

# Evaluación *in vitro* de la dureza en una resina micro híbrida de última generación con y sin precalentamiento

Rocío Ruales Guerrero<sup>1</sup>  
Luz Adriana Saldarriaga<sup>1</sup>  
Ximena Gallego Chávez<sup>1</sup>  
Adriana Jaramillo<sup>2</sup>  
Julián Andrés Tamayo<sup>3</sup>  
Carlos Humberto Martínez<sup>4</sup>  
Aimer Giovanni Urrego<sup>5</sup>

## Resumen

**Objetivo:** Evaluar la dureza Vickers de una resina de nanopartículas, con y sin precalentamiento, antes de la polimerización. **Métodos:** Se realizó un estudio experimental *in vitro* en 60 cuerpos de resina de nano partículas (ENA HRi Micerium® High Refraction Index) elaborados según la norma ISO 4049 (5mm de diámetro y 2 mm de altura) y fotocurados con lámpara VALO® con una longitud de onda de 395 nm. La muestra se dividió en dos grupos, el primero se sometió a tratamiento de precalentamiento a 39°C con el Calentador Ena Heat®, 10 minutos antes del fotocurado, y el segundo grupo se polimerizó sin precalentarse. Se realizaron dos microindentaciones con el durómetro (INDEC-TEC ZHV, Zwisch/Roell Indectec) en la superficie superior de todos los cuerpos de prueba. Se calculó la microdureza y se obtuvieron valores promedio y desviación estándar. Se compararon los dos grupos con la prueba U de Mann-Whitney (alfa de 0,05). La investigación fue aprobada por el Comité de Ética de UNICOC y se catalogó como estudio sin riesgo. **Resultados:** El grupo sin precalentamiento presentó mayor promedio de dureza Vickers ( $56,8 \pm 7,4$  HV) con respecto al grupo al que se le realizó precalentamiento ( $52,1 \pm 3,7$  HV), estas diferencias mostraron ser estadísticamente significativas ( $p=0,000$ ). **Conclusiones.** El precalentamiento de la resina de nano partículas (ENA HRi Micerium®) disminuye levemente la dureza superficial Vickers. Es necesario realizar otras pruebas para evaluar si el precalentamiento afecta otras propiedades mecánicas.

**Palabras Clave:** Resina compuesta, dureza, pruebas de dureza, materiales dentales.

## Hardness *in vitro* evaluation in a last generation micro hybrid resin with and without preheating

### Abstract

**Objective:** To evaluate the Vickers hardness of a nanoparticle composite with and without preheating prior to polymerization. **Methods.** An *in vitro* experimental study was carried out on 60 nanoparticle resin bodies (ENA HRi Micerium® High Refraction Index) made according to ISO 4049 (5mm diameter and 2mm height) and photo-curing with VALO® lamp (wave length of 395 nm). The sample was divided into two groups, the first one underwent preheating treatment with Ena Heat® to 39°C during 10 minutes before the photocuring, and the second group was polymerized without preheating. Two microindentations were performed with the durometer (INDEC-TEC ZHV, Zwisch/Roell Indectec) on the upper surface of all test specimens. The microhardness was calculated, mean and standard deviation were obtained. The two groups were compared with the Mann-Whitney U test ( $\alpha = 0.05$ ). The research was approved by the ethics committee of UNICOC and was classified as a risk-free study. **Results:** The group without preheating had higher Vickers hardness average ( $56,8 \pm 7,4$  HV) than the preheated group ( $52,1 \pm 3,7$  HV), these differences were statistically significant ( $p=0.000$ ). **Conclusions:** The preheating of the nanoparticle resin (ENA HRi Micerium®) slightly decreases the Vickers surface hardness. It is necessary to perform other tests to evaluate if the preheating affects other mechanical properties.

**Keywords:** Composite resins, hardness, hardness test, dental material.

Recibido: Mayo 2019. Aceptado: Junio 2019. Publicado: Junio 2019

#### Citación:

Ruales R, Saldarriaga LA, Gallego X, Jaramillo A, Tamayo JA, Martínez-Cajas CH, et al. Evaluación *in vitro* de la dureza en una resina micro híbrida de última generación con precalentamiento y sin precalentamiento. *Journal Odont Col.* 2019;12(23):23-32

1. Odontólogo, Estudiante de Especialización en Rehabilitación Oral, Institución Universitaria Colegios de Colombia - UNICOC, Cali.
  2. Odontóloga. Maestría en Microbiología, Maestría en Epidemiología. Docente, Institución Universitaria Colegios de Colombia UNICOC - Cali
  3. Estadístico. Maestría en Logística. Docente, Institución Universitaria Colegios de Colombia UNICOC - Cali
  4. Odontólogo. Maestría en Epidemiología. Docente, Institución Universitaria Colegios de Colombia UNICOC - Cali
  5. Odontólogo, Especialización en Operatoria y Biomateriales Dentales, Profesor Institución Universitaria Colegios de Colombia - UNICOC, Cali.
- Autor responsable de correspondencia: Aimer Giovanni Urrego  
Correo electrónico: [aurrego@unicoc.edu.co](mailto:aurrego@unicoc.edu.co)

## Introducción

Los materiales restauradores dentales como las resinas o composites, han sido modificados en sus componentes para lograr las propiedades ideales que cumplan con las exigencias mecánicas, estéticas y funcionales. Los fabricantes ofrecen actualmente las resinas de nanorelleno o híbridas, como una alternativa que garantiza un comportamiento clínico muy favorable (1, 2).

Sin embargo, aunque el avance tecnológico ha logrado mejorar los materiales, los estudios muestran que algunos de estos presentan deficiencias en el desempeño clínico, como baja resistencia al desgaste, microfiltración, pigmentación, polimerización incompleta, contracción de polimerización, sensibilidad postoperatoria y al estrés en la interfase diente-restauración, entre otras fallas (3-5). Estos fracasos disminuyen la longevidad y promueven inconformidad por parte del paciente.

Las fallas más frecuentes son las asociadas con las propiedades físico mecánicas, que terminan en fracturas, formación de microfracturas (fallas por fatiga) y afectaciones por la carga oclusal, entre otras (6, 7).

Actualmente existen estándares de evaluación de materiales dentales en los que se establecen las propiedades mecánicas más importantes a evaluar (8). Una de estas propiedades es la dureza, que se define como la capacidad de un material de resistirse a ser penetrado o indentado, desgastado o rayado en su superficie. La microdureza Vickers es una prueba confiable, bien estandarizada y usada en diferentes materiales dentales (9-11) o en ensayos con la misma resina pero con diferentes condiciones asociadas con la técnica (12).

Particularmente, en lo relacionado con la técnica de las resinas, se han realizado ajustes para mejorar el comportamiento, como por ejemplo el tiempo de curado, la distancia, la inserción, la profundidad de la cavidad, entre otros (13, 14). El pre calentamiento del composite es un ajuste propuesto desde hace varios años (15), con el que se ha demostrado que muchas resinas a base de silorano muestran mayor dureza (16), pero otros estudios muestran resultados contrarios.

La resina ENA HRi Micerium, es una resina de última generación cuya nanoestructura brinda buenos resultados estéticos. Además, el fabricante sugiere realizar el calentamiento previo como indicación de manipulación (17). Aunque la propuesta es realizada por la misma casa fabricante, aun no existe evidencia suficiente que corrobore que esta práctica preliminar puede afectar la dureza de la resina. Por lo anterior, el objetivo del estudio fue evaluar el diferencial de dureza de la resina ENA HRi Micerium foto polimerizada sometida a precalentamiento durante la fase de trabajo versus sin precalentamiento.

## Materiales y Métodos

Se realizó un estudio experimental in vitro en 60 cuerpos de prueba confeccionados con resina ENA HRi Micerium (Figura 1), divididos en dos grupos de evaluación (n=60). El primer grupo se fotopolimerizó en condiciones normales y el segundo, se precalentó con el dispositivo de calentamiento ENA HEAT® a 39°C durante 10 minutos, antes de la polimerización. (Figura 2)

Para la elaboración de los cuerpos de prueba se utilizó un dispositivo de acero inoxidable de 5mm de diámetro y 2 mm de altura, según la norma ISO 4049. Luego de colocar la resina en el molde, se interpuso una tira de mylar y se hizo presión con una loseta de vidrio para eliminar excesos y burbujas. La loseta se retiró y se fotopolimerizó cada cuerpo individualmente a 2mm de distancia durante 4 segundos. (Figura 2)

Los cuerpos de prueba obtenidos fueron analizados por un experto para determinar que cumplieran con las normas de calidad, fueron aceptados todos los 30 cuerpos de prueba para cada grupo, los cuales fueron identificados y almacenados a temperatura ambiente en un contenedor individual hasta el momento de realizar la prueba. (Figura 3)

Todos los cuerpos de prueba se indentaron por duplicado con el microdurómetro (IN-DEC TEC ZHV, Zwich/Roell Indectec) con una carga de 0,5 Kg durante 15 segundos,

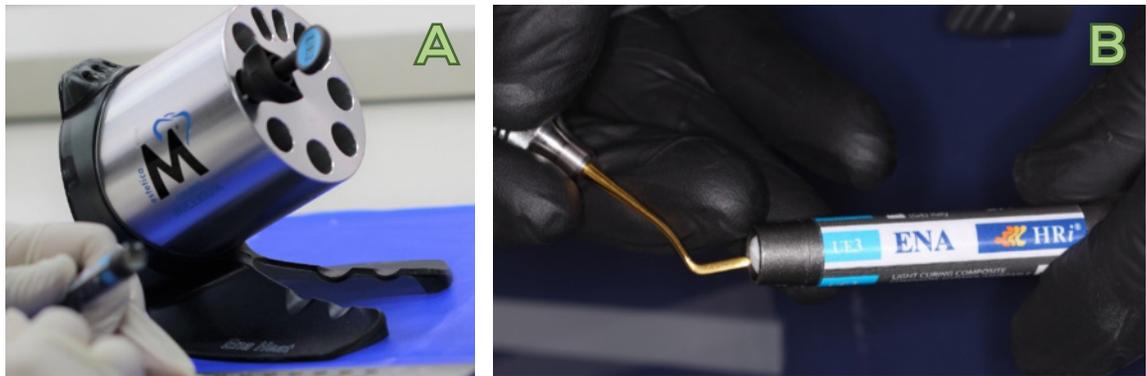


Figura 1. A) Dispositivo de calentamiento ENA. B) Manipulación de resina

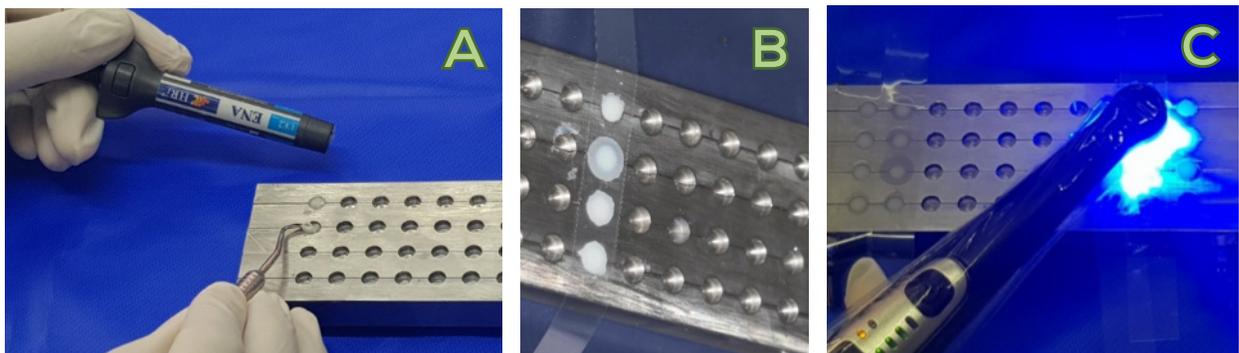


Figura 2. A) Molde para preparación de muestras. B) Confección de los cuerpos de prueba. C) Fotopolimerización de cuerpos de prueba



Figura 3. Almacenamiento de los cuerpos de prueba



Figura 4. A) Microdurómetro (INDENTEC ZHV®, Zwick/Roell Indentec). B) Microindentador.

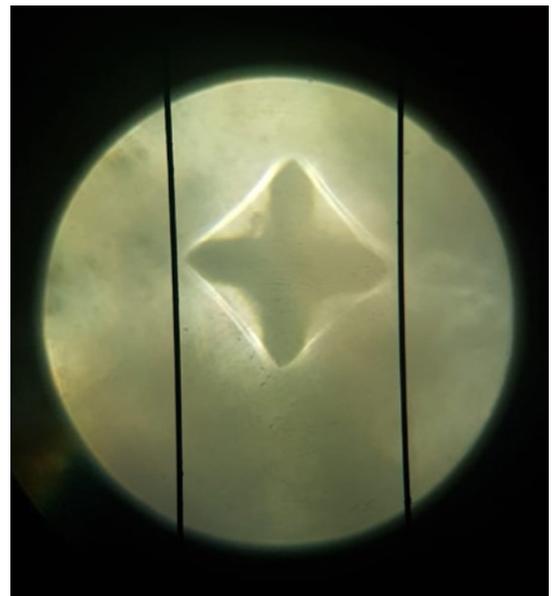


Figura 5. Indentación vista al microscopio.

usando un microindentador de punta de diamante. (Figuras 4 y 5) Luego se estimó la dureza Vickers (VHN) con la siguiente fórmula:

$$\text{VHN} = \frac{1,8544 \times P}{D^2} = \frac{1,8544 \times \text{carga (Kg)}}{\text{área de impresión en mm}^2}$$

Se recolectaron los datos (individuales y duplicados) en una hoja de cálculo de Excel®, que luego se exportó al paquete estadístico SPSS® V21. Se hizo análisis descriptivo con medidas de tendencia central y dispersión. Para el análisis comparativo de promedios, se aplicó la prueba U de Mann-Whitney entre grupos y se consideró una significancia estadística de  $p < 0.05$ .

## Resultados

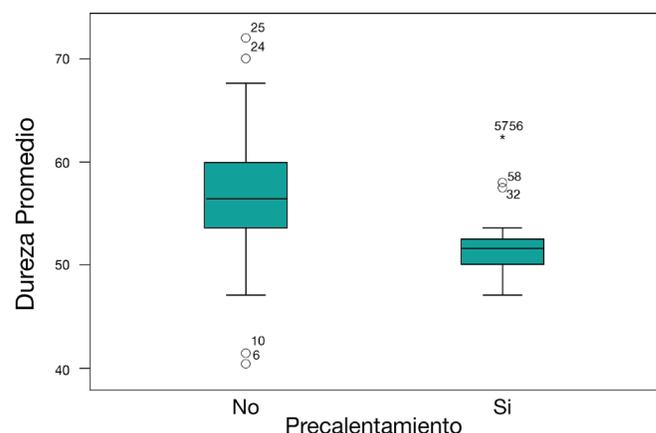
Todos los cuerpos de prueba fueron aceptados para realizar la microindentación tanto en el grupo control como los del grupo de tratamiento ( $n=60$ ) cumpliendo la norma ISO 4049. Una vez realizada la prueba in vitro se encontró que el promedio de la dureza en el grupo sin precalentamiento fue de  $58,5 \pm 9,9$  HV en el primer ensayo y de  $55,1 \pm 6,9$  HV en el segundo ensayo. El promedio general de la microdureza en este grupo fue de  $56,8 \pm 7,4$  HV con un rango de 40,50–72,00 HV.

Por otra parte, el promedio de la dureza en el grupo de tratamiento con precalentamiento fue de  $52,8 \pm 5,9$  HV, en la primera, y de  $51,4 \pm 3,0$  HV en la segunda. El promedio general de la microdureza fue de  $52,1 \pm 3,7$  HV, con un rango de 47,00 – 62,50 HV. (Tabla 1)

**Tabla 1. Resultado de la prueba de dureza Vickers (HV) en los grupos con y sin precalentamiento.**

HV	Tipo								Valor p
	Sin precalentamiento				Con precalentamiento				
	Mínimo	Máximo	Media	DE	Mínimo	Máximo	Media	DE	
Indentación 1	38,0	77,0	58,5	9,9	47,0	71,0	52,8	5,9	0,001*
Indentación 2	43,0	73,0	55,1	6,9	46,0	59,0	51,4	3,0	0,003*

(HV) Hardness Vickers; (\*) Diferencia estadísticamente significativa, prueba U de Mann Whitney; (DE) Desviación Estándar



**Figura 6.** Diagrama de cajas y alambres. Dureza Vickers en los grupos sin y con precalentamiento.

**Tabla 2. Comparación de la Dureza Vickers en cuerpos de resina de nanopartículas (HENA HRI Micerium) con y sin precalentamiento**

Tratamiento térmico	Dureza (HV)				Valor p
	Mínimo	Máximo	Media	DE	
Sin precalentamiento	40,50	72,00	56,8	7,4	0,000*
Con precalentamiento	47,00	62,50	52,1	3,7	

(HV) Hardness Vickers; (\*) Diferencia estadísticamente significativa, prueba U de MannWhitney; (DE) Desviación Estándar

Al realizar la comparación entre la primera prueba entre el grupo sin precalentamiento y con precalentamiento a partir de la prueba Mann Whitney se encontraron diferencias estadísticamente significativas ( $P = 0,001$ ). Al igual que al comparar la segunda prueba ( $P = 0,003$ ). Los resultados arrojaron que el grupo sin precalentamiento mostró valores de dureza mayores ( $56,8 \pm 7,4$  HV) con respecto al grupo al que se le realizó precalentamiento ( $52,1 \pm 3,7$  HV), y estas diferencias mostraron ser estadísticamente significativas ( $p = 0,000$ ). (Tabla 2).

## Discusión

El avance de la tecnología en el desarrollo de nuevos biomateriales dentales ha llegado al punto de realizar modificaciones a los polímeros en escalas nanométricas para mejorar las propiedades mecánicas como la resistencia, el módulo elástico, la dureza, entre otras, que pueden garantizar un comportamiento clínico de las resinas de alta calidad. Algunas casas comerciales recomiendan hacer tratamientos térmicos previos al fotocurado de la resina, pero son pocos los reportes sobre los cambios en las propiedades después del pretratamiento. El presente estudio evaluó la microdureza Vickers de una resina de nanopartículas foto polimerizada (ENA HRi Micerium) con y sin tratamiento de precalentamiento.

La Academia Internacional de Materiales Dentales realizó una guía consenso en el 2018 para determinar cuáles son las propiedades mecánicas para el análisis de materiales odontológicos y las clasificó según su prioridad, reconociendo la dureza como una de las propiedades del grupo primer grupo de prioridad, entre otras (8). En el presente estudio se decidió evaluar la microdureza porque es una propiedad que responde a la composición del material, debido a que la resina evaluada es de microrelleno, y es conocido que entre más relleno del material, más aumenta su dureza, además, ésta propiedad se encuentra muy relacionada con otras propiedades mecánicas como el módulo elástico, la resistencia a la fractura y la resistencia flexural (18).

Para determinar la dureza existen diferentes métodos reconocidos como son: Knoop (ISO 6507-1), Vickers (ISO 6507-1), Rocwell (ISO 2039-2), Brinell (ISO 6506-1:200) y Martens (Universal) (E DIN50359), entre otros. En este estudio se decidió utilizar el método de microindentación Vickers debido a que es una metodología estandarizada, de alta confiabilidad y reproducibilidad, que se basa en indentar el material de prueba con un pun-

ta de diamante (8, 19), además ha sido regularmente usada con otros materiales dentales como cementos, ionómeros, entre otros (20, 21).

Por otra parte, el calentamiento de los materiales ha generado discusión entre los investigadores y clínicos. Hace un par de décadas se había probado que la temperatura afecta las propiedades físicas de las resinas compuestas, particularmente, el aumento a 60°C generaba una mejoría en la dureza y la fuerza tensil (22). Otros estudios muestran que el calor afecta tanto positiva como negativamente otras propiedades (16, 23), por lo que es necesario realizar pruebas para tener garantía de una buena calidad del material de restauración.

La resina Enamel HRi (High Refraction Index) llega al mercado con la oferta de un comportamiento ante la luz muy similar al esmalte natural (17). La casa comercial sugiere realizar tratamiento térmico antes de realizar la polimerización, pero no hay estudios que garanticen los resultados. En el presente estudio, se comparó la dureza con y sin precalentamiento de la resina.

Algunos pocos estudios han analizado materiales dentales con tratamiento de precalentamiento, por ejemplo, Quintanilla (2016) evaluó la microdureza Vickers de la resina compuesta Filtek™ Z350XT (3M ESPE) color A1 en donde precalentó las resinas antes de activarlas a 10, 20, 30 y 400 °C, de igual forma en una segunda fase refrigeró las resinas y luego las activó 10, 20 y 30 minutos. Los resultados mostraron que con el incremento del calor, también se aumentaba la dureza (24). La diferencia de los resultados posiblemente se debe a que se evaluaron materiales de diferente marca y con diferente proporción de relleno, además, es probable que el aumento de la temperatura en el composite provocara una disminución de la viscosidad lo que podría generar mayor movilidad molecular de los grupos reactivos que se encuentran inmersos dentro de la matriz de resina. De igual forma, las partículas de relleno de mayor tamaño tienden a provocar aumento en la frecuencia de colisiones lo que favorece sensiblemente una mayor conversión de monómeros (25).

Por otra parte, los resultados de Quintanilla muestran que en la medida en que aumentan la temperatura mayor es el valor de microdureza, y particularmente, a partir de 20°C la dureza fue significativamente mayor que con las temperaturas de 0, 10 °C ( $p < 0,05$ ). Contrariamente a los resultados del presente estudio, en el que la dureza fue mayor las muestras del grupo que no se hizo pre calentamiento. Esta discrepancia podría explicarse porque la resina Enamel HRi al ser menos viscosa puede presentar mayor expansión en sus componentes, lo que físicamente resultaría en un mayor paso de fotones que van posteriormente a activar los fotoiniciadores; esto hace que aquellos radicales libres que quedan inmersos en la matriz después de expandirse, logren un proceso de auto aceleración, lo que aumentaría la tasa de conversión (26).

Son pocos los estudios que evalúan la microdureza con y sin precalentamiento, Ayub et al. (2014), evaluaron la microdureza en varios composites con tratamiento térmico previo, la resina Filtek Suprem Ultra mostró valores significativamente más altos que las otras resinas evaluadas. Los resultados de dureza del presente estudio estuvieron ligeramente mayores que la mayoría de resinas a excepción de la marca Filtek Suprem Ultra (Tabla 3). Estas diferencias se pueden deber a que tanto la partícula del relleno de Filtek como la de ENA Micerium es más pequeña que las otras resinas evaluadas, lo que puede generar menos espacios intermoleculares y aumentan la microdureza.

**Tabla 3. Microdureza Vickers de diferentes resinas compuestas de última generación con tratamiento térmico previo a la polimerización.**

Tratamiento térmico	Ayub K. et al. (2014)			Presente estudio (2019)	
	Bis-GMA, UDMA Filler: 71.5 %, silinated strontium borosilicate, dioxide	Bis-GMA, dimethacrylates Filler:68.4% barium glass filler, Ba Al fluoro silicate glass, dispersed silica	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Bis-EMA, PEGDMA Filler: 72.5% zirconia/silica	Polysiloxane Filler: 73 wt% quartz	Bis-GMA, 1,4-Butandiol-dimethacrylate Urethandi-methacrylate
Sin precalentar	41,16± 1,19	43,70±1,86	60,60±1,03	42,38±1,83	56,8 ±7,4
Precalentada	46,75±1,26	49,07±2,19	70,62±2,24	53,90±2,02	52,1 ±3,7

Por otro lado, nuestros resultados están acordes con presentados por Saade et al. (2009) en el que evaluaron la microdureza Vickers de una resina compuesta nanohíbrida (Tetric Ceram. Ivoclar/Vivadent, Schaan, Liechtenstein, color A, lote J03862) con tres tratamientos térmicos previos a 37°C, 54°C y 60°C(27). Los resultados muestran que en la medida en que se incrementa el calor, la microdureza disminuye, aunque no es estadísticamente significativa ( $p>0,05$ ). Similar a lo reportado en este estudio, donde también hubo el mismo comportamiento después del tratamiento térmico, aunque sí fueron estadísticamente significativas ( $p=0,000$ ).

Finalmente, los resultados de microdureza Vickers obtenidos en los dos grupos evaluados en el presente estudio están muy por encima de los valores de materiales considerados como duros ( $>30$  VHN) (8) y además, los dos grupos también muestran valores muy similares a la dureza reportada de la dentina ( $62,5\pm 10,2$  HV)(28). Es decir, que tanto con o sin calentamiento pueden emular el tejido biológico a reemplazar, el cual es el resultado que se espera para la restauración.

El presente estudio tiene la limitación que solamente evaluó la microdureza Vickers, sin tener en cuenta otra propiedad mecánica complementaria que pueda servir para corroborar los resultados. Los autores sugerimos realizar otras pruebas mecánicas a la misma resina y realizando los mismos protocolos de precalentamiento.

## Conclusiones

- El tratamiento calentamiento de la resina ENA Micerium HRi® previo a la polimerización muestra una disminución de la microdureza Vickers de la resina de nanorellefino aunque no es estadísticamente significativo.

## Agradecimientos

Los autores agradecen al personal del Laboratorio de Materiales de la Universidad Autónoma de Occidente, por la realización de las pruebas de microdureza.

Agradecen también a Importaciones Dental Universitario S. A. por facilitar el uso del Calentador ENA HEAT®.

## Conflicto de intereses

Los autores expresan que no hay conflictos de intereses al redactar el manuscrito.

## Referencias

1. Bayne SC, Ferracane JL, Marshall GW, Marshall SJ, van Noort R. The Evolution of Dental Materials over the Past Century: Silver and Gold to Tooth Color and Beyond. *J Dent Res.* 2019;98(3):257-65.
2. Alzraikat H, Burrow MF, Maghaireh GA, Taha NA. Nanofilled Resin Composite Properties and Clinical Performance: A Review. *Oper Dent.* 2018;43(4):E173-e90.
3. Shah PK, Stansbury JW. Role of filler and functional group conversion in the evolution of properties in polymeric dental restoratives. *Dent Mater.* 2014;30(5):586-93.
4. Montagner AF, Sande FHV, Muller C, Cenci MS, Susin AH. Survival, Reasons for Failure and Clinical Characteristics of Anterior/Posterior Composites: 8-Year Findings. *Braz Dent J.* 2018;29(6):547-54.
5. van Dijken JW, Lindberg A. A 15-year randomized controlled study of a reduced shrinkage stress resin composite. *Dent Mater.* 2015;31(9):1150-8.
6. de Kok P, Kleverland CJ, Kuijs RH, Oztoprak MA, Feilzer AJ. Influence of dentin and enamel on the fracture resistance of restorations at several thicknesses. *Am J Dent.* 2018;31(1):34-8.
7. Ferracane JL. Resin-based composite performance: are there some things we can't predict? *Dent Mater.* 2013;29(1):51-8.
8. Ilie N, Hilton TJ, Heintze SD, Hickel R, Watts DC, Silikas N, et al. Academy of Dental Materials guidance-Resin composites: Part I-Mechanical properties. *Dent Mater.* 2017;33(8):880-94.
9. Ozcan S, Yikilgan I, Uctasli MB, Bala O, Kurklu ZG. Comparison of time-dependent changes in the surface hardness of different composite resins. *Eur J Dent.* 2013;7(Suppl 1):S20-5.
10. Erazo L, Vinasco F, Ruan J. Comparación de la microdureza superficial Vickers del cemento autoadhesivo-auto-grabador Relyx Unicem y el cemento dual Relyx Unicem. *Revista Colombiana de Investigación en Odontología.* 2011;1(3):68-76.
11. Chinelatti MA, Chimello DT, Ramos RP, Palma-Dibb RG. Evaluation of the surface hardness of composite resins before and after polishing at different times. *J Appl Oral Sci.* 2006;14(3):188-92.
12. Mousavinasab SM, Barekatin M, Sadeghi E, Nourbakhshian F, Davoudi A. Evaluation of light curing distance and mylar strips color on surface hardness of two different dental composite resins. *Open Dent J.* 2014;8:144-7.
13. Moharam LM, El-Hoshy AZ, Abou-Elenein K. The effect of different insertion techniques on the depth of cure and vickers surface micro-hardness of two bulk-fill resin composite materials. *J Clin Exp Dent.* 2017;9(2):e266-e71.
14. Taron A, Frías S, Blanco S, Camacho A, Bustillo J, Díaz A. Comparación de la dureza superficial de diferentes tipos de materiales restauradores en premolares birradiculares, un estudio in vitro. *Avances en Odontología.* 2015;31(6):355-61.
15. Rickman LJ, Padipatvuthikul P, Chee B. Clinical applications of preheated hybrid resin composite. *Br Dent J.* 2011;211(2):63-7.
16. Mohammadi N, Jafari-Navimipour E, Kimyai S, Ajami AA, Bahari M, Ansarin M. Effect of pre-heating on the mechanical properties of silorane-based and methacrylate-based composites. *J Clin Exp Dent.* 2016;8(4):e373-e8.

17. Gruppo M. Micerium S.p.A. 20192019 [Available from: <http://www.micerium.es/>].
18. Thomaidis S, Kakaboura A, Mueller WD, Zinelis S. Mechanical properties of contemporary composite resins and their interrelations. *Dent Mater.* 2013;29(8):e132-41.
19. Quinn G, bradt R. On the Vickers Indentation Fracture Toughness Test | NIST. *J Am Ceram Soc.* 2007;90(3):673-80.
20. Ramos MB, Pegoraro TA, Pegoraro LF, Carvalho RM. Effects of curing protocol and storage time on the micro-hardness of resin cements used to lute fiber-reinforced resin posts. *J Appl Oral Sci.* 2012;20(5):556-62.
21. Eliguzeloglu Dalkilic E, Donmez N, Kazak M, Duc B, Aslantas A. Microhardness and water solubility of expired and non-expired shelf-life composites. *Int J Artif Organs.* 2019;42(1):25-30.
22. Bausch JR, de Lange C, Davidson CL. The influence of temperature on some physical properties of dental composites. *J Oral Rehabil.* 1981;8(4):309-17.
23. Alizadeh Oskoee P, Pournaghi Azar F, Jafari Navimipour E, Ebrahimi chaharom ME, Naser Alavi F, Salari A. The effect of repeated preheating of dimethacrylate and silorane-based composite resins on marginal gap of class V restorations. *J Dent Res Dent Clin Dent Prospects.* 2017;11(1):36-42.
24. Quintanilla C. Comparación de la microdureza superficial in vitro de una resina compuesta fotoactivada a diferentes temperaturas y tiempos de climatización. Lima, Perú: Universidad Peruana Cayetano Heredia; 2016.
25. Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF. Monomer conversion of pre-heated composite. *J Dent Res.* 2005;84(7):663-7.
26. Prasanna N, Pallavi Reddy Y, Kavitha S, Lakshmi Narayanan L. Degree of conversion and residual stress of preheated and room-temperature composites. *Indian J Dent Res.* 2007;18(4):173-6.
27. Saade E, Bandeca M, Bagnato V, Porto-Neto S. Influence of pre-heat treatment and different light-curing units on Vickers hardness of a microhybrid composite resin. *Laser Physics.* 2009;19(6):1276-1.
28. Dadoun MP, Bartlett DW. The microhardness of bleached dentine and its bond strength to a dentine bonding agent. *Eur J Prosthodont Restor Dent.* 2007;15(3):131-4.