

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO

FABIO AUGUSTO SOARES DA SILVA

**Análise das propriedades físico-químicas de compósitos
microhíbridos, nanohíbridos e Bulk fill preaquecidos para
cimentação de laminados cerâmicos em dentes anteriores**

Ribeirão Preto

2022

FABIO AUGUSTO SOARES DA SILVA

Análise das propriedades físico-químicas de compósitos microhíbridos, nanohíbridos e Bulk fill preaquecidos para cimentação de laminados cerâmicos em dentes anteriores

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo como parte dos requisitos para obtenção do grau de Mestre em Ciências junto ao Programa de Odontologia Restauradora, área de concentração em Dentística.

Orientadora: Prof^a Dr^a Aline Evangelista Souza Gabriel

Ribeirão Preto

2022

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

Assinatura do autor: _____ Data: ___/___/2022

FICHA CATALOGRÁFICA

SILVA, Fabio Augusto Soares.

Análise das propriedades físico-químicas de compósitos microhíbridos, nanohíbridos e Bulk fill preaquecidos para cimentação de laminados cerâmicos em dentes anteriores. Ribeirão Preto, 2022.

53p.

Dissertação de Mestrado apresentada na Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (FORP-USP), área de concentração: Odontologia Restauradora – Opção: Dentística.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Aline Evangelista Souza Gabriel

1. Resina composta. 2. Aquecimento. 3. Cimentação. 4. Propriedades físico-químicas.

SILVA, F.A.S. Análise das propriedades físico-químicas de compósitos microhíbridos, nanohíbridos e Bulk fill preaquecidos para cimentação de laminados cerâmicos em dentes anteriores. 2022. 53p. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, SP.

Aprovado em: ___/___/___

Banca Examinadora

Prof.(a) Dr.(a): _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Assinatura: _____

Prof.(a) Dr.(a): _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Assinatura: _____

Prof.(a) Dr.(a): _____

Instituição: _____

Julgamento: _____

Assinatura: _____



Este trabalho de pesquisa foi realizado nas dependências laboratoriais da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, no Departamento de Odontologia Restauradora

Dedicatória

Ao precioso *Deus*, que olha por todos, desde o mais triste e oprimido até aquele que se encontra em plena alegria, independente do momento, para aqueles que andam em seus caminhos, traz perseverança, acolhe os corações e dá razões para que a vida possa ser desfrutada com sabedoria e juízo.

Aos meus pais *Carlos Onofre da Silva e Maria Inês Soares da Silva* meus exemplos a serem seguidos, por toda base que me proporcionam, pelo zelo que sempre tiveram por mim, pela paciência e o amor que nunca me foi negado. O amor que sinto por vocês não cabe em palavras. Sou eternamente grato por tudo!

A minha esposa *Ana Elisa Castro Dias Silva e Meu Filho Arthur Augusto Dias Silva*, por me proporcionar forças para continuar a lutar pelos meus sonhos e objetivos. Amo vocês.

Aos *meus amigos* que estiveram presentes durante o mestrado.

Agradecimentos

À *Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto/Universidade de São Paulo – FORP/USP*, tendo como diretor Paulo Nelson Filho e vice-diretor Ricardo Gariba Silva por possibilitar o desenvolvimento deste estudo.

À *Prof.^a Dr.^a Aline Evangelista Souza Gabriel*, por me apresentar o meio acadêmico e a pesquisa científica, por todo carinho, paciência, dedicação, compartilhamento de seu conhecimento. Agradeço pela orientação, pelos sábios conselhos e ensinamentos que me foram transmitidos durante todos esses anos, pela convivência, confiança em mim depositada e por sempre me receber de braços abertos em todos os momentos que necessitei. Sou imensamente grato por todo seu auxílio na realização deste projeto. Obrigado, por incentivar, apoiar, acalmar e orientar durante todo esse período. Você foi de extrema importância para meu crescimento pessoal e profissional. Sempre a terei como exemplo a ser seguido.

Ao *Prof. Dr. Antônio Miranda da Cruz Filho*, coordenador do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, agradeço pelas oportunidades a mim concedidas e por ter me acolhido no Programa para a realização dos meus estudos.

Ao *Prof. Dr. Manoel Damião de Souza Neto*, chefe do Departamento de Odontologia Restauradora, também pela oportunidade, ensinamentos e críticas construtivas que me tornaram um profissional qualificado.

A *Prof.^a Dr.^a Silmara Aparecida Milori Corona*, por todo aprendizado, motivação, dedicação, atenção, carinho, seus conhecimentos foram de fundamental importância para a realização deste projeto, por passar um pouco do seu conhecimento pessoal e profissional.

Ao *Claudio Neri*, pela disponibilidade, sempre serei grato pela convivência harmoniosa e pelo aprendizado.

Aos colegas de mestrado, em especial, *Thiago Cortez e Vitória Paschoini*.

Aos demais *Professores do Departamento de Odontologia Restauradora* pelo grande exemplo, empenho e dedicação ao demonstrarem o quanto pode ser encantadora a carreira acadêmica.

Aos alunos do *laboratório e da clínica de graduação em Dentística FORP-USP* Obrigado pela oportunidade de participar no processo de ensino e aprendizado de vocês.

Aos técnicos de Laboratório *Patrícia Marchi e Reginaldo Santana*, pela atenção dispensada e eficiência em todas as oportunidades que tiveram para me ajudar.

As funcionárias *Maria Amália Oliveira, Maria Isabel, Rosângela Angelini*, aos funcionários, *Fred Augusto e Carlos Feitosa* agradeço por sempre me receberem bem e me dar todo auxílio e suporte quando necessário, pelo companheirismo e amizade que tive alegria de conquistar.

A todos participantes desta pesquisa pela paciência, cooperação, empenho e preocupação dispendidas a este trabalho.

Resumo

SILVA, F.A.S. Análise das propriedades físico-químicas de compósitos microhíbridos, nanohíbridos e Bulk fill preaquecidos para cimentação de laminados cerâmicos em dentes anteriores. 2022. 53p. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2022.

O preaquecimento da resina composta aumenta a fluidez dos compósitos e, por isso, tem ganhado destaque como alternativa para a cimentação de laminados cerâmicos. Este estudo analisou as propriedades físico-químicas de resinas microhíbridas, nanohíbridas e Bulk fill preaquecidas, com o objetivo de utilizá-las como agentes cimentantes de restaurações indiretas. Foram confeccionados 210 corpos-de-prova, divididos em 4 grupos: G1 – cimento resinoso fotoativado (Variolink Veneer, Ivoclar/Vivadent); G2 - resina microhíbrida (Z100, 3M), G3 - resina nanohíbrida (Empress direct, Ivoclar/Vivadent) e G4 - resina Bulk fill (Filtek One, 3M). Os grupos experimentais foram subdivididos em 2 níveis: sem preaquecimento (Saq) e com preaquecimento (Paq). As resinas foram inseridas no dispositivo de aquecimento até atingirem 69°C. O cimento resinoso (controle) não foi preaquecido. As variáveis de resposta foram: Espessura de película (n=10), Microdureza superficial (n=10), Sorção de líquido (n=10) e Solubilidade (n=10). O teste de espessura de película foi realizado de acordo com a ISO 4049. Corpos-de-prova de 4 mm de diâmetro e 2 mm espessura foram preparados de acordo com a termomodificação (aquecidos ou não), fotopolimerizados (1200 mw/cm²) e polidos. Realizou-se o teste de microdureza Vickers (50g por 45s). Para análise de sorção e solubilidade, o volume dos espécimes foi comparado após ficarem imersos em solução água/álcool a 37°C durante 7 dias, seguindo a ISO 4049. Os dados foram analisados por Análise de Variância a 2 critérios e pós-teste de Tukey HSD ($\alpha=0,05$). A resina Bulk fill Saq apresentou a maior espessura de película (70,29± 2,13 μ m Aa), seguida pelas resinas microhíbrida Saq (39,76±0,50 μ m Aab) e nanohíbrida Saq (37,50± 0,41 μ m Aab), que foram estatisticamente semelhantes. Resultados intermediários foram encontrados para a resina Bulk fill Paq (21,30±0,42 μ m Ba). As espessuras obtidas pelas resinas microhíbrida Paq (15,58±0,32 μ m Bb) e nanohíbrida Paq (17,93±0,53 μ m Bb) foram as menores e não diferiram do cimento (15,73 ± 0,82 μ m Bb) ($p<0,001$). Os maiores valores de microdureza foram encontrados para as resinas Bulk fill Saq (114,00±1,87 VHN Aa) e Bulk fill Paq (102,68 ± 1,64 VHN Aa), sem diferenças entre si ($p>0,05$). Valores intermediários foram obtidos pelas resinas nanohíbrida Paq (88,43±6,32 VHN Ab), nanohíbrida Saq (90,75±3,91 VHN Ab), e microhíbrida Saq (71,56±8,36 VHN Ab). As resinas nanohíbrida Paq (88,43±6,32 VHN Bc) e microhíbrida Paq (50,80±6,75 VHN Bc) apresentaram as menores médias, sem diferença do cimento (40,49±1,32 VHN - Bc). Na sorção de líquido, não houve diferença significativa entre os grupos ($p=0,1941$). A resina microhíbrida Paq apresentou maior solubilidade que os demais materiais ($p=0,0023$), porém não foi estatisticamente diferente do cimento resinoso. Os valores de sorção e solubilidade permaneceram dentro da ISO 4049. Concluiu-se que o preaquecimento das resinas compostas reduziu a espessura de película, atendendo assim a ISO 4049. As resinas nanohíbrida e Bulk fill mantiveram estáveis a microdureza, sorção e solubilidade após o aquecimento.

Palavras-chave: Resina composta, aquecimento, cimentação, propriedades físico-químicas

Abstract

SILVA, F.A.S. **Physicochemical properties of preheated microhybrid, nanohybrid and bulk fill composite resins for luting ceramic laminates in anterior teeth.** 2022. 53p. Dissertation (Master's) – School of Dentistry of Ribeirão Preto, University of São Paulo, Ribeirão Preto, 2022.

Preheating composite resin increases its fluidity and, therefore, has gained popularity as an alternative for luting ceramic laminates. This study analyzed the physicochemical properties of preheated microhybrid, nanohybrid and bulk fill resins, to use them as cementing agents for indirect restorations. 210 specimens were made, divided into 4 groups: G1 – light-cured resin cement (Variolink Veneer, Ivoclar/Vivadent); G2 - microhybrid resin (Z100, 3M), G3 - nanohybrid resin (Empress direct, Ivoclar/Vivadent) and G4 - Bulk fill resin (Filtek One, 3M). The experimental groups were divided into 2 levels: without preheating (Saq) and with preheating (Paq). The resins were inserted into the heating device until they reached 69°C. The resin cement (control) was not preheated. The response variables were: Film thickness (n=10), Surface microhardness (n=10), Liquid sorption (n=10) and Solubility (n=10). The film thickness test was carried out following ISO 4049. Specimens of 4 mm in diameter and 2 mm in thickness were prepared according to thermomodification (heated or not), light-cured (1200 mw/cm²), and polished. The Vickers microhardness test (50g for 45s) was performed. For sorption and solubility analysis, the volume of specimens was compared after being immersed in water/alcohol solution at 37°C for 7 days, following ISO 4049. Data were analyzed by 2-way analysis of variance and Tukey HSD post-test ($\alpha=0.05$). Bulk fill Saq resin had the highest film thickness ($70.29 \pm 2.13 \mu\text{m}$ Aa), followed by microhybrid Saq ($39.76 \pm 0.50 \mu\text{m}$ Aab) and nanohybrid Saq ($37.50 \pm 0.41 \mu\text{m}$ Aab), which were statistically similar. Intermediate results were found for Bulk fill Paq resin ($21.30 \pm 0.42 \mu\text{m}$ Ba). The thicknesses obtained by the Paq microhybrid ($15.58 \pm 0.32 \mu\text{m}$ Bb) and Paq nanohybrid ($17.93 \pm 0.53 \mu\text{m}$ Bb) resins were the smallest and did not differ from the cement ($15.73 \pm 0.82 \mu\text{m}$ Bb) ($p < 0.001$). The highest microhardness values were found for Bulk fill Saq (114.00 ± 1.87 VHN Aa) and Bulk fill Paq (102.68 ± 1.64 VHN Aa) resins, with no differences between them ($p > 0.05$). Intermediate values were obtained for the Paq nanohybrid (88.43 ± 6.32 VHN Ab), Saq nanohybrid (90.75 ± 3.91 VHN Ab), and Saq microhybrid (71.56 ± 8.36 VHN Ab) resins. The Paq nanohybrid (88.43 ± 6.32 VHN Bc) and Paq microhybrid (50.80 ± 6.75 VHN Bc) resins showed the lowest averages, with no difference in cement (40.49 ± 1.32 VHN Bc). In liquid sorption, there was no significant difference between the groups ($p = 0.1941$). The Paq microhybrid resin showed greater solubility than the other materials ($p = 0.0023$), but it was not statistically different from the resin cement. The sorption and solubility values remained within ISO 4049. It was concluded that the preheating of the composite resins reduced the film thickness, thus meeting ISO 4049. The nanohybrid and Bulk fill resins kept the microhardness, sorption, and solubility stable after heating.

Keywords: Composite resin, heating, cementation, physicochemical properties

Sumário

1. Introdução	17
2. Proposição	22
3. Materiais e Métodos	23
3.1 Delineamento experimental	25
3.2 Teste de espessura de película.....	28
3.3 Teste de microdureza.....	31
3.4 Sorção e solubilidade.....	32
3.5 Análise dos dados.....	33
4. Resultados	34
4.1 Espessura de película.....	35
4.2 Teste de microdureza.....	36
4.3 Sorção de líquido.....	37
4.4 Solubilidade do material.....	38
5. Discussão	40
6. Conclusões	45
Referências	47

Introdução

A demanda por restaurações estéticas em dentes anteriores tem resultado em aumento do uso das cerâmicas dentais livre de metal, pois proporcionam mimetismo das estruturas dentais, garantem a estabilidade de cor e devolvem a resistência mecânica ao dente (HARDY et al., 2021; LIU et al., 2009; RODRIGUES et al., 2017). O elevado uso de materiais indiretos em dentes anteriores também é consequência do aprimoramento das propriedades físicas das cerâmicas odontológicas, melhora nas técnicas adesivas e aperfeiçoamento dos profissionais (PALIN et al., 2008). Nestas situações, o agente cimentante é fundamental para a excelência do trabalho (RODRIGUES et al., 2017).

Os cimentos resinosos fotopolimerizáveis (conhecidos como *Veneers*) são geralmente a primeira escolha para a cimentação dos laminados cerâmicos em dentes anteriores, pois não possuem aminas terciárias que alteram a cor final da reabilitação, além de permitirem que o operador controle o tempo de trabalho (BABU et al., 2012; JASSÉ et al., 2013). No entanto, falhas na longevidade dos laminados cerâmicos podem ocorrer por diversos fatores, e dentre eles, o processo de cimentação com cimento fotopolimerizável merece destaque (GUGELMIN et al., 2020; YILDIRIM; RECEN; TEKELI SIMSEK, 2021).

Os cimentos resinosos fotopolimerizáveis são materiais ativados apenas fisicamente por luz, por meio de reações químicas, em que cadeias carbônicas são quebradas para que moléculas se unam firmemente ao polímero, resultando numa reação exotérmica (MAGNE; KNEZEVIC, 2009; SHIMOKAWA et al., 2017). O sucesso nas propriedades mecânicas, estabilidade de cor e solubilidade dos cimentos ao longo do tempo, bem como a dureza e a resistência ao estresse de compósitos resinosos (HONG et al., 2020; ILIE et al., 2017), dependem da eficiência dessa fotoativação na conversão de monômeros em polímeros (DEDE et al., 2017; GUGELMIN et al., 2020; HONG et al., 2020). Somado a isso, fatores como opacidade e espessura da cerâmica podem interferir negativamente na transmissão da luz através destes materiais, o que também pode comprometer a polimerização do agente cimentante e interferir negativamente na durabilidade do procedimento restaurador (COELHO et al., 2019; YILDIRIM; RECEN; TEKELI SIMSEK, 2021).

Diante dessas situações, as resinas compostas vêm sendo recomendadas como agente de cimentação para restaurações cerâmicas, por serem versáteis e com características ópticas similares às das estruturas dentais, que se mantêm estáveis ao longo do tempo (GOULART et al., 2018; SPAZZIN et al., 2016; YANG; SILIKAS; WATTS, 2019). Magne e Knezevic (2009) e Spazzin et al. (2016) reportaram que a carga

inorgânica presente nas resinas compostas contribuiu para o reforço mecânico da cerâmica (MAGNE; KNEZEVIC, 2009; SPAZZIN et al., 2016).

Por outro lado, se comparadas aos cimentos resinosos fotoativados, as resinas possuem menor escoamento, o que dificulta a adaptação do laminado (DA COSTA et al., 2009; LEE; UM; LEE, 2006; LIU et al., 2009). Para minimizar essa limitação, autores preconizam o preaquecimento dos compósitos resinosos à temperatura de 50 °C a 70 °C (CALHEIROS et al., 2014), para melhorar as propriedades de manuseio (melhor fluidez) (FRÓES-SALGADO et al., 2010) e diminuir a viscosidade da película com espessura reduzida (DAVARI et al., 2014). A termomodificação dos compósitos resulta em interface de cimentação mais fina, com interação mais íntima entre o agente de cimentação e a camada adesiva (GOULART et al., 2018). Acredita-se também que o aquecimento da resina composta melhore as taxas de conversão monoméricas (TAUBÖCK et al., 2015), a microdureza e a resistência à flexão, além de reduzir a infiltração marginal (FRÓES-SALGADO et al., 2010; KARACAN; OZYURT, 2019; LEMPEL et al., 2019; TOMASELLI et al., 2019; WANG; LIU; WANG, 2019).

No processo de polimerização, quanto maior a temperatura, menor o período de indução em que as moléculas do iniciador se tornam energizadas ou ativadas e iniciam a transferência de energia para moléculas do monômero (SHIMOKAWA et al., 2017; YANG; SILIKAS; WATTS, 2019). A utilização da resina composta em temperaturas maiores que a temperatura ambiente promove maior conversão imediata dos monômeros quando expostos à fonte de luz (YANG; SILIKAS; WATTS, 2019).

As resinas compostas, de modo geral, podem ser classificadas de acordo com a sua composição, no que diz respeito principalmente ao tamanho médio das partículas inorgânicas (ARCHEGAS et al., 2011). Essas partículas são responsáveis por modificações como: reforço da matriz, redução da contração de polimerização, radiopacidade do material, diminuição da absorção de água, controle da viscosidade, diminuição da contração de polimerização e da expansão térmica (D'ARCANGELO et al., 2012). Com relação ao tamanho médio das partículas, as resinas compostas podem ser classificadas como microparticuladas, híbridas, microhíbridas, nanoparticuladas, nanohíbridas e do tipo Bulk fill (ARCHEGAS et al., 2011; D'ARCANGELO et al., 2012; FERROOZ et al., 2020).

Dentre as resinas compostas que têm sido preaquecidas com a finalidade de cimentação, destacam-se os compósitos microhíbridos, nanohíbridos e Bulk fill (FERROOZ et al., 2020). Os microhíbridos possuem partículas de carga reduzidas ou sub-

microscópicas (0,4-1,0 μm) (ALJAZAIRY; MITWALLI; ALMOAJEL, 2019). Essas resinas são consideradas universais, uma vez que, podem ser usadas tanto em restaurações posteriores como em restaurações anteriores, devido às boas propriedades mecânicas, estética favorável e capacidade de polimento (ALJAZAIRY; MITWALLI; ALMOAJEL, 2019; FERROOZ et al., 2020). O preaquecimento de compósitos microhíbridos tem se mostrado adequado para cimentar restaurações cerâmicas (GUGELMIN et al., 2020).

Com o advento da nanotecnologia, alguns compósitos passaram a apresentar alto conteúdo de partículas de carga (com aproximadamente 0,02 nm na matriz resinosa), que envolvem dois tipos de partículas: nanométricas e nanoaglomeradas (HONG et al., 2020). A nanotecnologia visa conferir melhora nas na durabilidade da resina, excelência de cor, maior dureza, lisura superficial, polimento superior e alta resistência ao desgaste e solubilização (HONG et al., 2020; THALIYADETH et al., 2019).

Os compósitos denominados Bulk fill são classificados em dois tipos: baixa viscosidade (fluidos) e de alta viscosidade (esculpíveis) (ELKAFFASS et al., 2020). Esses materiais permitem a inserção de incrementos de até 4 mm e possuem como vantagem a menor contração de polimerização e maior translucidez que as demais resinas (CHESTERMAN et al., 2017; DEMIREL et al., 2021; RIZZANTE et al., 2019). Isso ocorre devido à formulação do material, que apresenta fotoiniciadores como o ivocerin (derivado do dibenzoílo germânio) associado à canforoquinona, que juntos melhoram a capacidade de polimerização do material (PALIN et al., 2003). Os fotoiniciadores são ativados pela luz, geram radicais livres e ocasionam maior transmissão de luz e alta conversão monomérica, que permite a modulação da reação de polimerização (RIZZANTE et al., 2019). A principal diferença dos compósitos Bulk fill para os demais é a translucidez, conquistada pela porcentagem pequena de partículas inorgânicas (44-55% em volume) e maior quantia de matriz orgânica, o que possibilita maior escoamento possibilitando e simplificação na manipulação e no tempo de aplicação. Além disso, esses compósitos possuem contração volumétrica com menor estresse na interface (CHESTERMAN et al., 2017).

O preaquecimento de compósitos Bulk fill é uma abordagem interessante para a redução da viscosidade transitória dessa resina, de modo que fique comparável à de um cimento, sem perder os benefícios de suas propriedades físicas (DEMIREL et al., 2021; THEOBALDO et al., 2017) e acredita-se na capacidade de gerar força de contração significativamente mais baixas do que o composto à temperatura ambiente (TAUBÖCK et al., 2015).

Considerando a escassez de trabalhos na literatura comparando diferentes compósitos resinosos, especialmente nanohíbridos e Bulk fill preaquecidos a um cimento fotopolimerizável, torna-se relevante mais estudos a fim de elucidar a aplicabilidade clínica da técnica que utiliza a termomodificação da resina composta como alternativa para a cimentação de restaurações cerâmicas.

Proposição

Objetivo geral:

Este estudo tem como objetivo avaliar as propriedades físico-químicas de compósitos, microhíbrido, nanohíbrido e Bulk fill preaquecidos com a finalidade de cimentação de restaurações estéticas indiretas em dentes anteriores e compará-las às propriedades de um agente cimentante resinoso fotoativado (controle).

Objetivos específicos:

Avaliar as propriedades físico-químicas dos compósitos preaquecidos, sendo elas:

1. Espessura de película
2. Microdureza
3. Sorção de líquido
4. Solubilidade do material

As hipóteses nulas (H0) do estudo foram:

1. Não haveria diferença estatisticamente significativa na espessura de película obtida entre os materiais preaquecidos e sem aquecimento;
2. Não haveria diferença estatisticamente significativa entre a microdureza superficial dos materiais preaquecidos e sem aquecimento;
3. Não haveria diferença estatisticamente significativa entre a sorção de líquido dos materiais preaquecidos e sem aquecimento;
4. Não haveria diferença estatisticamente significativa entre a solubilidade dos materiais preaquecidos e sem aquecimento.

Materials e Métodos

Delineamento experimental

Foram confeccionados 210 corpos-de-prova com os seguintes materiais: um cimento fotoativado Variolink Esthetic (Ivoclar Vivadent, Barueri, SP) e três resinas compostas de diferentes composições - microhíbrida (Z100, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA); nanohíbrida (IPS Empress Direct, Ivoclar Vivadent) e Bulk fill (Filtek One Bulk fill, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) (Figura 1). Os grupos das resinas compostas foram subdivididos em 2 níveis, de acordo com a termomodificação: sem preaquecimento (Saq) e com preaquecimento (Paq). As variáveis de resposta do estudo foram: Espessura de película (n=10), Microdureza (n=10) e Sorção de líquido e solubilidade do material (n=10). As Figuras 2 e 3 contém ilustrações do delineamento e do experimento. A Tabela 1 mostra as características (classificação, lote, composição e fabricante) dos materiais usados no estudo.

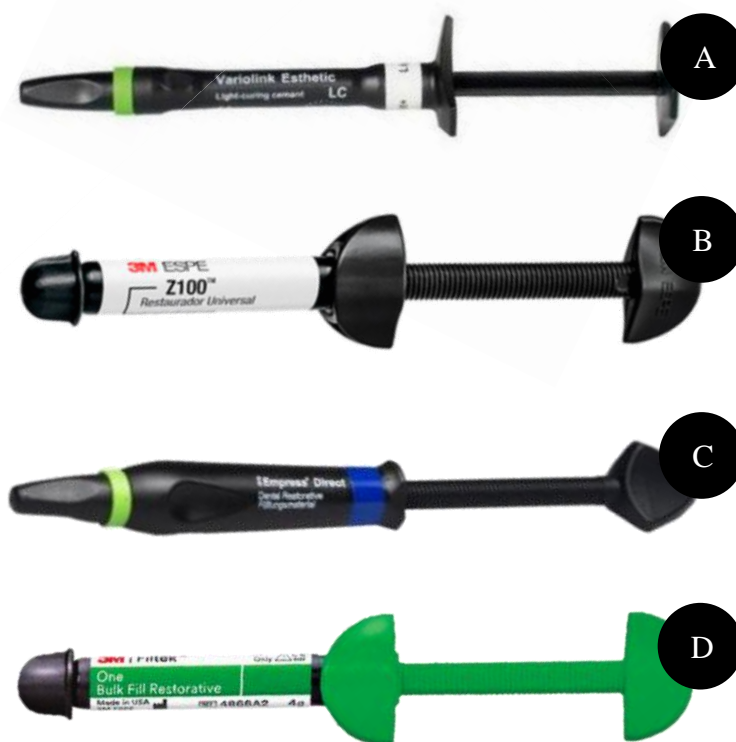


Figura 1. Materiais utilizados no experimento. 1A: Cimento fotoativado; 1B: Resina composta microhíbrida; 1C: Resina composta nanohíbrida; 1D: Resina composta Bulk fill.

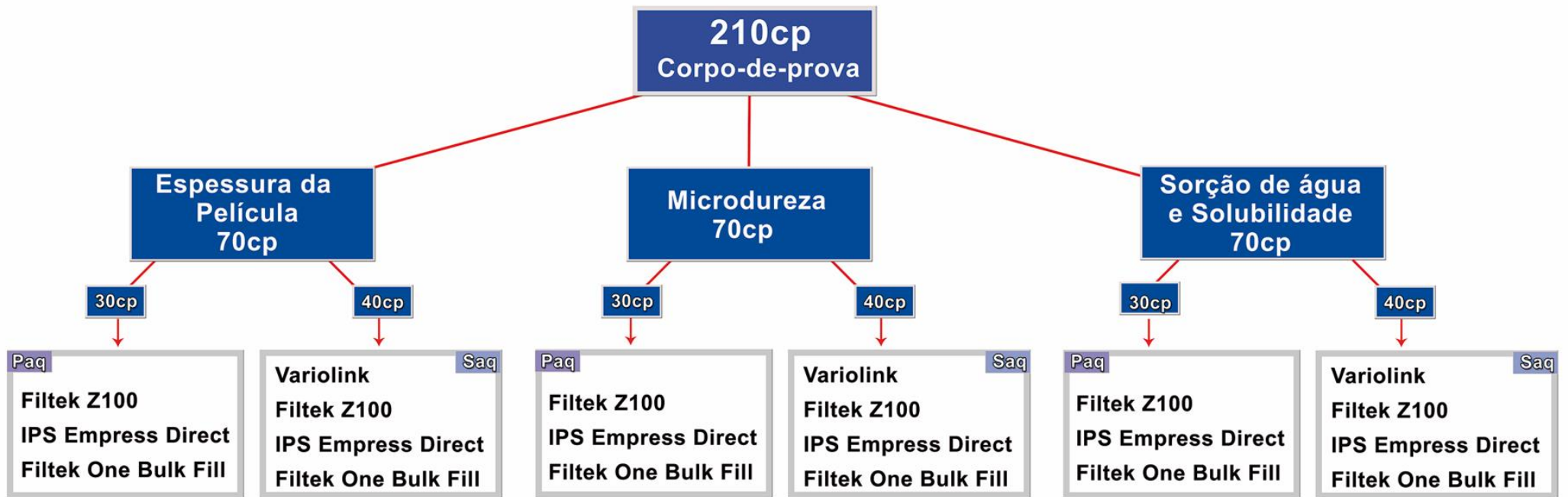


Figura 2. Delineamento ilustrativo dos grupos experimentais do estudo.

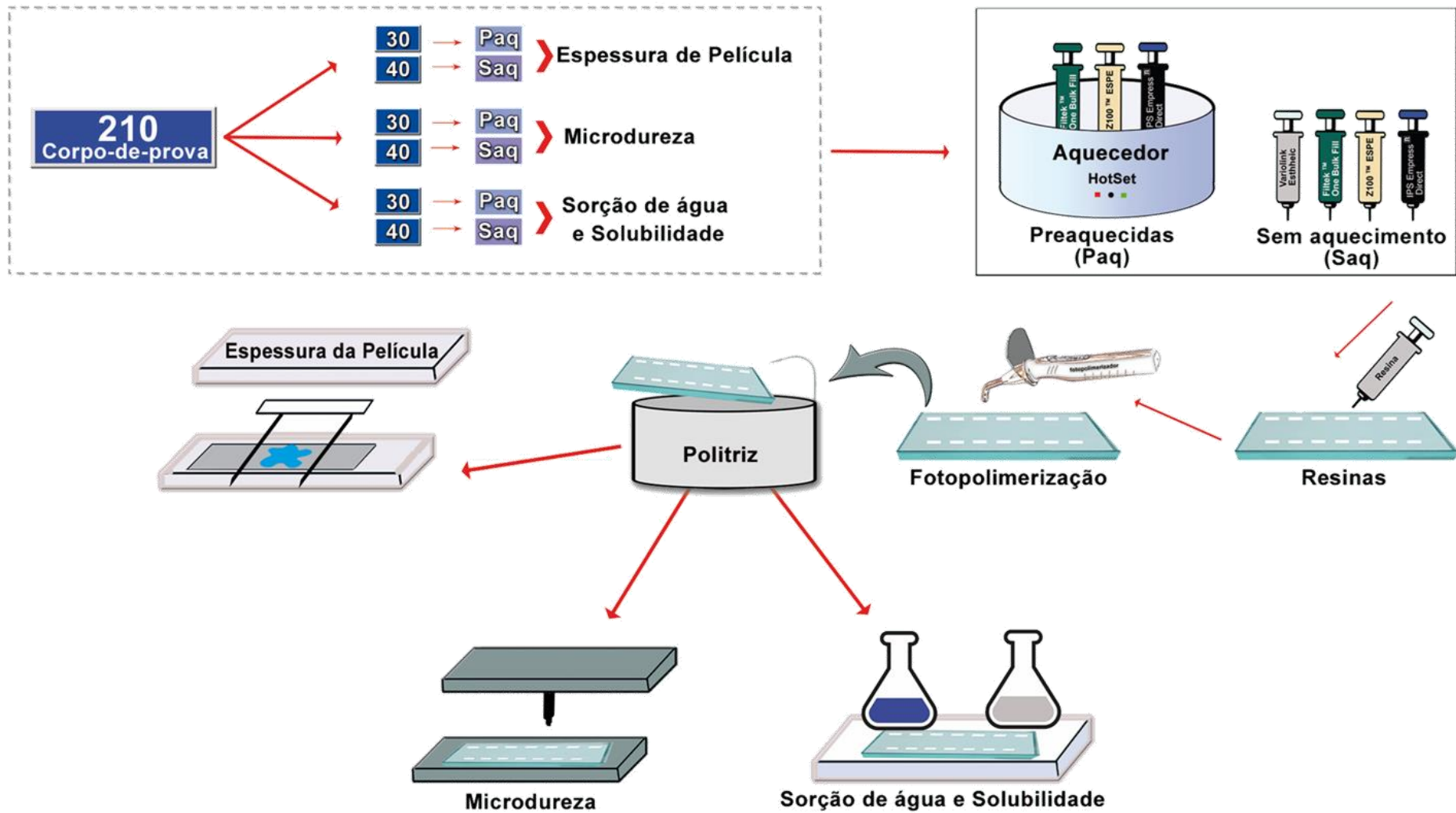


Figura 3. Fluxograma esquemático do experimento.

Tabela 1. Características dos materiais usados no estudo (classificação, lote, composição e fabricante).

Material	Composição	Fabricante
Classificação		
Lote		
Variolink Cimento Fotoativado Lote:z014zj Cor light	Dimetacrilato uretano (25-50%), - Dimetacrilato decametilano (2,5- 10%)	Ivoclar Vivadent, Schaan; Liechtenstein
Filtek Z100 Resina Microhíbrida Lote:2101800662 Cor A1	BIS-GMA, UDMA, Bis-EMA e TEGDMA Zircônia; Sílica (0,01 μm a 3,50 μm) tamanho médio de 0,6 μm ; 85% em peso; 60% em volume	3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, EUA
IPS Empress Direct Resina Nanohíbrida Lote:Y07453 Cor A1	Matriz: Bis-GMA, TEGDMA, UDMA Carga inorgânica: vidro Ba- Al-B-Si, misturadas a óxidos	Ivoclar Vivadent, Schaan; Liechtenstein
Filtek One Resina Bulk fill Lote:nc90192 Cor A1	AFM, AUDMA, UDMA e 1, 12- dodecano-DMA	3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, EUA

Teste de Espessura de película

A espessura do filme foi avaliada de acordo com a ISO 4049 (STANDARD, 2019) para componentes resinosos. Foram utilizadas duas placas de vidro para medir a espessura mínima do material. A espessura de cada placa de vidro foi medida previamente com auxílio de um paquímetro digital (Digimatic 500-197; Mitutoyo Corp, São Paulo, Brasil). Para o grupo Saq, foi pesado 0,5 g de cada compósito, com auxílio de uma balança de precisão HM-200 (A & D Engineering, Inc., Bradford, MA, EUA). Logo após, cada compósito foi posicionado no centro de uma das placas, e a segunda placa posicionada sobre o material, a uma carga vertical constante de 15 Kg, por 3 minutos. Após o tempo decorrido, foi medido novamente a espessura dessas duas placas com o paquímetro

digital, e calculada a diferença entre as duas leituras. A espessura de cada material foi lida 10 vezes e o valor médio foi registrado para cada amostra.

No grupo Paq foi utilizada a mesma metodologia citada acima. Para o preaquecimento dos compósitos, as resinas foram inseridas no aquecedor de resina (Hot Set, Technolife, Joinville, SC, Brasil), com a mesmas características do aquecedor de resina, tendo como objetivo o preaquecimento, em específico dos materiais restauradores (cerâmica ou resina), porém com a capacidade de atingir a temperatura 69 °C.

O equipamento e foi ligado 40 min antes do uso, para que alcançasse a temperatura desejada e então, os compósitos aquecidos por 5 minutos. A temperatura das resinas após o aquecimento foi monitorada com auxílio de um termômetro digital infravermelho (G-Tech, Modelo IR1DB1; Accumed Produtos Médico Hospitalares LTDA, Duque de Caxias/RJ). Para medir e calcular a espessura do grupo Paq, foi realizada a mesma metodologia que no grupo dos materiais sem aquecimento (MARCONDES et al., 2020). A Figura 4 ilustra as etapas do teste de espessura de película realizadas para o grupo Paq.



Figura 4. Etapas do teste de espessura de película. 4A: Balança de precisão; 4B: Aquecedor de resina composta; 4C: Resina entre placas de vidro sob carga; 4D: Paquímetro digital.

Teste de microdureza

A microdureza avalia a resistência do material à penetração de uma carga em área superficial específica (KINCSES et al., 2021). Nos grupos Saq, os materiais foram inseridos em matriz de teflon cilíndrica com diâmetro interno de 4 mm e espessura de 3 mm. Nos grupos Paq, o aquecedor (Hot Set da Technolife, Joinville, SC, Brasil) foi utilizado da mesma maneira que no teste de espessura de película e padronizado em todas outras análises do grupo Paq.

Os espécimes foram então cobertos por uma lâmina de dissilicato de lítio (IPS Emax Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) com 1 mm de espessura (para simular uma faceta cerâmica) e fotoativado de acordo com a recomendação de cada fabricante de cada material. Foi utilizado o aparelho (Radii Cal; SDI Limited, Bayswater, Victoria, Austrália) e a densidade de potência de luz foi aferida por meio de radiômetro (Led Radiometer; SDI, Bayswater, Victoria, Austrália) a cada 5 corpos-de-prova, e permaneceu próxima a 1200 mW/cm^2 (Figura 5).

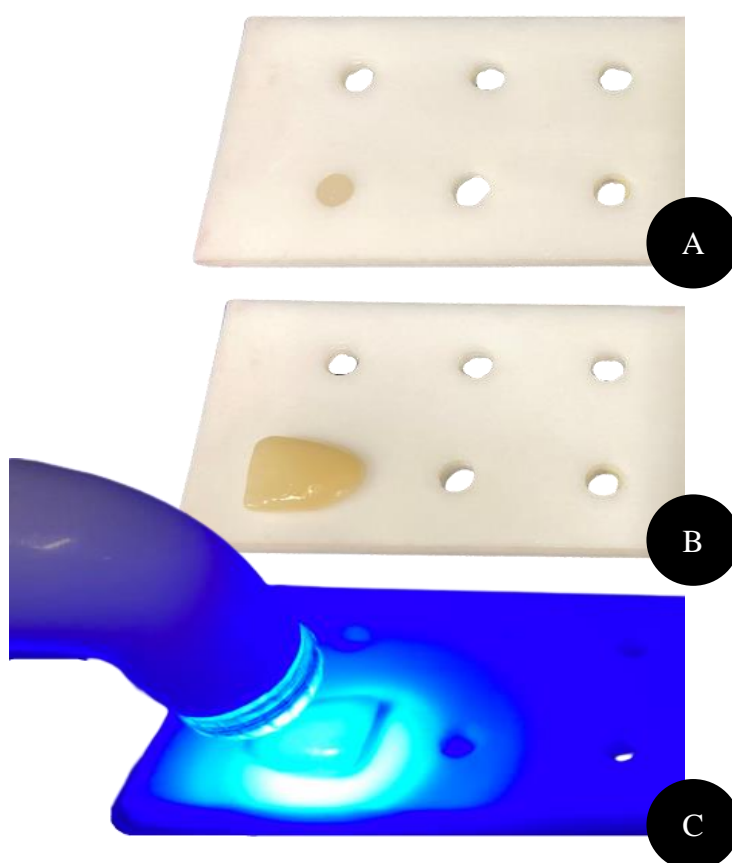


Figura 5. Confeção espécimes. 5A: E Resina em matriz de teflon; 5B: Faceta posicionada sobre o espécime; 5B: Fotopolimerização do espécime sob a faceta.

Em seguida, os espécimes foram lixados com lixa de carbeto de silício de granulação #600, em Politriz (Beta, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), até que ficassem com 2 mm de espessura. A superfície foi planificada com as granulações #800 e #1200 e polida com disco de polimento e pasta de diamante. Em cada amostra foi realizada cinco medidas na superfície (cada uma a 150 μm de distância da outra), utilizando de um penetrador de diamante para dureza Vickers, sob uma carga estática de 50 g por 45 s (Figura 6) (RODE et al., 2009).

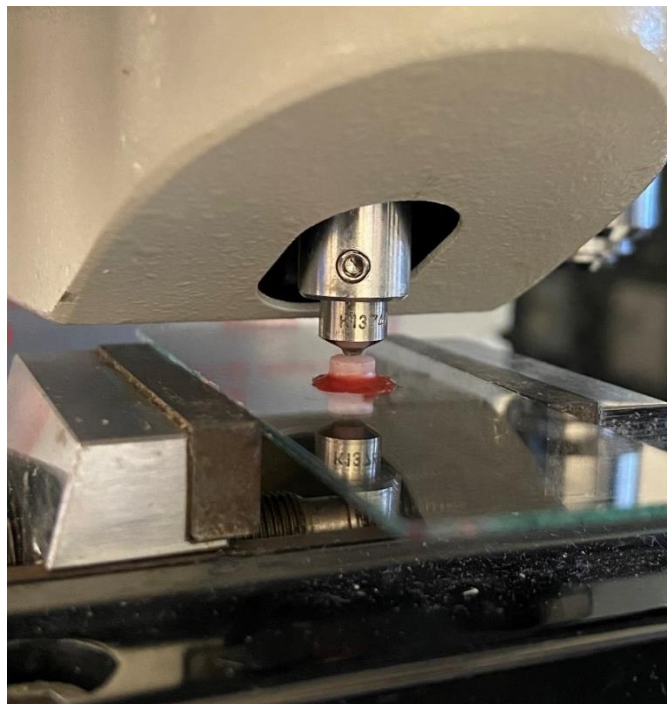


Figura 6. Espécimes submetidos ao teste de microdureza

Sorção e solubilidade

A sorção de líquido e a solubilidade do material são processos capazes de causar degradação hidrolítica das resinas compostas, à medida que ocasionam absorção de água pela matriz resinosa e solubilização dessa matriz, respectivamente (ITO et al., 2005). Esses processos foram avaliados de acordo com a ISO 4049, que determina valores de sorção de líquido menor que 40 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ e solubilidade menor que 7,5 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$, para componentes resinosos após armazenamento por 7 dias (STANDARD, 2019).

Os corpos-de-prova foram confeccionados de acordo com os protocolos descritos nos testes de microdureza. Os espécimes foram colocados em microtubos de polipropileno tipo eppendorf com volume de 1,5 ml. Em seguida, foram colocados abertos, dentro de uma estufa a 37 °C. Depois de 24 horas, os espécimes foram retirados

da estufa, colocados numa bancada à temperatura ambiente, e pesados em balança analítica (Modelo AG200; Gehaka, Indústria e Comércio Eletroeletrônica, São Paulo/SP, Brasil), que foi tarada antes de cada pesagem para obtenção da massa 1 (M1). Em seguida, foi adicionado 0,5 ml de uma solução contendo 75% de álcool etílico e 25% de água em cada microtubo (Figura 7). A solução foi escolhida por ter máxima capacidade de plastificar compósitos à base de Bis-GMA. Os frascos tampados foram novamente levados a estufa 37 °C. Depois de sete dias, foram removidos da estufa, enxutos com papel absorvente e pesados novamente, obtendo-se a massa 2 (M2). Em seguida, foram colocados novamente nos recipientes secos e voltaram para a estufa a 37°C. Vinte e quatro horas depois, foi realizada a terceira pesagem dos espécimes, para a obtenção da massa 3 (M3). Nessa mesma ocasião, com um paquímetro digital (Mitutoyo, Digimatic Caliper, Tokio, Japão), foram determinados as espessuras e os diâmetros de cada corpo de prova para o cálculo de seus volumes, utilizando-se a fórmula ($V = \pi R^2 h$). A sorção (W_{sp}) foi obtida pela fórmula $W_{sp} = M2 - M3 / V$, e a solubilidade (W_{sl}) pela fórmula $W_{sl} = M1 - M3 / V$. Os resultados foram obtidos em microgramas por milímetro cúbico (CASTRO et al., 2016).

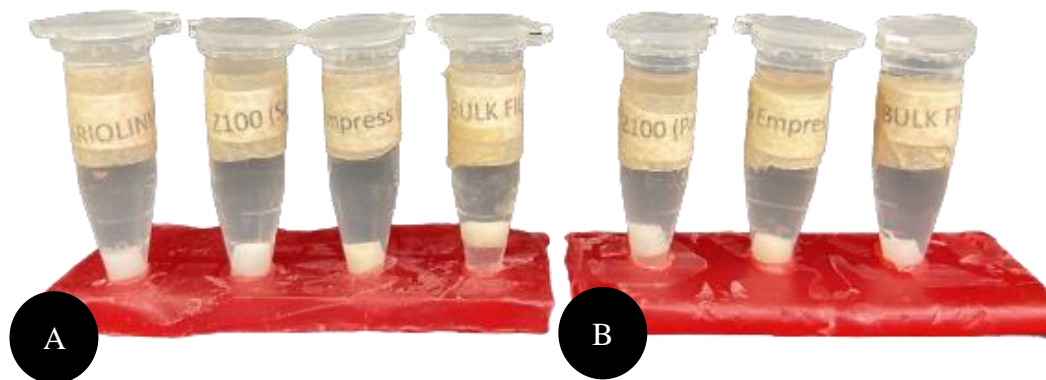


Figura 7. Espécimes imersos em solução água/álcool. 7A: Grupo Saq; 7B: Grupo Paq.

Análise dos dados

Os dados foram submetidos aos testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e homogeneidade de variância (Levene) e atenderam os pressupostos de normalidade e homogeneidade. Realizou-se então a Análise de Variância à dois critérios seguida pelo teste de Tukey HSD, quando necessário comparar os grupos. Os testes foram realizados com software *Statistical Package for Social Sciences* (SPSS v25, IBM, Armonk, NY, EUA), com nível de significância padronizado em 5%.

Resultados

Espessura de película

A Análise de Variância demonstrou diferença estatisticamente significativa ($p < 0,001$) na espessura de película entre os materiais sem aquecimento ($18,54 \pm 6,71 \mu\text{m}$ a) e preaquecidos ($6,13 \pm 0,78 \mu\text{m}$ b), sendo mais espessos os materiais sem aquecimento.

Com relação ao agente cimentante, verificou-se diferença estatisticamente significativa ($p = 0,000$) entre os materiais. O teste de Tukey demonstrou que a maior espessura de película foi encontrada para a resina Bulk fill ($17,37 \pm 4,22 \mu\text{m}$ a), seguida por resina nanohíbrida ($12,15 \pm 2,13 \mu\text{m}$ b) e resina microhíbrida ($9,89 \pm 1,26 \mu\text{m}$ b) que não apresentaram diferença entre si ($p > 0,05$). A menor espessura de película foi encontrada para o cimento resinoso fotoativado ($5,28 \pm 0,10 \mu\text{m}$ c) (Tabela 2).

Tabela 2. Médias e desvio padrões (μm) da espessura de película de cada agente cimentante, independentemente do preaquecimento.

Agente cimentante	Média \pm dp (μm)
Cimento resinoso (Variolink Veneer Esthetic/Ivoclar)	$5,28 \pm 0,10$ c
Resina microhíbrida (Filtek Z100/3M)	$9,89 \pm 1,26$ b
Resina nanohíbrida (IPS Empress Direct/Ivoclar)	$12,15 \pm 2,13$ b
Resina Bulk fill (Filtek One/3M)	$17,37 \pm 4,22$ a

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa dentro da coluna (Teste de Tukey, $p < 0,05$)

No que diz respeito à interação entre o agente cimentante e à termomodificação, houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos ($p = 0,000$).

A resina Bulk fill sem aquecimento apresentou a maior espessura de película ($70,29 \pm 2,13 \mu\text{m}$ Aa), seguida pelas resinas microhíbrida ($39,76 \pm 0,50 \mu\text{m}$ Aab) e nanohíbrida ($37,50 \pm 0,41 \mu\text{m}$ Aab) sem aquecimento, que obtiveram resultados estatisticamente semelhantes. Resultados intermediários foram encontrados para a resina Bulk fill aquecida ($21,30 \pm 0,42 \mu\text{m}$ Ba).

As espessuras das películas obtidas pelas resinas microhíbrida ($15,58 \pm 0,32 \mu\text{m}$ Bb) e nanohíbrida ($17,93 \pm 0,53 \mu\text{m}$ Bb) aquecidas foram as menores, não apresentaram diferença significativa entre si e entre o cimento resinoso fotoativado ($15,73 \pm 0,82 \mu\text{m}$ Bb) (Tabela 3).

Tabela 3. Médias e desvio padrões (μm) da espessura de película dos espécimes, considerando-se os agentes cimentantes e a termomodificação.

	Cimento resinoso	Resina microhíbrida	Resina nanohíbrida	Resina Bulk fill
Sem aquecimento	15,73 \pm 0,82 Bb	39,76 \pm 0,50 Aab	37,50 \pm 0,41 Aab	70,29 \pm 2,13 Aa
Com aquecimento	-	15,58 \pm 0,32 Bb	17,93 \pm 0,53 Bb	21,30 \pm 0,42 Ba

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa dentro da coluna ($p < 0,05$)

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa dentro da linha ($p < 0,05$)

A espessura da película obtida pela resina Bulk fill sem aquecimento ($70,29 \pm 2,13 \mu\text{m}$) ficou acima do limite de $50 \mu\text{m}$ recomendados pela ISO 4049.

Teste de microdureza

Houve diferença estatisticamente significativa ($p < 0,01$) na microdureza superficial dos materiais sem aquecimento ($95,46 \pm 13,63$ VHN a) e preaquecidos ($85,29 \pm 13,17$ VHN b), e os maiores valores foram encontrados para os materiais sem aquecimento.

Considerando-se apenas os agentes cimentantes testados, foi encontrada diferença estatisticamente significativa ($p = 0,000$) entre eles. Os maiores valores de microdureza foram obtidos para a resina Bulk fill ($108,34 \pm 5,66$ VHN a), seguido pela resina nanohíbrida ($86,60 \pm 4,20$ VHN b) e microhíbrida ($76,20 \pm 5,40$ VHN b), que não diferiram entre si. A menor microdureza superficial foi encontrada para o cimento resinoso fotoativado ($40,49 \pm 1,32$ VHN c) (Tabela 4).

Tabela 4. Médias e desvio padrões (VHN) da microdureza superficial de cada agente cimentante, independentemente do preaquecimento.

Agente cimentante	Microdureza (VHN)
Cimento resinoso (Variolink Veneer Esthetic/Ivoclar)	40,49 \pm 1,32 c
Resina microhíbrida (Filtek Z100/3M)	76,20 \pm 5,40 b
Resina nanohíbrida (IPS Empress Direct/Ivoclar)	86,60 \pm 4,20 b
Resina Bulk fill (Filtek One/3M)	108,34 \pm 5,66 a

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa dentro da mesma coluna (Teste de Tukey, $p < 0,05$)

Considerando-se a interação *agente cimentante x termomodificação*, verificou-se que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos ($p = 0,0001$). Os maiores

valores médios de microdureza foram encontrados para as resinas Bulk fill sem aquecimento ($114,00 \pm 1,87$ VHN Aa) e Bulk fill com aquecimento ($102,68 \pm 1,64$ VHN Aa), sem diferenças significantes entre si ($p > 0,05$). Valores intermediários, e estatisticamente semelhantes, de microdureza foram obtidos pelas resinas nanohíbridas com ($88,43 \pm 6,32$ VHN Ab) e sem ($90,75 \pm 3,91$ VHN Ab) aquecimento, e microhíbrida sem aquecimento ($71,56 \pm 8,36$ VHN Ab).

A resina microhíbrida com aquecimento ($50,80 \pm 6,75$ VHN Bc) apresentaram as menores médias de microdureza, estatisticamente sem diferença do cimento resinoso ($40,49 \pm 1,32$ VHN Bc) (Tabela 5).

Tabela 5. Médias e desvios padrões (VHN) do microdureza superficial dos espécimes, considerando-se os agentes cimentantes e a termomodificação.

	Cimento resinoso	Resina microhíbrida	Resina nanohíbrida	Resina Bulk fill
Sem aquecimento	$40,49 \pm 1,32$ Bc	$71,56 \pm 8,36$ Ab	$90,75 \pm 3,91$ Ab	$114,00 \pm 1,87$ Aa
Com aquecimento	-	$50,80 \pm 6,75$ Bc	$88,43 \pm 6,32$ Ab	$102,68 \pm 1,64$ Aa

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significante dentro da coluna ($p < 0,05$)

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significante dentro da linha ($p < 0,05$)

Sorção de líquido

Os valores médios de sorção de líquido não apresentaram diferença estatisticamente significante ($p = 0,1941$) entre os materiais sem aquecimento ($0,0022 \pm 0,007$ $\mu\text{g}/\text{mm}^3$) e preaquecidos ($0,0018 \pm 0,0003$ $\mu\text{g}/\text{mm}^3$).

Com relação aos diferentes tipos de agentes cimentantes, não houve diferença significante na sorção de líquido dos materiais ($p = 0,2092$), e tampouco na interação entre agente cimentante e termomodificação ($p = 0,9320$) (Tabela 6).

Tabela 6. Médias e desvios padrões ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) da sorção de líquido dos materiais com e sem preaquecimento.

	Cimento resinoso	Resina microhíbrida	Resina nanohíbrida	Resina Bulk fill
Sem aquecimento	0,0019 \pm 0,0003	0,0032 \pm 0,0006	0,0015 \pm 0,0001	0,0027 \pm 0,0009
Com aquecimento	-	0,0016 \pm 0,0002	0,0017 \pm 0,0008	0,0021 \pm 0,0005

Os valores de sorção de todos os grupos analisados permaneceram dentro das normas estabelecidas pela ISO 4049.

Solubilidade do material

A solubilidade dos materiais apresentou diferença estatisticamente significativa ($p=0,000$) entre os materiais sem aquecimento e preaquecidos. Houve diferença significativa na solubilidade dos diferentes materiais ($p=0,0023$). O cimento resinoso e a resina microhíbrida apresentaram maior solubilidade que a resina nanohíbrida e resina Bulk fill, que foram estatisticamente semelhantes entre si (Tabela 7).

Tabela 7. Média e desvio padrão ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) dos valores da solubilidade de cada agente cimentante, independentemente do pré-aquecimento.

Agente cimentante	Solubilidade ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)
Cimento resinoso (Variolink Veneer Esthetic/Ivoclar)	(0,0125 \pm 0,0057) a
Resina microhíbrida (Filtek Z100/3M)	(0,0132 \pm 0,0027) a
Resina nanohíbrida (IPS Empress Direct/Ivoclar)	(0,0081 \pm 0,0014) b
Resina Bulk fill (Filtek One/3M)	(0,0074 \pm 0,0018) b

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa dentro da coluna (Teste de Tukey, $p<0,05$)

Na interação entre agente cimentante e termomodificação, foi possível verificar que a resina microhíbrida preaquecida apresentou maior solubilidade que os demais materiais ($p<0,05$), porém não foi diferente do cimento resinoso (Tabela 8).

Tabela 8. Médias e desvios padrões ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) dos valores da solubilidade do material com e sem preaquecimento.

	Cimento resinoso	Resina microhíbrida	Resina nanohíbrida	Resina Bulk fill
Sem aquecimento	0,0125 \pm	0,00139 \pm	0,00151 \pm	0,00171 \pm
	0,0057 Bb	0,0026 Aa	0,0030 Aa	0,0016 Aa
Com aquecimento	-	0,0185 \pm	0,00173 \pm	0,00129 \pm
	-	0,0036 Bb	0,0018 Aa	0,003 Aa

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significante dentro da coluna ($p < 0,05$)

Letras minúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significante dentro da linha ($p < 0,05$)

Os valores de solubilidade de todos os grupos analisados permaneceram dentro das normas estabelecidas pela ISO 4049.

Discussão

As resinas compostas estão sendo estudadas para a cimentação adesiva de restaurações estéticas indiretas, após passarem por termomodificação (FALACHO et al., 2021; LIMA et al., 2018; CALHEIROS et al., 2014). Em comparação aos cimentos resinosos, as resinas compostas preaquecidas apresentam bom desempenho funcional e estético (AYUB et al., 2014; DA COSTA et al., 2009), estabilidade de cor, porém com menor custo (FRANÇA et al., 2021; GÜRDAL et al., 2018). A matriz orgânica das resinas compostas e dos cimentos resinosos é semelhante, mas há diferença na proporção de monômeros diluentes e quantidade de partículas inorgânicas, bem como na viscosidade desses materiais (BAROUDI; RODRIGUES, 2015).

Para a utilização de resinas compostas como agente de cimentação de laminados cerâmicos, torna-se necessário a termomodificação do material para diminuir a viscosidade (DAVARI et al., 2014; BLALOCK; HOLMES; RUEGGEBERG, 2006) e com isso, a espessura da linha de cimentação (GOULART et al., 2018). O preaquecimento das resinas tem ganhado destaque nos últimos anos por possibilitar melhor adaptação marginal e diminuir a microinfiltração de restaurações (COELHO et al., 2019; FRANÇA et al., 2021; NAGI; MOHARAM; ZAAZOU, 2015). Elkaffass et al. (2020) verificaram que o preaquecimento das resinas compostas não afetou a microdureza, tenacidade e rugosidade superficial.

Uma das propriedades de relevante importância para a eleição do agente cimentante é a espessura de película que, caso seja excessivamente alta, pode resultar no deslocamento do laminado (LIMA et al., 2018). Considerando os resultados obtidos neste estudo, verificou-se que o preaquecimento foi capaz de reduzir a espessura de película das resinas compostas, quando comparadas aos espécimes sem aquecimento. A espessura de película das resinas compostas, bem como sua viscosidade, podem variar conforme o volume de carga e tamanho de partículas (BLALOCK; HOLMES; RUEGGEBERG, 2006; FRANÇA et al., 2021; TYAS; JONES; RIZKALLA, 1998). Isso pode então explicar a maior espessura de película encontrada na resina Bulk fill em relação às resinas microhíbrida e nanohíbrida, que contém partículas diferenciadas no formato, tamanho e distribuição (TYAS; JONES; RIZKALLA, 1998).

No grupo sem aquecimento, nenhum compósito apresentou espessura próxima à do cimento, demonstrando assim a importância da elevação da temperatura do material para a utilização como agentes de cimentação. Dessa forma, a primeira hipótese nula do trabalho foi rejeitada, já que as resinas microhíbrida e nanohíbrida preaquecidas apresentaram significativa diminuição na espessura de película, obtendo resultados

estatisticamente similares à espessura do cimento. Tal resultado corrobora os obtidos por Muradov et al. (2019), que afirmaram encontrar espessura de película de resinas compostas preaquecidas comparável à do cimento resinoso. Por outro lado, Falacho et al. (2021) encontraram resultados divergentes do presente estudo, pois o cimento apresentou espessura de película inferior quando comparado a resinas compostas preaquecidas. Isso se deve provavelmente à diferença na metodologia utilizada pelos autores para a aferição da espessura, que foi feita por meio de microscopia eletrônica de varredura, além de testarem outra marca de cimento.

O processo de polimerização das resinas compostas é de extrema importância para a durabilidade do tratamento realizado, uma vez que, os monômeros não reagidos podem interferir na dureza e reduzir a resistência mecânica do material ao dente (FRANÇA et al., 2021). Portanto, é fundamental que os cimentos resinosos utilizados para a fixação de restaurações indiretas alcancem o maior grau de polimerização possível. O aumento da temperatura de pré-polimerização aumenta a molhabilidade de monômeros e radicais livres, o que resulta em melhor convergência de monômeros em polímeros, e assim melhora as propriedades físicas dos materiais (KARACOLAK et al., 2018).

O grau de conversão pode ser medido indiretamente por meio dos valores da microdureza superficial, que são utilizados como parâmetro de verificação da efetividade da polimerização (FLEMING; MAILLET, 1999). Ferracane (1985) e Conti et al. (2005) afirmaram que o aumento da dureza tem uma boa correlação com o aumento do grau de conversão. Com isso, pode-se inferir certa concordância entre o teste de microdureza realizado nesta pesquisa e o grau de conversão dos materiais aqui estudados. As resinas Bulk fill e nanohíbrida aquecidas apresentaram elevados valores de microdureza, indicando adequada polimerização de seus monômeros; o que também está de acordo com autores que avaliaram outras propriedades físicas e demonstraram aumento na resistência mecânica de resinas nanohíbrida e suprananométrica preaquecidas a 69° C (COELHO et al., 2019).

Em contrapartida, valores inferiores de microdureza foram observados na resina microhíbrida preaquecida comparada à sem aquecimento, o que difere dos resultados encontrados por Ayub et al. (2014). Tal divergência pode ser explicada pela diferença na metodologia utilizada no processo de fotopolimerização. No trabalho citado acima, a fotopolimerização dos espécimes não foi feita sob a lâmina de dissilicato de lítio. Com base nisso, a segunda hipótese nula de ausência de diferença entre a microdureza dos espécimes nos grupos experimentais foi rejeitada. Apesar disso, todas as resinas

preaquecidas permaneceram dentro do valor preconizado como mínimo ideal de microdureza Vickers (50 VHN) (SHARKEY et al., 2001).

A sorção de líquido e a solubilidade do material são processos capazes de causar degradação hidrolítica dos compósitos resinosos e, conseqüentemente, influenciarem negativamente as propriedades mecânicas destes materiais (MOGHADDASI et al., 2021; RUMMANI et al., 2021). Este aspecto é relevante na indicação das resinas compostas como agentes de cimentação, uma vez que, clinicamente pode levar à dissolução do material cimentante e prejudicar a adesão da peça indireta ao substrato dentário e da matriz resinosa à carga inorgânica (MISILLI; GÖNÜLOL, 2017).

Para análise da sorção e solubilidade, à água destilada é um solvente recomendado para materiais restauradores resinosos, pois simula o ambiente úmido intraoral, resultante da presença de saliva e água (STANDARD, 2019). A solução de 75% de etanol tem sido o solvente de escolha para simular o envelhecimento acelerado das restaurações, pois tem um parâmetro de solubilidade, que coincide com o do BisGMA (ITO et al., 2005). Quando o etanol penetra na rede polimérica provoca uma expansão da estrutura, permitindo a liberação de monômeros residuais e causando a dissolução da cadeia linear do polímero (ITO et al., 2005).

A sorção dos compósitos é afetada pela composição e hidrofiliabilidade da matriz resinosa (ALSHALI et al. 2015; MUNIZ et al., 2013). Alshali et al. (2015) avaliaram a sorção de seis compósitos Bulk fill e oito compósitos convencionais após um ano de armazenamento em água e saliva artificial. Apesar da diferença no período de armazenamento, os resultados foram semelhantes ao do nosso estudo, ou seja, houve ausência de diferença significativa nos valores de sorção em líquido para os materiais analisados. Portanto, a terceira hipótese nula do estudo foi aceita.

Com relação ao teste de solubilidade dos materiais, verificamos que a quarta hipótese nula foi rejeitada, pois os valores de solubilidade da resina microhíbrida preaquecida e do cimento resinoso foram significativamente superiores aos demais grupos experimentais. Este resultado é compatível aos menores valores de microdureza encontrados para os mesmos materiais. A degradação química das resinas compostas pode ocorrer em consequência da difusão de moléculas e de íons livres dos monômeros residuais, pela polimerização incompleta do material (LIMA et al., 2018). A esse respeito, Muniz et al. (2013) encontraram resultados divergentes dos nossos, pois o preaquecimento diminuiu a sorção e solubilidade dos compósitos testados. Essa diferença

pode ser explicada pela temperatura de aquecimento ter sido mais que o dobro da utilizada nesta pesquisa, além da diferença no tipo de resinas compostas avaliadas.

É preciso salientar que os valores de sorção e solubilidade obtidos neste estudo estiveram dentro dos padrões indicados pela ISO 4049. No entanto, essa norma não considera a utilização das resinas compostas como agentes cimentantes, A espessura da linha de cimentação é significativamente menor que a espessura de restaurações convencionais em resina composta. Esperava-se, neste estudo, que o cimento apresentasse solubilidade superior a qualquer uma das resinas. Porém, isso pode não ter ocorrido devido à alta qualidade e desempenho funcional do cimento resinoso fotoativado selecionado para esse estudo. Estudo prévio demonstrou menor quantidade de íons livres e monômeros residuais para o cimento fotoativado, e portanto, menor solubilização (LIMA et al., 2018).

Apesar da relevância apresentada pelos dados deste trabalho, houve a limitação de terem sido obtidos por ensaios laboratoriais. Sugere-se que estudos clínicos com resinas compostas preaquecidas utilizadas como agentes de cimentação sejam realizados, a fim de confirmar se esse protocolo pode ser utilizado de forma segura e eficaz para a cimentação de laminados cerâmicos.

Conclusões

De acordo com os resultados obtidos neste estudo, concluiu-se que:

- O preaquecimento das resinas compostas reduziu a espessura de película e os valores permaneceram dentro da ISO 4049;
- O preaquecimento reduziu a microdureza e aumentou a solubilidade da resina microhíbrida, tornando-a similar ao cimento resinoso;
- Os compósitos nanohíbridos e Bulk fill mantiveram estáveis a microdureza, sorção de líquidos e solubilidade após o preaquecimento.

Referências

- ALJAZAIRY, Y. H.; MITWALLI, H. A.; ALMOAJEL, N. A. The effect of polishing systems on surface roughness of nanohybrid and microhybrid resin composites. **Am J Dent**, v. 32, n. 1, p. 47–52, 2019.
- ALSHALI, R. Z.; SALIM, N. A.; SATTERTHWAITE, J. D.; SILIKAS, N. Long-term sorption and solubility of bulk-fill and conventional resin-composites in water and artificial saliva. **J Dent**, v. 43, n. 12, p. 1511–1518, 2015.
- ARCHEGAS, L. R. P.; FREIRE, A.; VIEIRA, S.; CALDAS, D. B. de M.; SOUZA, E. M. Colour stability and opacity of resin cements and flowable composites for ceramic veneer luting after accelerated ageing. **J Dent**, v. 39, n. 11, p. 804–810, 2011.
- AYUB, K. V.; SANTOS, G. C. J.; RIZKALLA, A. S.; BOHAY, R.; PEGORARO, L. F.; RUBO, J. H.; SANTOS, M. J. M. C. Effect of preheating on microhardness and viscosity of 4 resin composites. **J Can Dent Assoc**, v. 80, p. e12, 2014.
- BABU, M. R.; RAVIKIRAN, V.; VINOD, V.; SARASWATHI, D.; RAO, V. N. Comparative analysis for selection of resin luting cements based on filler content: an in vitro study. **J Contemp Dent Pract**, v. 13, n. 4, p. 481–486, 2012.
- BAROUDI, K.; RODRIGUES, J. C. Flowable Resin Composites: A Systematic Review and Clinical Considerations. **J Clin Diagn Res**, v. 9, n. 6, p. ZE18-24, 2015.
- BAYNE, S. C.; FERRACANE, J. L.; MARSHALL, G. W.; MARSHALL, S. J.; VAN NOORT, R. The Evolution of Dental Materials over the Past Century: Silver and Gold to Tooth Color and Beyond. **J Dent Res**, v. 98, n. 3, p. 257–265, 2019.
- BLALOCK, J. S.; HOLMES, R. G.; RUEGGEBERG, F. A. Effect of temperature on unpolymerized composite resin film thickness. **J Prosthet Dent**, v. 96, n. 6, p. 424–432, 2006.
- CALHEIROS, F. C.; DARONCH, M.; RUEGGEBERG, F. A.; BRAGA, R. R. Effect of temperature on composite polymerization stress and degree of conversion. **Dent Mater**, v. 30, n. 6, p. 613–618, 2014.
- CASTRO, F. L. A. De; PAZINATTO, F. B.; DE LIMA, É.; CESAR, P. F.; REGES, R. V. The effect of preheating and opacity on the sorption and solubility of a composite resin. **Gen Dent**, v. 64, n. 4, p. 57–61, 2016.
- CHESTERMAN, J.; JOWETT, A.; GALLACHER, A.; NIXON, P. Bulk-fill resin-based composite restorative materials: a review. **Br Dent J**, v. 222, n. 5, p. 337–344, 2017.
- COELHO, N. F.; BARBON, F. J.; MACHADO, R. G.; BOSCATO, N.; MORAES, R. R. Response of composite resins to preheating and the resulting strengthening of luted feldspar ceramic. **Dent Mater**, v. 35, n. 10, p. 1430–1438, 2019.

D'ARCANGELO, C.; DE ANGELIS, F.; VADINI, M.; D'AMARIO, M. Clinical evaluation on porcelain laminate veneers bonded with light-cured composite: results up to 7 years. **Clin Oral Investig**, v. 16, n. 4, p. 1071–1079, 2012.

DA COSTA, J.; MCPHARLIN, R.; HILTON, T.; FERRACANE, J. Effect of heat on the flow of commercial composites. **Am J Dent**, v. 22, n. 2, p. 92–96, 2009.

DAVARI, A.; DANESHKAZEMI, A.; BEHNIAFAR, B.; SHESHMANI, M. Effect of Pre-heating on Microtensile Bond Strength of Composite Resin to Dentin. **J Dent (Teerã)**, v. 11, n. 5, p. 569–575, 2014.

DEDE, D. Ö.; SAHIN, O.; ÖZDEMİR, O. S.; YILMAZ, B.; CELIK, E.; KÖROĞLU, A. Influence of the color of composite resin foundation and luting cement on the final color of lithium disilicate ceramic systems. **J Prosthet Dent**, v. 117, n. 1, p. 138–143, 2017.

DEMIREL, G.; ORHAN, A. I.; IRMAK, O.; AYDIN, F.; BÜYÜKSUNGUR, A.; BILECENOĞLU, B.; ORHAN, K. Effects of Preheating and Sonic Delivery Techniques on the Internal Adaptation of Bulk-fill Resin Composites. **Oper Dent**, v. 46, n. 2, p. 226–233, 2021.

ELKAFFASS, A.-A.; ELTOUKHY, R.-I.; ELNEGOLY, S.-A.-E.; MAHMOUD, S.-H. Influence of preheating on mechanical and surface properties of nanofilled resin composites. **J Clin Exp Dent**, v. 12, n. 5, p. e494–e500, 2020.

FEROOZ, M.; BAGHERI, R.; JAFARPOUR, D.; BURROW, M. F. Physical Properties of Nanohybrid and Microhybrid Resin Composites Subjected to an Acidic Environment: A Laboratory Study. **Oper Dent**, v. 45, n. 3, p. E105–E113, 2020.

FLEMING, M. G.; MAILLET, W. A. Photopolymerization of composite resin using the argon laser. **J Can Dent Assoc**, v. 65, n. 8, p. 447–450, 1999.

FRANÇA, F. M.; TENUTI, J. G.; BROGLIO, I. P.; PAIVA, L. E.; BASTING, R. T.; TURSSI, C. P.; DO AMARAL, F. L.; REIS, A. F.; VIEIRA-JUNIOR, W. F. Low- and high-viscosity bulk-fill resin composites: a comparison of microhardness, microtensile bond strength, and fracture strength in restored molars. **Acta Odontol Latinoam**, v. 34, n. 2, p. 173–182, 2021.

FRÓES-SALGADO, N. R.; SILVA, L. M.; KAWANO, Y.; FRANCCI, C.; REIS, A.; LOGUERCIO, A. D. Composite pre-heating: effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties. **Dent Mater**, v. 26, n. 9, p. 908–914, 2010.

GOULART, M.; BORGES VELEDA, B.; DAMIN, D.; BOVI AMBROSANO, G. M.; COELHO DE SOUZA, F. H.; ERHARDT, M. C. G. Preheated composite resin used as a

luting agent for indirect restorations: effects on bond strength and resin-dentin interfaces. **Int J Esthet Dent**, v. 13, n. 1, p. 86–97, 2018.

GUGELMIN, B. P.; MIGUEL, L. C. M.; BARATTO FILHO, F.; CUNHA, L. F. Da; CORRER, G. M.; GONZAGA, C. C. Color Stability of Ceramic Veneers Luted With Resin Cements and Pre-Heated Composites: 12 Months Follow-Up. **Braz Dent J**, v. 31, n. 1, p. 69–77, 2020.

GÜRDAL, I.; ATAY, A.; EICHBERGER, M.; CAL, E.; ÜSÜMEZ, A.; STAWARCZYK, B. Color change of CAD-CAM materials and composite resin cements after thermocycling. **J Prosthet Dent**, v. 120, n. 4, p. 546–552, 2018.

HARDY, C. M. F.; LANDREAU, V.; VALASSIS, M.; MERCELIS, B.; DE MUNCK, J.; VAN MEERBEEK, B.; LEPRINCE, J. Mini-iFT Confirms Superior Adhesive Luting Performance using Light-curing Restorative Composites. **J Adhes Dent**, v. 23, n. 6, p. 539–548, 2021.

HONG, G.; YANG, J.; JIN, X.; WU, T.; DAI, S.; XIE, H.; CHEN, C. Mechanical Properties of Nanohybrid Resin Composites Containing Various Mass Fractions of Modified Zirconia Particles. **Int J Nanomedicine**, v. 15, p. 9891–9907, 2020.

ILIE, N.; HILTON, T. J.; HEINTZE, S. D.; HICKEL, R.; WATTS, D. C.; SILIKAS, N.; STANSBURY, J. W.; CADENARO, M.; FERRACANE, J. L. Academy of Dental Materials guidance-Resin composites: Part I-Mechanical properties. **Dent Mater**, v. 33, n. 8, p. 880–894, 2017.

ITO, S.; HASHIMOTO, M.; WADGAONKAR, B.; SVIZERO, N.; CARVALHO, R. M.; YIU, C.; RUEGGERBERG, F. A.; FOULGER, S.; SAITO, T.; NISHITANI, Y.; YOSHIYAMA, M.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. **Biomaterials**, v. 26, n. 33, p. 6449–6459, 2005.

JASSÉ, F. F.; DE CAMPOS, E. A.; LEFEVER, D.; DI BELLA, E.; SALOMON, J. P.; KREJCI, I.; ARDU, S. Influence of filler charge on gloss of composite materials before and after in vitro toothbrushing. **J Dent**, v. 41 Suppl 5, p. e41-4, 2013.

KARACAN, A. O.; OZYURT, P. Effect of preheated bulk-fill composite temperature on intrapulpal temperature increase in vitro. **J Esthet Restor Dent**, v. 31, n. 6, p. 583–588, 2019.

KARACOLAK, G.; TURKUN, L. S.; BOYACIOGLU, H.; FERRACANE, J. L. Influence of increment thickness on radiant energy and microhardness of bulk-fill resin composites. **Dent Mater J** v. 37, n. 2, p. 206–213, 2018.

KINCSES, D.; BÖDDI, K.; ÓRI, Z.; LOVÁSZ, B. V.; JEGES, S.; SZALMA, J.; KUNSÁGI-MÁTÉ, S.; LEMPEL, E. Pre-Heating Effect on Monomer Elution and Degree of Conversion of Contemporary and Thermoviscous Bulk-Fill Resin-Based Dental Composites. **Polymers (Basel)**, v. 13, n. 20, 2021.

LEE, J.-H.; UM, C.-M.; LEE, I. Rheological properties of resin composites according to variations in monomer and filler composition. **Dent Mater**, v. 22, n. 6, p. 515–526, 2006.

LEMPEL, E.; ÓRI, Z.; SZALMA, J.; LOVÁSZ, B. V.; KISS, A.; TÓTH, Á.; KUNSÁGI-MÁTÉ, S. Effect of exposure time and pre-heating on the conversion degree of conventional, bulk-fill, fiber reinforced and polyacid-modified resin composites. **Dent Mater**, v. 35, n. 2, p. 217–228, 2019.

LIMA, M. O.; CATELAN, A.; MARCHI, G. M.; LIMA, D. A.; MARTINS, L. R.; AGUIAR, F. H. Influence of pre-heating and ceramic thickness on physical properties of luting agents. **J Appl Biomater Funct Mater**, v. 16, n. 4, p. 252–259, 2018.

LIU, H.-L.; LIN, C.-L.; SUN, M.-T.; CHANG, Y.-H. Numerical investigation of macro- and micro-mechanics of a ceramic veneer bonded with various cement thicknesses using the typical and submodeling finite element approaches. **J Dent**, v. 37, n. 2, p. 141–148, 2009.

MAGNE, P.; KNEZEVIC, A. Thickness of CAD-CAM composite resin overlays influences fatigue resistance of endodontically treated premolars. **Dent Mater**, v. 25, n. 10, p. 1264–1268, 2009.

MARCONDES, R. L.; LIMA, V. P.; BARBON, F. J.; ISOLAN, C. P.; CARVALHO, M. A.; SALVADOR, M. V.; LIMA, A. F.; MORAES, R. R. Viscosity and thermal kinetics of 10 preheated restorative resin composites and effect of ultrasound energy on film thickness. **Dent Mater**, v. 36, n. 10, p. 1356–1364, 2020.

MISILLI, T.; GÖNÜLOL, N. Water sorption and solubility of bulk-fill composites polymerized with a third generation LED LCU. **Braz Oral Res**, v. 31, p. e80, 2017.

MOGHADDASI, N.; TAVALLALI, M.; JAFARPOUR, D.; FEROOZ, R.; BAGHERI, R. The Effect of Nanofilled Resin-Base Coating on the Mechanical and Physical Properties of Resin Composites. **Eur J Dent**, v. 15, n. 2, p. 202–209, 2021.

MUNIZ, G. R.; SOUZA, E.; RAPOSO, C.; SANTANA, I. Influence of heat treatment on the sorption and solubility of direct composite resins. **Indian J Dent Res**, v. 24, n. 6, p. 708–712, 2013.

NAGI, S. M.; MOHARAM, L. M.; ZAAZOU, M. H. Effect of resin thickness, and curing time on the micro-hardness of bulk-fill resin composites. **J Clin Exp Dent**, v. 7, n. 5, p. e600-4, 2015.

PALIN, W. M.; FLEMING, G. J. P.; BURKE, F. J. T.; MARQUIS, P. M.; RANDALL, R. C. Monomer conversion versus flexure strength of a novel dental composite. **J Dent**, v. 31, n. 5, p. 341–351, 2003.

PALIN, W. M.; SENYILMAZ, D. P.; MARQUIS, P. M.; SHORTALL, A. C. Cure width potential for MOD resin composite molar restorations. **Dent Mater**, v. 24, n. 8, p. 1083–1094, 2008.

RIZZANTE, F. A. P.; MONDELLI, R. F. L.; FURUSE, A. Y.; BORGES, A. F. S.; MENDONÇA, G.; ISHIKIRIAMA, S. K. Shrinkage stress and elastic modulus assessment of bulk-fill composites. **J Appl Oral Sci**, v. 27, p. e20180132, 2019.

RODE, K. M.; DE FREITAS, P. M.; LLORET, P. R.; POWELL, L. G.; TURBINO, M. L. Micro-hardness evaluation of a micro-hybrid composite resin light cured with halogen light, light-emitting diode and argon ion laser. **Lasers Med Sci**, v. 24, n. 1, p. 87–92, 2009.

RODRIGUES, R. B.; LIMA, E. De; ROSCOE, M. G.; SOARES, C. J.; CESAR, P. F.; NOVAIS, V. R. Influence of Resin Cements on Color Stability of Different Ceramic Systems. **Braz Dent J**, v. 28, n. 2, p. 191–195, 2017.

RUMMANI, G.; IDE, K.; HOSAKA, K.; TICHY, A.; ABDU, A.; OTSUKI, M.; NAKAJIMA, M. Regional ultimate tensile strength and water sorption/solubility of bulk-fill and conventional resin composites: The effect of long-term water storage. **Dent Mater J**, v. 40, n. 6, p. 1394–1402, 2021.

SHARKEY, S.; RAY, N.; BURKE, F.; ZIADA, H.; HANNIGAN, A. Surface hardness of light-activated resin composites cured by two different visible-light sources: an in vitro study. **Quintessence Int**, v. 32, n. 5, p. 401–405, 2001

SHIMOKAWA, C.; SULLIVAN, B.; TURBINO, M. L.; SOARES, C. J.; PRICE, R. B. Influence of Emission Spectrum and Irradiance on Light Curing of Resin-Based Composites. **Oper Dent**, v. 42, n. 5, p. 537–547, 2017.

SPAZZIN, A. O.; GUARDA, G. B.; OLIVEIRA-OGLIARI, A.; LEAL, F. B.; CORRER-SOBRINHO, L.; MORAES, R. R. Strengthening of Porcelain Provided by Resin Cements and Flowable Composites. **Oper Dent**, v. 41, n. 2, p. 179–188, 2016.

STANDARD, I. Dentistry - Polymer-based restorative materials, 2019.

TAUBÖCK, T. T.; TARLE, Z.; MAROVIC, D.; ATTIN, T. Pre-heating of high-viscosity bulk-fill resin composites: effects on shrinkage force and monomer conversion. **J Dent**, v. 43, n. 11, p. 1358–1364, 2015.

THALIYADETH, L. B.; CHAKRAVARTHY, D.; NEELAMURTHY, P. S.; SELVAPANDIANE, V.; JAYADEVAN, A.; DIMPLE, N. Comparative Evaluation of Color Stability of Nanohybrid Direct and Indirect Resin-based Composites to Indian Spices: An In Vitro Study. **J Contemp Dent Pract**, v. 20, n. 9, p. 1071–1076, 2019.

THEOBALDO, J. D.; AGUIAR, F. H. B.; PINI, N. I. P.; LIMA, D. A. N. L.; LIPORONI, P. C. S.; CATELAN, A. Effect of preheating and light-curing unit on physicochemical properties of a bulk fill composite. **Clin Cosmet Investig Dent**, v. 9, p. 39–43, 2017.

TOMASELLI, L. de O.; OLIVEIRA, D. C. R. S. De; FAVARÃO, J.; SILVA, A. F. Da; PIRES-DE-SOUZA, F. de C. P.; GERALDELI, S.; SINHORETI, M. A. C. Influence of Pre-Heating Regular Resin Composites and Flowable Composites on Luting Ceramic Veneers with Different Thicknesses. **Braz Dent J**, v. 30, n. 5, p. 459–466, 2019.

TYAS, M. J.; JONES, D. W.; RIZKALLA, A. S. The evaluation of resin composite consistency., England, v. 14, n. 6, p. 424–428, 1998.

WANG, R.; LIU, H.; WANG, Y. Different depth-related polymerization kinetics of dual-cure, bulk-fill composites. **Dent Mater**, v. 35, n. 8, p. 1095–1103, 2019.

YANG, J.; SILIKAS, N.; WATTS, D. C. Pre-heating effects on extrusion force, stickiness and packability of resin-based composite. **Dent Mater**, v. 35, n. 11, p. 1594–1602, 2019.

YILDIRIM, B.; RECEN, D.; TEKELI SIMSEK, A. Effect of cement color and tooth-shaded background on the final color of lithium disilicate and zirconia-reinforced lithium silicate ceramics: An in vitro study. **J Esthet Restor Dent**, v. 33, n. 2, p. 380–386, 2021.