segmento, conforme já mencionado. De qualquer forma, é fato que as propriedades testadas apresentaram desempenho inferior nos segmentos

mais profundos. O quanto essa diminuição pode ser prejudicial para o desempenho e longevidade dessas restaurações ainda não é um consenso entre os autores. O que pode-se inferir é que quanto mais acentuado este efeito, mais provável que a resina apresente pior desempenho frente os estímulos mastigatórios presentes na cavidade bucal, podendo levar à falhas e menor longevidade da restauração.

7 CONCLUSÕES

Considerando as limitações do presente estudo in vitro, pode-se concluir que:

- Todas propriedades de todas as resinas estudadas diminuíram em função da profundidade (distância da fonte de luz).
- Para a RF, todas as resinas apresentaram uma diminuição dos valores após o envelhecimento acelerado.
- Para o ME, com exceção da resina TNBF que não apresentou diferença estatística entre as condições sem ciclagem e com ciclagem térmica, todas as resinas apresentaram uma diminuição dos valores após envelhecimento acelerado.
- 4. Para a dureza, a realização da termociclagem conduziu para um aumento dos valores em relação à condição não ciclada. Apenas a resina SF não apresentou diferença entre os valores de dureza antes e após a realização do envelhecimento.
- Apenas a resina convencional CD, quando avaliada segundo a recomendação do fabricante, apresentou propriedades semelhantes entre o primeiro e o último segmento.
- Nenhuma das resinas do tipo *bulk fill*, quando avaliadas até a espessura máxima recomendada, foi capaz de manter uma homogeneidade entre o primeiro e o último segmento.

REFERÊNCIAS¹

1. Villarroel M, Hirata R, de Sousa A. Avaliação comparativa da translucidez do esmalte e de resinas compostas para esmalte. Rev Dent Pres Estet. 2005;2(3):22-34.

2. Ferracane JL. Resin composite--state of the art. Dent Mater. 2011;27(1):29-38.

3. Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: a systematic review. Dent Mater. 2005;21(10):962-70.

4. Bouschlicher MR, Rueggeberg FA, Wilson BM. Correlation of bottom-to-top surface microhardness and conversion ratios for a variety of resin composite compositions. Oper Dent. 2004;29(6):698-704.

5. Lopes LG. Avaliação da contração de polimerização e das tensões promovidas em função de diferentes sistemas de polimerização e de materiais restauradores estéticos. Bauru: Universidade de São Paulo; 2003.

6. Loretto SC, Silva AKSd, Brandão RKZ, Carneiro MCM, Souza Junior MHS. Avaliação in vitro da fenda de contração de polimerização formada por diferentes resinas compostas universais. RSBO (Online). 2010;7(4):430-8.

7. Lopes. LG, Souza. JBd, Andrade. FRd, Ferreira. PR, Freitas. GCd, Barnabé. W, et al. Profundidade de Polimerização de Resinas Híbrida, Micro e Nanoparticuladas utilizando Luz Halógena ou LED de segunda geração. Rev Odont do Bras Cent. 2006;15(39):37-43.

8. Flury S, Hayoz S, Peutzfeldt A, Hüsler J, Lussi A. Depth of cure of resin composites: is the ISO 4049 method suitable for bulk fill materials? Dent Mat. 2012;28(5):521-8.

9. Campodonico C, Tantbirojn D, Olin P, Versluis A. Cuspal deflection and depth of cure in resin-based composite restorations filled by using bulk, incremental and transtooth-illumination techniques. J Am Dent Assoc. 2011;142(10):1176-82.

10. Ilie N, Bucuta S, Draenert M. Bulk-fill resin-based composites: an in vitro assessment of their mechanical performance. Oper Dent. 2013;38(6):618-25.

11. Kim EH, Jung KH, Son SA, Hur B, Kwon YH, Park JK. Effect of resin thickness on the microhardness and optical properties of bulk-fill resin composites. Restor Dent Endod. 2015;40(2):128-35.

12. Filtek Bulk Fill Posterior Restorative Technical Product Profile 3M [Internet]. [cited 11/10/2016]. Available from: http://multimedia.3m.com/mws/media/976634O/filtek-bulk-fill-posterior-restorativetechnical-product-profile.pdf.

13. Tetric EvoCeram Bulk Fill Ivoclar Vivadent [Internet]. [cited 11/10/2016]. Available from: http://www.ivoclarvivadent.us/en-us/composites/restorative-materials/tetric-evoceram-bulk-fill.

14. Ibarra ET, Lien W, Casey J, Dixon SA, Vandewalle KS. Physical properties of a new sonically placed composite resin restorative material. Gen Dent. 2015;63(3):51-6.

15. Czasch P, Ilie N. In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites. Clin Oral Investig. 2013;17(1):227-35.

16. Alshali RZ, Silikas N, Satterthwaite JD. Degree of conversion of bulk-fill compared to conventional resin-composites at two time intervals. Dent Mater. 2013;29(9):e213-7.

17. Yap AU, Pandya M, Toh WS. Depth of cure of contemporary bulk-fill resinbased composites. Dent Mater J. 2016;35(3):503-10.

18. Leprince JG, Palin WM, Vanacker J, Sabbagh J, Devaux J, Leloup G. Physicomechanical characteristics of commercially available bulk-fill composites. J Dent. 2014;42(8):993-1000.

19. Da Silva J, Da Rocha D, Kimpara E, Uemura E. Resinas compostas: estágio atual e perspectivas. Rev Odont 2008;32(16):98-103.

20. Terry DA. Direct applications of a nanocomposite resin system: Part 1--The evolution of contemporary composite materials. Pract Proced Aesthet Dent. 2004;16(6):417-22.

21. Roulet J. Degradation of dental polymers: Karger Basel; 1987.

22. Puckett AD, Fitchie JG, Kirk PC, Gamblin J. Direct composite restorative materials. Dent Clin North Am. 2007;51(3):659-75, vii.

23. Bowen R. Synthesis of a silica-resin direct filling material: progress report. J Dent Res. 1958;37:90.

24. Gajewski V, Pfeifer C, Fróes-Salgado N, Boaro L, Braga R. Monomers used in resin composites: degree of conversion, mechanical properties and water sorption/solubility. Brazil Dent J. 2012;23(5):508-14.

25. Anusavice KJ. Phillips materiais dentários: Elsevier Brasil; 2013.

26. Sakaguchi R, Powers J. Craigs Materiais Dentários: Restauradores: Elsev Bra; 2013.

27. Santana IL. Estudo da influência do tratamento por calor em propriedades mecânicas de resinas compostas: Universidade de São Paulo; 2005.

28. Santos M, Souza Jr. M, Mondelli R. Novos Conceitos Relacionados a Fotopolimerizacao das Resinas Compostas. J Bras de Dentíst Estét. 2002;1 (1):p.14-21.

29. Strassler H. Light-curing guidelines. Insid Dentist. 2012;8:70-4.

30. Caughman WF, Rueggeberg FA, Curtis JW, Jr. Clinical guidelines for photocuring restorative resins. J Am Dent Assoc. 1995;126(9):1280-2, 4, 6.

31. Neves AD, Discacciati JAC, Oréfice RL, Jansen WC. Correlation between degree of conversion, microhardness and inorganic content in composites. Pesqui Odontol Bras. 2002(16(4)):349-54.

32. Baroudi K, Saleh AM, Silikas N, Watts DC. Shrinkage behaviour of flowable resin-composites related to conversion and filler-fraction. J Dent. 2007;35(8):651-5.

33. Goncalves F, Azevedo CL, Ferracane JL, Braga RR. BisGMA/TEGDMA ratio and filler content effects on shrinkage stress. Dent Mater. 2011;27(6):520-6.

34. Goncalves F, Kawano Y, Braga RR. Contraction stress related to composite inorganic content. Dent Mater. 2010;26(7):704-9.

35. Bucuta S, Ilie N. Light transmittance and micro-mechanical properties of bulk fill vs. conventional resin based composites. Clin Oral Investig. 2014;18(8):1991-2000.

36. Fronza BM, Ayres A, Pacheco RR, Rueggeberg FA, Dias C, Giannini M. Characterization of Inorganic Filler Content, Mechanical Properties, and Light Transmission of Bulk-fill Resin Composites. Oper Dent. 2017;42(4):445-55.

37. Ilie N, Hickel R. Investigations on mechanical behaviour of dental composites. Clin Oral Investig. 2009;13(4):427-38.

38. Park YJ, Chae KH, Rawls HR. Development of a new photoinitiation system for dental light-cure composite resins. Dent Mater. 1999;15(2):120-7.

39. Odian G. Principles of polymerization. Staten Island, New York: John Wiley & Sons; 2004.

40. Coelho Santos M. Novos conceitos relacionados à fotopolimerização das resinas compostas. J Bras de Dentíst & Estétic. 2010;1(1).

41. Brackett MG, Brackett WW, Browning WD, Rueggeberg FA. The effect of light curing source on the residual yellowing of resin composites. Oper Dent. 2007;32(5):443-50.

42. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. J Biomed Mater Res. 1986;20(1):121-31.

43. Ruyter IE, Oysaed H. Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. Acta Odontol Scand. 1982;40(3):179-92.

44. Rueggeberg FA, Caughman WF, Chan DC. Novel approach to measure composite conversion kinetics during exposure with stepped or continuous light-curing. J Esthet Dent. 1999;11(4):197-205.

45. Nagem Filho H, Nagem HD, Francisconi PA, Franco EB, Mondelli RF, Coutinho KQ. Volumetric polymerization shrinkage of contemporary composite resins. J Appl Oral Sci. 2007;15(5):448-52.

46. Giachetti L, Scaminaci Russo D, Bambi C, Grandini R. A review of polymerization shrinkage stress: current techniques for posterior direct resin restorations. J Contemp Dent Pract. 2006;7(4):79-88.

47. Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. J Dent Res. 1990;69(1):36-9.

48. Braem M, Davidson CL, Vanherle G, Vandoren V, Lambrechts P. The Relationship between Test Methodology and Elastic Behavior of Composites. J Dent Res. 1987;66(5):1036-9.

49. Braga RR, Ferracane JL. Contraction stress related to degree of conversion and reaction kinetics. J Dent Res. 2002;81(2):114-8.

50. Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. Dent Mater. 2000;16(4):292-6.

51. Suzuki M, Jordan RE. Glass ionomer-composite sandwich technique. J Am Dent Assoc. 1990;120(1):55-7.

52. Davidson CL. Glass-ionomer bases under posterior composites. J Esthet Dent. 1994;6(5):223-4.

53. Versluis A, Tantbirojn D, Pintado MR, DeLong R, Douglas WH. Residual shrinkage stress distributions in molars after composite restoration. Dent Mater. 2004;20(6):554-64.

54. Bicalho AA, Pereira RD, Zanatta RF, Franco SD, Tantbirojn D, Versluis A, et al. Incremental filling technique and composite material--part I: cuspal deformation, bond strength, and physical properties. Oper Dent. 2014;39(2):E71-82.

55. Ilie N, Hickel R. Investigations on a methacrylate-based flowable composite based on the SDR technology. Dent Mater. 2011;27(4):348-55.

56. Moszner N, Fischer UK, Ganster B, Liska R, Rheinberger V. Benzoyl germanium derivatives as novel visible light photoinitiators for dental materials. Dent Mater. 2008;24(7):901-7.

57. Lapas-Barisic M, Gamulin O, Panduric V, Spanovic N, Tarle Z. Long Term Degree of Conversion of two Bulk-Fill Composites. Acta Stomatol Croatic. 2016;50(4):292-300.

58. Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G. Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency. Dent Mater. 2013;29(2):139-56.

59. Asmussen E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. Scand J Dent Res. 1982;90(6):490-6.

60. Goracci C, Cadenaro M, Fontanive L, Giangrosso G, Juloski J, Vichi A, et al. Polymerization efficiency and flexural strength of low-stress restorative composites. Dent Mater. 2014;30(6):688-94.

61. Garcia D, Yaman P, Dennison J, Neiva G. Polymerization shrinkage and depth of cure of bulk fill flowable composite resins. Oper Dent. 2014;39(4):441-8.

62. Emami N, Sjodahl M, Soderholm KJM. How filler properties, filter fraction, sample thickness and light source affect light attenuation in particulate filled resin composites. Dent Mater. 2005;21(8):721-30.

63. Fujita K, Ikemi T, Nishiyama N. Effects of particle size of silica filler on polymerization conversion in a light-curing resin composite. Dent Mater. 2011;27(11):1079-85.

64. Cavalcanti AN, Mitsui FH, Ambrosano GM, Marchi GM. Influence of adhesive systems and flowable composite lining on bond strength of class II restorations submitted to thermal and mechanical stresses. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2007;80(1):52-8.

65. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water--effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. J Biomed Mater Res. 1998;42(3):465-72.

66. Sideridou ID, Karabela MM, Bikiaris DN. Aging studies of light cured dimethacrylate-based dental resins and a resin composite in water or ethanol/water. Dent Mater. 2007;23(9):1142-9.

67. Eskandarizadeh A, Elm-Amooz N, Rahimi F, Baharlooyi K, Naeimi-Jamal M. The Effect of Aging on Nano-Hardness and Modulus of Elasticity of four types of composites: an *in vitro* study. Dent Mater and Tech. 2016;5(4):94-103.

68. Morresi AL, D'Amario M, Capogreco M, Gatto R, Marzo G, D'Arcangelo C, et al. Thermal cycling for restorative materials: does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. J of the Mechanic Behav of Biomed Mat. 2014;29:295-308.

69. Dos Santos PA, Garcia PP, Palma-Dibb RG. Shear bond strength of adhesive systems to enamel and dentin. Thermocycling influence. J Mater Sci Mater Med. 2005;16(8):727-32.

70. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. J Dent Res. 2005;84(2):118-32.

71. Amaral FL, Colucci V, Palma-Dibb RG, Corona SA. Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. J Esthet Restor Dent. 2007;19(6):340-53; discussion 54.

72. Cenci MS, Pereira-Cenci T, Donassollo TA, Sommer L, Strapasson A, Demarco FF. Influence of thermal stress on marginal integrity of restorative materials. J Appl Oral Sci. 2008;16(2):106-10.

73. Bauer H, Ilie N. Effects of aging and irradiation time on the properties of a highly translucent resin-based composite. Dent Mater 2013;32(4):592-9.

74. Hakimeh S, Vaidyanathan J, Houpt ML, Vaidyanathan TK, Von Hagen S. Microleakage of compomer class V restorations: effect of load cycling, thermal cycling, and cavity shape differences. J Prosthet Dent. 2000;83(2):194-203.

75. Li H, Burrow MF, Tyas MJ. The effect of load cycling on the nanoleakage of dentin bonding systems. Dent Mater. 2002;18(2):111-9.

76. Rocha R, Soares FZ, Rodrigues CR, Rodrigues Filho LE. Influence of aging treatments on microtensile bond strength of adhesive systems to primary dentin. J Dent Child (Chic). 2007;74(2):109-12.

77. Kubo S, Yokota H, Yokota H, Hayashi Y. Microleakage of cervical cavities restored with flowable composites. Am J Dent. 2004;17(1):33-7.

78. Toledano M, Osorio E, Osorio R, Garcia-Godoy F. Microleakage of Class V resin-modified glass ionomer and compomer restorations. J Prosthet Dent. 1999;81(5):610-5.

79. Drummond JL, Bapna MS. Static and cyclic loading of fiber-reinforced dental resin. Dent Mater. 2003;19(3):226-31.

80. Huang M, Li M, Huang F, Ding S. The effect of thermocycling and dentine pre-treatment on the durability of the bond between composite resin and dentine. J Oral Rehabil. 2004;31(5):492-9.

81. Almeida KG, Scheibe KG, Oliveira AE, Alves CM, Costa JF. Influence of human and bovine substrate on the microleakage of two adhesive systems. J Appl Oral Sci. 2009;17(2):92-6.

82. Stojanac I, Drobac M, Petrovic L, Stojsin I. Microleakage of contemporary composite systems in dentin cavities. Med Pregl. 2009;62(7-8):295-303.

83. Moreau JL, Weir MD, Giuseppetti AA, Chow LC, Antonucci JM, Xu HH. Longterm mechanical durability of dental nanocomposites containing amorphous calcium phosphate nanoparticles. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2012;100(5):1264-73.

84. Ernst CP, Galler P, Willershausen B, Haller B. Marginal integrity of class V restorations: SEM versus dye penetration. Dent Mater. 2008;24(3):319-27.

85. Moore RJ, Watts JT, Hood JA, Burritt DJ. Intra-oral temperature variation over 24 hours. Eur J Orthod. 1999;21(3):249-61.

86. Rodrigues-Junior EC. Estudo de propriedades de resinas compostas bulk fill [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2015.

87. Ferracane JL, Hopkin JK, Condon JR. Properties of heat-treated composites after aging in water. Dent Mater. 1995;11(6):354-8.

88. Leprince J, Palin WM, Mullier T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Investigating filler morphology and mechanical properties of new low-shrinkage resin composite types. J Oral Rehabil. 2010;37(5):364-76.

89. Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA, Braga RR. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system. Dent Mater. 2008;24(9):1164-8.

90. Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. J Dent Res. 1997;76(8):1508-16.

91. Ilie N, Hickel R. Quality of curing in relation to hardness, degree of cure and polymerization depth measured on a nano-hybrid composite. Am J Dent. 2007;20(4):263-8.

92. Durner J, Obermaier J, Draenert M, Ilie N. Correlation of the degree of conversion with the amount of elutable substances in nano-hybrid dental composites. Dent Mater. 2012;28(11):1146-53.

93. de Souza Costa CA, Hebling J, Hanks CT. Effects of light-curing time on the cytotoxicity of a restorative resin composite applied to an immortalized odontoblast-cell line. Oper Dent. 2003;28(4):365-70.

94. ISO Standards. ISO 4049. Polymer based filling, restoration and luting materials. 3rd ed. International Organization for Standardization; 2009.

95. Ilie N, Stark K. Curing behaviour of high-viscosity bulk-fill composites. J Dent. 2014;42(8):977-85.

96. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. Dent Mater. 2007;23(1):51-9.

97. Kawano F, Ohguri T, Ichikawa T, Matsumoto N. Influence of thermal cycles in water on flexural strength of laboratory-processed composite resin. J Oral Rehabil. 2001;28(8):703-7.

98. Souza ROA, Ozcan M, Michida SMA, de Melo RM, Pavanelli CA, Bottino MA, et al. Conversion Degree of Indirect Resin Composites and Effect of Thermocycling on Their Physical Properties. J Prosthodont. 2010;19(3):218-25.

99. Choi KK, Ferracane JL, Hilton TJ, Charlton D. Properties of packable dental composites. J Esthet Dent. 2000;12(4):216-26.

100. Leinfelder KF, Bayne SC, Swift EJ, Jr. Packable composites: overview and technical considerations. J Esthet Dent. 1999;11(5):234-49.

101. Leinfelder KF, Radz GM, Nash RW. A report on a new condensable composite resin. Compend Contin Educ Dent. 1998;19(3):230-2, 4, 6-7.

102. Kinney JH, Marshall SJ, Marshall GW. The mechanical properties of human dentin: a critical review and re-evaluation of the dental literature. Crit Rev Oral Biol Med. 2003;14(1):13-29.

103. El-Safty S, Akhtar R, Silikas N, Watts DC. Nanomechanical properties of dental resin-composites. Dent Mater. 2012;28(12):1292-300.

104. Boaro LC, Goncalves F, Guimaraes TC, Ferracane JL, Versluis A, Braga RR. Polymerization stress, shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites. Dent Mater. 2010;26(12):1144-50.

105. Ilie N, Rencz A, Hickel R. Investigations towards nano-hybrid resin-based composites. Clin Oral Investig. 2013;17(1):185-93.

106. Masouras K, Silikas N, Watts DC. Correlation of filler content and elastic properties of resin-composites. Dent Mater. 2008;24(7):932-9.

107. Tsujimoto A, Barkmeier WW, Takamizawa T, Latta MA, Miyazaki M. Mechanical properties, volumetric shrinkage and depth of cure of short fiber-reinforced resin composite. Dent Mater J. 2016;35(3):418-24.

108. Alrahlah A, Silikas N, Watts DC. Post-cure depth of cure of bulk fill dental resincomposites. Dent Mater. 2014;30(2):149-54. 109. Lapas-Barisic M, Gamulin O, Panduric V, Spanovic N, Tarle Z. Long Term Degree of Conversion of two Bulk-Fill Composites. Acta stom Croatica. 2016;50(4):292-300.

110. Tonetto MR, Pinto SC, Rastelli Ade N, Borges AH, Saad JR, Pedro FL, et al. Degree of conversion of polymer-matrix composite assessed by FTIR analysis. J Contemp Dent Pract. 2013;14(1):76-9.