

UNIVERSITÀ DI TORINO

Scuola di Medicina

Dipartimento di Scienze Chirurgiche

Corso di Laurea Specialistica in Odontoiatria e Protesi Dentaria

Tesi di Laurea

VALUTAZIONE DI MICRODUREZZA E STRESS DA CONTRAZIONE DI RESINE COMPOSITE BULK-FILL



Relatore: Dott. Nicola Scotti

Candidato: Elena Manzon

Anno Accademico 2012-2013

Sommario

INTRODUZIONE	3
Scopo del lavoro.....	6
MATERIALI E METODI	7
Micro-durezza Vickers.....	8
Stress da contrazione	11
Statistica	13
RISULTATI.....	14
DISCUSSIONE.....	18
CONCLUSIONI	25
BIBLIOGRAFIA	26

INTRODUZIONE

Le resine composite negli ultimi anni sono diventate il materiale di elezione nella conservativa diretta, ciò è dovuto sicuramente ai loro numerosi vantaggi sia estetici che biomeccanici.

I compositi di ultima generazione infatti presentano ottime capacità biomimetiche e possibilità di un notevole risparmio di tessuto sano, grazie alle tecniche adesive. Essi inoltre hanno una buona resistenza all'usura, elevata resistenza alla fatica, appropriato modulo elastico (simile a quello della dentina), durezza e buona preservazione della lucidatura nel tempo.

Tuttavia il loro corretto utilizzo richiede un rigoroso rispetto delle procedure cliniche, un campo operatorio assolutamente asciutto e corretti tempi di polimerizzazione per ottenere un ottimale grado di conversione del polimero. Inoltre la polimerizzazione stessa della resina comporta una contrazione del materiale e un conseguente stress che viene scaricato a livello delle pareti della cavità e dell'interfaccia adesiva. Lo stress da contrazione può determinare deflessione delle cuspidi, crack, sensibilità post-operatoria, infiammazione pulpare e distacco dell'interfaccia adesiva. Quest'ultima evenienza, nel tempo, può portare a infiltrazione e a carie secondaria e, quindi, a fallimento del restauro. La corretta fotopolimerizzazione del composito richiede tempo e energia adeguati e l'apposizione del materiale in strati non superiori ai 2 mm; di conseguenza in cavità molto ampie questa necessità porta inevitabilmente a dilatazione dei tempi di lavoro. La viscosità del composito rende il suo adattamento alla cavità non sempre facile e agevole, soprattutto in casi di scarsa visibilità e cavità profonde.

Per ovviare a questi problemi sono recentemente stati introdotti sul mercato dei compositi flow bulk cioè compositi a basso contenuto di riempitivo che possono, grazie al

loro ridotto stress da contrazione, essere posizionati in spessori fino a 4 mm. Con i compositi bulk l'apposizione di un unico strato di materiale di 4 mm non aumenta lo stress da contrazione a livello dell'interfaccia dente-restauro come si potrebbe pensare, ma anzi studi⁴ hanno dimostrato che questi materiali hanno uno stress da contrazione inferiore rispetto ai compositi flow e non flow tradizionali. La bassa percentuale di riempitivo è responsabile delle principali caratteristiche meccaniche dei compositi flow: bassa viscosità, elevata deformazione elastica (basso modulo di Young, circa 3,6 GPa), capacità di scorrimento interno e migliore adattamento alle pareti cavitare. Essi sono quindi stati indicati per numerosi utilizzi: cavità di V classe, sigillature di solchi e fessure, liners, cementazione di corone e riparazione di compositi¹. Nei restauri diretti in composito, l'utilizzo di uno strato di composito flow sul fondo della cavità, grazie alla sua maggiore capacità di scorrimento interno, compensa parzialmente lo stress da contrazione, andando così a costituire uno "strato elastico" tra substrato dentinale e materiale da restauro; l'utilizzo di uno strato di flow in ampie cavità, al di sotto del composito convenzionale garantisce una migliore integrità marginale^{9,10} e minori fratture dello smalto non sostenuto⁹. Inoltre migliora l'adattamento tra adesivo e composito creando meno vuoti grazie alla sua scorrevolezza¹⁰ e riduce il rischio di sensibilità post-operatoria. Le indicazioni all'utilizzo dei compositi flow bulk sono come liners in cavità di I e II classe o nella tecnica monoincremento, in quanto la particolarità dei compositi bulk è la possibilità di essere posizionati in spessori fino a 4 mm senza compromettere la polimerizzazione e il grado di conversione del composito^{2,8}. In ogni caso lo strato di flow bulk deve essere ricoperto da almeno uno strato di 2 mm di composito convenzionale^{5,6,13}. Ad oggi non esistono studi clinici a lungo termine che valutino il comportamento in vivo di tali materiali ma gli studi in vitro² confermano che i bulk possono essere polimerizzati in ampi incrementi: proprietà micro-meccaniche e grado di conversione sono soddisfacenti in strati di 4 mm polimerizzati per 20 secondi. Ciò è dovuto all'elevata trasparenza di questi materiali in cui diminuisce la quantità di riempitivo ma aumentano le sue

dimensioni. Inoltre, in alcuni di essi, la presenza di particolari fotoiniziatori e di acceleratori della polimerizzazione, più reattivi verso le lampade fotopolimerizzatrici rispetto a canforochinone e lucerina, consente l'indurimento in profondità di masse di spessore di 4 mm⁴. Ad esempio Tetric EvoCeram Bulk Fill contiene Ivocerin, un fotoiniziatore particolarmente efficiente con una elevata sensibilità alle lunghezze d'onda comprese tra i 400 e i 450nm e che non necessita della presenza di amine come co-iniziatori^{8,12}. Uno studio di Ruwaida¹¹ ha dimostrato che alcuni materiali bulk flow presentano, subito dopo la polimerizzazione, un grado di conversione del monomero inferiore rispetto ai compositi tradizionali ma che tuttavia raggiungono un grado di conversione simile a questi ultimi dopo 24 ore; a questo particolare comportamento può essere attribuita la capacità dei bulk flow di ridurre lo stress da contrazione durante la polimerizzazione.

Le case produttrici inoltre sostengono che lo stress da contrazione in questi nuovi materiali è addirittura inferiore a quello riscontrato nei compositi e nei flow convenzionali³; uno studio⁷ ha dimostrato che il minor stress da contrazione esercitato dai compositi flow bulk si traduce in una minore deflessione delle cuspidi quando si utilizzano questi compositi rispetto ai compositi tradizionali con la tecnica a stratificazione obliqua.

Tuttavia a causa delle scarse proprietà meccaniche⁴ (durezza e modulo elastico sono strettamente correlate alla quantità di riempitivo¹⁴) l'utilizzo dei compositi bulk a bassa viscosità è sconsigliato in situazioni di elevato stress meccanico (in diretto contatto coi carichi occlusali). Uno studio¹³ ha dimostrato che modulo di elasticità, indentazione e durezza in alcuni di questi bulk (SureFil SDR flow, Venus Bulk Fill e Filtek Bulk Fill) sono inferiori rispetto alla media dei valori calcolati per i compositi nanoibridi e microibridi. Dal punto di vista delle proprietà meccaniche i compositi bulk possono essere considerati una via di mezzo tra i compositi nanoibridi e microibridi e i compositi flow¹³.

Inoltre sono presenti sul mercato dei compositi bulk a maggiore viscosità (non flow); uno di essi (SonicFill) presenta una attivazione sonora per mezzo di un particolare manipolo, e ha inizialmente una consistenza fluida per meglio adattarsi alla cavità ma acquisisce, durante la lavorazione, maggior durezza e viscosità. La suddivisione dei bulk in materiali a bassa e ad alta viscosità ne riflette le proprietà meccaniche¹⁴ e ne determina le procedure di utilizzo clinico: i bulk a bassa viscosità (Surefil SDR, Venus Bulk fill, X-tra Base, Filtek Bulk Fill) devono essere finalizzati apponendo al di sopra di essi uno strato di composito tradizionale, mentre i bulk ad alta viscosità (Tetric EvoCeram Bulk Fill, SonicFill) non necessitano di tale finalizzazione¹³.

Scopo del lavoro

Lo scopo di questo studio in vitro è valutare la durezza e lo stress da contrazione di sei diversi compositi “Bulk Fill”. L’ipotesi nulla è che (1) il decremento della durezza non è direttamente correlato allo spessore del composito e che (2) lo stress da contrazione non è comparabile tra i differenti compositi testati.

MATERIALI E METODI

Per questo studio in vitro sono state selezionate 6 resine composite bulk-fill diverse tra loro (tabella 1).

Composite	Manufacturer	Type	Resin matrix	Filler	Filler W% ; V%
Tetric Evoceram Bulk Fill	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Nano-hybrid	Bis-GMA UDMA	Ba-Al-Si-glass, prepolymer filler (monomer, glass filler and ytterbium fluoride). Spherical mixed oxide	79-81 (including 17% prepolymers); 60-61
SureFil SDR	Dentsply De Trey, Konstanz, Germany	flowable	Modified UDMA, TEGDMA, EBPDMA	Ba-Al-F-B-Si glass and St-Al-F-Si glass as fillers	68; 44
X-tra Base	VOCO, Cuxhaven, Germany	Hybrid, flowable	Bis-GMA UDMA		75;
SonicFill	Kerr Corp. California USA	nanohybrid	Bis-GMA, TEGDMA, EBPDMA	SiO ₂ , glass, oxide	83,5 ;
Filtek Bulk Fill	3M ESPE, St Paul, MN, USA	Nano-hybrid, Flowable	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, Procrylat resins	Zirconia/silica, ytterbium trifluoride	64,5; 42,5
Venus Bulk Fill	Heraeus Kulzer, Hanau, Germany	Nano-hybrid, Flowable	multifunctional methacrylate monomers (UDMA, EBADMA)	Ba-Al-F silicate glass, YbF ₃ , SiO ₂	65; 38

Micro-durezza Vickers

Per la valutazione della micro-durezza sono stati preparati 10 campioni per ognuno dei 6 diversi compositi bulk, per un totale di 60 campioni. I compositi sono stati collocati con una tecnica a monoincremento all'interno di stampi metallici semicircolari con diametro di 10 mm e profondità di 6 mm (Fig.1). La superficie inferiore dello stampo era a contatto di una piastra di vetro che quindi andava a costituire il pavimento della nostra ideale cavità di prima classe; il puntale della lampada fotopolimerizzatrice è stato posto in contatto con la superficie superiore del campione che era stata rivestita da una striscia trasparente Mylar con lo scopo di impedire l'inibizione della polimerizzazione dello strato superficiale da parte dell'ossigeno. La polimerizzazione è stata eseguita per 40 secondi con una lampada LED (Bluphase 2, Ivoclar) (Fig. 2). A polimerizzazione avvenuta lo stampo è stato aperto in modo da esporre la superficie laterale del campione (Fig.3). La durezza Vickers è stata misurata con un micro-indentometro che tramite un penetratore ha impresso una forza di 100 grammi per 15 secondi, sono state eseguite 4 misurazioni sulle superfici superiore (Fig. 4) e inferiore e 6 misurazioni sulla faccia laterale, una per ogni millimetro, partendo dalla superficie in contatto col puntale della lampada da fotopolimerizzazione (Fig. 5). Il penetratore utilizzato per prova Vickers è una piramide a base quadrata con l'angolo al vertice di 136 °. Con l'ausilio di un microscopio si calcola la dimensione dell'impronta lasciata dalla punta (Fig. 6); il numero in Vickers (HV) è calcolato secondo la seguente formula:

$$HV = 1.854(F/D^2),$$

con F il carico applicato (misurato in chilogrammi-forza) e D² l'area dell'impronta (misurata in millimetri quadrati).

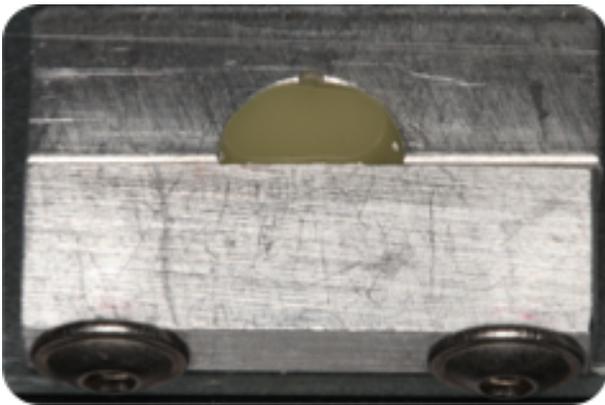


Fig. 1.

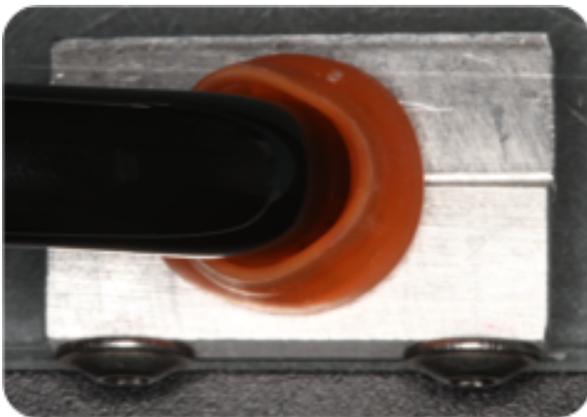


Fig. 2

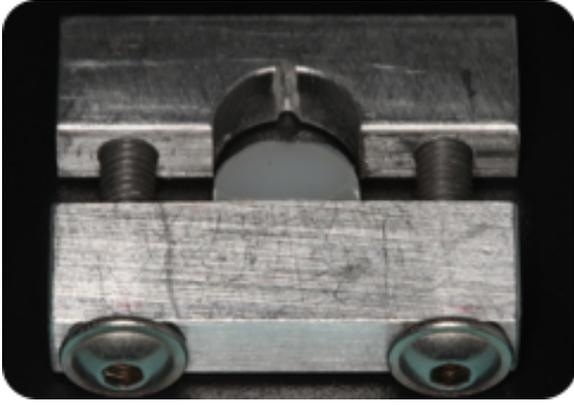


Fig. 3



Fig. 4

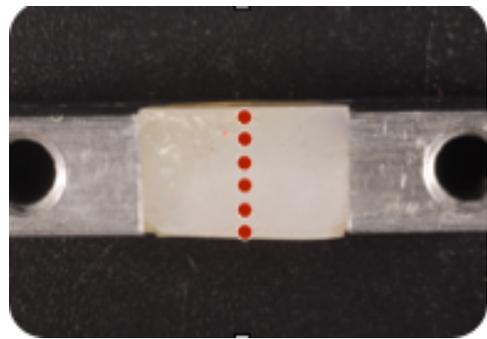


Fig. 5

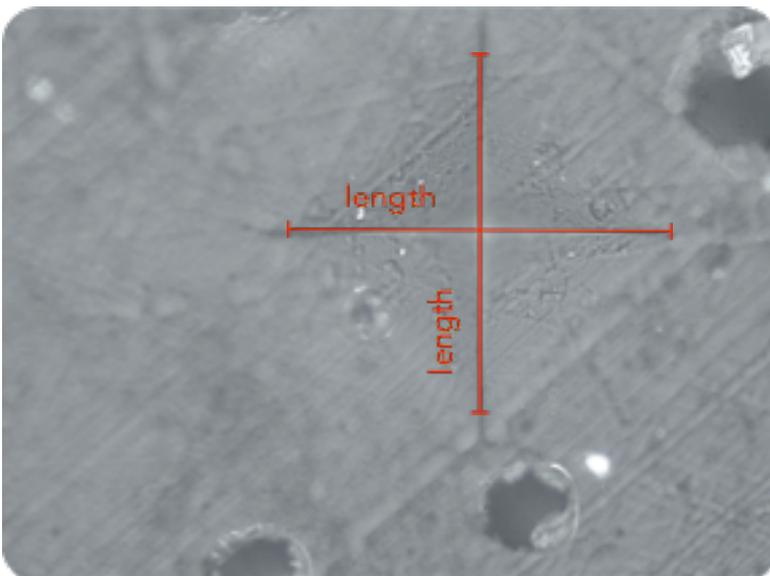


Fig 6.

Stress da contrazione

Lo stress da contrazione è stato testato con una macchina universale (Sun 500 Galdabini, Italia) valutando la forza di contrazione generata da un campione di composito posto tra 2 cilindri metallici e polimerizzato. I 2 cilindri metallici di 2 mm di diametro sono stati fissati alle morse superiore e inferiore della macchina universale, la superficie dei cilindri che fungeva da substrato è stata, prima di ogni misurazione, irruvidita con carta-vetro 180 grit e trattata con uno strato di bonding (Optibond FL, Kerr) che è stato poi polimerizzato per 40 secondi con una lampada LED (Bluephase 2, Ivoclar); la distanza tra i 2 cilindri è stata fissata a 2mm (Fig. 7). Il campione di composito è stato posizionato tra i 2 cilindri (Fig. 8) e polimerizzato per 20 secondi con una lampada LED (Bluephase 2, Ivoclar). La macchina ha registrato la forza necessaria per mantenere i cilindri alla stessa distanza durante la contrazione del composito per 5 minuti a partire dall'inizio della fotopolimerizzazione. Ogni campione è stato eseguito a temperatura ambiente e ripetuto 6 volte per ogni diverso composito. Lo stress da contrazione in MPa è stato calcolato con la formula: Stress da Contrazione (MPa)= Forza (N)/Area (m²). Al fine di ottenere valori più precisi l'area dei cilindri di composito è stata calcolata come la media dell'area della faccia superiore e della faccia inferiore misurate con un calibro.



Fig. 7



Fig. 8

Statistica

Per valutare gli effetti dei fattori spessore (S) e materiale (M) e l'interazione tra i due fattori S e M, sulla durezza dei materiali testati, è stata eseguita un'analisi della varianza (ANOVA). I valori di stress da contrazione sono stati analizzati con ANOVA a una via, in caso di $p < 0,05$ si effettua un test post-hoc per confronti multipli di Bonferroni. In tutti i test, le differenze sono state considerate statisticamente significative quando $p < 0.05$. L'analisi statistica è stata eseguita col software STATA 12.

RISULTATI

Le medie dei valori e deviazione standard di micro-durezza Vickers sulle facce superiore e inferiore del campione sono riportati in tabella 2.

Materiale	Microdurezza superficie superiore	Microdurezza superficie inferiore
Sonicfil	90,975 +/- 8,31	45,415 +/- 10,31
Tetric Bulk	106,41 +/- 11,44	45,23 +/- 10,01
SDR	54,97 +/- 8,37	28,905 +/- 6,77
X-tra Base	94,53 +/- 7,04	56,52 +/- 12,14
Filtek Bulk	97,67 +/- 7,5	36,945 +/- 8,99
Venus Bulk	31,28 +/- 5,66	19,08 +/- 3,44

Tabella 2

La progressione della durezza in funzione dello spessore sulla superficie laterale del campione è rappresentata in figura 9.

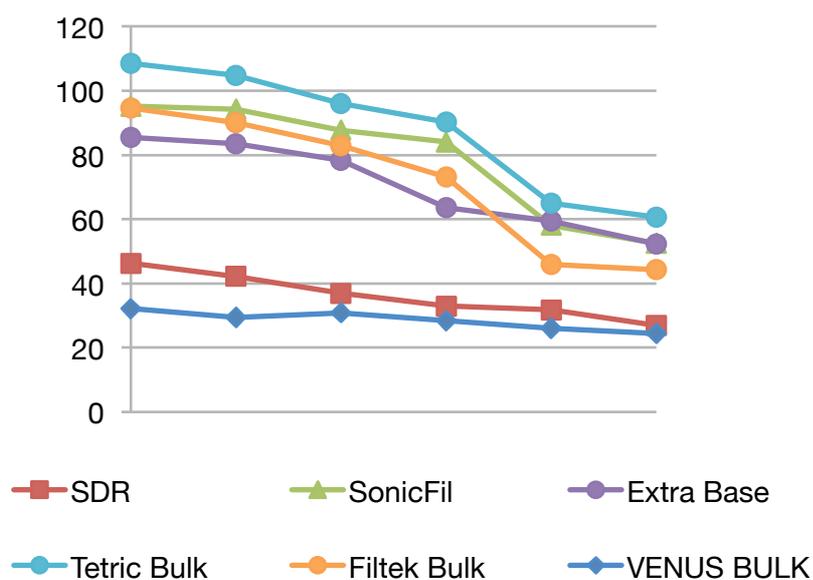


Fig.9

Indipendentemente dal tipo di materiale, il fattore spessore ha mostrato un'influenza statisticamente significativa sulla microdurezza, osservata quindi sulla faccia superiore e sulla faccia inferiore del campione. Oltre a questo, anche il fattore Materiale ha mostrato un'influenza statisticamente significativa sul risultato. Dal confronto tra i valori ottenuti sulla faccia superiore dei diversi campioni si può infatti notare che i valori di micro-durezza di Venus Bulk Fill sono statisticamente inferiori rispetto a tutti gli altri materiali testati ($p=0,001$). SDR è risultato statisticamente inferiore ($p=0,001$) a X-tra Base, Filtek Bulk Fill, Sonicfil e Tetric e significativamente superiore solo a Venus Bulk Fill. La microdurezza di Sonicfil, X-tra Base e Filtek Bulk è significativamente superiore a SDR ($p=0,001$) e Venus Bulk ($p=0,001$). Tetric Bulk è risultato essere il materiale coi valori di micro-durezza significativamente superiori rispetto a quelli di tutti gli altri materiali testati ($p=0,001$).

Anche sulla faccia inferiore Venus Bulk Fill presenta valori di micro-durezza statisticamente inferiori rispetto agli altri materiali ($p=0,001$), mentre Tetric Bulk è risultato paragonabile a Filtek Bulk e Sonicfil, significativamente peggiore di X-tra Base e migliore di SDR e Venus Bulk. X-tra base è risultato essere il materiale coi valori di micro-durezza maggiori sulla superficie inferiore (Fig. 10).

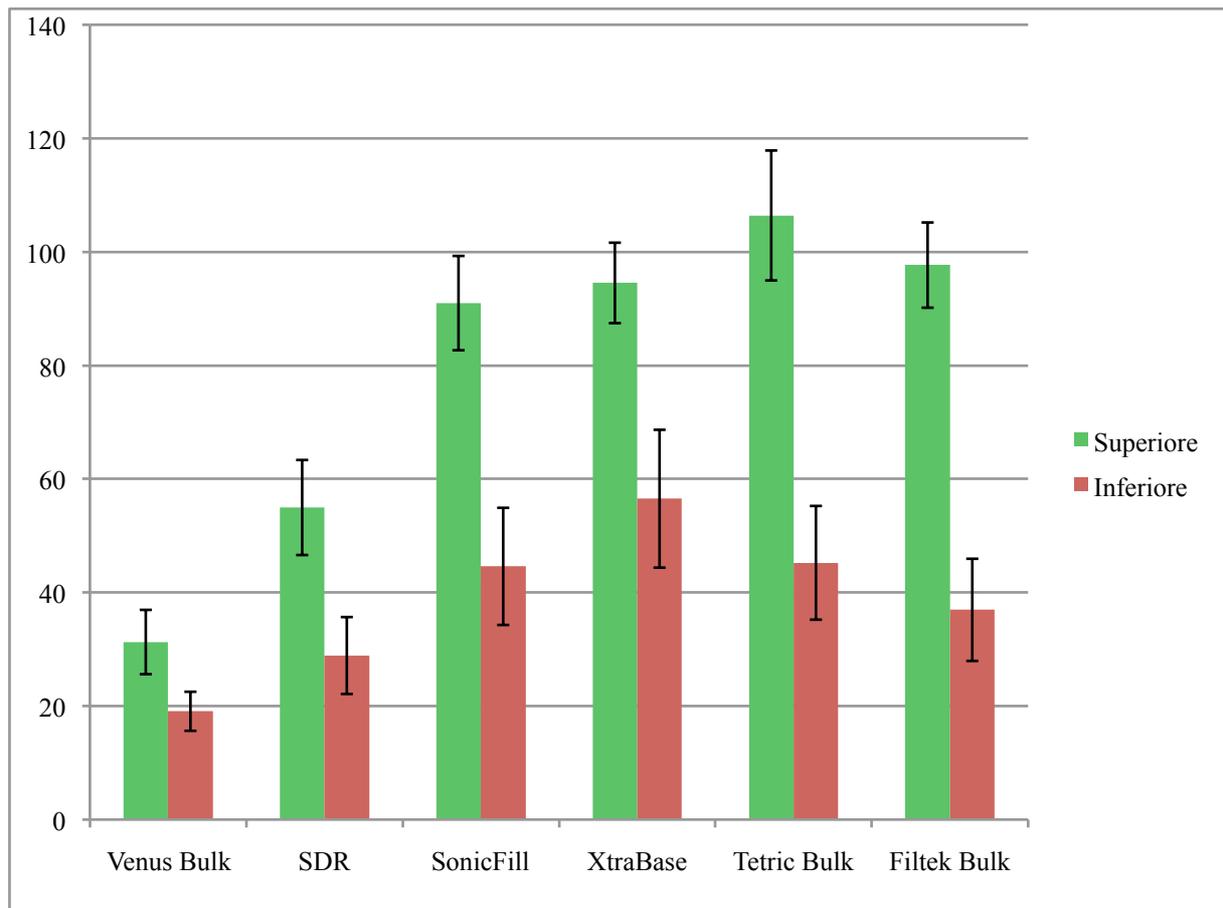


Fig. 10

Dall'analisi statistica si rileva inoltre che, confrontando la progressione laterale della durezza, il Venus Bulk Fill sia l'unico materiale tra quelli testati che non dimostra una variazione significativa tra i valori a 1mm e a 6mm dalla superficie superiore del campione ($p>0,05$). Tutti gli altri materiali mostrano invece una differenza significativa sulla durezza laterale ($p<0,05$). In particolare per il Filtek Bulk Fill questa differenza è rilevabile già a 3mm, per Sonicfil, Tetric Bulk e X-tra Base a 4mm, per SDR a 5mm.

Per quel che riguarda lo stress da contrazione, le medie con deviazione standard dei valori ottenuti in questo studio sono rappresentati in Tabella 3 e Figura 11. L'analisi statistica mostra come gli unici materiali con uno stress da contrazione significativamente inferiori rispetto agli altri siano SDR ($p<0,05$) e Venus Bulk Fill ($p<0,05$) (Fig. 12)

Materiale	Stress da contrazione, Medie(MPa)	Deviazione standard
Sonicfil	0,93594694	0,048732322
Tetric Bulk Fill	0,82145244	0,074047378
SDR	0,612136173	0,048732322
X-tra Base	0,895884608	0,05027009
Filtek Bulk	0,884770019	0,042390768
Venus Bulk	0,597374866	0,032456387

Tabella 3

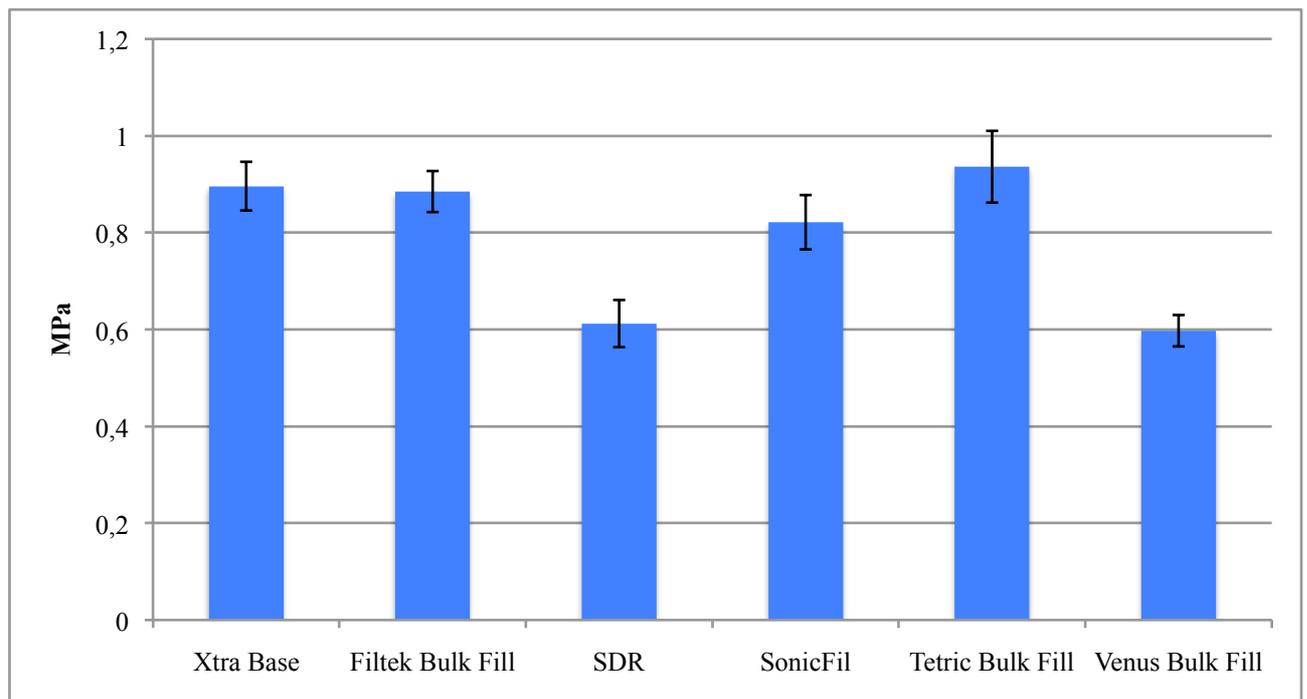


Fig. 11

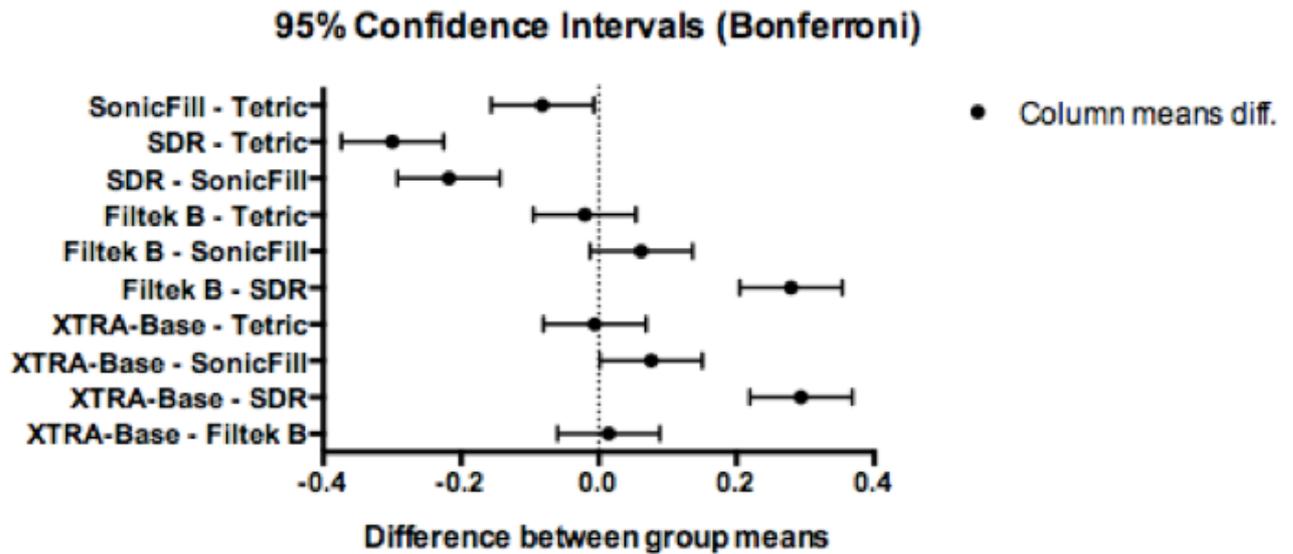


Fig. 12

DISCUSSIONE

La durezza è una proprietà meccanica delle resine composite ed è influenzata dalle caratteristiche del riempitivo (grandezza, peso, volume) e dalla composizione chimica della resina composita¹⁵. Una stretta relazione tra la quantità di riempitivo e le proprietà meccaniche, come durezza e modulo elastico, è stata evidenziata in numerosi studi^{1,19,20}. La microdurezza di un materiale composito è sovente misurata con diverse metodiche di indentazione: Vickers² o Knoop^{25,26}. Con queste tecniche viene impressa sul campione una indentazione tramite una punta di diamante, esercitando una forza predefinita per un tempo predefinito. La durezza si ottiene dividendo il carico applicato per l'area dell'indentazione, esaminata tramite un microscopio, e moltiplicata per un determinato coefficiente. Questa metodica ha il vantaggio di essere relativamente semplice, riproducibile e non distruttiva¹. Per questo motivo la durezza dei materiali testati in questo studio è stata valutata mediante test di Vickers, applicato con una forza di 100g per 15 sec⁵³.

Una stretta relazione tra la quantità di riempitivo e le proprietà meccaniche come durezza e modulo elastico è stata evidenziata in numerosi studi^{1,19,20}. Nello studio condotto da Arahlah et al²¹ si evidenzia una correlazione lineare tra la quantità di riempitivo presente in compositi micro- e nano-ibridi (Tetric EvoCeram Bulk Fill, X-tra base, Venus Bulk Fill, Filtek Bulk Fill, SonicFill) e la micro-durezza. I risultati del nostro studio non confermano totalmente quanto detto. Infatti, solo SDR e Venus Bulk Fill, cioè i materiali con la minore concentrazione di riempitivo (rispettivamente 68% e 65% in peso), si sono dimostrati essere i materiali con i valori minori di durezza. I diversi risultati ottenuti possono essere attribuibili alla differente preparazione dei campioni: nel presente studio sono stati preparati campioni con un diametro lungo pari a quello del puntale della lampada fotopolimerizzatrice impiegata, mentre nello studio di Arahlah et al²¹ il diametro del campione era minore rispetto al diametro del puntale della lampada. Diversi studi hanno, infatti, dimostrato come la luce emessa da una lampada LED esprima una densità di energia variabile sull'area del puntale²². La diversa area di irradiazione a cui il campione è stato esposto, associata ad una valutazione della durezza rilevata su tutta la superficie del campione, può giustificare dei valori di durezza non esattamente lineare sui campioni con una quantità di riempitivo maggiore.

La misurazione della micro-durezza può essere utilizzata come metodo indiretto per valutare la qualità della polimerizzazione^{21,23}. Come affermato da Leprince et al²⁰, la microdurezza è una “indiretta approssimazione” della profondità di polimerizzazione. Essa è direttamente proporzionale alla quantità di doppi legami che vengono coinvolti nella reazione di polimerizzazione e, quindi, al grado di conversione del composito¹⁷. Si è visto infatti che la valutazione del grado di conversione tramite micro-durezza ottenga risultati comparabili a quelli ottenuti con la metodica diretta, cioè la spettroscopia a raggi infrarossi di Fourier (micro MIR-FTIR)^{17,25}. Diversi studi hanno dimostrato come, valutando la micro-durezza su un campione di composito fotopolimerizzato, essa diminuisca man mano che si analizzano strati più profondi¹⁷.

La profondità di polimerizzazione delle resine composite fotopolimerizzabili dipende da numerosi fattori: dimensione e tipo di riempitivo⁴⁰, tinta e traslucenza del materiale^{24,27,28}, spessore del materiale²⁴, intensità della sorgente luminosa^{24,29,30}, tempo di esposizione³¹, programma di irradiazione³¹ e distanza tra la superficie di composito e il puntale della lampada²⁴. Anche la composizione del monomero³² e la concentrazione dell'iniziatore³² influenzano la profondità di polimerizzazione.

Nel nostro studio si è evidenziata una differenza statisticamente significativa tra i valori di microdurezza rilevati sulla faccia superiore e i valori sulla faccia inferiore in tutti i materiali testati. Ciò è in accordo con la Legge di Lambert che afferma che un'energia luminosa, incidente alla superficie di un materiale subisca, nel tentativo di attraversarlo, un coefficiente di attenuazione proporzionale alle caratteristiche fisiche del materiale stesso. È noto come il grado di conversione del composito, e quindi indirettamente la sua durezza, dipenda proprio dall'energia luminosa ricevuta dal materiale^{41,42} e dallo spessore del materiale stesso⁴¹. La profondità di polimerizzazione è stata definita in letteratura da Musanje e Darvell¹⁶ come la profondità alla quale la durezza è pari all'80% della durezza superficiale. La metodica più utilizzata per valutare la profondità di polimerizzazione è quella ISO 4049 o dello "scraping"²³: il composito da testare viene inserito in uno stampo e polimerizzato, quindi viene tirato fuori dallo stampo e la resina non polimerizzata viene raschiata via con una spatola. Infine viene misurata l'altezza del campione residuo e si divide per 2; il valore ottenuto indica la profondità di polimerizzazione e definisce il massimo incremento che si può realizzare con la resina composita testata. In uno studio condotto da Flury²³ il metodo ISO 4049 viene comparato alla valutazione della microdurezza Vickers per determinare la profondità di polimerizzazione nei compositi Bulk. Le misurazioni di durezza Vickers sono state realizzate sulla superficie laterale del campione di composito a partire dalla superficie in contatto col puntale e procedendo verso il basso, fin quando la durezza non poteva più essere misurata a causa della morbidezza del materiale. Dallo studio è emerso che la metodica ISO

4049 sovrastima la profondità di polimerizzazione se comparata alla valutazione della microdurezza Vickers e che una migliore definizione di profondità di polimerizzazione è data dalla profondità alla quale si osserva almeno l'80% della massima durezza raggiunta (non per forza sulla faccia superficiale ma molto spesso nello strato subito sotto).

Per valutare la profondità di polimerizzazione di una resina composita, diversi studi analizzano grado di conversione e/o durezza superficiale lungo la profondità del campione^{21,23}. Nel nostro studio il campione di composito è stato ricavato con uno stampo metallico semicircolare profondo 6mm e apribile, in modo che fosse possibile andare a valutare la durezza sulla faccia laterale del campione dopo aver polimerizzato il materiale senza dover sezionare il campione stesso. La durezza Vickers è stata misurata ogni mm, a partire dalla superficie in contatto col puntale, e dirigendosi verso il basso. Si è potuto osservare che tutti i materiali testati, tranne il Venus Bulk Fill, presentano una differenza significativa sulla durezza laterale: per il Filtek Bulk Fill questa differenza è rilevabile a 3mm, per Sonicfil, Tetric Bulk e X-tra Base a 4mm, per SDR a 5mm. Questi risultati sono in linea con le linee guida delle case produttrici che indicano come 4 mm il massimo incremento eseguibile con i compositi Bulk. In particolare in Sonicfil, Tetric Bulk e X-tra Base si può notare come la durezza non sia influenzata dallo spessore del materiale fino a 4 mm di profondità, mentre si può osservare un significativo decremento della durezza da 4 a 5 mm. In SDR l'andamento della durezza sulla faccia laterale mostra un decremento molto più graduale rispetto agli altri materiali. Ciò può essere spiegato dalla presenza di un modulatore della polimerizzazione ad alto peso molecolare chimicamente legato al monomero che controlla la formazione del reticolo di polimeri rendendo più "flessibili" i legami^{35,4,2}: infatti SDR ha una durezza minore ma più costante. Questa osservazione è confermata anche dal risultato dello studio che abbiamo eseguito sullo stress da contrazione, in cui SDR è risultato avere valori di stress da contrazione statisticamente inferiori rispetto agli altri. Venus Bulk Fill è l'unico

materiale che non presenta una differenza significativa tra i valori a 1mm e a 6mm dalla superficie superiore del campione.

Altri autori hanno valutato la profondità di polimerizzazione e le proprietà meccaniche di compositi Bulk. Czasch e Ilie², in uno studio del 2012, hanno valutato la microdurezza Vickers e il grado di conversione tramite FTIR di SDR e Venus Bulk Fill; gli autori hanno evidenziato maggiori proprietà meccaniche di SDR rispetto a Venus Bulk Fill, in accordo con i risultati ottenuti nel presente studio, ma più basso grado di conversione. Inoltre in campioni di 6 mm di spessore, con entrambi i materiali testati, non è mai stato raggiunto un valore di microdurezza inferiore all'80% del massimo valore di durezza misurata. Ciò conferma un'adeguata profondità di polimerizzazione e la possibilità di realizzare incrementi di 4 mm senza un decremento nelle proprietà meccaniche. In letteratura, infatti, viene dichiarata come clinicamente accettabile una durezza della faccia inferiore che sia l'80-90% della durezza sulla faccia superiore⁴². Nel nostro studio i materiali che hanno mostrato un valore maggiore all'80% a 4 mm rispetto al valore misurato a 1mm sono Venus Bulk Fill, SonicFil, Tetric Bulk Fill. Mentre SDR, Xtra Base e Filtek Bulk Fill invece mantengono valori di durezza maggiori all'80% della durezza a 1 mm solo fino a 3mm.

Finan et al⁴³, in uno studio condotto nel 2013, hanno valutato, tramite spettrografia FTIR e microdurezza Vickers, la profondità di polimerizzazione e il grado di conversione in campioni di 8 mm di spessore di X-tra Base e SDR, in modo analogo allo studio condotto da Ilie². Per i materiali testati non è stata trovata una differenza statisticamente significativa nel grado di conversione a 1 e a 4mm; tuttavia SDR ha mostrato un grado di conversione iniziale significativamente più elevato di X-tra Base, probabilmente a causa della minore concentrazione di riempitivo in volume (44% per SDR, 58% per X-tra Base).

Bucuta&Ilie⁵¹ hanno misurato la quantità di luce blu in grado di attraversare campioni di compositi bulk-fill (X-tra Base, SDR, Venus Bulk Fill, Filtek Bulk Fill, X-tra Fill, Tetric

EvoCeram Bulk Fill, SonicFill) e compositi tradizionali, dimostrando che la proprietà dei compositi bulk-fill di essere polimerizzati efficacemente in spessori maggiori è in gran parte attribuibile alla loro maggiore traslucenza rispetto ai compositi convenzionali (tranne che per SonicFill).

La quantità di riempitivo, oltre che la durezza di un materiale, è in grado di influenzare anche il modulo elastico della resina composita⁵. In numerosi studi, infatti, è stato evidenziato che il modulo elastico aumenta esponenzialmente all'aumentare della concentrazione di riempitivo^{38,39}. Anche la contrazione volumetrica di un materiale risulta essere strettamente dipendente dalla quantità di riempitivo^{33,34}: aumentando la quantità di riempitivo, diminuisce il volume occupato dalla matrice e, quindi, il numero dei gruppi metacrilati, portando ad una minore contrazione volumetrica. Diversi studi^{36,37} evidenziano inoltre una relazione lineare tra stress da contrazione e modulo elastico, mettendo quindi in relazione anche stress da contrazione e concentrazione di riempitivo. I risultati del presente studio mostrano tuttavia una relazione inversa tra stress da contrazione e contenuto di riempitivo. Tale discrepanza è ascrivibile ai diversi metodi di valutazione impiegati per valutare lo stress da contrazione. Come evidenziato nello studio di Marchesi e Breschi⁵² (*Contraction stress of low-shrinkage composite materials assessed with different testing systems*) sistemi ad alta compliance sono correlati a bassi valori di stress da contrazione, mentre i sistemi a bassa compliance possono sovrastimare lo stress da contrazione. Gli unici materiali che nel presente studio mostrano uno stress da contrazione significativamente inferiore rispetto agli altri materiali bulk-fill testati sono SDR e Venus Bulk Fill. Il basso stress da contrazione di questi materiali è probabilmente attribuibile al loro basso modulo elastico, dovuto ad una ridotta quantità di riempitivo in volume, in grado di aumentare la flessibilità del materiale e, quindi, la capacità di assorbire internamente gli stress⁴⁸. Questo comportamento viscoelastico è tipico dei materiali flowable. Braga e Ferracane⁴⁴, in una revisione sistematica del 2005, hanno

evidenziato che lo stress da contrazione è un fenomeno multifattoriale ed estremamente complesso. Esso è dovuto alla contrazione volumetrica, durante la polimerizzazione, del materiale composito che è adeso alle pareti cavitari e dipende anche dal suo comportamento viscoelastico, cioè la sua capacità di scorrimento interno durante la polimerizzazione, e dal modulo elastico. Compositi con elevato contenuto di riempitivo presentano bassa contrazione ma elevata rigidità rispetto ai materiali con minore concentrazione di riempitivo⁴⁴. D'altra parte, l'aumento del grado di conversione della matrice polimerica provoca contemporaneamente un aumento della contrazione volumetrica e del modulo elastico⁴⁵. Nei compositi flow il basso stress da contrazione è attribuibile al fatto che la capacità di deformazione interna è inversamente proporzionale al contenuto di riempitivo inorganico⁴⁷. Inoltre anche la cinetica di polimerizzazione è in grado di influenzare lo stress da contrazione⁴⁶.

Ilie&Hickel⁴ hanno paragonato stress da contrazione e proprietà micromeccaniche di un composito flow bulk-fill basato sulla tecnologia SDR rispetto a 2 compositi flow tradizionali e a 2 compositi non-flow. SDR ha ottenuto valori di stress da contrazione, come osservato nel presente studio, inferiori rispetto agli altri compositi, ma proprietà micromeccaniche intermedie.

El-Damanhoury&Platt⁴⁹ hanno valutato lo stress da contrazione e la cinetica di polimerizzazione in 5 compositi bulk-fill (SDR, Tetric Bulk Fill, Venus Bulk Fill, X-tra Fil e un composito bulk sperimentale), usando Filtek Z250 (composito microibrido) come materiale di controllo. Lo stress da contrazione è stato valutato con un tensiometro che, analogamente al nostro studio, ha misurato la forza esercitata da un campione di composito posto tra due aste e polimerizzato per 20 secondi. Il valore dello stress da contrazione è stato poi ottenuto dividendo la forza di tensione misurata per l'area della sezione trasversale del campione. Nello stesso studio è stata anche eseguita una valutazione della durezza Knoop

sulle superfici superiore e inferiore di campioni di composito di 4mm di spessore. Il composito di controllo Filtek Z250 ha mostrato i più alti valori di stress da contrazione, mentre i valori minori si sono ottenuti, come nel nostro studio, con Venus Bulk Fill e SDR che non hanno presentato differenze statisticamente significative. In accordo col presente studio, i valori di microdurezza più alti si sono ottenuti con X-tra Fill e con Tetric Bulk Fill, mentre i valori più bassi con Venus Bulk fill. In ogni caso i valori di durezza ottenuti sulla superficie inferiore sono stati ritenuti accettabili per garantire una adeguata polimerizzazione a 4 mm (80% top-to-bottom). I risultati dello studio di El-Damanhoury&Platt⁴⁹ e del presente studio sono in accordo col fatto che SDR e Venus Bulk Fill, nonostante siano i materiali con la più bassa concentrazione di riempitivo (tra il 38 % e il 44 % in volume) e con una notevole contrazione volumetrica, paragonabile agli altri compositi flow⁵⁰, sono stati progettati per ridurre notevolmente lo stress da contrazione.

CONCLUSIONI

Dai risultati del nostro studio possiamo concludere che:

- Tutti i compositi esaminati raggiungono una accettabile profondità di polimerizzazione, valutata tramite microdurezza, alla profondità indicata dalle case produttrici;
- La prima ipotesi (1) è stata parzialmente accolta in quanto solo alcuni materiali bulk-fill mostravano una diminuzione della durezza direttamente proporzionale allo spessore. La seconda ipotesi (2) viene respinta in quanto solo l'SDR e il Venus Bulk Fill hanno mostrato uno stress da contrazione significativamente inferiore rispetto agli altri materiali;
- Venus Bulk Fill e SDR mostrano proprietà micromeccaniche inferiori ma stress da contrazione minore rispetto agli altri compositi bulk, queste caratteristiche li rendono

particolarmente adatti al riempimento di cavità profonde e con fattore-c sfavorevole. Il restauro deve in ogni caso essere finalizzato tramite copertura con uno strato di composito non-flow, per ottenere migliore resistenza meccanica, come indicato dalle case produttrici.

Ulteriori studi in vitro e, soprattutto, in vivo sono tuttavia necessari al fine di comprendere il comportamento di questo materiali nel tempo.

BIBLIOGRAFIA

1. El-Safty S, Akhtar R, Silikas N, Watts DC. *Nanomechanical properties of dental resin-composites*. Dent Mater 2012 Dec; 28(12):1292-300.
2. Czasch P, Ilie N. *In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites*. J Adhes Dent. 2013 Jun;15(3):229-36
3. Venus Bulk Fill Technical Information (2011).
4. Ilie N, Hickel R. *Investigations on a methacrylate-based flowable composite based on the SDR technology*. Dent Mater. 2011 Apr;27(4):348-55
5. Burgess J, Cakir D. *Comparative properties of low-shrinkage composite resins*. *Compendium for Continuing Education in Dentistry*. Compend Contin Educ Dent. 2010 May;31 Spec No 2:10-5.
6. Roggendorf M, Krämer N, Appelt A, Naumann M, Frankenberger R. *Marginal quality of flowable 4-mm base vs. conventionally layered resin composite*. J Dent. 2011 Oct;39(10):643-7.
7. Moorthy A, Hogg CH, Dowling AH, Grufferty BF, Benetti AR, Fleming GJ. *Cuspal deflection and microleakage in premolar teeth restored with bulk-fill flowable resin-based composite base materials*. J Dent. 2012 Jun;40(6):500-5.

8. Ilie N, et al. *Influence of various irradiation processes on the mechanical properties and polymerisation kinetics of bulk-fill resin based composites*. J Dent. 2013 Aug;41(8):695-702.
9. Haak R, Wicht MJ, Noack MJ. *Marginal and internal adaptation of extended class I restorations lined with flowable composites*. J Dent. 2003 May;31(4):231-9.
10. Chuang SF, Jin YT, Liu JK, Chang CH, Shieh DB. *Influence of flowable composite lining thickness on Class II composite restorations*. Oper Dent. 2004 May-Jun;29(3):301-8.
11. Alshali RZ, Silikas N, Satterthwaite JD. *Degree of conversion of bulk-fill compared to conventional resin composites at two time intervals*. Dent Mater. 2013 Sep;29(9):e213-7.
12. Moszner N, Fischer UK, Ganster B, Liska R, Rheinberger V. *Benzoyl Germanium derivatives as novel visible light photoinitiators for dental materials*. Dent Mater 2008 Jul;24(7):901-7.
13. Ilie N, Bacuta S, Draenert M. *Bulk-fill Resin-based Composites: an in vitro assessment of their mechanical performance*. Oper Dent. 2013 Nov-Dec;38(6):618-25
14. El-Safty S, Silikas N, Watts DC. *Creep deformation of restorative resin-composites intended for bulk-fill placement*. Dent Mater 2012 Aug;28(8):928-35.
15. Scougall-Vilchis RJ, Hotta Y, Hotta M, Idono T, Yamamoto K. *Examination of composite resins with electron microscopy, microhardness tester and energy dispersive x-ray microanalyzer*. Dent Mater 2009; J 28:102-112.
16. Musanje L, Darwell BW. *Curing-light attenuation in filled-resin restorative materials*. Dent Mater. 2012 Aug;28(8):928-35.
17. Tsai PC, Meyers IA, Walsh LJ. *Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing lights*. Dent Mater. 2004 May; 20(4):364-9.

18. Ferracane JL. *Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins*. Dent Mater 1985; 1: 11–14.
19. Taylor DF, Kalachandra S, Sankarapandian M, McGrath JE. *Relationship between filler and matrix resin characteristics and the properties of uncured composite pastes*. Biomaterials. 1998 Jan-Feb;19(1-3):197-204.
20. Leprince JG, Leveque P, Nysten B, Gallez B, Devaux J, Leloup G. *New insight into the “depth of cure” of dimethacrylate-based dental composites*. Dent Mater. 2012 May;28(5):512-20. doi: 10.1016/j.dental.2011.12.004.
21. Alrahlah A, Silikas N, Watts DC. *Post-cure depth of cure of bulk fill dental resin-composites*. Dent Mater. 2014 Feb;30(2):149-54.
22. Michaud PL, Price RB, Labrie D, Rueggeberg FA, Sullivan B. *Localised irradiance distribution found in dental light curing units*. J Dent. 2014 Feb;42(2):129-39.
23. Flury S, Hayoz S, Luzzi A. *Depth of cure of resin composites: Is the ISO 4049 method suitable for bulk fill materials?* Dent Mater. 2012 May;28(5):521-8.
24. Leloup G, Holvoet PE, Bebelman S, Devaux J. *Raman scattering determination of the depth of cure of the light-activated composites: influence of different clinically relevant parameters*. J Oral Rehabil. 2002 Jun;29(6):510-5.
25. Obici AC, Sinhoreti MA, Correr Sobrinho L, Goes MF, Consani S. *Evaluation of depth of cure and Knoop hardness in a dentl composite photo-activated using different methods*. Braz Dent J. 2004;15(3):199-203.
26. De Araujo C, Schein M, Zanchi C, Rodrigues S Jr, Demarco F. *Composite resin microhardness: the influence of light curing method, composite shade and depth of cure*. J Contemp Dent Pract. 2008 May 1;9(4):43-50.
27. Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR., Todd R. *Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure*. J Dent Res. 1997 Aug;76(8):1508-16.

28. Davidson-Kaban SS1, Davidson CL, Feilzer AJ, de Gee AJ, Erdilek N. *The effect of curing light variations on bulk curing and wall-to-wall quality of two types and various shades of resin composites.* Dent Mater. 1997 Nov;13(6):344-52.
29. Unterbrink GL1, Muessner R. *Influence of light intensity on two restorative systems.* J Dent. 1995 Jun;23(3):183-9.
30. Shortall AC. *How light source and product shade influence cure of depth for a contemporary composite.* J Oral Rehabil. 2005 Dec;32(12):906-11.
31. Felix CA, Price RB, Andreou P. *Effect of reduced exposure times on the microhardness of 10 resin composites cured by high-power LED and QTH curing lights.* J Can Dent Assoc. 2006 Mar;72(2):147.
32. Ferracane JL, Greener EH. *Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins-methods comparison.* J Dent Res. 1984 Aug;63(8):1093-5.
33. Baroudi K, Saleh AM, Silikas N, Watts DC. *Shrinkage behaviour of flowable resin-composites related to conversion and filler-fraction.* J Dent. 2007 Aug;35(8):651-5.
34. Satterthwaite JD, Maisuria A, Vogel K, Watts DC. *Effect of resin-composite filler particle size and shape on shrinkage-stress.* Dent Mater. 2012 Jun;28(6):609-14. doi: 10.1016/j.dental.2012.01.007.
35. Surefil® SDRTM flow Product Brochure (2010) Dentsply international. http://www.surefilldrflow.com/sites/default/files/SureFil_Brochure.pdf.
36. Condon JR, Ferracane JL. *Assessing the effect of composite formulation on polymerization stress.* J Am Dent Assoc. 2000 Apr;131(4):497-503.
37. Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. *Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites.* Dent Mater. 2005 Dec;21(12):1150-7.
38. Braem M, Finger W, Van Doren VE, Lambrechts P, Vanherle G. *Mechanical properties and filler fraction of dental composites.* Dent Mater. 1989 Sep;5(5):346-8.

39. Gonçalves F, Kawano Y, Braga RR. *Contraction stress related to composite inorganic content.* Dent Mater. 2010 Jul;26(7):704-9. doi: 10.1016/j.dental.2010.03.015.
40. Leprince JG, Hadis M, Shortall AC, Ferracane JL, Devaux J, Leloup G, Palin WM. *Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in filled and unfilled photoactive resins.* Dent Mater. 2011 Feb;27(2):157-64. doi: 10.1016/j.dental.2010.09.011.
41. Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. *Degree of polymerization of resin composites by different light sources.* J Oral Rehabil. 2002 Dec;29(12):1165-73.
42. Nomoto R, Asada M, McCabe J, Hirano S. *Light exposure required for optimum conversion of light activated resin systems.* Dent Mater. 2006 Dec;22(12):1135-42.
43. Johnston WM, Leung RL, Fan PL. *A mathematical model for post-irradiation hardening of photoactivated composite resins.* Dent Mater. 1985 Oct;1(5):191-4.
44. Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL. *Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: A systematic review.* Dent Mater. 2005 Oct;21(10):962-70.
45. Braem M, Lambrechts P, Vanherle G, Davidson CL. *Stiffness increase during the setting of dental composite resins.* J Dent Res. 1987 Dec;66(12):1713-6.
46. Lim B-S, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Condon JR. *Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light activation.* Dent Mater. 2002 Sep;18(6):436-44.
47. Vaidyanathan J, Vaidyanathan TK. *Flexural creep deformation and recovery in dental composites.* J Dent. 2001 Nov;29(8):545-51.
48. Haak R, Wicht MJ, Noack MJ. *Marginal and internal adaptation of extended class I restorations lined with flowable composites.* J Dent. 2003 May;31(4):231-9.

49. El-Damanhoury, Platt JA. *Polymerization Shrinkage Stress Kinetics and Related Properties of Bulk-fill Resin Composites*. Oper Dent. 2013 Jul 18.
50. Labella R, Lambrechts P, Van Meerbeek B & Vanherle G. *Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives*. Dent Mater. 1999 Mar;15(2):128-37.
51. Bucuta S, Ilie N. *Light transmittance and micro-mechanical properties of bulk fill vs. conventional resin based composites*. Clin Oral Invest. 2014 Jan 11.
52. Marchesi G, Breschi L, Antonioli F, Di Lenarda R, Ferracane J, Cadenaro M. *Contraction stress of low-shrinkage composite materials assessed with different testing systems*. Dent Mater. 2010 Oct;26(10):947-53.
53. Frassetto A, Navarra CO, Marchesi G, Turco G, Di Lenarda R, Breschi L, Ferracane JL, Cadenaro M. *Kinetics of polymerization and contraction stress development in self-adhesive resin cements*. Dent Mater. 2012 Sep;28(9):1032-9.