



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

ALEXANDRE ABDALLA ALONSO

**EFEITO DA TERMOCICLAGEM EM DIFERENTES SOLUÇÕES NAS
PROPRIEDADES FÍSICAS E QUÍMICAS DOS MATERIAIS
RESINOSOS**

2018

ALEXANDRE ABDALLA ALONSO

**EFEITO DA TERMOCICLAGEM EM DIFERENTES SOLUÇÕES NAS
PROPRIEDADES FÍSICAS E QUÍMICAS DOS MATERIAIS RESINOSOS**

Tese apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR, pelo Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA.

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desenvolvimento de Biomateriais e Novas Tecnologias em Odontologia.

Orientador: Prof. Adj. Rubens Nisie Tango

São José dos Campos

2018

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2019]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Alonso, Alexandre Abdalla

Efeito da termociclagem em diferentes soluções nas propriedades físicas e químicas dos materiais resinosos / Alexandre Abdalla Alonso. - São José dos Campos : [s.n.], 2018.
41 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2018.

Orientador: Rubens Nisie Tango.

1. Cimentos adesivos. 2. Resinas compostas. 3. Degradação hidrolítica. 4. Espectroscopia no infravermelho - Fourier. 5. Termociclagem. I. Tango, Rubens Nisie, orient. II. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. III. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. IV. Universidade Estadual Paulista (Unesp). V. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Adj. Rubens Nisie Tango (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos/SP

Prof. Ass. Lucas Hian da Silva

Universidade Cidade de São Paulo (Unicid)

Faculdade de Odontologia

Campus de São Paulo/SP

Profa. Dra. Marina Amaral

Universidade de Taubaté (Unitau)

Faculdade de Odontologia

Campus de Taubaté/SP

Prof. Adj. Lafayette Nogueira Junior

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos/SP

Profa. Dra. Marília Gabriela de Oliveira Lopes

Universidade Vale do Paraíba (Univap)

Faculdade de Odontologia

Campus de São José dos Campos/SP

São José dos Campos, 18 de dezembro de 2018.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a VIDA.

*Como é bom estar aqui
Em meio a tantas provas
Saber que posso confiar
Em meu Senhor
E acreditar
Que Ele nunca faltará
A tempestade vai passar
Por sobre as ondas, confiante andarei
Tribulações, vencerei
E as aflições, superarei
Deus provê
Eu sei que proverá
Nesse bravo mar da vida
Ventos vêm me atormentar
Nesta rocha firme e forte
Que é meu Deus
Não temerei
Nele posso confiar*

Aos meus pais, Aurelio e Suraya, pelo incentivo, apoio, orientações, por tudo, sempre os amarei.

Aos meus irmãos Aurelio e Alberto, pela nossa união, zelo, respeito, cumplicidades.

A Jana D árc Azzi, tantas diferenças e ao mesmo tempo caminhamos juntos pela Vida.

Ao Aruã, este período de ausências não volta; acredito que somos fortes, inteligentes, e superamos esta fase, agora sempre juntos.

A Kira, uma pedra preciosa, desde o primeiro dia, Te Amo.

Aos sobrinhos Artur e Ravi,

A sobrinha Mel

AGRADECIMENTOS

À Deus, pelo dom da Vida.

Ao Orientador Prof Adj. **Rubens Nisie Tango**, pela parceria e orientações no desenvolvimento desta pesquisa.

Ao Instituto de Ciências e Tecnologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Unesp, sob direção do diretor, Prof. Tit. **Estevão Tomomitsu. Kimpura** e da vice-diretora, Profa Adj. **Rebeca Di Nicoló**.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora coordenado pelo Prof. Adj. **Alexandre Luiz Souto Borges** e ao coordenador da especialidade prótese dentária Prof. Tit. **Marco Antonio Bottino**.

Aos Professores do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, do Instituto de Ciências e Tecnologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Unesp.

Aos Professores desta banca examinadora: Profa. **Marília Gabriela de Oliveira Lopes**, Profa. **Marina Amaral**, Prof. **Lafayette Nogueira Junior.**, Prof. **Lucas Hian da Silva** pela estimada presença e disponibilizarem o tempo precioso para lerem este trabalho, realizarem considerações, observações, arguições; meu reconhecimento, gratidão.

A todos os Professores que passaram na minha vida.

Ao Prof. **Paulo César**, da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, FOU SP, pelas conversas, apoio, exemplo de pessoa, Professor.

A Profa **Marina Amaral** pelo apoio, incentivo, e resolução de dúvidas.

Aos colegas e amigos da pós-graduação.

A aluna de iniciação científica, **Ana Paula Sodré**.

Aos Pacientes do Instituto de Ciências e Tecnologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Unesp.

A Equipe Técnica do Departamento de Prótese Dentária **Márcio Eduardo Marques, Tháís Cachuté Paradella, Fernando Pontes, Marco Antônio C Alfredo, Lilian Maria de a. Vilela, Juliane Damasceno** e ao **Marcos Vestali** (in memorian).

Aos Funcionários da Seção de Pós-Graduação **Bruno Shiguemitsu Marques Tanaka, Ivan Damasceno, Sandra Mara Cordeiro, Caroline Lourenço Rei**.

A Equipe de Segurança do Instituto de Ciências e Tecnologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Unesp.: Senhor **Aluizio Sérgio da Silva, Edmilson Aparecido da Silva, Fernando Eduardo Pereira Filho, Marco Aurélio Moreira Diniz**.

A Equipe de Informática do Instituto de Ciências e Tecnologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Unesp.

A Equipe da Biblioteca do Instituto de Ciências e Tecnologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Unesp, **Silvana Alvarez, Renata A. Couto Martins, Ana Paula S. C. S. Matozzo Durante, Jacqueline Carara, Maria das Dores Nogueira, Raphael Lopes da Cunha, Sonia Maria Reis, Deise Reis, Beatriz Galvão Nogueira, Lucas Raphael Pessota**.

A Equipe de Transporte do Instituto de Ciências e Tecnologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Unesp, motoristas Srs. **José Rubens Parreiral, Paulo Renato da Silva Dias**.

À Seção Técnica Acadêmica e à Comissão de Pesquisa, em nome de **Carlos Alberto Guedes e Michele Ramos dos Santos**, agradeço pelos atendimentos, dúvidas, prestatividade, atenção.

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes), pela bolsa concedida durante o curso, demanda social e pela bolsa sanduíche: número do processo: 88881.132645/2016-01.

A Profa: **Eliandra de Sousa Trichês** e ao Prof. **Manuel Henrique Lentes**, da Universidade Federal de São Paulo - Unifesp, Campus de São José dos Campos, SP, nas análises de dilatação térmica.

Ao Departamento de Ciência e Tecnologia da Aeronáutica - DCTA, Instituto de Aeronáutica e Espaço - IAE, a Engenheira Doutora **Elisabeth Mattos** e ao Técnico **Milton Diniz**, pelo suporte e análise em ftir/uatr.

Ao Departamento de Ciência e Tecnologia da Aeronáutica - DCTA, Instituto de Estudos Avançados - IEAv, Ten Ribeiro (**Vitor Ribeiro Jardim**) e Ten Moraes (**Erasmão Cardoso De Faria Moraes**) pelo auxílio e análise das nanodureza dos materiais.

A Universidade Friedrich Alexander Universitat, FAU, Erlangen, a Faculdade de Odontologia, Diretor Prof. Dr. Med Dent. **Anselm Petschelt**, ao Laboratório de Biomateriais Dentários, Clínica Odontológica 1 - Dentística Operatória E Periodontologia, Prof. Dr. Eng. **Ulrich Lohbauer**, Dr. **Renan Belli**, **Grit Stein**, **Gudrun Amberger**, **Martina Schachtner**, **Michel Riedl**, pelo auxílio, conhecimentos, oportunidades, aprendizado, muito obrigado.

Ao **Wesley Galvão** e ao grupo de “doutorado Alemanha”, dúvidas, conselhos, legislações, burocracias, tecnicamente não foi fácil, ..., mas superamos os obstáculos.

A todos que direta ou indiretamente fizeram parte desse trabalho.

“Insanidade é fazer sempre a mesma coisa e esperar resultados diferentes.”

Albert Einstein 1879-1955

A Crise

“Tempos difíceis criam homens fortes.

Homens fortes criam tempos fáceis.

Tempos fáceis criam homens fracos.

Homens fracos criam tempos difíceis.”

(Provérbio Oriental)

SUMÁRIO

RESUMO.....	11
ABSTRACT	12
1 INTRODUÇÃO.....	17
2 ARTIGO	20
3 CONSIDERAÇÕES GERAIS.....	42
REFERENCIAS.....	43

Alonso AA. Efeito da termociclagem em diferentes soluções nas propriedades físicas e químicas dos materiais resinosos [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2018.

RESUMO

Os estudos em laboratório devem ser realizados para verificar e comprovar a eficácia destes novos materiais, equipamentos, técnicas e tecnologias, e sendo considerados aprovados, uma outra etapa *in vivo* deverá ser realizada. O advento da odontologia adesiva já causou profundas mudanças na prática da odontologia. A proposta deste trabalho foi avaliar *in vitro*, o efeito da termociclagem, em diferentes temperaturas (5°C, 55°C), soluções (água destilada, óleo mineral), quantidade de ciclos (500, 5.000, 10.000), utilizando um material restaurador universal nanohíbrido fotopolimerizável contendo carga inorgânica em uma matriz de metacrilato e um sistema de cimentação à base de resina composta de polimerização dual. A finalidade da termociclagem é o envelhecimento dos materiais pelo mecanismo do “choque térmico”. O objetivo deste trabalho foi demonstrar se a termociclagem interfere ou não nas propriedades físicas e químicas destes materiais. Foram confeccionados 90 corpos de prova (cp) de cada material, cinco de cada grupo, (cpC_{Rc} = corpos de prova do cimento resinoso com Y-TZP, cpC_{Rs} = corpos de prova do cimento resinoso sem Y-TZP, e cpRC = corpos de prova da resina composta), que foram armazenados em água destilada, até o início da termociclagem. Estes espécimes receberam o tratamento térmico (nas distintas soluções) e após este evento foram realizadas as mensurações de massa, rugosidade, nanodureza e avaliações em MEV/ EDS, FTIR/UATR. Os dados obtidos foram submetidos ao teste Anova três fatores ($\alpha = 0,05$). Os grupos cpC_{Rc}, cpC_{Rs}, cpRC não apresentaram alterações e ou modificações nas propriedades físicas e químicas dos materiais, independentemente do tipo de ciclagem, solução, temperatura e número de ciclos. Portanto, o uso da termociclagem, nas temperaturas de (5°C, 55°C), diferentes soluções (água destilada, óleo mineral), quantidade de ciclos (500, 5.000, 10.000) não foi observado o envelhecimento térmico para estes materiais.

Palavras-chave: Cimentos adesivos. Resinas compostas. Degradação hidrolítica. Espectroscopia no infravermelho - Fourier. Termociclagem.

Alonso AA. *Effect of thermocycling on different solutions on the physical and chemical properties of resinous materials*. [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2018.

ABSTRACT

Laboratory studies should be performed to verify and prove the efficacy of these new materials, equipment, techniques and technologies, and being considered approved, another *in vivo* step should be performed. The advent of adhesive dentistry has already caused profound changes in the practice of dentistry. The determination of bond strength of dentin adhesives is a matter of great importance and interest in our profession. The purpose of this work is to evaluate *in vitro* the effect of thermocycling at different temperatures (5 °C, 55 °C), solvents (distilled water, mineral oil), number of cycles (500, 5.000, 10.000) and a universal nano-hybrid restorative light-curing material with contains inorganic fillers in a methacrylate matrix and a dual-curing composite-based luting system for permanent adhesive luting. The purpose of thermocycling is thermal and hydrolytic degradation; and the objective of this work is to demonstrate if the thermocycling interferes or not in the study in the physical and chemical properties. A metal matrix was produced to make the specimens (sp). A total of 90 (sp) from each material, five from each group, were prepared (BFX-C = YTZP with resin cement sp, BFX-S = YTZP without resin cement sp, and GRD = composite resin specimens) which were stored in distilled water until the beginning of the thermocycling. The sp received the thermal treatment (the different solvents) and after this event were reached the messages of mass, roughness, hardness. and evaluations in SEM / EDS, FTIR / UATR. Data were obtained from the Anova test ($\alpha = 0.05$). The groups BFX-C, BFX-S, GRD are the parameters keys and physical properties of the materials, regardless of the type of cycling, solvent, temperature and number of cycles. Therefore, the use of thermocycling, at temperatures of 5 °C, 55 °C, different solvents, mineral oil, amount of heat (500, 5,000, 10,000) was not observed in the thermal heat for these materials.

Keywords: Adhesive cements. Composite resins. Hydrolytic degradation. Infrared spectroscopy – Fourier. Thermocycling.

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de materiais adesivos, associado aos conceitos de prevenção e promoção de saúde, permitiu a evolução da odontologia restauradora baseada na extensão preventiva associada ao uso de formas de retenção e resistência, para uma odontologia baseada na manutenção de estrutura dental hígida (Abdalla, Davidson, 1993; Baratieri et al., 1998).

O atual estado das resinas compostas odontológicas inclui grande variedade de materiais com uma ampla gama de propriedades mecânicas, características de manipulação e possibilidades estéticas. Os materiais disponíveis para uso clínico são de alta qualidade e quando usados adequadamente, podem fornecer excelentes resultados clínicos de longevidade adequada (Ferracane, 2011). Muitos dos testes de resinas compostas são projetados para avaliar várias propriedades como resistência, dureza, e resistência ao desgaste ou deformação. Os métodos para definir o módulo elástico, tenacidade à fratura, fadiga, dureza, lascamento, tipos de desgaste, foram recentemente revisados, auxiliando o pesquisador na escolha do método adequado para avaliar as principais propriedades das resinas compostas (Ilie et al., 2017). Existe pouca informação na literatura sobre o comportamento mecânico das resinas compostas e do cimento resinoso envelhecidos, tais como DC, microdureza e flexão força, e como esses parâmetros estão relacionados a diferentes graus de envelhecimento (Ghavami-Lahiji et al., 2018).

A expansão higroscópica dos materiais é um fator a ser observado, pois esta propriedade nem sempre compensa a contração de polimerização, que possibilitará a formação de fenda (Crim 1990). A cavidade oral é potencialmente, o local que apresenta maior alteração de dinâmica, devido às forças oclusais e principalmente pela constituição de sua flora, que é altamente destruidora de ligações adesivas devido ao seu pH. Um outro fator é a cavidade bucal que tem a capacidade de romper as uniões mecânicas ou químicas, como também impedir por completo estas uniões (Carvalho, 1995). A saliva, componentes alimentares, e bebidas, bem como as interações entre estes materiais, podem degradar e envelhecer as restaurações dentais (Sideridou et al., 2015).

As resinas compostas quando estão em ambiente bucal, estão sujeitas a uma diminuição em suas propriedades funcionais, tais como resistência à flexão e dureza. Diferentes períodos de armazenamento em água e o efeito da termociclagem estão entre os vários métodos utilizados para simular o processo de envelhecimento de materiais odontológicos em estudos *in vitro*. Estes métodos tentam simular o efeito hidrolítico da degradação que ocorre em restaurações de resina composta (Ozcan et al., 2013). Muitos estudos têm investigado as propriedades mecânicas e grau de conversão (DC) de resinas compostas (Tonetto et al., 2013; Jafarzadeh et al., 2015).

Tensões térmicas cíclicas, juntamente com a presença de água e outros fluidos, podem degradar a matriz de preenchimento nas interfaces (Montes, 1986; Gale, 1999). Resinas Compostas são usadas para reconstrução da parte da coroa dentária e estão expostos às variações de umidade e temperatura. O efeito da termociclagem em compósitos pode ser mais prejudicial que a da água, devido ao aumento da degradação da malha do polímero pelo envelhecimento hidrotérmico (Gonçalves et al., 2008). Como o ambiente bucal é submetido a maiores variações de temperatura do que qualquer outra parte do corpo humano, é importante a escolha de um material restaurador que não sofra mudanças súbitas em suas propriedades mecânicas, na forma de deformação plástica, ou uma diminuição em seu módulo de elasticidade, enquanto está em função clínica (Mesquita, Geis-Gerstorfer, 2008). Existe a preocupação de que os efeitos da absorção de solventes e da degradação hidrolítica possam levar a uma redução na vida útil das restaurações dentárias (Vouvoudi, 2013).

Entre os vários métodos usados para determinar o DC de resinas compostas, a espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) tem provado ser uma ferramenta eficaz e confiável que funciona detectando vibrações de alongamento de ligações C = C antes e após a cura dos materiais (Moraes et al., 2008). A extensão da polimerização ou grau de conversão (DC) é um determinante crítico das propriedades, potencial desempenho e biocompatibilidade de materiais dentários compostos de polímeros. A medição de DC faz uma análise na fotopolimerização das resinas compostas e dos sistemas adesivos odontológicos. A funcionalidade do metacrilato é responsável pela grande maioria dos grupos reativos encontrados em materiais dentários à base de resina. (Cramer et al., 2011). O desempenho da função de um composto de resina dentária depende de suas

propriedades mecânicas, químicas e biológicas. Estas propriedades estão relacionadas com a rede de polímeros, quantidade de polimerização, e DC. No entanto, poucos estudos examinaram os DC de compósitos envelhecidos (Jafarzadeh et al., 2015). O grau de conversão pode ser bem caracterizado usando métodos tais como espectroscopia de infravermelho ou Raman. Mas a propriedade em si é afetada por uma miríade de fatores, alguns dos quais são inerentes ao material (tipo e quantidade de fotoiniciador, tipo monômero de resina), outros dos quais estão sob a influência da luz de cura (irradiância, perfil do feixe, saída espectral), e outros ainda que estão sob o controle do clínico (tempo de exposição, distância de exposição, posição de guia de luz) e, portanto, sujeitos à sensibilidade da técnica (Ferracane et al., 2017).

A ciclagem térmica é amplamente utilizada para simular o envelhecimento de materiais restauradores correspondentes às mudanças de temperatura na cavidade bucal. No entanto, os parâmetros de teste presentes na literatura variam consideravelmente, o que impede a comparação entre diferentes metodologias, materiais e métodos. O objetivo deste trabalho é avaliar a influência do fator água e temperatura, nas tensões térmicas desenvolvidas durante testes de ciclos térmicos, nos materiais a base de compósitos (resina composta e cimento resinoso).

2 ARTIGO

2.1 Artigo – Alonso AA, Diniz MF, Mattos EC, Tango RN. Efeito da termociclagem em diferentes soluções nas propriedades físicas e químicas dos materiais resinosos / *Effect of thermocycling on different solutions on the physical and chemical properties of resinous materials**

RESUMO

Os estudos em laboratório devem ser realizados para verificar e comprovar a eficácia destes novos materiais, equipamentos, técnicas e tecnologias, e sendo considerados aprovados, uma outra etapa *in vivo* deverá ser realizada. O advento da odontologia adesiva já causou profundas mudanças na prática da odontologia. A proposta deste trabalho foi avaliar *in vitro*, o efeito da termociclagem, em diferentes temperaturas (5°C, 55°C), soluções (água destilada, óleo mineral), quantidade de ciclos (500, 5.000, 10.000), utilizando um material restaurador universal nanohíbrido fotopolimerizável contendo carga inorgânica em uma matriz de metacrilato e um sistema de cimentação à base de resina composta de polimerização dual. A finalidade da termociclagem é o envelhecimento dos materiais pelo mecanismo do “choque térmico”. O objetivo deste trabalho foi demonstrar se a termociclagem interfere ou não nas propriedades físicas e químicas destes materiais. Foram confeccionados 90 corpos de prova (cp) de cada material, cinco de cada grupo, (cpC_{Rc} = corpos de prova do cimento resinoso com Y-TZP, cpC_{Rs} = corpos de prova do cimento resinoso sem Y-TZP, e cpRC = corpos de prova da resina composta), que foram armazenados em água destilada, até o início da termociclagem. Estes espécimes receberam o tratamento térmico (nas distintas soluções) e após este evento foram realizadas as mensurações de massa, rugosidade, nanodureza e avaliações em MEV/ EDS, FTIR/UATR. Os dados obtidos foram submetidos ao teste Anova três fatores ($\alpha = 0,05$). Os grupos cpC_{Rc}, cpC_{Rs}, cpRC não apresentaram alterações e ou modificações nas propriedades físicas e químicas dos materiais, independentemente do tipo de ciclagem, solução, temperatura e número de ciclos. Portanto, o uso da termociclagem, nas temperaturas de (5°C, 55°C), diferentes soluções (água destilada, óleo mineral), quantidade de ciclos (500, 5.000, 10.000) não foi observado o envelhecimento térmico para estes materiais.

Palavras-chave: Cimentos adesivos. Resinas compostas. Degradação hidrolítica. Espectroscopia no infravermelho – Fourier. Termociclagem.

*Artigo elaborado de acordo com as normas do Periódico *International Dental Journal*(Print version ISSN 1875-595X). Submetido em: 22/02/2019.
artigo enviado a revista *International Dental Journal*

ABSTRACT

Laboratory studies should be performed to verify and prove the efficacy of these new materials, equipment, techniques and technologies, and being considered approved, another in vivo step should be performed. The advent of adhesive dentistry has already caused profound changes in the practice of dentistry. The determination of bond strength of dentin adhesives is a matter of great importance and interest in our profession. The purpose of this work is to evaluate in vitro the effect of thermocycling at different temperatures (5 °C, 55 °C), solvents (distilled water, mineral oil), number of cycles (500, 5.000, 10.000) and a universal nano-hybrid restorative light-curing material with contains inorganic fillers in a methacrylate matrix and a dual-curing composite-based luting system for permanent adhesive luting. The purpose of thermocycling is thermal and hydrolytic degradation; and the objective of this work is to demonstrate if the thermocycling interferes or not in the study in the physical and chemical properties. A metal matrix was produced to make the specimens (sp). A total of 90 (sp) from each material, five from each group, were prepared (BFX-C = YTZP with resin cement sp, BFX-S = YTZP without resin cement sp, and GRD = composite resin specimens) which were stored in distilled water until the beginning of the thermocycling. The sp received the thermal treatment (the different solvents) and after this event were reached the messages of mass, roughness, hardness. and evaluations in SEM / EDS, FTIR / UATR. Data were obtained from the Anova test ($\alpha = 0.05$). The groups BFX-C, BFX-S, GRD are the parameters keys and physical properties of the materials, regardless of the type of cycling, solvent, temperature and number of cycles. Therefore, the use of thermocycling, at temperatures of 5 °C, 55 °C, different solvents, mineral oil, amount of heat (500, 5,000, 10,000) was not observed in the thermal heat for these materials.

Keywords: Adhesive cements. Composite resins. Hydrolytic degradation. Infrared spectroscopy – Fourier. Thermocycling.

Introduction

Currently, several researches involving aesthetic materials in dentistry are performed, some of them focused on their durability in studies that simulate the oral environment of rehabilitation treatments. Ceramic and resinous materials, the latter covering cements and adhesives are constantly advancing.

ISO 11405 (2003) states that 500 thermal cycles should be performed, with baths of at least 20 s at temperatures of 5 °C and 55 °C, with intervals of 5 s to 10 s. Muench et al. (2005) reported that the most common artificial aging model for studying the degradation of dental materials is greenhouse storage at 37 °C. This method is proposed to mimic the moist intrabuccal environment. This method is particularly simple and very low cost, however, it takes time. Brendeke & Ozcan (2007) stated that the aqueous medium of saliva and water are essential for the deterioration of adhesive interfaces. Restorative materials are subject to change in oral cavity temperature, which varies depending on eating habits, and these sudden changes in temperature affect the stability of the material. The in vitro aging process aims to reproduce the oral environment in a controlled manner to evaluate the hydrolytic degradation of the resin matrix in aqueous medium, under exposure to microorganisms, temperature, pH and load application changes.

Rüttermann et. al. (2007), investigated the polymerization contraction and the hygroscopic expansion of composite resin-based fillers. Water sorption and solubility was determined after 30 days for all specimens and their cure times. Hygroscopic expansion depended on water sorption and solubility. The authors concluded that the shrinkage of polymerization depends on the type of composite resin-based filler and not on the polymerization time. Meriwether et al., (2013) investigated the effect of polymerization of restorations on composite resins. This deformation of contraction, however, showed to decrease with time. The objective was to investigate whether this reduction was caused by the hygroscopic expansion or stress relaxation of the composite resin / tooth complex. The results suggest that hygroscopic expansion was the main mechanism to compensate for contraction stress. Morresi et al. (2014), described the different studies involving thermocycling. Differences regarding the temperature parameter (5 °C - 55 °C), number of cycles (500, 1000, 6000, 10000) and bath time (5 s, 15 s, 30 s) make it difficult to compare and analyze the researches.

Pala et al. (2016) evaluated in vitro the effects of different finishing and polishing protocols and the effect of thermocycling on the hardness, surface roughness, gloss and color of different composite resins using quantitative and qualitative methods (SEM and AFM). The results of this study partially supported the null hypothesis that the use of different finishing systems - polishing, and thermocycling did not affect the microhardness, roughness, gloss and color of composite resin restorations

Borges et al. (2011) analyzed the accentuated exposure in water during the aging and thermal cycling procedure and suggest that this procedure may have negatively affected the mechanical and physical properties of the resinous materials. The reason for this reduction in properties is mainly due to the absorption of water by the polymer, which occurs during the first days of immersion in water, the soluble components of the resinous materials are removed, and the water is absorbed to replenish them.

The strength of a solid to the local deformation characterizes the general concept of hardness. Hardness is the result of a defined measurement procedure and is not an intrinsic material property. Basically, an indenter of a specified shape is pressed into the surface of the material to be tested under a specific load for a defined time interval, and a measurement is made of the size or depth of the indentation after the force has been removed. (Ilie et al., 2017).

The objective Ghavami-Lahiji et al.(2018) were to investigate the degree of conversion (DC) and mechanical properties (Vickers hardness number [VHN]) of a Filtek Z250 micro-hybrid composite (3M ESPE) after thermal aging. The initial DC (%) of the discs was recorded using attenuated Fourier Transform Infrared Total Reflectance spectroscopy. The initial VHN of the specimens was measured using a microhardness apparatus under a load of 300 g for 15 seconds. The specimens were then subjected to thermal cycling in a water bath at 5 °C and 55 °C.

Material and Methods

Modulus of elasticity

In order to determine the modulus of elasticity of the materials, we used the Sonelastic SBAP (ATCP - Physical Engineering) equipment. Three samples of each

material with size (length: 30.0 mm x width: 15.0 mm x height: 2.0 mm) were made. This information was used to verify the hardness of the materials. The materials were inserted into a silicon matrix and polymerized for twenty seconds, each layer approximately 4.0 mm. After the first photopolymerization, a time of 20 s was started and the second photo activation started at the same time. Then the samples were to the finishing and polishing equipment (Politriz), where they received the treatment with sandpapers P800, P1.200, P2,500, with 20 N of pressure, rotation of 250 RPM, time of 20 min, with irrigation, twice this cycle, always using new sanding paper. The P4.000 sandpaper was used only once, following the same settings described above.

Preparation of Specimens

The specimens were fabricated using a rectangular metal matrix with a cylindrical space of 2.0 mm height and 4.0 mm diameter for the tests of mass, roughness, hardness, FTIR / UATR and MEV / EDS. In this cylindrical space was inserted in a single increment the composite resin (GRD) and photopolymerized for 20 s. It was expected 20 s and again initiated the last polymerization of 20 sec. The energy intensity of the photopolymerization was measured at each preparation session of the cp. The photoactivation was performed with VALO apparatus with 1,200 mW / cm² (Ultradent).

For resin cement, the final thickness was 0.30 mm and diameter 4.0 mm. The resin cement group was divided into two groups: BFX with yttria stabilized polycrystalline tetragonal zirconia, Y-TZP (BFX C), photopolymerized with a Y-TZP sample of 1.2mm thickness interposed between the cement and the polymerization tip; and BFX without yttria stabilized polycrystalline tetragonal zirconia, Y-TZP (BFX S) without the interposition of Y-TZP sample.

90 specimens were prepared for each material (GRD, BFX-C, BFX-S) and 30 sp for each group of cycles. The samples were polished with granules of P1,200, P2,500, with 20N of pressure, rotation of 250 RPM, time of 20 min., With irrigation, twice this cycle, always using new sands. The P 4000 sandpaper was used only once, following the same settings described above for standardization. For the polishing of samples, an automatic polishing machine (Buhler, Ecomet 250 Grinder-Polisher,

Automet 250) was used, and finally the specimens were stored in a water bath at 37 °C for 24 hours. Then, the specimens were randomly divided into 18 groups ($n = 5$).

From each group, all five samples were evaluated in the following tests of mass, roughness, hardness, FTIR / UATR and two sp received an evaluation in SEM / EDS (during the research steps), and the data were statistically analyzed.

Sample Aging

The group containing the distilled water is the control. The other groups receive the thermal aging (thermocycling, stove and refrigerator) in the pre-determined cycles (500, 5,000, 10,000 cycles), with two baths varying the temperature from 5 °C to 55 °C, remaining 30 s at each temperature, and 8 s between baths.

In the oven (55 °C) and in the refrigerator (5 °C), the sp with the solutions remain the equivalent time to cycling.

Weight

The precision scale after calibration was used to gauge the mass value of each specimen. The results of each specimen were recorded at the initial time, after 24 h of immersion in distilled water, and after each cycle carried out in the thermocycling machines 5 °C / 55 °C (water and oil), in the oven 55 °C (water and oil) in the refrigerator 5 °C (water and oil). Cycles of specimens that were in the oven and refrigerator were transformed in time proportional to the number of cycles. 500, 5,000, 10,000 cycles in the Biocycle thermocycler (Biopdi), with baths of 30 s in each container and with a bath interval of 8 s. 500 cycles is approximately 12 h.

Roughness

The roughness of the polished surface of the composite resin and resin cement samples was measured by contact profilometry. The parameters used were Ra and Rsm. The parameter Ra, commonly used in the scientific literature, it was observed that different profiles can result in the same measure of average amplitude of profile, that is, in a same value of Ra. This parameter (or any parameter of amplitude) does

not faithfully characterize a surface, and therefore the relation with other Rsm parameters is necessary (Agra, Vieira, 2002).

Hardness

Samples from each set were analyzed on NHT2 Nanoindentator (Anton Paar) equipment. The nanoidentation provides the hardness of the material and the Young's modulus and uses the Berkovich tip. Each sample received three markings. The average value of the markings was the number of the nanodureza.

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), Universal Attenuated Total Reflection (UATR).

Five samples of each group were analyzed with the purpose of verifying the hydrolytic degradation, degree of conversion. This analysis is non-destructive.

FTIR spectra (20 mean scans per spectrum, 4 cm⁻¹ resolution) were collected. With the values obtained in the bands plus the peak area we performed the calculation of the degree of conversion (DC). The DC was calculated by comparing the relative change of the height of the spectral band to 1,638 cm⁻¹ (C = C aliphatic), with the internal standard at 1,608 cm⁻¹ (C = aromatic O), after polymerization by dividing on the same spectra before of the polymerization, as shown in Figure 1.

Figure 1 - Formula to calculate the Degree of conversion.

$$GC(\%) = \left[1 - \left(\frac{\frac{C=C}{C=O}}{\frac{C=C}{C=O}} \right) \right] \times 100$$

Source: Adapted from Par et al. (2018), and Phaneuf et al. (2018).

Analysis in SEM and EDS

In order to investigate the effect of thermocycling on surface degradation of the materials, two cp from each sample group were oven dried at 37 °C for 24 h, then sprayed with gold for 120 s on a metallizer, 12nm (Emitech SC7620 Sputter Coater). The specimens were observed in high vacuum in the SEM to evaluate the surface and in the EDS to analyze the chemical elements.

Results

Modulus of elasticity

Table 1 - Results of the modulus of elasticity of each material. (1-3: composite resin, 2-6: resin cement).

Espécime	Massa (g)	C (mm)	L (mm)	H (mm)	E (Gpa)	G (Gpa)	ρ	Dens Aparente
1	1.4324	29.71	11.30	1.99	25.080	10.12	0.24	2.14
2	1.4267	29.92	11.14	2.00	24.860	10.18	0.22	2.16
3	1.4141	29.71	11.28	1.95	25.399	10.64	0.22	2.17
4	1.2950	30.14	11.22	1.95	15.440	6.06	0.27	1.96
5	1.4161	30.00	11.54	2.08	15.440	6.11	0.26	1.96
6	1.2514	29.35	11.46	1.88	15.520	6.16	0.26	1.98

Legend: E: modulus of elasticity (Young,); G; ρ : Poisson coefficient

Weight

The results (average) of the specimens analyzed in thermocyclers 5 ° C / 55 ° C (water and oil), 55 ° C (water and oil), and in the refrigerator 5 ° C (water and oil).

The data of the composite resin and resin cement were submitted to analysis of variance two factors, (Table 2) and it was not significant for the mass factor (g) in the interaction with temperature, cycling and solutions ($p < 0.05$).

Table 2 - Analysis of Variance for mass (g), composite resin material (95%).

Fator	GL	SS	MS	F	P
Mass	17	0,0000718	0,0000042	1,70	0,063
Error	72	0,0001792	0,0000025		
Total	89	0,0002510			

Legend: GL: degree of freedom, SS: sum of squares, MS: mean square, F: meaning, regression, P: probability of significance.

The data of resin cement with Y-TZP were submitted to analysis of mass variance (g), (Table 3) and not significant for the mass factor in the interaction with temperature, cycling and solutions ($p < 0.05$).

Table 3 - Analysis of Variance for mass (g), resin cement with Y-TZP (95%).

Fator	GL	SS	MS	F	P
Mass	17	0,0000109	0,0000006	0,75	0,737
Error	72	0,0000612	0,0000008		
Total	89	0,0000721			

Legend: GL: degree of freedom, SS: sum of squares, MS: mean square, F: meaning, regression, P: probability of significance.

The data of resin cement without Y-TZP were submitted to analysis of mass variance (g), (Table 4) and not significant for the mass factor in the interaction with temperature, cycling and solutions ($p < 0.05$).

Table 4 - Analysis of Variance for mass (g), resin cement without Y-TZP (95%).

Fator	GL	SS	MS	F	P
Mass	17	0,0000156	0,0000009	0,45	0,968
Error	72	0,0001480	0,0000021		
Total	89	0,0001636			

Legend: GL: degree of freedom, SS: sum of squares, MS: mean square, F: meaning, regression, P: probability of significance.

The results up to the 10,000 cycle did not present significant differences in the mass, regardless of the solution (distilled water or oil), or the thermocycling method (thermal cycles or greenhouse or refrigeration).

Roughness

The data of the composite resin material were submitted to analysis of variance of 2 factors (Table 5) and it was not significant for the cycling factor and solutions and in the interaction between the factors ($p < 0.05$).

Table 5 - Analysis of Variance of 2 factors for roughness values (μm), composite resin material (95%).

Fator	GL	SS	MS	F	P
Cycles	2	0,025010	0,012505	1,88	0,174
Solvents	1	0,000196	0,000196	0,03	0,865
Cycles x Solvents	2	0,003925	0,001963	0,30	0,747
Error	24	0,159636	0,006651		
Total	29	0,188766			

Legend: GL: degree of freedom, SS: sum of squares, MS: mean square, F: meaning, regression, P: probability of significance.

The data of the resin cement with Y-TZP were submitted to analysis of variance of 2 factors (Table 6) and it was not significant for the cycling factor and solutions and in the interaction between the factors ($p < 0.05$).

Table 6 - Variance analysis of 2 factors for roughness values (μm), resin cement material with Y-TZP (95%).

Fator	GL	SS	MS	F	P
Cycles	2	0,007061	0,003530	2,35	0,117
Solvents	1	0,000073	0,000073	0,05	0,828
Cycles x Solvents	2	0,001016	0,000508	0,34	0,717
Error	24	0,036080	0,001503		
Total	29	0,044230			

Legend: GL: degree of freedom, SS: sum of squares, MS: mean square, F: meaning, regression, P: probability of significance.

The data of the resin cement without Y-TZP were submitted to a 2-factor analysis of variance (Table 7), and there was no significance for the cycling factor and solutions and the interaction between the factors ($p < 0.05$).

Table 7 - Analysis of Variance of 2 factors for roughness values (μm), resin cement material without Y-TZP (95%).

Fator	GL	SS	MS	F	P
Cycles	2	0,024972	0,012486	3,18	0,060
Solvents	1	0,006259	0,006259	1,59	0,219
Cycles x Solvents	2	0,007434	0,003717	0,95	0,402
Error	24	0,094262	0,003928		
Total	29	0,132927			

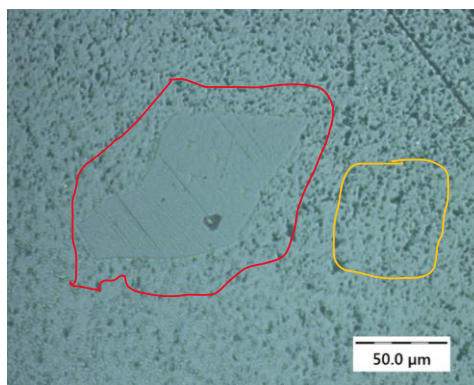
Legend: GL: degree of freedom, SS: sum of squares, MS: mean square, F: meaning, regression, P: probability of significance.

Hardness

Table 8 - Hardness, nanoidentation. Marking 1,2,3 deeper specimens; 4,5,6 parts of contact with the photopolymerizer.

Composite Resin	Media	Mean Standard	Deviation	Observation
Marke1	213,416	62,538	194,256	
Marke 2	165,07	1,570	165,070	
Marke 3	180,908	27,108	194,693	
Marke 4	176,607	6,653	174,335	
Marke 5	199,598	77,176	159,180	Figure 2
Marke 6	38,577	0,653	38,709	Figure 2

Figure 2 - Nanohardness of the composite resin material. The region delimited in red refers to marking 5. The region delimited in yellow refers to marking 6.



Analysis in FTIR / UATR

Five samples from each group were analyzed in the FTIR / UATR to visualize the spectra in the 1638 cm⁻¹ and 1608 cm⁻¹ bands.

The composite resin conversion rate data were submitted to a 2-factor analysis of variance (Table 9) and there was no significance for the cycling factor and solutions and in the interaction between the factors ($p < 0.05$).

Table 9 - Variance Analysis of 2 factors for Degree of Conversion (%), composite resin material (95%).

Fator	GL	SS	MS	F	P
Cycles	2	820,6	410,3	1,11	0,345
Solvents	1	361,7	361,7	0,98	0,332
Cycles x Solvents	2	723,4	361,7	0,98	0,389
Error	24	8847,2	368,6		
Total	29	10752,9			

Legend: GL: degree of freedom, SS: sum of squares, MS: mean square, F: meaning, regression, P: probability of significance.

The data on the degree of conversion of the resin cement with Y-TZP were submitted to a 2-factor analysis of variance (Table 10) and the non-significance for the cycling factor and solutions and the interaction between the factors ($p < 0,05$).

Table 10 - Analysis of Variance of 2 factors for Degree of Conversion (%), resin cement material with Y-TZP (95%).

Fator	GL	SS	MS	F	P
Cycles	2	384,3	192,2	1,38	0,271
Solvents	1	525,6	525,6	3,77	0,064
Cycles x Solvents	2	584,3	292,1	2,10	0,145
Error	24	3343,7	139,3		
Total	29	4837,9			

Legend: GL: degree of freedom, SS: sum of squares, MS: mean square, F: meaning, regression, P: probability of significance.

The data on the degree of conversion of the resin cement without Y-TZP were subjected to a 2-factor analysis of variance (Table 11) and the non-significance for the cycling factor and solutions and the interaction between the factors ($p < 0,05$).

Table 11 - Variance Analysis of 2 factors for Degree of Conversion (%), resin cement material without YTZP (95%).

Fator	GL	SQ	QM	F	P
Cycles	2	361,2	180,6	0,96	0,399
Solvents	1	81,3	81,3	0,43	0,518
Cycles x Solvents	2	621,3	310,6	1,64	0,214
Error	24	4534,4	188,9		
Total	29	5598,1			

Legend: GL: degree of freedom, SS: sum of squares, MS: mean square, F: meaning, regression, P: probability of significance.

Discussion

The results of the surface analysis by the roughness method of the BFX-C, BFX-S, GRD samples, after thermocycling, in the different cycles and solvents did not show differences between the groups. Our results suggest that we should make changes in the number of cycles or increase or decrease in temperature when using solvent water, when the sample is composed of resin material or resin cement.

The aging of the composite resins is the result of mechanical tests / mechanisms of physical degradation (wear, abrasion and fatigue); mechanisms of chemical degradation (temperature-related decomposition or enzymatic, hydrolytic and acidic processes). Exposure of specimens to thermocycling regimes is a common technique to simulate hydrothermal aging (de Oliveira et al., 2010, Ozcan et al., 2013).

Alternating temperatures between 5 °C and 55 °C or fixed temperatures of 5 °C and 55 °C together with the presence of water or oil did not contribute to the aging of the BFX-C, BFX-S, GRD materials in this study. Our objective was to investigate the alterations induced by artificial thermal aging in solvents in these materials. The specimens were submitted to thermal aging ranging from 500, 5,000 and 10,000 cycles and after each cycle the tests of mass, roughness, hardness, DC and chemical analysis were performed. ISO 11405 recommends that the use of 500 thermal cycles

between 5 °C and 55 °C is considered adequate to simulate the short-term aging of dental materials (ISO 11405,2003). Gale and Darvell (1999) proposed that 10,000 cycles could represent approximately 1 year in vivo, performing 20 to 50 cycles considered equivalent to a single day. In our work, 500 thermal cycles, with a 30 second bath and a 8 seconds bath interval, correspond to 12 hours of thermocycling.

The FTIR / UATR was used in the absorbance mode in this study to determine the DC of the composite resin and the resin cement. This method is reliable, sample analysis within minutes, is a non-destructive technique, requires no sample preparation and does not involve spraying. So, we were able to measure the DC at different times without losing the samples.

Different from our study we used light curing by specific light apparatus in all samples, Tonetto et al. (2013), evaluated the DC of the resin cements that was investigated at intervals of 24 hours to 7 days after light polymerization in the dry state in a dark room. They found the highest DC in 7 days after curing, with effective polymerization reaction.

A possible explanation for the non-modification of DC along the number of cycles, solvents, temperature, thermal shock is the improvement of the materials (monomers, charge particles, structures) of this study, resin cement and composite resin. In the study by Ghavami-Lahiji et al., (2018) showed that the storage of specimens (Filtek Z250) in water without thermal cycling did not have a considerable effect on the DC. In the opposite situation, Sideridou and Achilias (2005) concluded that the increase of temperature during the thermal cycle can accelerate the dilution of the monomer by increasing the diffusion of the monomer. The authors detected leachate monomers of this composite (Filtek Z250) using high performance liquid chromatography. The urethane dimethacrylate monomer was more leached than other monomers, although a small amount of triethyleneglycol dimethacrylate (TEGDMA) which is a hydrophilic monomer, was released faster than other monomers, has been detected.

Ghavami-Lahiji et al., (2018) concluded that the DC of C = C double bonds in the composite resin was $60\% \pm 3.3\%$, suggesting that approximately 40% of the C = C double bonds were "uncured". The spectra obtained exhibited similar peaks / bands. However, changes in peak areas related to C = C indicated increased DC. In addition, in FTIR spectra, the range in the range of 3,100-3,700 cm^{-1} tended to be stronger

with increasing aging time. This strong band may be interpreted as the O-H stretching band derived from increasing amounts of water absorbed over time. In this work, the DC of C = C double bonds in the composite resin GRD was 60%, and the resinous cement BFX-C, BFX-S, 66%. The obtained spectra exhibited similar peaks / bands when evaluating the same materials and in the same solvent. The range of spectra was obtained at the intervals of 1,637-1608 cm⁻¹ and showed no changes when compared to thermocycling time or temperature. The difference existed in relation to the solvent oil, presenting noises in the spectra, but no changes in the DC.

SEM images analyzed in the study by Ghavami-Lahiji et al., (2018) revealed deterioration and a softer surface, expecting lower values of hardness. Regarding the microhardness results obtained, there was a downward trend in thermal cycling of the specimens. In this work we did not observe differences in SEM images in the GRD, BFX-C, BFX-S specimens and the chemical evaluation did not show changes in the chemical elements. The nanohardness analysis showed no differences in the samples. The indentation was delimited in the region of organic charges without the presence of silica. de Oliveira et al., (2010) reported that the hardness of the micro-hybrid resin composite (Opallis) did not change after storage in water or after thermocycling. Polymer chains with high crosslinking density showed lower water absorption due to free space reduction.

This study was performed to simulate aging by thermocycling, composite resin materials and resin cement, simulating the following clinical situations (differences in temperature, thermal shock and water factor). We emphasize that other factors should be considered in future researches such as beverages, food, mouthwashes, saliva (pH, composition, etc.), and the mechanical actions of chewing and brushing. Due to financial limitations, search time, quantity of samples, only two materials were tested.

Conclusion

With the results of this work, it is possible to conclude that the aging in thermocycling, thermal, with the solvent water or oil, did not present different results for loss of mass, roughness, hardness, chemical alteration, degree of conversion, for

composite resin materials and resin cement. Therefore, the hypothesis H0 is true and the hypothesis H1 is false.

The resin composite materials and resin cement with YTZP and without YTZP did not present changes related to hydrolytic degradation when submitted to thermocycling in water and oil, at temperatures of 5 °C and 55 °C.

The Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), Universal Attenuated Total Reflection (UATR) analysis of the materials used in this research, presented non-statistically significant results. The degree of conversion of the samples into oil solution presented several noises limiting the analysis.

The temperature effect, static 5 °C or 55 °C or dynamic 5/55 °C did not present modifications in the materials.

The different oil and water solutions showed no modifications in the materials.

Conflict of Interest

The authors declare no competing financial interest.

References

- Borges AL, Costa AK, Saavedra GS, Komori PC, Borges AB, Rode SM. Color stability of composites: effect of immersion media. *Acta Odontol Latinoam*. 2011;24(2):193-9.
- Brendeke J, Ozcan M. Effect of physicochemical aging conditions on the composite-composite repair bond strength. *J Adhes Dent*. 2007 Aug;9(4):399-406.
- de Oliveira JC; Aiello G; Mendes B; Urban VM; Campanha NH; Jorge JH. Effect of storage in water and thermocycling on hardness and roughness of resin materials for temporary restorations. *Mater Res*. 2010;13(3):355-59.
- Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999; 27: 89- 99. doi.org/10.1016/S0300-5712(98)00037-2.
- Ghavami-Lahiji M, Firouzmanesh M, Bagheri H, Jafarzadeh Kashi TS, Razazpour F, Behroozibakhsh M. The effect of thermocycling on the degree of conversion and mechanical properties of a microhybrid dental resin composite. *Restor Dent Endod*. 2018 Apr 26;43(2):e26. doi: 10.5395/rde.2018.43.e26. eCollection 2018 May.
- Ilie N, Hilton TJ, Heintze SD, Hickel R, Watts DC, Silikas N, Stansbury JW, Cadenaro M, Ferracane JL. Academy of Dental Materials guidance-Resin composites: Part I- Mechanical properties. *Dent Mater*. 2017 Aug;33(8):880-894. doi: 10.1016/j.dental.2017.04.013. Epub 2017 May 31.
- International Organization for Standardization. ISO/TS 11405 Dentistry -- Testing of adhesion to tooth structure. 3rd ed. Geneva: International Organization for Standardization; 2015.
- Meriwether LA, Blen BJ, Benson JH, Hatch RH, Tantbirojn D, Versluis A. Shrinkage stress compensation in composite-restored teeth: relaxation or hygroscopic expansion? *Dent Mater*. 2013 May;29(5):573-9. doi: 10.1016/j.dental.2013.03.006. Epub 2013 Mar 26.
- Morresi AL, D'Amario M, Capogreco M, Gatto R, Marzo G, D'Arcangelo C, et al. Thermal cycling for restorative materials: does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014 Jan;29:295-308.
- Muench A, Correa IC, Grande RH, Joao M. The effect of specimen dimensions on the flexural strength of a composite resin. *J Appl Oral Sci*. 2005 Sep;13(3):265-8.
- Özcan M, Corazza PH, Marocho SM, Barbosa SH, Bottino MA. Repair bond strength of microhybrid, nanohybrid and nanofilled resin composites: effect of substrate resin type, surface conditioning and ageing. *Clin Oral Investig*. 2013 Sep;17(7):1751-8. doi: 10.1007/s00784-012-0863-5. Epub 2012 Oct 19.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 25 jan 2017]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Pala K, Tekçe N, Tuncer S, Serim ME, Demirci M. Evaluation of the surface hardness, roughness, gloss and color of composites after different finishing/polishing treatments and thermocycling using a multitechnique approach. *Dent Mater J*. 2016;35(2):278-89. doi: 10.4012/dmj.2015-260.

Rüttermann S, Krüger S, Raab WH, Janda R. Polymerization shrinkage and hygroscopic expansion of contemporary posterior resin-based filling materials--a comparative study. *J Dent*. 2007 Oct;35(10):806-13. Epub 2007 Sep 10.

Sideridou ID, Achilias DS. Elution study of unreacted Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, and Bis-EMA from light-cured dental resins and resin composites using HPLC. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005 Jul;74(1):617-26.

Tonetto MR, Pinto SC, Rastelli Ade N, Borges AH, Saad JR, Pedro FL, de Andrade MF, Bandéca MC. Degree of conversion of polymer-matrix composite assessed by FTIR analysis. *J Contemp Dent Pract*. 2013 Jan 1;14(1):76-9.

3 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Com os resultados deste trabalho, é possível concluir que o efeito temperatura, a termociclagem e o meio água ou óleo, não houve perda de massa significativa e ou absorção hídrica, para os materiais resina composta e cimento resinoso.

Os materiais resina composta e cimento resinoso (com Y-TZP e sem Y-TZP) não apresentaram alterações referentes a degradação hidrolítica quando submetidos a termociclagem em água e óleo, e nas temperaturas de 5 °C e 55 °C.

A análise por Espectroscopia no Infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR)/Universal Reflexão Total Atenuada (UATR) dos materiais utilizados nesta pesquisa, apresentaram resultados não significantes estatisticamente. O grau de conversão das amostras em solução de óleo apresentara vários ruídos limitando a análise.

O efeito temperatura, estática (5 °C ou 55 °C) ou dinâmica 5/55 °C não apresentaram modificações nos materiais.

As diferentes soluções óleo e água não apresentaram modificações nos materiais independente da termocicladora utilizada e do tempo.

REFERENCIAS*

Abdalla AI, Davidson CL. Comparison of the marginal integrity of in vivo and in vitro class II composite restorations. *J Dent*. 1993 Jun;21(3):158-62.

Baratieri LN, Ritter AV, Perdigão J, Felipe LA. Direct posterior composite resin restorations: current for the technique. *Pract Periodontics Aesthet Dent*. 1998 Sep; 10(7):875-86, quiz 888.

Carvalho RM. A outra metade dos adesivos. *Rev. Gaúcha de Odontol*. 1995;43(1): 58.

Cramer NB, Stansbury JW, Bowman CN. Recent advances and developments in composite dental restorative materials. *J Dent Res*. 2011 Apr;90(4):402-16. doi: 10.1177/0022034510381263. Epub 2010 Oct 5.

Crim G. Assessment of microleakage of three dentinal bonding systems. *Quintessence Int*. 1990 Apr;21(4):295-7.

Ferracane JL. Resin composite--state of the art. *Dent Mater*. 2011 Jan;27(1):29-38. doi: 10.1016/j.dental.2010.10.020. Epub 2010 Nov 18. Review.

Ferracane JL, Hilton TJ, Stansbury JW, Watts DC, Silikas N, Ilie N, Heintze S, Cadenaro M, Hickel R. Academy of Dental Materials guidance-Resin composites: Part II-Technique sensitivity (handling, polymerization, dimensional changes). *Dent Mater*. 2017 Nov;33(11):1171-1191. doi: 10.1016/j.dental.2017.08.188. Epub 2017 Sep 13.

Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999; 27: 89- 99. doi.org/10.1016/S0300-5712(98)00037-2.

Ghavami-Lahiji M, Firouzmanesh M, Bagheri H, Jafarzadeh Kashi TS, Razazpour F, Behroozibakhsh M. The effect of thermocycling on the degree of conversion and mechanical properties of a microhybrid dental resin composite. *Restor Dent Endod*. 2018 Apr 26;43(2):e26.

Gonçalves L, Filho JD, Guimarães JG, Poskus LT, Silva EM. Solubility, salivary sorption and degree of conversion of dimethacrylate-based polymeric matrixes. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008 May;85(2):320-5.

Ilie N, Hilton TJ, Heintze SD, Hickel R, Watts DC, Silikas N, Stansbury JW, Cadenaro M, Ferracane JL. Academy of Dental Materials guidance-Resin composites: Part I-Mechanical properties. *Dent Mater*. 2017 Aug;33(8):880-894. doi: 10.1016/j.dental.2017.04.013. Epub 2017 May 31.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 25 jan 2017]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Jafarzadeh TS, Erfan M, Behroozibakhsh M, Fatemi M, Masaeli R, Rezaei Y, Bagheri H, Erfan Y. Evaluation of Polymerization Efficacy in Composite Resins via FT-IR Spectroscopy and Vickers Microhardness Test. *J Dent Res Dent Clin Dent Prospects*. 2015 Fall;9(4):226-32. doi: 10.15171/joddd.2015.041. Epub 2015 Dec 30.

Mesquita RV, Geis-Gerstorfer J. Influence of temperature on the visco-elastic properties of direct and indirect dental composite resins. *Dent Mater*. 2008 May;24(5):623-32. Epub 2007 Sep 10.

Montes GGM, Draughn RA. In vitro surface degradation of composites by water and thermal cycling. *Dent Mater*. 1986; 2: 193-197. doi:10.1016/S0109-5641(86)80012-4.

Moraes LG, Rocha RS, Menegazzo LM, de Araújo EB, Yukimito K, Moraes JC. Infrared spectroscopy: a tool for determination of the degree of conversion in dental composites. *J Appl Oral Sci*. 2008 Mar-Apr;16(2):145-9.

Özcan M, Corazza PH, Marocho SM, Barbosa SH, Bottino MA. Repair bond strength of microhybrid, nanohybrid and nanofilled resin composites: effect of substrate resin type, surface conditioning and ageing. *Clin Oral Investig*. 2013 Sep;17(7):1751-8. doi: 10.1007/s00784-012-0863-5. Epub 2012 Oct 19.

Sideridou ID, Vouvoudi EC, Adamidou EA. Dynamic mechanical thermal properties of the dental light-cured nanohybrid composite Kalore, GC: effect of various food/oral simulating liquids. *Dent Mater*. 2015;31:154-61. doi: 10.1016/j.dental.2014.11.008. Epub 2014 Dec 15.

Tonetto MR, Pinto SC, Rastelli Ade N, Borges AH, Saad JR, Pedro FL, de Andrade MF, Bandéca MC. Degree of conversion of polymer-matrix composite assessed by FTIR analysis. *J Contemp Dent Pract*. 2013 Jan 1;14(1):76-9.

Vouvoudi EC, Sideridou ID. Effect of food/oral-simulating liquids on dynamic mechanical thermal properties of dental nanohybrid light-cured resin composites. *Dent Mater*. 2013 Aug;29(8):842-50. doi: 10.1016/j.dental.2013.04.013. Epub 2013 Jun 2.