

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS
Faculdade de Odontologia
Programa de Pós-Graduação em Odontologia



Tese

Avaliação de diferentes resinas bulk fill - um estudo in vitro

Heverson Luiz da Costa Rebello

Pelotas, 2020

Heverson Luiz da Costa Rebello

Avaliação de diferentes resinas bulk fill - um estudo in vitro

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial para obtenção do título de doutor em Odontologia, área de concentração Biomateriais e Biologia Oral .

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Adriana Fernandes da Silva

Coorientador: Prof. Dr. Wellington Luiz de Oliveira da Rosa

Pelotas, 2020

Universidade Federal de Pelotas / Sistema de Bibliotecas
Catalogação na Publicação

R291a Rebello, Heverson Luiz da Costa

Avaliação de diferentes resinas bulk fill : um estudo in vitro / Heverson Luiz da Costa Rebello ; Adriana Fernandes da Silva, orientadora ; Wellington Luiz de Oliveira da Rosa, coorientador. — Pelotas, 2020.

42 f.

Tese (Doutorado) — Programa de Pós-Graduação em Biomateriais e Biologia Oral - ênfase em materiais odontológicos, Odontologia, Universidade Federal de Pelotas, 2020.

1. Resina bulk fill. 2. Grau de conversão. 3. Resistência à flexão. 4. Microdureza knoop. 5. Profundidade de polimerização. I. Silva, Adriana Fernandes da, orient. II. Rosa, Wellington Luiz de Oliveira da, coorient. III. Título.

Black : D151

Heverson Luiz da Costa Rebello

Avaliação de diferentes resinas bulk fill - um estudo in vitro

Tese apresentada, como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor em Odontologia, Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas.

Data da defesa: 28 de Agosto de 2020.

Banca examinadora:

Prof^a. Dr^a. Adriana Fernandes da Silva (orientadora)
Doutora em Biologia Buco-Dental (Histologia e Embriologia) pela Universidade Estadual de Campinas

Prof. Dr. Rafael Guerra Lund
Doutor em Odontologia (Dentística) pela Universidade Federal de Pelotas

Dr^a. Lisia Lorea
Doutora em Odontologia (Dentística) pela Universidade Federal de Pelotas

Dr^a. Cristina Pereira Isolan
Doutora em Odontologia (Materiais Odontológicos) pela Universidade Federal de Pelotas

Prof^a. Dr^a. Maisa Casarin (suplente)
Doutora em Odontologia (Periodontia) pela Universidade Federal de Santa Maria

Dr^a. Francine Cardoso Madruga (suplente)
Doutora em Odontologia (Materiais Odontológicos) pela Universidade Federal de Pelotas

Dedico este trabalho a minha família, pelo amor, dedicação e por proporcionarem as minhas realizações.

Ao meu filho Henrique por me ensinar diariamente o sentido da vida.

Agradecimentos

Aos meus orientadores, Profa. Dra. Adriana Fernandes da Silva e Prof. Dr. Wellington Luiz de Oliveira da Rosa, por sua dedicação e desprendimento em compartilhar os seus conhecimentos e por disporem do seu tempo na minha orientação.

Às técnicas Tatiana da Silva Ramos e Josiane Kuhn Rutz do laboratório do Centro de Desenvolvimento e Controle de Biomateriais (CDC-BIO), que colaboraram intensamente na realização dos testes metodológicos, sem as quais não teria conseguido realizar tais metodologias.

Aos Colegas do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, pela amizade, pelo convívio diário, dividindo ideias e compartilhando conhecimentos.

A Profa. Dra. Tatiana Cenci, pela correta e segura coordenação do Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Aos coordenadores da área de Materiais Odontológicos, Profs. Evandro Piva, Rafael Moraes e Giana Lima.

Ao Prof. Evandro Piva pela amizade e incentivo desde o início da minha carreira na odontologia, sempre se colocando a disposição com paciência para ouvir minhas dúvidas e dividir seu conhecimento comigo.

Aos Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, em particular aos da área de concentração Materiais Odontológicos.

A todos que, de uma maneira ou de outra, contribuíram para que este trabalho fosse realizado.

Resumo

REBELLO, Heverson Luiz da Costa. **Avaliação de diferentes resinas bulk fill - um estudo in vitro**. 2020. 42 p. Tese (Doutorado em Biomateriais e Biologia Oral) - Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas.

Os compósitos odontológicos do tipo bulk fill foram desenvolvidos como alternativa para simplificar a técnica restauradora. A simplificação da técnica só foi possível devido a melhoria nas propriedades dos compósitos Resinosos. Portanto, o objetivo deste estudo foi analisar o desempenho de resinas bulk fill por meio de ensaios físico-mecânicos, independentemente de sua consistência. As seguintes resinas foram testadas: Opus Bulk Fill APS, Opus Bulk Fill Flow APS, Filtek One Bulk Fill, Filtek Bulk Fill Flow, Tetric N-Ceram Bulk Fill, Tetric N-Flow Bulk Fill e Sonic Fill 2. O grau de conversão foi determinado usando Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier ($n = 3$). O ensaio de profundidade de polimerização foi realizado com matriz metálica bipartida, sendo a profundidade medida em milímetros após a fotoativação dos materiais ($n = 3$). O teste de resistência à flexão foi realizado com espécimes em forma de barra medindo $25 \times 2 \times 2\text{mm}$ ($n = 7$) e armazenadas em água destilada por 24 h, logo após estes espécimes foram avaliados em máquina de ensaio mecânico (EMIC DL500, São José dos Pinhais, PR, Brasil). A microdureza Knoop foi realizada nas superfícies do compósito bulk fill com calibragem de 25 gf em 10s. Para o Grau de conversão, profundidade de polimerização e microdureza Knoop os dados foram submetidos a ANOVA uma via seguido de teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Para Resistência à flexão de 3 pontos os dados foram analisados utilizando Kruskal-Wallis seguido de teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). No Grau de conversão o grupo Sonic Fill 2 apresentou desempenho superior, já a Filtek One Bulk Fill e Tetric N-Ceram Bulk Fill apresentaram resultados significativamente inferiores quando comparados com os outros grupos. Quanto a profundidade de polimerização, o Tetric N-Flow Bulk Fill apresentou estatisticamente a maior profundidade e os grupos Opus Bulk Fill APS e Opus Bulk Fill Flow APS a menor profundidade. Em relação aos valores de resistência à flexão, todas as resinas fluidas apresentaram resultados estatisticamente semelhantes. Considerando apenas os compósitos de consistência regular, somente o Tetric N-Ceram Bulk Fill apresentou menor resistência. Em relação aos valores de dureza Knoop, os grupos Tetric N-Flow Bulk Fill e Filtek Bulk Fill Flow apresentaram os menores valores e Opus Bulk Fill APS e Filtek One Bulk Fill obtiveram os maiores valores de dureza. Com base nas limitações deste estudo, pode-se concluir que os compósitos bulk fill estudados apresentaram resultados satisfatórios, assim como os achados quanto à profundidade de polimerização confirmam o que os fabricantes têm indicado.

Palavras-chave: resina bulk fill, grau de conversão, resistência à flexão, dureza Knoop, profundidade de polimerização.

Abstract

REBELLO, Heverson Luiz da Costa. **Evaluation of diferents bulk fill resins - In vitro study**. 2020. 42 p. Thesis (PhD in Dentistry) - Graduate Program in Dentistry, Federal University of Pelotas, Pelotas, 2020.

Bulk fill dental composites were developed as an alternative to simplify the restorative technique. The simplification of this technique was only possible due to the improvement in the properties of resin-based composites. Therefore, the aim of this study was to analyze the performance of bulk fill resins through physical-mechanical assays, independently of their consistency. The following resins were tested: Opus Bulk Fill APS, Opus Bulk Fill Flow APS, Filtek One Bulk Fill, Filtek Bulk Fill Flow, Tetric N-Ceram Bulk Fill, Tetric N-Flow Bulk Fill, and SonicFill 2. Degree of conversion was determined using Fourier Transformed Infrared Spectroscopy (FTIR) ($n=3$). Polymerization depth test was carried out with a split metallic matrix, the depth being measured in millimeters after photoactivation of the materials ($n = 3$). Flexion Resistance test was carried out using bar-shaped resins ($25 \times 2 \times 2\text{mm}$, $n=7$) stored in distilled water for 24 h. After these specimens were evaluated using a mechanical testing machine (EMIC DL500, São José dos Pinhais, PR, Brazil). Knoop microhardness was performed on the surfaces of the bulk fill composite by 25 gf in 10s. For the Degree of conversion, Polymerization depth and Knoop microhardness the data were submitted to ANOVA one way followed by Tukey's test ($\alpha = 0.05$). For 3-point Flexural strength, data were analyzed using Kruskal-Wallis followed by Tukey's test ($\alpha = 0.05$). Degree of conversion showed higher performance to Sonic Fill 2. Filtek One Bulk Fill and Tetric N-Ceram Bulk Fill showed significantly lower results when compared with the other groups. As for the Polymerization depth, Tetric N-Flow Bulk Fill showed statistically the highest depth of polymerization and the lowest depth was to Opus Bulk Fill APS and Opus Bulk Fill Flow APS groups. Regarding to the flexural strength values, all fluid resins showed statistically similar results. Considering only regular bulk fill composite, only Tetric N-Ceram Bulk Fill showed less resistance. In relation to the Knoop hardness values, Tetric N-Flow Bulk Fill and Filtek Bulk Fill Flow groups had the lowest values and Opus Bulk Fill APS and Filtek One Bulk Fill obtained the highest hardness values. Based on the limitations of this study, it can be concluded that the studied bulk fill composites presented satisfactory results, as well as the findings regarding the depth of polymerization confirm what the manufacturers have indicated.

Key-words: Bulk fill composite, degree of conversion, deep of cure, flexion resistance, Knoop hardness.

Sumário

1 Introdução	10
2 Revisão de literatura.....	12
2.1 Resinas compostas.....	12
2.2 Resinas Bulk Fill.....	17
3 Objetivos.....	20
4 Hipótese.....	20
5 Materiais e Métodos.....	21
6 Resultados.....	25
7 Discussão.....	28
8 Considerações	36
Referências.....	37

1 Introdução

A complexidade do ambiente bucal é um desafio significativo para materiais restauradores. A presença de água, saliva e metabólitos ácidos produzido pelo biofilme, podem levar à degradação física e hidrolítica do tecido dentário e dos materiais restauradores. O progresso dos biomateriais está focado na melhoria de suas propriedades físico-químicas e na simplificação das técnicas no ambiente odontológico, com o objetivo de alcançar melhores resultados em menor tempo clínico. (DELAVIZ; FINER; SANTERRE, 2014, NASCIMENTO *et al.*, 2019).

Os materiais restauradores mais utilizados para restaurar ou melhorar a estética dos dentes são as resinas compostas. Embora esses materiais representem uma categoria clinicamente aceitável, ainda persistem várias dúvidas com relação às propriedades físico-mecânicas desses materiais (SADEGHYAR; WATTS; SCHEDULE, 2020). Quando as resinas compostas estão em sua versão convencional, pretende-se realizar a técnica incremental com a espessura ideal de até 2mm para garantir a alta conversão monomérica do composito (REIS *et al.*, 2019) e para evitar os efeitos negativos do fator C de contração (TAUBOCK *et al.*, 2018).

Os compósitos convencionais, utilizados pela técnica restauradora incremental para dentes posteriores, estão sujeitos a se tornarem obsoletos, visto o desenvolvimento de novos materiais restauradores que apresentam melhor desempenho e que são capazes de diminuir a sensibilidade técnica no dia a dia clínico (RASHMI *et al.*, 2020). O desenvolvimento de tecnologias aliadas a novos materiais como as resinas bulk fill surgiram com o intuito de facilitar o dia a dia clínico, reduzindo o número de etapas, consequentemente diminuindo a chance de possíveis erros e utilizando um tempo clínico até 20% menor comparado com a técnica restauradora da resina convencional (CORREIA *et al.*, 2020). A procura pelo compósito ideal fez com que os materiais restauradores do tipo bulk fill ou de incremento único fossem desenvolvidos. Desde o seu lançamento até os dias atuais, esse tipo de material restaurador passou e tem passado por um desenvolvimento e aprimoramento substancial (RASHMI *et al.*, 2020). Entre eles pode-se citar formulações de baixa e alta viscosidade, sendo a característica comum entre eles o tamanho do incremento que pode ser inserido na cavidade que varia em média de 4mm (REIS *et al.*, 2019).

Frente ao aumento do número de materiais resinosos do tipo bulk fill que surgem com composições alternativas, existe a necessidade de realização de pesquisas tanto *in vitro* quanto *in vivo* para caracterização dessas novas formulações, quanto às indicações, limitações na polimerização e instruções de uso (VAN ENDE *et al.*, 2017; HAUGEN *et al.*, 2020). Considerando que a avaliação *in vitro* permite identificar aspectos relevantes dos materiais odontológicos, o objetivo do presente estudo foi caracterizar o desempenho físico-mecânico de resinas bulk fill de consistência fluida e regular.

2 Revisão de Literatura

2.1 Resinas compostas

As resinas compostas, ou compósitos, tem sua estrutura formada por dois ou mais componentes de interface, ou seja, a matriz orgânica, pigmentos, controladores de viscosidade, iniciadores do processo de polimerização, aceleradores e inibidores. A fase dispersa é formada por material inorgânico, e um agente de união entre as matrizes inorgânica e orgânica que é o silano (HEINTZE *et al.*, 2013).

Na evolução dos compósitos restauradores, inicialmente surgiram as resinas auto polimerizáveis, em que ocorria a reação química através da mistura dos componentes de base e catalizador. Esse sistema apresentava algumas desvantagens: a necessidade da mistura de dois componentes, tempo de trabalho limitado, dificuldade da caracterização de cor, inclusão de bolhas de ar na mistura dos componentes e com isso gerando porosidade no material (HAN *et al.*, 2014). As resinas compostas, atualmente, possuem a ativação de sua polimerização através de uma fonte luminosa com comprimento de onda na cor azul. Essa fotopolimerização dos compósitos depende de vários aspectos, tais como, a espessura do material restaurador, sua translucência, a intensidade e tempo de irradiação, sua composição e sua matriz orgânica (HAYASHI *et al.*, 2019).

As resinas compostas são constituídas por uma matriz orgânica, comumente a base de dimetacrilatos, partículas inorgânicas de vidro radiopaco e um agente de união, silano, entre as fases orgânica e inorgânica, além de fotoiniciadores e moduladores da reação de polimerização. O monômero mais empregado na composição das resinas compostas continua sendo o bisfenol A glicidil dimetacrilato (BisGMA), resultado da reação do bisfenol-A com o glicidil éster dimetacrilato (GMA). Em contra ponto ao seu alto peso molecular e à sua alta viscosidade, os quais impedem a movimentação das partículas durante a reação de polimerização, foi necessária a adição de monômeros menores, como o trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA) e o uretano dimetacrilato (UDMA), que melhoram a reatividade e aumentam o grau de conversão, com consequente aumento das propriedades de resistência mecânica (LINS *et al.*, 2019; SIROVICA *et al.*, 2019; SIROVICA *et al.*, 2020).

A fase inorgânica tem influência nas propriedades físico mecânicas através do tamanho, da composição e da natureza das partículas presentes na matriz. Elas ajudam a reduzir a contração de polimerização e o coeficiente de expansão térmica, aumenta a radiopacidade e facilita a manipulação e a escoação do material (HUGHES *et al.*, 2019).

Basicamente as partículas utilizadas como carga inorgânica são os vidros com bário ou estrôncio, ou partículas de zircônia, bem como sílica coloidal. O quartzo foi usado no desenvolvimento inicial de compósitos, mas sua forma e dureza dificultam o acabamento e polimento das restaurações, além de propiciar grandes desgastes da própria restauração e danos por abrasão às superfícies adjacentes. Os vidros à base de sílica geralmente são ligados com óxidos metálicos de bário, estrôncio ou zircônio, que fornecem radiopacidade. As partículas de sílica coloidal por serem bem pequenas, cerca de 40 nm, apresentam uma grande área de contato com a matriz resinosa, o que aumenta a viscosidade da pasta antes da polimerização (PRATAP; GUPTA; BHARDWAJ; NAG, 2019; BOUCHARD, N.; BOUCHARD, P.; ABOELLEIL; TILILLER, 2020).

A união química entre a matriz orgânica e a carga inorgânica é dada pelo silano, que é uma molécula bifuncional a qual, por meio de ligações covalentes, liga-se a sílica numa extremidade da molécula, enquanto a outra extremidade fica disponível para se ligar aos monômeros que formarão a matriz polimerizada. Os agentes de ligação com a matriz, por conseguir a ligação química descrita, também permitem uma diminuição da energia de superfície da carga, diminuindo uma via de acesso para a degradação hidrolítica (FERRACANE, 2011).

O estresse de contração resulta em descolamento e infiltração marginal em fendas, que afetam a estabilidade das restaurações, permitindo a passagem de fluidos e proteínas salivares que podem contribuir para o acúmulo de cáries secundárias e biofilme. Isso está frequentemente relacionado à alta solubilidade e baixa molhabilidade na dentina do monômero BisGMA hidrofóbico. Além disso, e como a polimerização das resinas compostas de dimetacrilato nunca é completa, ela permite que cerca de 10% dos grupos se difundam na cavidade oral (FUGOLIN; PFEIFER, 2017; PINNA *et al.*, 2017).

Dito isso, a evolução dos materiais restauradores foi e ainda é notável. No que diz respeito ao componente inorgânico, iniciou-se com a criação de compósitos, nos quais, para potencializar maiores teores de carga, possuíam monômeros

altamente preenchidos com partículas de sílica coloidal polimerizadas por calor. Proporcionavam um bom polimento, mas possuíam baixa resistência mecânica, sendo principalmente indicadas para áreas estéticas. Para contornar isso, foram introduzidas as resinas compostas microparticuladas, que, além da sílica, continham vidro, que aumentava a resistência à fratura, permitindo seu uso em restaurações posteriores não muito extensas. Ao longo dos anos, a demanda estética levou à busca por resinas compostas com partículas cada vez menores e capacidade de resistir às forças oclusais. Portanto, compósitos microhíbridos e materiais nanohíbridos foram criados e denominados universais (adequados para restaurações em dentes anteriores e posteriores). Além disso, compósitos nanoparticulados foram introduzidos no mercado, consistindo de partículas entre 5nm e 100nm. Um fato que lhes conferiu uma qualidade estética melhor (PFEIFER, 2017).

Enquanto a evolução das restaurações avançava, tendo como foco o desenvolvimento de uma matriz orgânica, baseada exclusivamente em metacrilatos como BisGMA, TEGDMA, HEMA, BisEMA e UDMA, era evidente a necessidade de aumentar a vida útil dessas restaurações na boca. A tensão de contração de polimerização, influenciada pela composição química da matriz da resina, provoca fraturas em muitas delas. Além disso, os componentes não polimerizados, como HEMA, BisGMA e oligômeros, são propensos a lixiviar o meio oral, o que leva a efeitos de citotoxicidade. Tudo isso levou à introdução de monômeros alternativos à base, em peso molecular superior que permitiu uma redução efetiva do estresse *in vitro*. No entanto, essa redução não foi demonstrada em estudos clínicos, talvez devido ao seu caráter multifatorial, pois tudo isso depende, não só do material utilizado, mas também da técnica praticada pelo clínico (FUGOLIN; PFEIFER, 2017; SONG *et al.*, 2019).

A técnica restauradora que utiliza compósitos convencionais apresenta a limitação da fotoativação de incrementos de no máximo 2mm de espessura, aumentando o tempo de trabalho e o tempo de procedimento clínico podendo levar a formação de bolhas ou contaminação entre os incrementos, levando a falhas adesivas (HIRATA *et al.*, 2015).

Apesar das melhorias alcançadas, a profundidade de polimerização, o grau de conversão e a tensão de contração gerada, ainda são algumas das principais limitações de compósitos com matriz orgânica a base de metacrilatos

(FERRACANE, 2011; TAUBOCK *et al.*, 2018). O valor de microdureza depende não apenas do grau de conversão da resina, mas também de outros fatores, como a composição da matriz orgânica, tamanho e concentração das partículas de carga (REIS *et al.*, 2019).

A dureza é uma propriedade que influencia diretamente a longevidade clínica de um material resinoso, pois existe uma relação direta entre essa propriedade, a resistência mecânica e a resistência ao desgaste desses materiais. Essa propriedade é medida por meio da capacidade de resistência do material à penetração por uma ponta dura (BENETTI *et al.*, 2015).

Para que se tenha sucesso na restauração é necessário que o compósito sofra um adequado grau de conversão. Para que isso ocorra, é preciso que durante o processo de polimerização sejam sensibilizados uma boa quantidade de monômeros. As propriedades mecânicas e físicas dos polímeros e copolímeros estão relacionadas ao grau de conversão (CATELAN *et al.*, 2014)

A cinética de conversão dos compósitos está relacionada à quantidade de monômero que se converteu na cadeia polimérica, ou seja, está intimamente associado ao processo de polimerização do compósito. Uma baixa conversão do compósito pode resultar em monômeros livres, não reagentes, que podem ser dissolvidos em ambientes úmidos, resultando assim na degradação do material e comprometendo a longevidade da restauração. O grau de conversão é de grande importância para auxiliar na investigação do desempenho mecânico da resina e da biocompatibilidade, pois esse processo está diretamente relacionado à resistência à fratura, à dureza e à solubilidade do material (GINU *et al.*, 2019). A completa polimerização da resina está determinada pelo grau de conversão que é a quantidade em porcentagem de duplas ligações de carbono-carbono de monômero a polímero que se convertem em ligações simples ao polimerizar o material (YU; YAP; WANG, 2017).

É reportado que as resinas compostas possuem de 50% a 70% de grau de conversão. Esse processo depende de vários fatores como a composição da resina, tamanho do incremento, tipo de fotopolimerizador, intensidade de transmissão de luz através do material restaurador, tempo de exposição e a distância em que o foto ativador encontra-se do compósito, entre outros. Assim, quanto maior a taxa de conversão, melhores serão as propriedades mecânicas, refletindo na performance do material restaurador (YOKESH *et al.*, 2017).

Enquanto isso, a profundidade de polimerização se correlaciona diretamente com a translucência dos materiais bulk fill. Para obter uma adequada polimerização, três características são essenciais para a unidade fotopolimerizadora: saída de luz adequada, faixa de comprimento de onda da luz adequada e tempo de exposição. Outros fatores que afetam a profundidade de cura incluem o tipo de resina, translucidez, espessura do incremento, a distância a partir da ponta do fotopolimerizador, e o tamanho e a distribuição de partículas de carga em sua composição (HAYASHI *et al.*, 2019).

Os materiais são composição dependentes (BENETTI *et al.*, 2015), ou seja, os componentes de sua formulação que direcionam o comportamento em relação ao escoamento do material, profundidade de polimerização, cinética de conversão, contração gerada na polimerização, adaptação na cavidade, resistência as forças mastigatórias e, inclusive na estética. Diferentes materiais restauradores buscam se adequar ao conceito bulk fill, com formulações distintas do que já foi considerado convencional. O que destaca esses materiais é a modificação química que visa a melhoria da polimerização de incrementos com grande volume e espessura, além da possibilidade de melhor biocompatibilidade com o tecido pulpar (EL-ASKARY; SALAH; ANWAR; ÖZCAN, 2017).

2.2 Resinas bulk fill

As resinas do tipo bulk fill foram desenvolvidas como uma alternativa para simplificação da técnica restauradora. Visando tornar a técnica restauradora mais ágil, foram desenvolvidas as resinas bulk fill. Segundo os fabricantes, esses materiais podem ser fotoativados em incrementos entre 4 a 5mm com cura e propriedades mecânicas garantidas, além de baixa contração volumétrica e menor tensão de polimerização na interface adesiva, produzindo menor deflexão de cúspides (SCOTTI *et al.*, 2014). Diversos fatores relacionados à composição química do material foram modificados para permitir o seu uso em incremento único para restauração direta de dentes posteriores (LINS *et al.*, 2019). Quantidade e tamanho das partículas de carga (FRONZA *et al.*, 2015), composição da matriz resinosa, características do sistema de fotoativação, e o agente de união, são fatores que podem influenciar no desempenho do material (ALSHALI *et al.*, 2015; LEMPEL *et al.*, 2016). Segundo alguns autores, as características principais que diferem as resinas bulk fill fluidas e regulares é a quantidade de carga, entre 60 a 85% (ALSHALI *et al.*,

2015, BUCUTA; ILIE, 2014, FRONZA *et al.*, 2015, GAROUSHI *et al.*, 2016, LEPRINCE *et al.*, 2014, MILETIC *et al.*, 2017, YAP; PANDYA; TOH, 2016) e o seu volume de preenchimento (ALSHALI *et al.*, 2015, ILIE; HICKEL, 2011, LEMPEL *et al.*, 2016).

Alguns mecanismos para tanto são a utilização de novos monômeros, o aumento da translucidez permitindo maior penetração de luz, a ativação dual, que permite a cura química em maiores profundidades, a utilização de moduladores reológicos, que minimizam a tensão de polimerização, a inserção de um material de alta viscosidade auxiliada pela emissão de ondas sônicas, o que aumenta a fluidez e melhora a adaptação marginal, a modificação da fase inorgânica como a utilização de fibras de reforço o que confere maior resistência à restauração ou a associação destes. (FLURY *et al.*, 2012; BUCUTA; ILLIE, 2014; GAROUSHI *et al.*, 2016).

Tanto as resinas compostas bulk Fill como as resinas convencionais são constituídas pela mistura de partículas de carga (vidro de bário, pré-polímero, tri-fluoreto de itérbio e óxidos mistos), uma matriz orgânica (à base de monômeros dimetacrilatos), moléculas iniciadoras de polimerização (geralmente as canforoquinonas) e agente de união (silano), que permite a ligação entre as partículas de carga e a matriz orgânica (LE PRINCE *et al.*, 2014).

Na composição química desses compósitos existem características similares às das resinas compostas incluindo monômeros em sua matriz orgânica como BisGMA, TEGDMA, UDMA e BisEMA. Entretanto, houve uma modificação dentro da sua estrutura química do monômero BisGMA e do monômero UDMA, onde foram incluídos outros monômeros como o dimetacrilato de uretano aromático (AUDMA), BisGMA sem o grupo hidroxilo, metacrilatos altamente ramificados e dimetacrilato de uretano alifático (LE PRINCE *et al.*, 2014).

É ainda importante referir que existem outras formulações alternativas presentes na matriz orgânica nos compósitos bulk Fill, que possuem inovadores monômeros de metacrilato que atuam para reduzir a tensão de contração de polimerização: Monômero de Fragmentação Adicional (AFM) e dimetacrilato de uretano (AUDMA) (MONTERUBBIANESI *et al.*, 2016).

A primeira, AFM, reage com a cadeia polimérica em formação, nas ligações terminais de metacrilato, como outros monômeros dimetacrilato que durante o processo de fotopolimerização o grupo central pode-se fragmentar e os fragmentos reagir com a cadeia polimérica em formação, permitindo assim diminuir as tensões

sem prejudicar a resistência ao desgaste. A segunda, AUDMA, caracteriza-se por ser um monômero de maior peso molecular que os encontrados nos dimetacrilatos tradicionais, ele reduz a quantidade de zonas de contração e estresse que ocorrem durante a polimerização (MONTERUBBIANESI *et al.*, 2016).

O conteúdo de carga das resinas do tipo Bulk fill pode variar entre 60,7% a 85,3% em peso e o grau de conversão de 43,6% a 76,5% (LE PRINCE *et al.*, 2014). Assim como nas resinas convencionais, esses materiais podem ser classificados quanto à sua viscosidade. Em geral, os compósitos bulk fill podem ser subdivididos em dois grupos: os materiais que podem ser expostos ao ambiente oral (geralmente de alta viscosidade/regular), com propriedades mecânicas maiores e aqueles que devem ser usados como base (geralmente de baixa viscosidade/fluída), no qual o alguns fabricante recomendam uma camada de cobertura com resina convencional. Essas características definem suas indicações e diferentes técnicas na prática clínica (REIS *et al.*, 2019).

Os compósitos fluidos foram introduzidos em meados dos anos 90. Eles foram desenvolvidos para simplificar os procedimentos clínicos, melhorando a adaptação às superfícies internas de preparos cavitários, melhorando o selamento da cavidade, e expandindo as aplicações clínicas de produtos à base de resina composta. Para diminuir a viscosidade e aumentar fluidez, a matriz orgânica de compósitos fluidos foram substancialmente reduzidas. O volume de preenchimento de compósitos fluidos variou de 37% a 53% em comparação com 50% a 70% de compósitos convencionais (VAN ENDE *et al.*, 2017; DE BRITO *et al.*, 2019).

As resinas de baixa viscosidade e baixa tensão de contração de polimerização, permitem a utilização pela técnica de incremento único. Em uma situação clínica, além de contração da polimerização, a profundidade adequada da cura também consiste em uma grande preocupação para o uso de grandes incrementos mantendo suas propriedades, sendo recomendadas para aplicações diretas em função da capacidade de controlar o alto Fator C de cavidades em dentes posteriores quando a resina é inserida em incrementos únicos (REIS *et al.*, 2019).

Em alguns compósitos bulk fill, a canforoquinona (CQ), que é o foto iniciador mais comum das resinas convencionais, também é utilizada, porém outros foto-iniciadores também foram incorporados às resinas bulk fill, como no caso da Tetric N-ceram Bulk fill (Ivoclar Vivadente) que contém Ivocerin como foto iniciador

adicional. Essa resina emprega um novo sistema de fotopolimerização composto pela interação entre cânfora e bis-4-metoxibenzoyl, que, segundo o fabricante, é mais fotoreativa do que a cânfora e, portanto, uma conversão maior é esperada (FARAHAT, 2016).

Para uma foto ativação adequada e suficiente para a polimerização de compósitos resinosos em toda sua potencialidade, deve-se considerar três características básicas da unidade emissora: a saída de luz adequada, o comprimento de onda da luz e o tempo de exposição. Fatores como a composição da resina, a translucidez do material, espessura do incremento, período de pós irradiação, tamanho e distribuição das partículas de carga também afetam a profundidade de polimerização (LIMA *et al.*, 2018).

Dessa forma, novos testes para avaliar as propriedades das resinas bulk fill, previamente à sua ampla utilização na odontologia restauradora, são necessários. A avaliação das características físicas desses materiais devem ser realizadas, principalmente, por meio de testes mecânicos como o de microdureza, cinética de conversão e de resistência à flexão, pois esses podem demonstrar ao clínico como as restaurações realizadas com materiais do tipo bulk fill se comportarão na cavidade oral e se esses preenchem os requisitos necessários para terem, sob função, um adequado desempenho. O teste de micro-dureza Knoop, tem adequada indicação na avaliação da extensão de polimerização dos materiais resinosos, principalmente em profundidade. Assim como o teste de microdureza, o teste de resistência à flexão e do grau de conversão que avaliam características intrínsecas do material, ou seja, a capacidade de resistir as forças geradas durante a mastigação (BOARO *et al.*, 2019).

Existem vários testes que avaliam a qualidade do processo de polimerização das resinas compostas. Entre os mais utilizados está o teste de microdureza e o teste de resistência à flexão. A resistência à flexão de 3 pontos indica a capacidade de um material em resistir as forças verticais, comumente presentes no meio bucal. (ÖZNURHAN; ÜNAL; KAPDAN; ÖZTURK, 2015). A dureza é uma propriedade que expressa a resistência ao desgaste e a resistência mecânica do material. Para obter a dureza do material é necessário fazer uma penetração de uma ponta com uma determinada carga. Após um período de tempo, quando ocorre a remoção da carga, a superfície da amostra é analisada através de microscópio óptico para verificar a área da impressão residual plástica. A dureza é então definida como a razão entre a

carga máxima aplicada durante o teste e a área projetada do contato (DIAS *et al.*, 2020). Materiais com baixa dureza de superfície são mais susceptíveis à rugosidade e esta pode comprometer a resistência à fadiga do material e provocar falha prematura da restauração (KELIC *et al.*, 2016).

3 Objetivos

O objetivo do presente estudo foi caracterizar o desempenho físico-mecânico de resinas bulk fill de consistência fluida e regular.

3.1 Objetivo específico

Avaliar o desempenho de resinas bulk fill de consistência fluida e regular quanto ao grau de conversão de resinas bulk fill de consistência fluida e regular;

Avaliar o desempenho de resinas bulk fill de consistência fluida e regular quanto a profundidade de polimerização de resinas bulk fill de consistência fluida e regular;

Avaliar o desempenho de resinas bulk fill de consistência fluida e regular quanto a resistência à flexão de 3 pontos de resinas bulk fill de consistência fluida e regular;

Avaliar o desempenho de resinas bulk fill de consistência fluida e regular quanto a dureza Knoop de resinas bulk fill de consistência fluida e regular;

Avaliar se a quantidade de resina bulk fill recomendada pelo fabricante a ser polimerizada corresponde ao desempenho destas resinas após o referido ensaio.

4 Hipótese

A hipótese nula é que não existe diferenças entre o desempenho das resinas bulk fill avaliadas.

5 Materiais e Métodos

5.1 Design experimental

Para este estudo foram empregadas resinas bulk fill de diferentes constituições. Estas resinas utilizadas no estudo estão relacionadas na Tabela 1. Todas as metodologias foram realizadas no laboratório Centro de Desenvolvimento e Caracterização de Biomateriais (CDC-Bio) da UFPel. Todos os testes realizados: obdeceram as recomendações de suas respectivas ISO (International Stantard Organization), incluindo o número de especimes por grupo. Ademais, para todos os testes deste estudo foram realizados empregando o aparelho fotoativador Valo Cordless (Ultradent - South Jordan, EUA), em uma irradiância máxima de 1097 mW/cm² por uma área de 0.5 cm² aferidos pelo MARC® Resin Calibrator (BlueLigth Analytics Inc., Halifax, NS, Canada), com o tempo indicado para cada fabricante da respectiva resina polimerizada. Foi utilizada a cor A3 para todas as resinas testadas com excessão das resinas Tetric Bulk Fill (Ivoclar Vivadent), a qual ofereceu uma escala de cores diferende das demais, portanto, foi utulizada a cor IVW.

Tabela 1. Resinas Bulk Fill avaliadas.

Marca comercial (fabricante)	Descrição (espessura max.)	Conteúdo orgânico	Conteúdo inorgânico
Opus Bulk Fill® (FGM)	Nanohíbrido de consistência regular (5mm)	Mônmeros uretânadimetacrílicos, Oligômeros metacrílicos com conformação espacial em alfa hélice, Oligômeros Uretânicos.	Iniciadores especiais (sistema APS), carga de dióxido de silício silanizado, vidro de bário, aluminosilicato. 79% em peso.
Opus Bulk Fill Flow® (FGM)	Nanohíbrido de consistência fluida (4mm)	Mônmeros uretânadimetacrílicos, Oligômeros metacrílicos com conformação espacial em alfa hélice, Oligômeros Uretânicos.	Iniciadores especiais (sistema APS), carga de dióxido de silício silanizado, vidro de bário, aluminosilicato. 68% em peso.
Filtek Bulk Fill® (3M ESPE)	Nanoparticulado de consistência regular (5mm)	AUDMA, UDMA e DDMA (1, 12-dodecano-DMA)	Vidro de fluoreto de itibério, benzotriazol, cerâmica silanizada, partículas de sílica e zircônia. 76,5% em peso e 58,4% em volume.
Filtek Bulk Fill Flow® (3M ESPE)	Nanoparticulado de consistência fluida (4mm)	AUDMA, UDMA e DDMA (1, 12-dodecano-DMA)	Vidro de fluoreto de itibério, benzotriazol, cerâmica silanizada, partículas de sílica e zircônia. 64,5% em peso e 42,5% em volume.

Tetric N-Ceram Bulk Fill® (Ivoclar Vivadent)	Nanohíbrido de consistência regular (4mm)	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA e procrilato. 19 a 21% em peso.	Fotoiniciador específico a base de germânio (Ivocerim), canforoquinona, vidro de bário, pré-polímero, tri-fluoreto de itérbio e óxidos mistos. 75 a 77% em peso, 53 a 55% em volume.
Tetric Flow Bulk Fill® (Ivoclar Vivadent)	Nanohíbrido de consistência fluida (4mm)	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA e procrilato. 19 a 21% em peso.	Fotoiniciador específico a base de germânio (Ivocerim), canforoquinona, vidro de bário, pré-polímero, tri-fluoreto de itérbio e óxidos mistos. 62,5% em peso, 53% em volume.
Sonic Fill 2® (Kavo - Kerr)	Nanohíbrido de consistência regular (5mm)	Bis-GMA, TEGDMA, EBPADMA	SiO ₂ , vidros e óxidos: 83,5% em peso, 67% em volume.

5.2 Avaliação do grau de conversão

A cinética de conversão das diferentes resinas foi avaliada em tempo real por meio de espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (RT-FTIR, Shimadzu Prestige Spectrometer, Shimadzu, Japão) equipado com dispositivo de refletância total atenuada (RTA), composto por um cristal horizontal de seleneto de zinco (ZnSe) e espelhos de angulação de 45° (PIKE Technologies, EUA). Um suporte foi acoplado para fixar um aparelho LED emissor de luz (Valo Cordless - Ultradent - South Jordan, EUA) permitindo a padronização da distância de 2 mm entre a extremidade da ponteira de 10 mm de diâmetro ativo e a amostra. As amostras foram dispensadas diretamente no cristal de ZnSe, com auxílio de uma micropipeta (~3 µl), e fotoativadas em um único período por 20 segundos (s), seguindo a indicação do fabricante das resinas em estudo. A irradiância foi de aproximadamente 1000 mW/cm², densidade de 20 J/cm² sendo mensurada com radiômetro digital (Ophir Optronics, Danvers, MA, EUA). Cada resina foi analisada em triplicata. Para o monitoramento de varredura foi utilizado o software IRSolution, utilizando a apodização de Happ-Genzel, em uma faixa espectral entre 1750 e 1550 cm⁻¹, resolução de 8 cm⁻¹ e velocidade de deslocamento de espelho de 2,8 mm/s. Além disso, todas as análises foram realizadas em temperatura (25±1°C) e umidade (60±5%) controladas. O grau de conversão, por segundo, foi calculado considerando-se a intensidade da vibração do tipo estiramento da dupla ligação

carbono-carbono na frequência de 1635 cm^{-1} . Posteriormente, os dados foram plotados em uma curva ajustada pelo parâmetro regressivo não-linear de Hill 3 e foi calculada a taxa de polimerização.

5.3 Profundidade de Polimerização

O teste para medir a profundidade de polimerização foi realizado através de uma matriz metálica bipartida contendo perfurações cilíndricas interposta entre duas tiras de poliéster (ISO 4049:2009). As resinas foram aplicadas em todo o molde cilíndrico ($n=3$). Sobre os moldes foi colocado a fita de poliéster seguido de fotoativação do material por 20 segundos (indicado pelo fabricante) com o fotopolimerizador LED emissor de luz (Valo Cordless - Ultradent - South Jordan, Estados Unidos). A matriz bipartida foi aberta e manualmente foi removida a porção do material não-polimerizada com espátula plástica. A porção polimerizada foi medida com paquímetro digital de precisão de 0.01mm (Mitutoyo Corporation, Tóquio, TO, Japão).

5.4 Avaliação da resistência à flexão de 3 pontos

Para cada uma das sete resinas foram confeccionados 7 espécimes em forma de barra ($25 \times 2 \times 2\text{ mm}$, $n=7$) através de uma matriz metálica bi-partida interposta entre duas tiras de poliéster (ISO 4049:2009). Cada espécime foi foto-ativado por 20s nas superfícies superior e inferior utilizando-se o mesmo LED descrito anteriormente e afastado a uma distância de 10 mm. Logo após, os espécimes foram armazenados em água destilada, por 24 horas, e então, foram submetidos ao teste de flexão em três pontos (EMIC DL500, São José dos Pinhais, PR, Brasil), obtendo-se a resistência à flexão (RF) do material, em MPa. Partindo-se da porção linear inicial da curva carga $\times$ deslocamento, obtida pelo software Tesc (EMIC), o módulo de elasticidade em flexão (E_f) dos materiais foi calculado segundo a fórmula: $E_f = F \times L^3 / 4 \times l \times h^3 \times d$, onde E_f é o módulo de elasticidade em flexão (MPa), F é a carga registrada no regime elástico (N), L é a distância entre os apoios (mm), l é a largura da amostra (mm), h é a espessura da amostra (mm) e d é a deflexão correspondente a F . As medidas de largura e espessura foram mensuradas com um paquímetro digital (Mitutoyo Corporation, Tóquio, TO, Japão).

5.5 Avaliação da Microdureza Knoop

A realização do teste de Microdureza Knoop foi feita de acordo com a ISO 4545-1:2017 (E). O fragmento resinoso foi embutido em resina epóxi, e após foi polido com lixa de carbetto de silício de granulação #600 e #1200, sob refrigeração com água. Assim, uma força predeterminada é aplicada com um indentador de diamante em forma de pirâmide (com ângulos de 172,5° e 130° entre as bordas opostas no vértice) por um tempo de espera especificado. O tempo para a aplicação inicial da força não deve exceder 10 s, e a força de teste é mantida por 10 s – 15 s. O valor de dureza Knoop é proporcional à força de teste dividida pela área projetada da endentação, usando apenas o eixo longo. Esta medição é então convertida em um número de dureza Knoop. A largura do recuo Knoop pode fornecer mais resolução para a medição e o recuo também é mais superficial. O tempo de carga e de permanência deve ser indicado. Desta forma, os espécimes foram mensurados em um durômetro (FM 700, Future Tech, Kawasaki, KA, Japão) com uma carga de 25g durante 10s, sendo realizadas cinco endentações por corpo de prova ($n = 3$). Para o teste do número de dureza Knoop (KHN) foi obtido o valor médio de KHN.

5.6 Análise estatística

Os resultados foram tabulados e analisados no software Sigma Plot 13.0 (Systat Software Inc., San Jose, Califórnia, EUA). Para o Grau de Conversão, Profundidade de Polimerização e Microdureza Knoop os dados foram submetidos a ANOVA uma- via seguido de teste de Tukey. Para Resistência a Flexão de 3 Pontos os dados foram analisados utilizando Kruskal-Wallis seguido de Teste de Tukey. Foi considerado $p < 0,05$ como estatisticamente significativo. Adicionalmente, em todas as análises foi verificado o poder do teste para averiguar se o tamanho da amostra recomendado pelas normativas estava adequado. Este poder considerado foi de no mínimo 0.8, considerando um alfa de 0.05.

6 Resultados

6.1 Grau de Conversão

Os resultados do grau de conversão (%) estão descritos na Tabela 2. O maior grau de conversão foi obtido pela resina regular SF2. Já as resinas bulk fill regulares TCBF e FOBF apresentaram valor significativamente inferior quando comparado com os demais grupos.

Tabela 2. Média e desvio padrão referente ao Grau de Conversão (%) dos diferentes grupos experimentais.

Grupos	Grau de Conversão (%)
Opus Bulk Fill APS (OBF)	45,18 ($\pm 0,74$) ^B
Opus Bulk Fill Flow APS (OBFF)	42,18 ($\pm 0,76$) ^B
Filtek One Bulk Fill (FOBF)	36,70 ($\pm 2,94$) ^C
Filtek Bulk Fill Flow (FBFF)	45,65 ($\pm 1,13$) ^B
Tetric N-Ceram Bulk Fill (TCBF)	33,70 ($\pm 0,57$) ^C
Tetric N-Flow Bulk Fill (TFBF)	46,15 ($\pm 1,96$) ^B
SonicFill 2 (SF2)	57,87 ($\pm 2,10$) ^A

ANOVA UMA-VIA seguido de teste de Tukey. Letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos ($p < 0,05$).

6.2 Profundidade de Polimerização

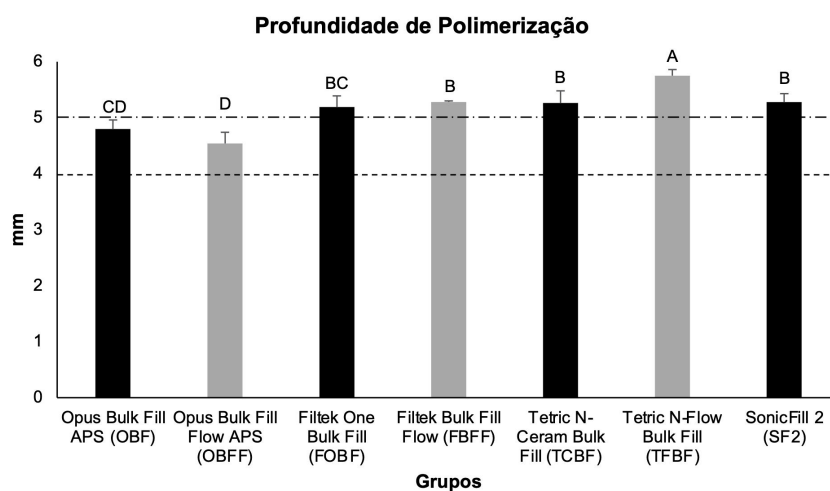


Figura 1. Média e desvio padrão referente a profundidade de polimerização (mm) dos diferentes grupos experimentais.

Os resultados de profundidade de polimerização podem ser observados no Figura 1. O grupo TFBF apresentou estatisticamente a maior profundidade de polimerização ($p<0,05$), e os grupos OBFF e OBF as menores profundidades.

6.3 Resistência à Flexão

Os resultados da resistência à flexão de 3 pontos (MPa) dos diferentes grupos experimentais estão descritos na Tabela 3. Todas as resinas fluidas apresentaram resultados de resistência a flexão similares estatisticamente. Considerando apenas as resinas regulares, somente a TCBF apresentou menor resistência a flexão que a FOBF ($p<0,05$), mas foi similar as OBF e a SF2. Ao comparar as resinas bulk fill fluidas e regulares da mesma marca, não houveram diferenças estatisticamente significativas entre elas.

Tabela 3. Média e desvio padrão referente a resistência a flexão (MPa) dos diferentes grupos experimentais.

Grupos	Resistência à Flexão (MPa)
Opus Bulk Fill APS (OBF)	113,85 ($\pm 19,92$) ^{ABC}
Opus Bulk Fill Flow APS (OBFF)	128,32 ($\pm 4,95$) ^{AB}
Filtek One Bulk Fill (FOBF)	161,10 ($\pm 6,43$) ^A
Filtek Bulk Fill Flow (FBFF)	120,49 ($\pm 6,43$) ^{ABC}
Tetric N-Ceram Bulk Fill (TCBF)	98,25 ($\pm 13,87$) ^C
Tetric N-Flow Bulk Fill (TFBF)	102,88 ($\pm 7,54$) ^{BC}
SonicFill 2 (SF2)	107,20 ($\pm 14,15$) ^{BC}

Kruskal-Wallis seguido de teste de Tukey. Letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos ($p<0,05$).

6.4 Microdureza Knoop

Os valores da microdureza Knoop (25gf/10s) estão descritos na Tabela 04. O grupo OBF apresentou o maior valor de dureza ($57,43 \pm 3,62$), que foi estatisticamente similar apenas da FOBF. Todas as resinas fluidas apresentaram microdureza estatisticamente inferior as resinas regulares do mesmo fabricante ($p<0,05$). Entre as resinas fluidas, a que apresentou melhor dureza Knoop foi a OBFF, sendo diferente estatisticamente da FBFF e TFBF ($p<0,05$).

Tabela 4. Média e desvio padrão referente a Microdureza Knoop (25gf/10s) dos diferentes grupos experimentais.

Grupos	Dureza Knoop (25gf/10s)
Opus Bulk Fill APS (OBF)	57,43 ($\pm 3,62$) ^A
Opus Bulk Fill Flow APS (OBFF)	32,30 ($\pm 6,00$) ^B
Filtek One Bulk Fill (FOBF)	46,58 ($\pm 3,81$) ^{AB}
Filtek Bulk Fill Flow (FBFF)	23,76 ($\pm 1,49$) ^{CDE}
Tetric N-Ceram Bulk Fill (TCBF)	31,66 ($\pm 9,53$) ^{BD}
Tetric N-Flow Bulk Fill (TFBF)	15,71 ($\pm 2,38$) ^E
SonicFill 2 (SF2)	36,13 ($\pm 6,53$) ^{BC}

ANOVA UMA-VIA seguido de teste de Tukey. Letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos ($p < 0,05$)

7 Discussão

Um desafio, na atualidade, dentro da odontologia é conseguir reduzir o tempo dos procedimentos clínicos restauradores. Nesse contexto, as resinas bulk fill ajudariam a diminuir esse tempo, uma vez que a polimerização poderia ser realizada em incrementos entre quatro e cinco milímetros, sendo o dobro da camada preconizada pelas resinas tradicionais, diminuindo o tempo de restauração no mínimo pela metade, considerando que não acarretaria prejuízos inerentes às propriedades físico-mecânicas (BOARO *et al.*, 2019). Assim, novas resinas bulk fill apresentam novas tecnologias, como sistemas iniciadores e monômeros específicos, componentes orgânicos e inorgânicos capazes de absorver tensões, etc, outras apenas balancearam componentes que já eram comumente empregados (Alshali *et al.*, 2015). O quanto cada fabricante realmente inovou está protegido por seus respectivos registros de patentes e impedem uma discussão mais específica e profunda sobre esse determinado assunto.

Diferentes estratégias foram realizadas com o intuito de aumentar a profundidade de polimerização e reduzir, ou apenas não elevar, os valores de tensão geradas na fotoativação de grandes incrementos (Fronza *et al.*, 2015; Al Sunbul *et al.*, 2016). O aumento da translucidez, e consequente melhora da transição da luz pelo corpo do material, pode ser obtido de diferentes maneiras, como por exemplo a redução da quantidade de partículas de carga inorgânica ou o balanço entre partículas de carga e monômeros com base na similaridade dos índices de refração.

Para o aumento do grau de conversão das resinas bulk fill, a forma mais utilizada pelos fabricantes é o emprego de monômeros flexíveis como UDMA, puro ou modificado, e BisEma o qual diminui a viscosidade da resina (Stansbury, 2012; Alshali *et al.*, 2015; Durner *et al.*, 2015; Fonseca *et al.*, 2017)

Apesar de algumas formulações de resinas bulk fill apresentarem modificações no sistema fotoiniciador é importante salientar que nenhuma resina bulk fill presente no mercado seria incapaz de ser sensibilizada por uma fonte de luz azul. Em geral, o comprimento de onda da luz azul possui maior capacidade de atingir grandes profundidades quando comparado ao comprimento de onda da luz violeta. A explicação para isto deve-se ao fato de que as fontes de luz violeta presente em alguns poucos aparelhos fotoativadores, como no caso do nosso

estudo que foi utilizado o aparelho Valo com ambos comprimentos de onda, tanto azul como violeta, possuem menor irradiância (mW/cm^2) e maior susceptibilidade ao espalhamento do que a luz azul. Consequentemente, a capacidade de ativação de fotoiniciadores que possuem pico de absorção de luz em comprimentos de onda menores (violeta possui comprimento de onda menor do que o azul) é prejudicada em maiores profundidades. Este comportamento foi demonstrado tanto em resinas experimentais (Schneider *et al.*, 2012; de Oliveira *et al.*, 2016) quanto em resinas bulk fill disponível comercialmente (Zorzin *et al.*, 2015; Rocha *et al.*, 2017). Uma outra questão que deve ser considerada é que poucas são as resinas bulk fill formuladas com fotoiniciadores alternativos. Um exemplo é a resina Tetric N-Ceram Bulk Fill (Ivoclar-Vivadent), a qual possui um fotoiniciador (Ivocerin – marca registrada pela Ivoclar-Vivadent) menos amarelo que o tradicional fotoiniciador canforoquinona em sua composição.

Considerando isso, podemos dizer que a hipótese nula do estudo foi parcialmente aceita, pois em determinadas propriedades físicas foram encontradas diferenças de desempenho entre as resinas nos parâmetros avaliados. Além disso, para os testes de dureza e resistência a flexão houve diferenças no desempenho entre determinadas resinas fluidas e regulares. Alguns materiais testados apresentam propriedades físico-mecânicas superiores que outros provavelmente devido ao tipo, disposição e tamanho das partículas de carga, estrutura química do monômero, intensidade de luz recebida e composição de cada material resinoso (VAN ENDE *et al.*, 2017).

7.1 Grau de Conversão

Um dos principais fatores para garantir o sucesso dos compósitos é o grau de conversão. A ineficiência desta polimerização pode estar associada com inferiores propriedades físico-mecânicas. O grau de conversão é um parâmetro chave para análise das resinas bulk fill, uma vez que tais resinas oferecem o grau de conversão otimizado por diversas estratégias na manufatura do material como translucidez, fotoiniciadores, índice de refração e tamanho de partículas (VAN ENDE *et al.*, 2017), sendo portanto primordial para que outras propriedades possam ser eficientemente estabelecidas. O resultado do presente estudo indicou que o grupo SF2 apresentou o maior desempenho no grau de conversão quando comparada com as outras resinas bulk fill, enquanto a TCBF e FBFF apresentaram menor grau de conversão

do compósito. As melhores propriedades físico-mecânicas da resina SF2 podem ser atribuíveis ao seu princípio de funcionamento que difere de todas as demais resinas avaliadas, uma vez que necessita de um sistema ultrassônico próprio da marca para inserção na cavidade. Um composto universal fluível é combinado com uma resina altamente preenchida, que contém modificadores especiais que reagem à energia ultrasônica produzida pelo sistema do grupo SF2. Quando esta energia é aplicada através da peça de mão do sistema, um modificador causa uma redução na viscosidade, aumentando assim o fluxo do compósito. O composto passa a um estado mais viscoso quando a aplicação da energia é interrompida (ALKHUDHAIRY, 2017). Em um estudo realizado por Le Prince *et al.* (2014), em que foram avaliadas diversas resinas bulk-fill, a resina SF2 também apresentou conversão maior que as TCBF e FOBF, estando de acordo com nossos resultados. Cabe resaltar que para a utilização da resina Sonic Fill é necessário o aparelho sonico como mais uma peça de mão no ambiente clínico, gerando não só maiores custos mas também um tempo clinico maior no preparo para utilização da resina.

Com relação as demais resinas avaliadas, a matriz polimérica da resina TCBF é composta por quatro monômeros de alto peso molecular, BisGMA, UDMA, BisEMA e procrilato. Enquanto que a matriz da resina SF2 apresenta na sua composição além de BisGMA e EBPADMA, o TEGDMA, um monômero de baixa viscosidade. Estudos tem mostrado que monômeros de baixo peso molecular aumentam a mobilidade da matriz polimérica e tornam a matriz resinosa do compósito polimerizado mais reticulada devido ao maior número de ligações duplas por volume, conferindo assim maior conversão ao material (LE PRINCE *et al.*, 2013). Ao passo que na reação de polimerização de monômeros de alta viscosidade, espera-se uma reação mais lenta, com efeito antiplastificantes das moléculas, menor densidade de ligações cruzadas e consequentemente menor conversão (CZASCH; ILIE, 2013). Um baixo grau de conversão pode resultar em pobre conversão monomérica, consequentemente refletindo em piores propriedades mecânicas e biológicas. 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 podendo levar até a porções de resina não polimerizadas mais rugosas (GONÇALVES *et al.*, 2018). Como consequência, a resina pode apresentar uma diminuição das suas propriedades mecânicas, conduzindo a um menor

desempenho da restauração. Adicionalmente, o grau de conversão dos compósitos à base de resinas pode ser um fator crucial para a determinação das propriedades mecânicas dos materiais e sua biocompatibilidade (ALSHALI *et al.*, 2013, NASCIMENTO *et al.*, 2019)

Além disso, a fotoativação adequada de partes mais profundas dos materiais restauradores é a principal preocupação associada ao uso da técnica de incremento único para restaurações de resina bulk fill. Em parte, as diferenças na profundidade de cura e mesmo no grau geral de conversão podem ser atribuídas às viscosidades dos compósitos no estado não curado. A viscosidade do composto é influenciada pela composição do monômero e conteúdo de enchimento, e é um parâmetro importante com relação à cinética da reação e grau de conversão final, porque este parâmetro afeta a mobilidade das partículas reativas.

7.2 Profundidade de Polimerização

Compostos bulk fill são resinas translúcidas que permitem que a luz incida e penetre mais profundamente na resina, em camadas espessas, alcançando profundidades entre 4 e 5mm, quando fotoativada por 20 segundos, com propriedades mecânicas aceitáveis (BUCUTA; ILLIE, 2014). As resinas do tipo bulk fill apresentam maior translucidez à luz azul e permitem maior transmissão de luz em profundidade por apresentarem modificações nas formulações, como por exemplo a adição de fotoiniciadores que potencializam a polimerização em profundidade (BUCUTA; ILLIE, 2014; KIM *et al.*, 2015). Quando a polimerização não atinge as camadas mais profundas das restaurações, o que pode ocorrer devido a diversos fatores, como o tipo de fotoiniciador na composição do material, porcentagem de carga infiltrado no compósito e capacidade de propagação da luz pelo material, tornam-se menores as forças internas do polímero que pode ficar mais suscetível a falha e dissolução (JHANG *et al.*, 2015). Dessa forma, a profundidade de polimerização é definida como a espessura de uma resina que pode ser convertida de um monômero em polímero, dada uma condição específica de fotopolimerização (FERRACANE, 2011). Esse teste se apresenta como referência para definição da espessura em profundidade capaz de polimerizar o compósito sem comprometer as propriedades físicas e biológicas das resinas. Nesse contexto, compósitos polimerizados inadequadamente têm propriedades físico-mecânicas

reduzidas e podem ser citotóxicos para a polpa devido ao aumento do teor de monômeros livres (YAP; PANDYA; TOH, 2017)

Com relação aos materiais testados, as resinas Opus Bulk Fill e Opus Bulk fill Flow foram as que apresentaram menor desempenho no teste de profundidade de polimerização. Segundo o fabricante (FGM) está presente na resina Opus Bulk Fill um novo sistema que impulsiona a fotoiniciação em incrementos profundos, o APS (*Advanced Polymerization System*). Porém os resultados obtidos no estudo indicam que a estratégia do novo sistema talvez não tenha sido suficiente para proporcionar a utilização de incremento único com 5mm para resina Opus Bulk Fill.

Os menores valores obtidos de dureza para a resina Tetric N-Ceram Bulk Fill pode estar diretamente relacionados aos maiores valores de profundidade de cura, devido à presença do fotoiniciador adicional Ivocerin. Este fotoiniciador é mais reativo e possui espectro de absorção próximo ao da canforquinona. A maior absorção de luz visível por este fotoiniciador pode ter contribuído para o aumento da profundidade de cura observada para as amostras de TNC.

Além disso, a translucidez dos materiais dentários também é influenciada pela diferença nos índices de refração entre as partículas de preenchimento e a matriz de resina (SHORTALL; PALIN; BURTSCHER, 2008), que determina como a luz está se espalhando dentro de um material (LEE, Y. K.; LU, H.; POWERS, 2005). Índices de refração semelhantes dos componentes de um compósito, como demonstrado para Bis-GMA e partículas de enchimento de sílica, mostraram melhorar a translucidez em materiais dentais experimentais (AZZOPARDI *et al.*, 2009).

Alguns estudos mostraram que os compósitos bulk fill, exceto o SF2, são mais translúcidos do que os compósitos convencionais, (GAROUSHI; VALLITTU; SHINYA; LASSILA, 2016; MILETIC *et al.*, 2017) devido ao tamanho das partículas, concentração e índice de refração, favorecendo a profundidade da fotoativação. A SF2, ao contrário da maioria dos compósitos bulk fill, apresenta menor translucidez (GAROUSHI; VALLITTU; SHINYA; LASSILA, 2016). Uma baixa transmissão de luz (ILIE; STARK, 2014) pode estar associada a uma diminuição na profundidade de conversão, no qual foi relatada anteriormente para este material por outros estudos (TARLE *et al.*, 2015; PAPADOGIANNIS *et al.*, 2015). Além disso, devido à ativação sônica, a camada mais profunda tende a atingir uma consistência mais viscosa de modo mais rápido neste material, reduzindo a mobilidade das moléculas e, conseqüentemente, atingindo o estado de autodesaceleração mais

rápido que as camadas superiores e mais fluidas. No entanto, este composto é um dos materiais com as maiores conversões (GONÇALVES *et al.*, 2018).

7.3 Resistência à Flexão

Ao analisar o desempenho das resinas estudadas em relação a resistência à flexão, Considerando apenas as resinas resgulares, somente a TCBF apresentou menor resistência à flexão que a FOBF ($p < 0,05$), mas foi similar a OBF e a SF2. Este resultado pode estar associado a presença de monômeros de alto peso molecular na composição da resina TCBF, esses mesmos monômeros imprimem uma alta viscosidade na resina, também uma menor densidade de ligações cruzadas, consequentemente refletindo em baixas propriedades físico-mecânicas, gerando uma baixa resistência flexural (ILIEN; STARK., 2015; TEKIN *et al.* 2017; FUGOLIN *et al.*, 2020).

Todas as resinas fluidas apresentaram resultados de resistência a flexão similares estatisticamente. As resinas fluídas foram inseridas no mercado com a proposta de ser um material de forramento, indicadas pelos fabricantes como base para restaurações profundas de dentes posteriores, como um material substituto da dentina. O conteúdo de carga das resinas do tipo Bulk fill pode variar entre 60,7% a 85,3% em peso. (LE PRINCE *et al.*, 2014). Em geral, materiais bulk fill do tipo flow apresentam menores dureza superficial e resistência à flexão. Por esse motivo, sua indicação restringe-se à aplicação como base, havendo necessidade de recobrimento oclusal por um material com maior resistência ao desgaste (ILIE; STARK, 2015). Esse comportamento é um indicativo de que o profissional clínico deve estar atento à indicação dessas resinas e seguir as orientações do fabricante.

Ao comparar as resinas bulk fill fluidas e regulares da mesma marca, não houveram diferenças estatisticamente significativas entre elas.

Outro ponto importante é a correlação entre o tipo e características químicas dos monômeros utilizados e o desempenho frente à resistência flexural. Essa propriedade mecânica está relacionada à longevidade clínica da restauração, alguns autores consideram que as partículas inorgânicas reforçam as propriedades mecânicas das resinas, e que a matriz orgânica também influencia na resistência flexural, devido a combinação de monômeros diferentes, apresentando características particulares, principalmente na capacidade de formar cadeias

cruzadas (BOARO *et al.*, 2019; FUGOLIN *et al.*, 2020). Uma resina que apresente em sua composição o monômero BisEMA associado a um dimetacrilato alifático, difere das demais resinas que possuem associações de monômeros como componentes, inclusive com a presença de BisGMA na maioria. A literatura também tem relatado que resinas contendo BisEMA, podem apresentar características físico-químicas inferiores às que contém BisGMA, TEGDMA, tais como modo de elasticidade e resistência a flexão. Essa combinação de monômeros altera não só as características mecânicas como físico-químicas das resinas, mas também influencia na sua viscosidade e citotoxicidade (GONÇALVES *et al.*, 2009; BOARO *et al.*, 2019; FUGOLIN *et al.*, 2020; EWEIS; YAP; YAHYA, 2020).

Além disso, de acordo com as especificações da ISO 4049/2009 para materiais restauradores diretos baseados em polímeros e indicados para restaurações oclusais, o valor mínimo para resistência flexural é de 80MPa, indicando que mesmo não havendo uma semelhança estatística, como no caso das resinas Filtek one bulk fill e Filtek Bulk Fill Flow, pode-se esperar que todas as resinas avaliadas nesse estudo possam ter um bom desempenho mecânico quando submetidas aos esforços mastigatórios por terem apresentado valores acima de 80MPa.

7.4 Microdureza Knoop

Todas as resinas fluidas apresentaram microdureza estatisticamente inferior as resinas regulares do mesmo fabricante. De acordo com estudos anteriores é esperado um aumento nos valores de dureza à medida que o teor de carga da matriz também aumenta (BUCUTA; ILIE, 2014; TEKIN *et al.*, 2017; RODRIGUES; YAMAN; DENNISON; GARCIA, 2017).

Entre as resinas fluidas, a que apresentou melhor microdureza Knoop foi a OBFF, sendo diferente estatisticamente da FBFF e TFBB ($p < 0,05$). Considerando o teor de carga, relatado pelos fabricantes, e as diferentes consistências fluída e regular, é possível observar uma tendência de correlação moderada entre dureza e teor de carga, evidenciando um aumento da dureza com o aumento da quantidade de carga, principalmente quando comparamos resinas de diferentes consistências fluída e regular (HERNANDES *et al.*, 2014).

Deve-se notar que apesar de o compósito OBFF ser uma resina fluída com baixa quantidade de carga, ela apresenta considerável valor de microdureza para

esta classe de resina, sendo estatisticamente comparada com as resinas de consistência regular SF2 e TNBF (Tabela 4). Como as diferentes consistências das resinas bulk fill apresentaram valores diferentes de dureza knoop a hipótese nula foi rejeitada.

Portanto, as resinas bulk fill fluídas por terem menor quantidade de carga em sua matriz, devem servir de base, sendo utilizadas como um forro em cavidades classe I e II, melhorando o selamento marginal, a adaptação interna e diminuindo a microinfiltração (HERNANDES *et al.*, 2014), devendo receber uma camada de resina convencional de 2 mm na oclusal como material protetor e de acabamento.

Por ser um material fluido, suas propriedades mecânicas são inferiores, fazendo com que o desafio no meio intra bucal tenha um efeito mais deletério a sua estrutura em comparação com as resinas de maior viscosidade. Ainda assim, por sua natureza fluida, ela não permitiria escultura funcional e estética da região oclusal. (LE PRINCE *et al.*, 2014; HERNANDES *et al.*, 2014)

Segundo Nayyer e colaboradores em 2018, testando desgaste e microdureza, descobriram que as resinas bulk fill de consistência regular tem microdureza comparável às resinas convencionais e apresentam alteração mínima na rugosidade da superfície com o desgaste. Isso, por sua vez, pode diminuir a adesão bacteriana à superfície da restauração. No entanto, mais do que a rugosidade da superfície, o tamanho da partícula de enchimento pode desempenhar um papel na adesão bacteriana, apresentando maior adesão a materiais resinosos com partículas de enchimento maiores (NAYYER *et al.*, 2018) e mesmo não tendo sido avaliado em nosso estudo, a ISO 4049 (2009) indica que os compositos bulk fill devem ter uma relação entre a base e o topo das restaurações mantendo um mínimo de 80% das propriedades de microdureza. Essa relação é parâmetro utilizado por diversos autores como aceitável para avaliar a profundidade de polimerização desses materiais e consequentemente, para definir a espessura incremental máxima recomendada (BOUSCHLICHER; RUEGGERBERG; WILSON, 2004; FLURY *et al.*, 2012; CZASCH; ILIE, 2013; KIM *et al.*, 2015).

Cabe ressaltar a importância desse estudo, pois ele confirma as informações fornecidas dos fabricantes. Embora possa parecer redundante, esta possibilidade de realizar um estudo heterocontrole com o que os fabricantes demonstram se faz necessário, especialmente pelo tempo de prateleira do produto, levando em conta deste o momento que ele sai da indústria, passa pela revenda e chega até o clínico.

E neste estudo, tivemos a grata satisfação de confirmar quanto a profundidade de polimerização o que é indicado pelo fabricante.

Para finalizar, devemos prever que com a evolução das propriedades físico-mecânicas das resinas em geral, e em especial com o advento das resinas do tipo bulk fill, ressaltamos a tendência de que durante os procedimentos restauradores ocorrerá um menor tempo de cadeira do paciente, o que gera uma economia de tempo não apenas para o clínico, e em especial ao paciente.

8 Considerações

8.1 Considerações técnicas

Dentro das limitações desse trabalho cabe ressaltar o momento único de proporções mundial que enfrentamos com a pandemia de COVID-19. Situação a qual nos deparamos com a necessidade de distanciamento social, acabou nos limitando o acesso aos laboratórios para o desenvolvimento da pesquisa. Ainda assim, a demora na entrega dos materiais junto as transportadoras que também enfrentavam dificuldades de circulação nas rodovias do nosso país. Dessa forma ficamos com algumas resinas para serem analisadas, pois não chegaram a tempo para conclusão desse estudo, e também outros testes *in vitro*, como o de análise das propriedades biológicas, de sorção e solubilidade e estabilidade de cor a serem realizadas de forma a elevar a relevância deste trabalho, sendo que tais análises serão realizadas para submissão do artigo científico.

8.2 Considerações finais

Dentro das limitações deste estudo, pode-se concluir que os compósitos bulk fill estudados apresentaram resultados satisfatórios, assim como os achados quanto à profundidade de polimerização confirmam o que os fabricantes têm indicado, sendo necessário considerar outros desfechos *in vitro*, especialmente considerando testes de envelhecimento dessas resinas para que possamos prever seu comportamento em relação a longevidade.

Referências

ALKHUDHAIRY, F. I. The effect of curing intensity on mechanical properties of different bulk-fill composite resins. **Clinical, cosmetic and investigational dentistry**, v. 9, p. 1-6, 2017.

ALSHALI, R. Z.; SALIM, N. A.; SATTERTHWAITE, J. D.; SILIKASA N. Post-irradiation hardness development, chemical softening, and thermal stability of bulk-fill and conventional resin-composites. **Journal of dentistry**, v.43, n. 2, p. 209-218, 2015.

ALSHALI, R. Z.; SILIKAS, N.; SATTERTHWAITE, J. D. Degree of conversion of bulk-fill compared to conventional resin-composites at two time intervals. **Dental Materials**, v. 29, n. 9, p. e213-e217, 2013.

BENETTI, A. R.; HAVNDRUP-PEDERSEN, C.; HONORÉ, D., PEDERSEN, M. K.; PALLESEN, U. Bulk-fill resin composites: polymerization contraction, depth of cure, and gap formation. **Operative dentistry**, v. 40, n. 2, p. 190-200, 2015.

BOARO, L. C.; LOPES, D. P.; SOUZA, A. S.; NAKANO, E. L.; PEREZ, M. D.; PFEIFER, C. S.; GONÇALVES, F. Clinical performance and chemical-physical properties of bulk fill composites resin - a systematic review and meta-analysis. **Dental Materials**, v. 1, n. 35, p. 249-264, 2019.

BOUCHARD, N.; BOUCHARD, P.O.; ABOUELLEIL, H.; TILLIER, Y. Theoretical prediction of dental composites yield stress and flexural modulus based on filler volume ratio. **Dental Materials**, v.36, n.1, p. 97-107, 2020.

BOUSCHLICHER, M. R.; RUEGGERBERG, F. A.; WILSON, B. M. Correlation of bottom-to-top surface microhardness and conversion ratios for a variety of resin composite compositions. **Operative dentistry**, v. 29, n. 6, p. 698-704, 2004.

BUCUTA, S.; ILLIE, N. Light transmittance and micro-mechanical properties of bulk fill vs. conventional resin based composites. **Clinical oral investigations**, v. 18, n. 8, p. 1991-2000, 2014.

CATELAN, A.; MAINARD, M. D. C. A. J.; SOARES, G. P.; LIMA, A. F. D.; AMBROSANO, G. M. B., LIMA, D. A. N. L.; AGUIAR, F. H. B. Effect of light curing protocol on degree of conversion of composites. **Acta Odontologica Scandinavica**, v. 72, n. 8, p. 898-902, 2014.

CORREIA, A. M. O.; ANDRADE, M. R.; TRIBST, J. P. M.; BORGES, A. L. S.; CANEPPELE, T. M. F. Influence of Bulk-Fill Restoration on Polymerization Shrinkage Stress and Marginal Gap Formation in Class V Restorations. **Operative Dentistry**, v. 45, n. 4, p. E207–E216, 2020.

CZASCH, P.; ILIE, N. In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites. **Clinical oral investigations**, v. 17, n. 1, p. 227-235, 2013.

DE BRITO, O. F. F.; DE OLIVEIRA, I. L. M.; MONTEIRO, G. Q. M. Hydrolytic and Biological Degradation of Bulk-fill and Self-adhering Resin Composites. **Operative dentistry**, v. 44, n. 5, p. E223–E233, 2019.

DELAVIZ, Y.; FINER, Y.; SANTERRE, J. P. Biodegradation of resin composites and adhesives by oral bacteria and saliva: a rationale for new material designs that consider the clinical environment and treatment challenges. **Dental Materials**, v. 30, n. 1, p. 16-32, 2014.

DIAS, M.F.; ESPINDOLA-CASTRO, L. F.; LINS-FILHO, P. C.; TEIXEIRA, H. M.; SILVA, C. H.; GUIMARÃES, R. P. Influence of different thermopolymerization methods on composite resin microhardness. **Journal of Clinical and Experimental Dentistry**, v. 12, n. 4, p. 335, 2020.

EL-ASKARY, F. S.; SALAH, M.; ANWAR, M.N.; ÖZCAN, M. Immediate and delayed repair bond strength of a new ormocer resin restorative material as a function of mechanical and chemical surface conditioning methods. **Journal of Adhesion Science and Technology**, v. 31, n. 3, p. 310-326, 2017.

EWEIS, A. H.; YAP, A. U.; YAHYA, N. A. Comparison of flexural properties of bulk-fill restorative/flowable composites and their conventional counterparts. **Operative dentistry**, v. 45, n. 1, p. 41-51, 2020.

FARAHAT, F.; DANESHKAZEMI, A. R.; HAJIAHMADI, Z. The effect of bulk depth and irradiation time on the surface hardness and degree of cure of bulk-fill composites. **Journal of Dental Biomaterials**, v. 3, n. 3, p. 284, 2016.

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

FLURY, S.; HAYOZ, S.; PEUTZFELDT, A., HUSLER, J.; LUSSI, A. Depth of cure of resin composites: is the ISO 4049 method suitable for bulk fill materials? **Dental materials**, v. 28, n.5, p.521-528, 2012.

FRONZA, B. M.; RUEGGERBERG, F.A.; BRAGA, R. R.; MOGILEVYCH, B.; SOARES L. E.; MARTIN, A. A.; AMBROSANO, G.; GIANNINI, M. Monomer conversion, Knoop Microhardness, internal marginal adaptation, and shrinkage stress of Bulk-fill resin composites. **Dental Materials**, v. 31, n. 12, p.1542-1551, 2015.

FUGOLIN, A. P.; COSTA, A. R.; KONO, E.; QUIRK, E.; FERRACANE, J. L.; PFEIFER, C. S. Influence of the organic matrix composition on the polymerization behavior and bulk properties of resin composites containing thiourethane-functionalized fillers. **European Polymer Journal**, v. 130, n. 5, 2020.

FUGOLIN, A.P.; PFEIFER, C. S. New Resins for Dental Composites. **Journal of dental research**, v. 96, n. 5, p. 1085–1091, 2017.

GAROUSHI, S.; VALLITTU, P.; SHINYA, A.; LASSILA, L. Influence of increment thickness on light transmission, degree of conversion and micro hardness of bulk fill composites. **Odontology**, v. 104, n. 3, p. 291-297, 2016.

GINU, R.; RAJU, R.; SAGAR, J.; FARRAR, P.; JIANGTAO, X.; GANGADHARA, P. B. Polymerisation Shrinkage Profiling of Dental Composites using Optical Fibre Sensing and their Correlation with Degree of Conversion and Curing Rate. **Scientific Reports (Nature Publisher Group)**, v. 9, n. 3162, 2019.

GONÇALVES, F.; CAMPOS, L. M. D. P.; RODRIGUES-JUNIOR, E. C.; COSTA, F. V.; MARQUES, P. A.; FRANCCI, C. E.; BOARO, L. C. C. A comparative study of bulk-fill composites: degree of conversion, post-gel shrinkage and cytotoxicity. **Brazilian Oral Research**, v. 32, 2018.

GONÇALVES, F.; KAWANO, Y.; PFEIFER, C.; STANSBURY, J. W.; BRAGA, R. R. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. **European journal of oral sciences**, v. 117, n. 4, p. 442-446, 2009.

HAN, J. M.; ZHANG, H.; CHOE, H. S.; LIN, H.; ZHENG, G.; HONG, G. Abrasive wear and surface roughness of contemporary dental composite resin. **Dental materials journal**, v. 33, n. 6, p. 725-732, 2014.

HAUGEN, H. J.; MAROVIC, D.; KHAI LE THIEU. M.; RESELAND, J.E; JOHNSEN, G.F. Bulk Fill Composites Have Similar Performance to Conventional Dental Composites. **International Journal of Molecular Sciences**. v. 21, n. 14, 2020.

HAYASHI, J.; ESPIGARES, J.; TAKAGAKI, T.; SHIMADA, Y.; TAGAMI, J.; NUMATA, T.; CHAN, D.; SADR, A. Real-time in-depth imaging of gap formation in bulk-fill resin composites. **Dental Materials**. v.35, n. 4, p. 585-596, 2019.

HEINTZE, S. D.; LLIE, N.; HICKEL, R., REIS, A.; LOGUERCIO, A.; ROUSSON, V.. Laboratory mechanical parameters of composite resins and their relation to fractures and wear in clinical trials - A systematic review. **Dental Materials**, v. 33, n. 3, p. 101-114, 2017.

HERNANDES, N. MAP M., Catelan, A., Soares, G. P., Ambrosano, G. M., Lima, D. A., Marchi, G. M.,... & Aguiar, F. H.. Influence of flowable composite and restorative technique on microleakage of class II restorations. **Journal of investigative and clinical dentistry**, v. 5, n. 4, p. 283-288, 2014.

HIRATA, R; KABBACH, W; ANDRADE, O. S.; BONFANTE, E. A.; GIANNINI, M; COELHO, P.G. Bulk fill composites: an anatomic sculpting technique. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 27, n. 6, p. 335-343, 2015.

HUGHES, K.O.; POWELL, K.J.; HILL, A.E.; TANTBIROJN, D.; VERSLUIS, A. Delayed photoactivation of dual-cure composites: effect on cuspal flexure, depth-of-cure, and mechanical properties. **Operative dentistry**, v. 44, n. 2, p. 97-104, 2019.

ILIE, N.; STARK, K. Effect of different curing protocols on the mechanical properties of low-viscosity bulk-fill composites. **Clinical Oral Investigations**, v. 19, n. 2, p. 271-279, 2015.

INTERNATIONAL STANDARD. **ISO 4049:2009**: Dentistry — Polymer-based restorative materials. Fourth Edition. Genebra, 2009.

INTERNATIONAL STANDARD. **ISO 4545-1:2017 (E)**. Metallic materials — Knoop hardness test — Part 1: Test method. Second Edition. Genebra, 2017.

JANG, J. H.; PARK, S. H.; HWANG, I. N. Polymerization shrinkage and depth of cure of bulk-fill resin composites and highly filled flowable resin. **Operative dentistry**, v. 40, n. 2, p. 172-180, 2015.

KELIC, K.; MATIC, S.; MAROVIC, D.; KLARIC, E.; TARLE, Z. Microhardness of bulk-fill composite materials. **Acta Clinica Croatiaca**, v. 55, n. 4, p. 607-614, 2016.

KIM, E.H.; JUNG, K.H.; SON, S.A.; HUR, B.; KWON, Y.H.; PARK, J.K. Effect of resin thickness on the microhardness and optical properties of bulk-fill resin composites. **Restorative dentistry e endodontics**, v. 40, n. 2, p.128-135, 2015.

LEE, Y. K.; LU, H.; POWERS, J. M. Measurement of opalescence of resin composites. **Dental Materials**, v. 21, n. 11, p. 1068-1074, 2005.

LEMPEL, E., CZIBULYA, Z, KOVACS, B.; SZALMA, J.; TOTH, Á., KUNSAGI-MATE, S.; VARGA, Z.; BODDI, K. Degree of conversion and BisGMA, TEGDMA, UDMA elution from flowable bulk fill composites. **International journal of molecular sciences**, v. 17, n. 5, p. 732, 2016.

LE PRINCE, J. G.; PALIN, W. M.; HADIS, M. A.; DEVAUX, J.; LELOUP, G. Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency. **Dental Materials**, v. 29, n. 2, p. 139-156, 2013.

LE PRINCE, J.G.; PALIN, W.M.; VANACKER, J.; SABBAGH, J.; DEVAUX, J.; LELOUP, G. Physico-mechanical characteristics of commercially available bulk-fill composites. **Journal of dentistry**, v. 42, n. 8, p.993-1000, 2014.

LIMA, R.B.; TROCONIS, C.C.; MORENO, M.B.; MURILLO-GOMEZ F, DE GOES M.F. Depth of cure of bulk fill resin composites: A systematic review. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 30, n. 6, p. 492-501, 2018.

LINS, R. B.; ARISTILDE, S.; OSÓRIO, J. H.; CORDEIRO, C. M.; YANIKIAN, C.R.; BICALHO, A. A.; STAPE, T. H.; SOARES, C. J.; MARTINS, L. R. Biomechanical behaviour of bulk-fill resin composites in class II restorations. **Journal of the mechanical behavior of biomedical materials**, v. 1, n. 98, p. 255-261, 2019.

MILETIC, V.; PONGPRUEKSA, P.; DE MUNCK, J.; BROOKS, N. R.; VAN MEERBEEK, B. Curing characteristics of flowable and sculptable bulk-fill composites. **Clinical oral investigations**, v. 21, n. 4, p. 1201-1212, 2017.

MONTERUBBIANESI, R.; ORSINI, G.; TOSI, G.; CONTI, C.; LIBRANDO, V.; PROCACCINI, M.; PUTIGNANO, A. Spectroscopic and mechanical properties of a new generation of bulk fill composites. **Frontiers in physiology**, v. 7, p. 652, 2016.

NASCIMENTO, A. S.; RODRIGUES, J. F. B.; TORRES, R. H. N. SANTOS, K. O., FOOK, M. V. L.; ALBUQUERQUE, M. S.; Physicomechanical and thermal analysis of bulk-fill and conventional composites. **Brazilian oral research**, v. 33, p. 008, 2019.

NAYYER, M.; ZAHID, S.; HASSAN, S. H.; MIAN, S. A.; MEHMOOD, S. KHAN, H. A.; KHAN, A. S. Comparative abrasive wear resistance and surface analysis of dental resin-based materials. **European journal of dentistry**, v. 12, n. 1, p. 57, 2018.

ÖZNURHAN, F.; ÜNAL, M.; KAPDAN, A.; ÖZTURK, C. Flexural and microtensile bond strength of bulk fill materials. **Journal of Clinical Pediatric Dentistry**, v. 39, n. 3, p. 241-246, 2015.

PAPADOGIANNIS, D.; TOLIDIS, K.; GERASIMOU, P.; LAKES, R.; PAPADOGIANNIS, Y. Viscoelastic properties, creep behavior and degree of conversion of bulk fill composite resins. **Dental materials**, v. 31, n.12, p. 1533-1541, 2015.

PFEIFER, C. S. Polymer-Based Direct Filling Materials. **Dental clinics of North America**, v.61, n.4, p. 733-50, 2017.

PINNA, R.; USAI, P.; FILIGHEDDU, E.; GARCIA-GODOY, F.; MILIA, E. The role of adhesive materials and oral biofilm in the failure of adhesive resin restorations. **American journal of dentistry**, v. 30, n. 5, p. 285-92, 2017.

PRATAP, B.; GUPTA, R.K.; BHARDWAJ, B.; NAG, M. Resin based restorative dental materials: characteristics and future perspectives. **Japanese Dental Science Review**, v.55, n.1, p.126-138, 2019.

RASHMI, N. C.; ANUPAMA, A.; NIKITA SINGH, N. K.; DEEPAK GUPTA, A. S. One Year Clinical Evaluation of Different Bulk Fill Restorative Resins in Class-I Restorations. **Indian Journal of Public Health Research & Development**, v. 11, n. 2, p. 277-282, 2020.

REIS, A. F.; VESTPHAL M.; AMARAL, R. C. D.; RODRIGUES, J. A.; ROULET, J. F.; RIZZANTE, F.A.P., DUQUE, J.A., DUARTE, M.A.H.; MONDELLI, R.F.L.; MENDONÇA, G.; ISHIKIRIAMA, S.K. Polymerization shrinkage, microhardness and deep of cure of bulk fill resin composites. **Dental materials journal**, v. 38, n. 3, p. 403-410, 2019.

RODRIGUEZ, A.; YAMAN, P.; DENNISON, J, GARCIA D. Effect of light-curing exposure time, shade, and thickness on the depth of cure of bulk fill composites. **Operative dentistry**, v. 42, n. 5, p. 505-513, 2017.

ROSCOE, M. G. Efficiency of polymerization of bulk-fill composite resins: a systematic review. **Brazilian oral research**, v. 31, n. 1, p. 37-48, 2017.

SADEGHYAR, A.; WATTS, D. C.; SCHEDULE, A. Limited reciprocity in curing efficiency of bulk-fill resin-composites. **Dental Materials**, v. 36, n. 8, p. 997-1008, 2020.

STANSBURY, J. W. Dimethacrylate network formation and polymer property evolution as determined by the selection of monomers and curing conditions. **Dental Materials**, v. 28, n. 1, p. 13-22, 2012.

SCOTTI, N.; COMBA, A.; GAMBINO, A.; PAOLINO, D.S.; ALOVISI, M.; PASQUALINI, D.; BERUTTI, E. Microleakage at enamel and dentin margins with a bulk fills flowable resin. **European journal of dentistry**, v. 8, n. 1, p.1, 2014.

SHORTALL, A. C.; PALIN, W. M.; BURTSCHER, P. Refractive index mismatch and monomer reactivity influence composite curing depth. **Journal of dental research**, v. 87, n. 1, p. 84-88, 2008.

SIROVICA, S.; GUO, Y.; GUAN, R.; SKODA, M.W.; PALIN, W.M.; MORRELL, A.P.; ROMANYK, D.L.; MARTIN, R.A.; ADDISON, O. Photo-polymerisation variables influence the structure and subsequent thermal response of dental resin matrices. **Dental Materials**, v. 36, n.3, p. 343-52, 2020.

SIROVICA, S.; SKODA, M.W.; PODGORSKI, M.; THOMPSON, P. B.; PALIN, W.M.; GUO, Y.; SMITH, A. J.; DEWAN, K.; ADDISON, O.; MARTIN, R. A. Structural evidence that the polymerization rate dictates order and intrinsic strain generation in photocured methacrylate biomedical polymers. **Macromolecules**, v. 52, n.14, p. 377-388, 2019.

SONG, L.; YE, Q.; GE, X; MISRA, A; TAMERLER, C.; SPENSER, P. New silyl-functionalized BisGMA provides autonomous strengthening without leaching for dental adhesives. **Acta Biomaterialia**. v. 83, p.130-139, 2019.

TARLE, Z.; ATTIN, T.; MAROVIC, D.; ANDERMATT, L.; RISTIC, M.; TAUBOCK, T. T. Influence of irradiation time on subsurface degree of conversion and microhardness of high-viscosity bulk-fill resin composites. **Clinical Oral Investigations**, v. 19, n. 4, p. 831-840, 2015.

TAUBOCK, T.T.; JAGER, F.; ATTIN T. Polymerization shrinkage and shrinkage force kinetics of high- and low-viscosity dimethacrylate- and ormocer-based Bulk-fill resin composites. **Odontology**, v. 107, n. 1, p. 103-110, 2018.

TEKIN, T. H.; FIGEN, A. K.; ATALI, P. Y.; FILIZ, B. C.; PISKIN, M. B. Full in-vitro analyses of new-generation bulk fill dental composites cured by halogen light. **Materials Science and Engineering**, v. 77, p. 436-445, 2017.

VAN ENDE, A., DE MUNCK, J., LISE, D. P.; VAN MEERBEEK, B. Bulk-fill composites: a review of the current literature. **The journal of adhesive dentistry**, v.19, n. 2, p. 95-109, 2017.

YAP, A. U. J.; PANDYA, M.; TOH, W. S.. Depth of cure of contemporary bulk-fill resin-based composites. **Dental materials journal**, v. 35, n.3, p. 503-510, 2016.

YOKESH, C.A.; HEMALATHA, P.; MUTHALAGU, M.; JUSTIN, M.R. Comparative evaluation of the depth of cure and degree of conversion of two bulk fill flowable composites. **Journal of clinical and diagnostic research**, v.11, n. 8, p. ZC86-ZC89, 2017.

YU, P.; YAP, A.; WANG, X.Y. Degree of Conversion and Polymerization Shrinkage of Bulk-Fill Resin-Based Composites. **Operative dentistry**, v. 42, n. 1, p. 82-89, 2017.