

Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial

www.elsevier.pt/spemd



Investigação

Efeito do envelhecimento em ácido cítrico na microdureza e resistência à flexão de resinas compostas

Patrícia Ferreira da Silva, Gonçalo Barragán, Filipa Chasqueira, Sofia Arantes e Oliveira* e Jaime Portugal

Faculdade de Medicina Dentária, Universidade de Lisboa, Lisboa, Portugal

INFORMAÇÃO SOBRE O ARTIGO

Historial do artigo:

Recebido a 7 de maio de 2012

Aceite a 4 de julho de 2012

On-line a 3 de novembro de 2012

Palavras-chave:

Resinas compostas

Envelhecimento

Dureza

Fenómenos mecânicos

Ácido Cítrico

R E S U M O

Objetivos: Estudar a influência do envelhecimento em ácido cítrico na microdureza Vickers e resistência à flexão de três resinas compostas.

Materiais e métodos: Foram fabricados 15 espécimes de cada um dos três compósitos microhíbridos estudados (1- Suprafil-R&S, 2- Proclinic-PM, 3- Tetric-EvoCeram). Após fotopolimerização, os espécimes foram aleatoriamente distribuídos por 3 esquemas de envelhecimento (A- imersão em H₂O bi-destilada, pH=6,6, durante 10 dias; B- imersão em H₂O bi-destilada, pH=6,6, durante as primeiras 24 h, seguindo-se 9 ciclos de 6 h em ácido cítrico pH=2,5, alternados com 18 h em H₂O bi-destilada pH=6,6; C- 9 ciclos de imersão durante 6 h em ácido cítrico pH=2,5 alternados com 18 h em H₂O bi-destilada pH=6,6, seguidos de imersão em H₂O bi-destilada pH=6,6 durante 24 h). Foram assim constituídos 9 grupos experimentais (n=5), em que todos os espécimes sofreram um período total de envelhecimento de 10 dias, a 37°C, após o qual foi realizado o ensaio de microdureza, imediatamente seguido do teste de resistência à flexão. Os valores obtidos foram analisados com ANOVA seguida de testes post-hoc segundo Student-Newman-Keuls.

Resultados: Os espécimes submetidos ao esquema de envelhecimento C e os fabricados com o compósito Proclinic-PM apresentaram valores de microdureza estatisticamente ($p < 0,05$) mais baixos que os restantes. O esquema de envelhecimento não influenciou a resistência à flexão ($p = 0,42$), mas o compósito Suprafil-R&S obteve valores de resistência à flexão estatisticamente mais elevados que os restantes compósitos ($p < 0,05$).

Conclusões: A exposição ao ácido cítrico imediatamente após a fotopolimerização influencia negativamente a microdureza do compósito, mas não tem influência sobre a resistência à flexão.

© 2012 Sociedade Portuguesa de Estomatologia e Medicina Dentária. Publicado por Elsevier España, S.L. Todos os direitos reservados.

* Autor para correspondência.

Correio eletrónico: sofiaaol@fmd.ul.pt (S. Arantes e Oliveira).

Effect of citric acid ageing on composite resin microhardness and flexural strength

A B S T R A C T

Keywords:

Composite resins
Aging
Hardness
Mechanical Phenomena
Citric Acid

Objectives: To evaluate the influence of citric acid aging on the microhardness and flexural strength of three composites resins.

Materials and methods: 15 specimens of each microhybrid composite resin (1- Suprafil-R&S, 2- Proclinic-PM, 3- Tetric-EvoCeram) were prepared. After light curing specimens were randomly assigned to 3 protocols of aging (A- bi-distilled H₂O pH = 6.6, immersion for 10 days; B- immersion for the first 24 h in bi-distilled H₂O pH = 6.6, followed by 9 cycles of 6 h in citric acid pH = 2.5 interchanging with 18 h of bi-distilled H₂O pH = 6.6; C- immersion for 6 h in citric acid pH = 2.5 interchanging with 18 h of bi-distilled H₂O pH = 6.6, followed by 24 h immersion in bi-distilled H₂O pH = 6.6). Therefore all the 9 experimental groups (n=5) were submitted to an ageing period of 10 days. The specimens were then submitted to Vickers microhardness test and flexural test. Data were analysed with ANOVA and Student-Newman-Keuls post-hoc test.

Results: The scheme of aging C and the Proclinic-PM composite recorded statistically lower microhardness values ($p < 0,05$) than the other. Flexural strength values were not influenced ($p = 0,42$) by the scheme of aging, however Suprafil-R&S composite yielded statistically higher flexural strength values than the other composites ($p < 0,05$).

Conclusions: Exposure to citric acid immediately after light curing negatively influences the composite microhardness, but did not affect the flexural strength.

© 2012 Sociedade Portuguesa de Estomatologia e Medicina Dentária. Published by Elsevier España, S.L. All rights reserved.

Introdução

A utilização dos compósitos abrange múltiplas aplicações clínicas em Medicina Dentária, desde restaurações estéticas a restaurações em dentes posteriores, com elevados requisitos mecânicos^{1,2}. No entanto, os materiais de restauração não estão apenas sujeitos ao efeito de cargas mecânicas no meio intra-oral³. Quando colocados em função, encontram-se expostos a um ambiente complexo, caracterizado por fluidos aquosos com diferentes valores de pH e grandes amplitudes térmicas^{2,4-8}.

O mecanismo do desgaste químico dos compósitos tem sido associado à degradação superficial e sub-superficial. Para além de diminuir a dureza e a resistência ao desgaste, contribui para o aumento da rugosidade, promovendo a retenção de placa bacteriana. Desta forma, o risco de aparecimento de cárie secundária poderá aumentar, comprometendo a longevidade da restauração^{3,5,9,10}. Por outro lado, tem sido sugerido que a alteração das propriedades físicas daí resultante provoque a diminuição da resistência mecânica^{11,12}.

O processo de degradação da matriz orgânica está normalmente associado a fenómenos de hidrólise¹³. A penetração da água no compósito provoca a quebra das cadeias poliméricas da matriz e o contacto da água com as partículas de carga poderá originar a sua dissolução¹⁴⁻¹⁷. Como o grau de conversão dos compósitos fotoativados atinge normalmente apenas os 65 a 80%, existe uma quantidade substancial de oligómeros e monómeros que podem sofrer lixiviação no meio oral¹⁸⁻²⁰. Apesar de a libertação dos monómeros não se limitar ao período imediatamente após a fotopolimerização, estima-se que mais de 85% da lixiviação decorra nas primeiras 24 horas²¹. Este facto, poderá ser devido à reacção

de polimerização não se restringir ao período de tempo em que ocorre a exposição à radiação luminosa²²⁻²⁴. Assim, é importante determinar o efeito da exposição ao meio oral adverso logo após a fotopolimerização ou 24 horas após a polimerização.

Vários estudos têm vindo a demonstrar a degradação das resinas compostas quando expostas ao meio oral, mesmo em locais não sujeitos a forças mastigatórias^{9,11,25,26}. No entanto, apesar do potencial adverso que certas bebidas ácidas têm sobre o esmalte e dentina se encontrar relativamente bem estudado, o atual conhecimento do efeito destas substâncias sobre os materiais de restauração, particularmente as resinas compostas, é escasso^{15,27}.

A capacidade resistir à degradação química parece variar de compósito para compósito, sendo influenciada tanto pela natureza, tamanho e percentagem das partículas de carga, como pelo tipo de matriz e grau de conversão^{13,15,20,28,29}. Uma vez que existem disponíveis no mercado, alguns compósitos de marcas próprias, comercializados exclusivamente por grandes distribuidores de material dentário, o clínico é muitas vezes colocado perante o dilema de poder seleccionar materiais mais baratos, mas que pouco sabe acerca das suas propriedades.

O objetivo deste estudo foi determinar a influência da imersão em ácido cítrico, e do momento dessa imersão, sobre a microdureza Vickers e a resistência à flexão de três resinas compostas de acordo com as seguintes hipóteses nulas: 1) a exposição a ácido cítrico e o período que decorre desde a fotopolimerização e o momento em que essa exposição é realizada não influenciam a microdureza e a resistência à flexão do compósito; 2) a microdureza e a resistência à flexão não são influenciadas pela resina composta utilizada.

Materiais e métodos

Foram fabricados 15 espécimes de cada um dos três compósitos avaliados: Suprafil-R&S (Lote 0161687, R&S, Cologne, França), Proclinic-PM (Lote 1747/10177-1, Proclinic SA, Barcelona, Espanha) e Tetric-Evoceram (L13599, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Os espécimes foram preparados de acordo com a norma ISO 4049 (2000), com as dimensões padronizadas de $2 \times 2 \times 25$ mm, e polimerizados através de uma matriz de acetato, durante 40 segundos, aplicando o fotopolimerizador Curing Light XL 3000 (3M Dental Products Division, Minesota, EUA), com uma ponta condutora de luz com 8 mm de diâmetro, nas 2 superfícies livres, em 3 pontos, de forma a garantir uma polimerização adequada e homogênea da totalidade do espécime. Entre cada amostra, a intensidade do fotopolimerizador (470 mW/cm^2) foi avaliada com um radiômetro (Modelo 100 da Demetron Kerr, Connecticut, CT 06810). Os excessos foram removidos com lâmina de bisturi e polidos com lixa de grão 320, montada numa polidora manual modelo Lunn Major (Struers, Copenhaga, Dinamarca) até o espécime atingir as medidas requeridas. As superfícies livres, que durante a fotopolimerização se encontravam em contacto com as matrizes de acetato não foram polidas. As dimensões dos espécimes foram confirmadas com craveira digital (Digimat Caliper Mitutoyo, Japão).

O envelhecimento dos espécimes foi realizado em dois meios de imersão desenvolvidos com o objetivo de acelerar a sua degradação química. Uma solução aquosa de ácido cítrico a 0,3% com $\text{pH}=2,5$ ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$, lote K91379944821, Merck, Darmstadt, Alemanha) e água bi-destilada com $\text{pH}=6,6$. O pH de ambas as soluções foi controlado diariamente com um medidor eletrônico de pH (pH 603, da Metrohm, Herisau, Suíça) seguindo-se um duplo controlo com papel indicador universal (Merck, Darmstadt, Alemanha).

Os 15 espécimes de cada compósito, foram distribuídos aleatoriamente em três subgrupos, de acordo com o método de envelhecimento a que foram submetidos: A) imersão em H_2O bi-destilada, $\text{pH}=6,6$, durante 10 dias; B) imersão em H_2O bi-destilada, $\text{pH}=6,6$, durante as primeiras 24 h, seguindo-se 9 ciclos de 6 h em ácido cítrico $\text{pH}=2,5$, alternados com 18 h em H_2O bi-destilada $\text{pH}=6,6$; C) 9 ciclos de imersão durante 6 h em ácido cítrico $\text{pH}=2,5$ alternados com 18 h em H_2O bi-destilada $\text{pH}=6,6$, seguidos de imersão em H_2O bi-destilada $\text{pH}=6,6$ durante 24 h (tabela 1). Entre ciclos, os espécimes foram lavados com água destilada a temperatura ambiente, durante 15 segundos antes de serem introduzidos em novos recipientes.

Desta forma, foram criados 9 grupos experimentais, de acordo com as diversas combinações possíveis entre os três compósitos testados e os três métodos de envelhecimento avaliados ($n=5$). Todos os espécimes sofreram um período total de envelhecimento de 10 dias, a 37°C , após o qual foi realizado o ensaio de microdureza, imediatamente seguido do teste de resistência à flexão.

Os valores de microdureza Vickers (HV) foram avaliados com uma carga de 981,2mN, durante 15 segundos (Dura-min Struers, Ballerup, Dinamarca). Em cada espécime foram realizadas 3 indentações, utilizando o valor médio das três

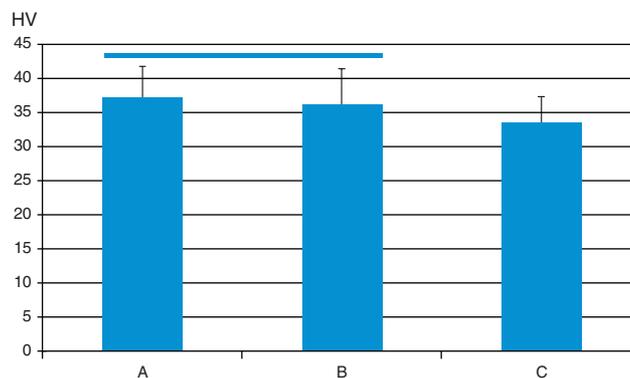


Figura 1 – Influência do esquema de envelhecimento sobre a microdureza Vickers (HV). [As colunas representadas sob a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas ($p \geq 0,05$)] – [A] H_2O 10 dias; B) H_2O 24 h + 9 ciclos pH ácido 6 h/ H_2O 18 h; C) ácido 24 h + 9 ciclos pH ácido 6 h/ H_2O 18 h + H_2O 24 h; ($n = 15$)].

medições como o valor da microdureza de cada espécime, numa das superfícies livres.

Os testes de resistência a tensões de flexão foram efetuados com uma máquina universal de testes mecânicos Instron (Instron Ltd., Bucks, Inglaterra), com uma célula de carga de 1 KN, a uma velocidade de 0,75 mm/min. No momento da fratura, foi registada a tensão em MegaPascal (MPa).

A análise estatística foi realizada com recurso ao programa de estatística SPSS 15.0 (SPSS Inc., Chicago, EUA). Os valores de microdureza Vickers e de resistência à flexão foram ainda submetidos a análise de variância fatorial (ANOVA), com duas dimensões, seguindo-se testes *post-hoc* segundo o método de Student-Newman-Keuls.

Resultados

Os valores médios de microdureza variaram entre 28,92HV (Proclinic-PM/esquema de envelhecimento C) e 40,38HV (Suprafil-R&S/esquema de envelhecimento A) (tabela 2). Foi detetada uma influência estatisticamente significativa tanto do compósito como do esquema de envelhecimento sobre a microdureza Vickers ($p < 0,001$ e $p = 0,008$, respetivamente), não se verificando interação estatisticamente significativa ($p = 0,145$) entre as duas variáveis independentes. O esquema de envelhecimento C apresentou valores médios de microdureza Vickers estatisticamente ($p < 0,05$) inferiores aos restantes (fig. 1). O compósito Proclinic-PM apresentou valores de microdureza estatisticamente ($p < 0,05$) inferiores aos obtidos com o Tetric-Evoceram e o Suprafil-R&S (fig. 2).

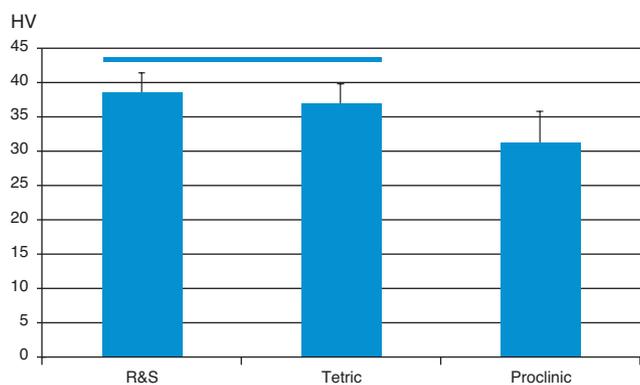
Os valores médios de resistência à flexão são apresentados na tabela 2. A resistência à flexão foi influenciada de forma estatisticamente significativa ($p < 0,001$) apenas pelo tipo de compósito. O esquema de envelhecimento não teve influência estatisticamente significativa ($p = 0,42$) sobre os resultados (fig. 3). Não se verificou nenhuma interação ($p = 0,87$) entre as duas variáveis independentes. O compósito Suprafil-R&S apresentou valores estatisticamente superiores ($p < 0,05$) de

Tabela 1 – Compósitos e esquemas de envelhecimento para os 9 grupos experimentais (n = 5)

Grupo experimental	Compósito		Esquema de envelhecimento
1	Suprafil-R&S	A	H ₂ O pH=6,6; 37 °C
2	Suprafil-R&S	B	H ₂ O pH=6,6 (primeiras 24 h) + 9 ciclos ácido cítrico pH=2,5 (6 h)/H ₂ O pH=6,6 (18 h); 37 °C
3	Suprafil-R&S	C	9 ciclos ácido cítrico pH=2,5 (6 h)/H ₂ O pH=6,6 (18 h) + H ₂ O pH=6,6 (últimas 24 h); 37 °C
4	Proclínic-PM	A	H ₂ O pH=6,6; 37 °C
5	Proclínic-PM	B	H ₂ O pH=6,6 (primeiras 24 h) + 9 ciclos ácido cítrico pH=2,5 (6h)/H ₂ O pH=6,6 (18 h); 37 °C
6	Proclínic-PM	C	9 ciclos ácido cítrico pH=2,5 (6 h)/H ₂ O pH=6,6 (18 h) + H ₂ O pH=6,6 (últimas 24 h); 37 °C
7	Tetric-Evoceram	A	H ₂ O pH=6,6; 37 °C
8	Tetric-Evoceram	B	H ₂ O pH=6,6 (primeiras 24 h) + 9 ciclos ácido cítrico pH=2,5 (6 h)/H ₂ O pH=6,6 (18 h); 37 °C
9	Tetric-Evoceram	C	9 ciclos ácido cítrico pH=2,5 (6 h)/H ₂ O pH=6,6 (18 h) + H ₂ O pH=6,6 (últimas 24 h); 37 °C

Tabela 2 – Análise descritiva dos valores de microdureza Vickers e resistência à flexão (A- H₂O 10 dias; B- H₂O 24 h + 9 ciclos pH ácido 6 h/H₂O 18 h; C- ácido 24 h + 9 ciclos pH ácido 6 h/H₂O 18 h + H₂O 24 h) (n = 5)

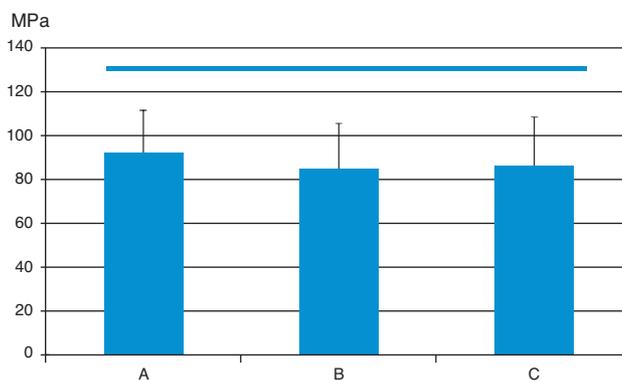
Grupo Experimental	Compósitos	Esquema envelhecimento	Microdureza média ± desvio padrão (HV)	Resistência à flexão média ± desvio padrão (MPa)
1	R&S	A	40,38 ± 1,63	109,81 ± 20,32
2	R&S	B	38,95 ± 3,85	109,20 ± 14,38
3	R&S	C	36,59 ± 1,11	106,09 ± 28,64
4	Proclínic	A	34,65 ± 6,52	88,14 ± 11,79
5	Proclínic	B	30,18 ± 2,54	74,00 ± 9,82
6	Proclínic	C	28,92 ± 1,85	77,55 ± 6,51
7	Tetric	A	36,44 ± 2,55	76,72 ± 11,31
8	Tetric	B	39,44 ± 2,33	70,68 ± 8,20
9	Tetric	C	35,02 ± 2,19	74,59 ± 9,76

**Figura 2 – Influência do compósito sobre a microdureza Vickers (HV). [As colunas representadas sob a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas ($p \geq 0,05$)] – (n = 15).**

resistência à flexão relativamente aos outros compósitos (fig. 4).

Discussão

Não se verifica um consenso quanto ao método de exposição ao pH ácido nos estudos anteriormente realizados. Em alguns^{30,31}, essa exposição é realizada de forma contínua, noutros^{32,33} é realizada de forma cíclica. Neste estudo, foram realizados 9 ciclos, com exposição a ácido cítrico (pH=2,5) durante 6 horas, uma vez que tem sido sugerido que um indivíduo com uma dieta cariogénica se encon-

**Figura 3 – Influência do esquema de envelhecimento sobre a resistência à flexão (MPa). [As colunas representadas sob a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas ($p \geq 0,05$)] – [A) H₂O 10 dias; B) H₂O 24 h + 9 ciclos pH ácido 6 h/H₂O 18 h; C) ácido 24 h + 9 ciclos pH ácido 6 h/H₂O 18 h + H₂O 24 h; (n = 15)].**

tra sujeito a aproximadamente 6 horas diárias de ambiente ácido³³.

A capacidade de ocorrer polimerização residual das resinas compostas fotopolimerizáveis, por um período de tempo de 24 h após a irradiação luminosa, é amplamente reconhecida^{23,24,34,35}. No entanto, a influência do momento em que existe o primeiro contacto do compósito com o ambiente ácido sobre as suas propriedades mecânicas, ainda não se encontra bem estudada. Estes fatores condicionaram a decisão de avaliar a influência do momento em que

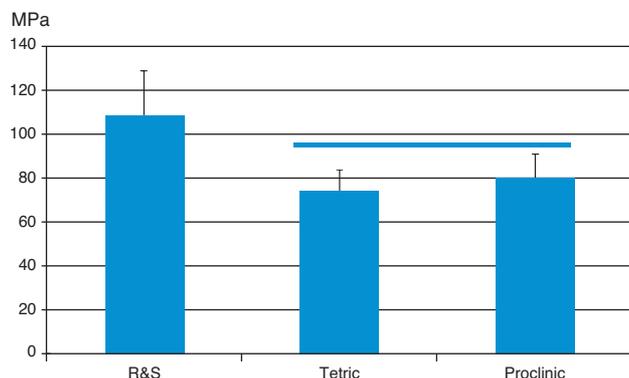


Figura 4 – Influência do compósito sobre a resistência à flexão (MPa). [As colunas representadas sob a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas ($p \geq 0,05$)] – (n = 15).

ocorre o primeiro contacto do compósito com o ambiente ácido. De acordo com os resultados desta investigação, a imersão imediata originou valores de microdureza inferiores aos obtidos com os outros dois esquemas de envelhecimento testados. A exposição ao meio ácido após o período de polimerização pós-irradiação não teve a mesma influência sobre a degradação da camada superficial do compósito, como ficou provado pela semelhança estatística entre a microdureza registada nos esquemas de envelhecimento A e B.

Por outro lado, no presente estudo a exposição ao ácido cítrico não influenciou a resistência à flexão dos compósitos utilizados. Da mesma forma, num estudo anteriormente realizado, os autores observaram a influência do meio de envelhecimento apenas na microdureza e não na resistência à flexão³⁰. Ao contrário da microdureza que é uma propriedade de superfície, a resistência à flexão parece ser determinada tanto pela superfície como pelo núcleo do material. Uma vez que o mecanismo do desgaste químico tem sido associado à degradação da superfície e sub-superfície do compósito, o período de envelhecimento de 10 dias utilizado poderá não ter sido suficiente para produzir uma alteração química no núcleo dos espécimes^{3,10,13}.

Relativamente aos compósitos utilizados, verificaram-se diferenças, na microdureza e na resistência à flexão, entre eles. O Suprafil-R&S e o Tetric-Evoceram apresentaram valores de microdureza Vickers mais elevados que o Proclenic-PM. No ensaio de resistência à flexão, o Suprafil-R&S apresentou valores mais elevados que os restantes compósitos. Apesar de a informação disponibilizada pelos respetivos fabricantes ser escassa, as disparidades que poderão existir entre a composição química e a percentagem de partículas de carga poderão justificar as diferenças encontradas³⁶.

Apesar dos resultados satisfatórios encontrados nos Suprafil-R&S e no Proclenic-PM existem muitas outras propriedades que determinam o sucesso de um material de restauração em situações clínicas e que devem no futuro ser estudadas.

Conclusões

A exposição ao ácido cítrico imediatamente após a fotopolimerização, sem um período de envelhecimento em água de 24 horas, influencia negativamente a microdureza do compósito, mas não tem influência sobre a resistência à flexão.

Todos os compósitos testados atingiram valores de resistência à flexão clinicamente aceitáveis.

Responsabilidades éticas

Proteção de pessoas e animais. Os autores declaram que para esta investigação não se realizaram experiências em seres humanos e/ou animais.

Confidencialidade dos dados. Os autores declaram que não aparecem dados de pacientes neste artigo.

Direito à privacidade e consentimento escrito. Os autores declaram que não aparecem dados de pacientes neste artigo.

Conflito de interesses

Os autores declaram não haver conflito de interesses.

Agradecimentos

Trabalho desenvolvido no UICOB, unidade I&D n.º 4062 da FCT.

BIBLIOGRAFIA

1. Fischer J, Roeske S, Stawarczyk B, Hämmerle C. Investigations in the correlation between Martens hardness and flexural strength of composite resin restorative materials. *Dent Mater*. 2010;29:188-92.
2. Ho C, Vijayaraghavan T, Lee ST, Huang H, Pan L. Flexural behaviour of post-cured composites at oral-simulating temperatures. *J Oral Rehab*. 2001;28:658-67.
3. Mayworm CD, Camargo Jr SS, Bastian FL. Influence of artificial saliva on abrasive wear and microhardness of dental composites filled with nanoparticles. *J Dent*. 2008;36:703-10.
4. Stawarczyk B, Egli R, Roos M, Ozcan M, Hämmerle CH. The impact of in vitro aging on the mechanical and optical properties of indirect veneering composite resins. *J Prosthet Dent*. 2011;106:386-98.
5. Valinoti AC, Neves BG, Silva EM, Maia LC. Surface degradation of composite resins by acidic medicines and pH-cycling. *J Appl Oral Sci*. 2008;16:257-65.
6. Johansson A-K, Lingström P, Birkhed D. Effect of soft drinks on proximal plaque pH at normal and low salivary secretions rates. *Acta Odontol Scand*. 2007;65:352-6.
7. Mohamed MA, Tan HY, Woo AAS, Yap AUJ. Effects of pH on the microhardness of resin-based restorative materials. *Oper Dent*. 2005;30:661-6.
8. Medeiros I, Gomes M, Loguercio A, Filho L. Diametral tensile strength and Vickers hardness of a composite after storage in different solutions. *J Oral Sci*. 2007;49:61-6.
9. Roulet JF, Wälti C. Influence of oral fluid on composite resin and glass-ionomer cement. *J Prosthet Dent*. 1984;52:182-9.

10. Ferracane JL, Marker VA. Solvent Degradation and Reduced Fractures Toughness in Aged Composites. *J Dent Res.* 1992;71:13-9.
11. Yap A, Lin LY, Yang TY, Ali A, Chung SM. Influence of Dietary Solvents on Strength of nanofill and Ormocer Composites. *Oper Dent.* 2005;30:129-33.
12. Fano V, Shatel ML. Release phenomena and toxicity in polymer-based dental restorative materials. *Acta Biomed.* 2007;78:190-7.
13. Zhang Y, Xu J. Effect of immersion in various media on the sorption, solubility, elution of unreacted monomers, and flexural properties of two model dental composite compositions. *J Mater Sci Mater Med.* 2008;19:2477-83.
14. Gopferich A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. *Biomater.* 1996;17:103-14.
15. Bagheri R, Tyas MJ, Burrow MF. Subsurface degradation of resin based composites. *Dent Mater.* 2007;23:944-51.
16. Soderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res.* 1984;63:1248-54.
17. Yap AU, Tan SH, Wee SS, Lee CW, Lim EL, Zeng KY. Chemical degradation of composite restoratives. *J Oral Rehabil.* 2001;28:1015-21.
18. Powers JM, Sakaguchi RL. *Craig's Restorative dental materials.* 12th Ed St Louis, MI: Mosby Elsevier; 2006.
19. Knezevic A, Zeljezic D. Cytotoxicity of Composite Materials Polymerized with LED Curing Units. *Oper Dent.* 2008;33:23-30.
20. Silva E, Almeida G, Poskus LT, Guimarães J. Relationship between the degree of conversion, solubility and salivary sorption of a hybrid and a nanofilled resin composite: influence of the lighth-activation mode. *J Appl Oral Sci.* 2008;16:161-6.
21. Jontell M, Hanks C, Bratel J, Bergenholtz G. Effects of Unpolymerized Resin Componentes on the Function of Accessory Cells Derived from the Rat Incisor Pulp. *J Dent Res.* 1995;74:1162-7.
22. Pilo R, Cardash HS. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. *Dent Mater.* 1992;8:299-304.
23. Wendl B, Droschl H, Kern W. A comparative study of polymerization lamps to determine the degree of cure of composites using infrared spectroscopy. *Eur J Orthod.* 2004;26:545-51.
24. Yoshida K, Atsuta M. Post-irradiation hardening of dual-cured and light-cured resin cements through machinable ceramics. *Am J Dent.* 2006;19:303-7.
25. Pedreira APRV, Pegoraro LF, de Góes MF, Pegoraro TA, Carvalho RM. Microhardness of resin cements in the intraradicular environment: Effects of water storage and softening treatment. *Dent Mater.* 2009;25: 868-76.
26. Wu W, Toth E, Moffa J, Ellison J. Subsurface Damage Layer of in vivo orn dental Composite Restorations. *J Dent Res.* 1984;63:675-80.
27. Badra V, Faraoni J, Ramos R, Palma-Dibb R. Influence of different beverages on the microhardness and surface roughness of resin composites. *Oper Dent.* 2005;30: 213-9.
28. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater.* 2006;22:211-22.
29. Örtengren U, Andersson F, Elgh U, Terselius B, Karlsson S. Influence of pH and storage time on the sorption and solubility behavior of three composite resin materials. *J Dent.* 2001;29:35-41.
30. Yesilyurt C, Yoldas O, Altintas SH, Kusgoz A. Effects of food-simulating liquids on the mechanical properties of a silorane-based dental composite. *Dent Mater J.* 2009;28: 362-7.
31. Voltarelli FR, Santos-Daroz CB, Alves MC, Cavalcanti AN, Marchi GM. Effect of chemical degradation followed by toothbrushing on the surface roughness of restorative composites. *J Appl Oral Sci.* 2010;18:585-90.
32. Catelan A, Briso ALF, Sundfeld RH, Santos PH. Effect of Artificial Aging on the Roughness and Microhardness of Sealed Composites. *J Esthet Restor Dent.* 2010;22: 324-31.
33. Turssi CP, Hara AT, Serra MC, Rodrigues JR. Effect of storage media upon the surface micromorphology or resin-based restorative materials. *J Oral Rehab.* 2002;29:864-71.
34. Leung RL, Fan P, Johnston W. Post-irradiation Polymerization of Visible Light-activated composite resin. *J Dent Res.* 1983;62:363-5.
35. Watts D, Amer O, Combe E. Surface hardness development in light-cured composite. *Dent Mater.* 1987;3:265-9.
36. Ferracane JL. Resin composite – State of the art. *Dent Mater.* 2011;27:29-38.