



LÚCIA TRAZZI PRIETO

"AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE COR, GRAU DE
CONVERSÃO E RESISTÊNCIA À UNIÃO DE SISTEMAS
DE CIMENTAÇÃO SUBMETIDOS OU NÃO AO
ENVELHECIMENTO ACELERADO"

"EVALUATION OF COLOR STABILITY, DEGREE OF
CONVERSION AND SHEAR BOND STRENGTH OF
LUTING SYSTEMS ACCORDING TO ACCELERATED
AGING"

Piracicaba
2014



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

LÚCIA TRAZZI PRIETO

"AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE COR, GRAU DE
CONVERSÃO E RESISTÊNCIA À UNIÃO DE SISTEMAS
DE CIMENTAÇÃO SUBMETIDOS OU NÃO AO
ENVELHECIMENTO ACELERADO."

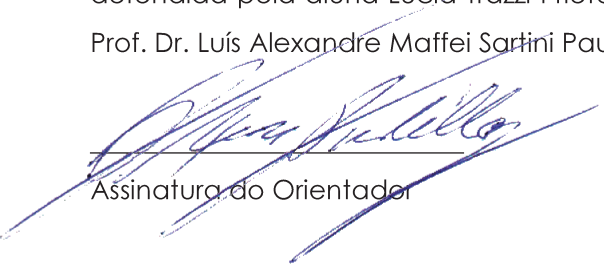
"EVALUATION OF COLOR STABILITY, DEGREE OF
CONVERSION AND SHEAR BOND STRENGTH OF
LUTING SYSTEMS ACCORDING TO ACCELERATED
AGING"

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do Título de Doutora em Clínica Odontológica, Área de Concentração em Dentística.

Thesis presents to the Piracicaba Dental School of the University of Campinas in partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor in Dental Clinic, in Operative Dentistry area.

Orientador: Prof. Dr. Luís Alexandre M S Paulillo

Este exemplar corresponde à versão final da dissertação defendida pela aluna Lúcia Trazzi Prieto e orientada pelo Prof. Dr. Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo.



Assinatura do Orientador

Piracicaba
2014

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Marilene Girello - CRB 8/6159

P933a Prieto, Lúcia Trazzi, 1984-
Avaliação da estabilidade de cor, grau de conversão e resistência à união de sistemas de cimentação submetidos ou não ao envelhecimento acelerado / Lúcia Trazzi Prieto. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2014.

Orientador: Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo.
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Cimentos de resina. 2. Cerâmica. 3. Facetas dentárias. 4. Resistência ao cisalhamento. I. Paulillo, Luis Alexandre Maffei Sartini, 1962-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Evaluation of color stability, degree of conversion and shear bond strength of luting systems according to accelerated aging

Palavras-chave em inglês:

Resin Cements

Ceramics

Dental veneers

Shear strength

Área de concentração: Dentística

Titulação: Doutora em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo [Orientador]

Cíntia Tereza Pimenta de Araújo

Vanessa Castro Pestana da Silveira Bueno

Diogo de Azevedo Miranda

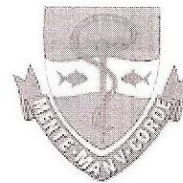
Giselle Maria Marchi Baron

Data de defesa: 29-08-2014

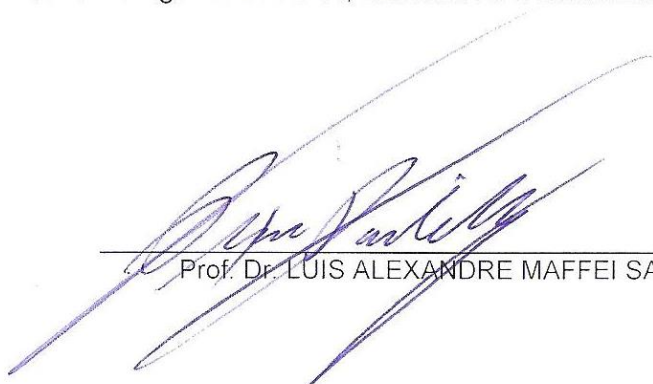
Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 29 de Agosto de 2014, considerou a candidata LÚCIA TRAZZI PRIETO aprovada.



Prof. Dr. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO



Profa. Dra. CÍNTIA TEREZA PIMENTA DE ARAÚJO



Profa. Dra. VANESSA CASTRO PESTANA DA SILVEIRA BUENO



Prof. Dr. DIOGO DE AZEVEDO MIRANDA



Profa. Dra. GISELLE MARIA MARCHI BARON

RESUMO

O objetivo deste estudo "in vitro" foi avaliar propriedades físicas e químicas de cimentos resinosos e resinas compostas de baixa viscosidade usados na cimentação de facetas laminadas, através da estabilidade de cor e resistência à união após envelhecimento e grau de conversão. Foram utilizados 96 incisivos humanos extraídos divididos, aleatoriamente, em 6 grupos experimentais (n=8), formados pelos sistemas de fixação RelyX Veneer/ Single Bond2 (3M ESPE), RelyX ARC/Single Bond2 (3M ESPE), Filtek Z350 XT Flowable/Single Bond2 (3M ESPE), Variolink Veneer/Tetric N-Bond (Ivoclar-Vivadent), Variolink II/ Tetric N-Bond (Ivoclar-Vivadent) e Tetric N-Flow/ Tetric N-Bond (Ivoclar-Vivadent), utilizados na cor A1. Para avaliar a estabilidade de cor foram realizados desgastes na face vestibular de 0,6 mm de profundidade simulando preparos para facetas laminadas em 48 incisivos humanos e foram confeccionadas facetas laminadas em cerâmica IPS Empress Esthetic que foram cimentadas de acordo com os grupos experimentais. Vinte e quatro horas após a cimentação a cor inicial foi avaliada com o auxílio de espectrofotômetro (Easysshade-Vita). Após o envelhecimento acelerado por luz UV-B durante 300 horas (150Kj/min), nova mensuração de cor foi realizada. A avaliação da resistência ao microcisalhamento foi realizada selecionando outros 48 incisivos humanos (n=8) que receberam a cimentação de dois cilindros cerâmicos (IPS Empress Esthetic) (1 x 2 mm) sobre a face vestibular planificada, após vinte e quatro horas o primeiro cilindro foi acoplado à máquina EZ-test para o teste de resistência e o cilindro remanescente foi submetido ao envelhecimento acelerado por luz, e novo ensaio de resistência à união realizado, avaliando-se também o padrão de fratura em microscópio óptico. Para avaliação do grau de conversão foram confeccionados 60 espécimes (n=10) de cada material resinoso (5 x 0,5 mm) e os espectros de absorção foram obtidos através do espectrômetro Spectrum 100 FTIR/UATR. Os dados foram submetidos a Análise de Variância e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Em relação a estabilidade de cor todos os materiais testados apresentaram grande alteração de cor perceptível clinicamente ($\Delta E > 3.3$), porém não apresentaram diferença estatísticas entre si. Para a resistência à união os sistemas de fixação Single Bond

2/RelyX ARC

e Tetric N-Bond/Variolink II apresentaram os melhores valores quando comparados aos demais sistemas, Tetric N-Bond/Variolink Veneer e Single Bond 2/ RelyX Veneer foram semelhantes entre si e superiores as resinas compostas de baixa viscosidade, que apresentaram os valores mais baixos. Em relação ao padrão de fratura os cimentos duais apresentaram maior porcentagem de fraturas do tipo coesiva em cerâmica (62,5%) enquanto os cimentos fotoativados e resinas de baixa viscosidade obtiveram maior porcentagem de falhas do tipo adesiva (50 a 75%). Quanto ao grau de conversão, RelyX ARC apresentou o melhor resultado, sendo que Variolink II, RelyX Veneer e Filtek Flow apresentaram resultados intermediários com diferenças estatísticas entre si e Tetric Flow e Variolink Veneer apresentaram o menor grau de conversão. Baseando-se nos resultados pôde-se concluir que os sistemas de fixação mostraram grande alteração de cor após o envelhecimento, em relação ao teste de microcisalhamento e grau de conversão os materiais duais obtiveram melhor desempenho quando comparados aos outros materiais testados.

Palavras-chave: Cimentos de resina, Cerâmica, Facetas dentárias e Resistência ao cisalhamento.

ABSTRACT

The aim of this "in vitro" study was to evaluate the chemical and physical properties of different resin cements and flowable resin composites used to lute veneers on enamel by color stability and bond strength submitted to accelerated artificial aging, and degree of conversion. Ninety-six extracted human incisors were randomly divided into 6 experimental groups ($n = 8$), according to the different luting systems evaluated: RelyX Veneer / Single Bond 2 (3M ESPE), RelyX ARC / Single Bond 2 (3M ESPE), Filtek Z350 XT Flowable/ Single Bond 2 (3M ESPE), Variolink Veneer / Tetric N - Bond (Ivoclar Vivadent), Variolink II / Tetric N - Bond (Ivoclar Vivadent) and Tetric N -Flow / Tetric N - Bond (Ivoclar Vivadent), used shade A1. To evaluate the color stability, wears of 0.6 mm thick were performed on labial surface to simulate veneer preparations. Forty-eight IPS Empress Esthetic veneers were cemented according to the experimental groups evaluated. Twenty-four hours after luting procedures the initial color was measured with spectrophotometry (Easysshade-Vita). After accelerated aging by UV-B light for 300 hours (150Kj/min), final color readout was measured. To evaluate the microshear bond strength another 48 human incisors was selected. Two ceramic cylinders (IPS Empress Esthetic) ($d=1$ mm x 2 mm thick) were lute on the labial enamel surface previous prepared as described before. After twenty-four hours, the first cylinder was coupled to the EZ -test machine for measuring the initial bond strength and, the remaining cylinder was submitted to accelerated artificial aging by light, and before bond strength test. Fracture pattern was analyzed under light microscope. To evaluate the degree of conversion 60 specimens ($n=10$) of each resin material (5x0.5 mm) were obtained and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) was used to evaluate the absorption spectra. The data were submitted to ANOVA and Tukey test ($\alpha = 0.05$). There was clinically perceptible color change ($\Delta E > 3.3$) for all materials tested; there were no statistical difference among the color stability of any luting materials. For bond strength test the luting systems single Bond2/ RelyX ARC and Tetric N-Bond/Variolink II showed the highest values when compared to others systems, Tetric N-Bond/Variolink Veneer and Single Bond 2/RelyX Veneer were similar between and superior to flowable resin composites, which showed

lowest values. Regarding fracture pattern the dual cured resin cements showed a higher percentage of cohesive fracture patterns on ceramic (62.5%) and the light-cured resin cement and the flowable resin composites, adhesive fracture pattern (50-75%). For the degree of conversion, the following decreasing sequence was found: RelyX ARC>Variolink II>RelyX Veneer>Filtek Z350 XT Flowable>Tetric Flow>Variolink Veneer. For the microshear bond strength Single Bond 2/RelyX ARC=Tetric N-Bond/Variolink II =Tetric N-Bond/Variolink Veneer+Single Bond2/RelyX Veneer >flowable resin composite. Based on the results it was concluded that the luting systems showed great after artificial aging, in relation to microshear bond strength test and the degree of conversion of the dual-cured resin cements obtained better performance compared to light-cured resin materials tested.

Key Word: Resin cement, Ceramic, Veneers and Microshear bond strength.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA	xiii
AGRADECIMENTOS	xv
INTRODUÇÃO	01
CAPÍTULO ÚNICO "Chemical and physical properties evaluation of resin cements and flowable resin composites used to lute ceramic veneers submitted to accelerated artificial aging"	05
CONCLUSÃO	23
REFERÊNCIAS	24
APÊNDICE	26
ANEXO 1	39
ANEXO 2	40
ANEXO 3	41

DEDICATÓRIA

À **Deus**, pela vida cheia de luz, proteção, oportunidades e privilégios que me concedeu. Me tirou de caminhos e fez com que eu trilhasse mais especiais aos que já planejados. Serei eternamente grata pela vida que vivo e pelas pessoas que eu convivo. Continue sempre me guiando e protegendo. AMÉM

Aos meus queridos pais **Lucio e Tina**, pessoas especiais das quais eu tenho o privilégio de ter em minha vida, eu agradeço infinitamente pelo apoio incondicional que sempre me deram. Nunca conseguirei retribuir tudo o que já fizeram e fazem por mim. Tento todos os dias em minha vida fazer com que se sintam orgulhosos, com atitudes pessoais e profissionais e agradecer pela paciência, carinho, amor, dedicação e tudo que sempre demonstram por mim. Definitivamente eu nunca teria chegado até aqui sem vocês! Amo vocês!

Ao meu irmão **Beto**, meu amigo, companheiro de uma vida, que me faz ser uma pessoa melhor a cada dia. Muito obrigado pela confiança depositada em mim desde sempre. Sua amizade e carinho são muito importantes na minha vida. Amo ter você na minha vida Dido!

Ao meu namorado **Danilo** pelas lições diárias de paciência, amor e cuidado. Você tornou minha vida mais feliz e colorida, obrigado pelo apoio, carinho e companheirismo. Com você ao meu lado tenho a sensação de que tudo vai dar certo! Agradeço a Deus por ter colocado alguém tão fascinante para viver a vida ao meu lado. Te amo muito!

À minha família meus tios **Miguel e Zezé**, aos meus tios **Mário e Silvia**, a minha avó **Cida** e aos meus primos que mais se parecem irmãos **Renata, Mariana, Cíntia, Alexandre e Júlia** por me ensinarem o verdadeiro significado da palavra família. Todos nossos encontros são especiais, obrigado pelo apoio, carinho e incentivo, vocês são parte indispensável da minha vida. Amo muito vocês!

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao meu orientador Prof. Dr. **Luís Alexandre** Maffei Sartini Paulillo, por ter me acolhido como uma “filha”, me direcionando a realizar etapas tão especiais como o mestrado e doutorado, você se tornou no decorrer de todos esses anos um pai, um filho, um melhor amigo sempre pronto para aconselhar e confortar. Tenho você como um grande exemplo pessoal e profissional. Agradeço pela orientação constante, lições de sabedoria, carinho, pelo excesso de paciência e pelas palavras de afeto nos momentos mais necessários. À você minha eterna gratidão!

AGRADECIMENTOS

-A Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP, pela oportunidade proporcionada em conviver com um corpo técnico de tamanha capacidade, para que, com isso eu pudesse desenvolver meus trabalhos.

-Ao Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior, Diretor desta Faculdade.

-A coordenadora de Pós-Graduação, Profa. Dra. Cínthia P. M. Tabchoury, pela sua atuação determinante para que todos possamos alcançar nossos objetivos e resultados esperados.

-À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão de Bolsa de Doutorado com o processo número 2011/11937-8.-

-Aos professores da área de Dentística da UNICAMP Prof. Dr. Luiz Alexandre, Prof. Dr. Luís Roberto, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, Profa. Dra. Gisele, Prof. Dr. Marcelo, Prof. Dr. Flávio e Profa. Dra. Débora dedico meus agradecimentos, por todo ensinamento e acima de tudo pelo carinho e amizade ao longo do curso.

-Aos professores Dr. Flávio, Dra. Débora e Dra. Regina pelo carinho e competência com que avaliaram este trabalho no exame de qualificação.

-Ao Prof. Dr. Carlos Tadeu, pela contribuição auxiliando na Análise Estatística.

-Aos funcionários da Área de Dentística, Mônica e Sr. Pedro, a vocês grandes amigos, sempre presentes, minha gratidão pela incansável dedicação.

-Aos meus colegas de doutorado Diogo, Natália, K-dú, Livia, Paulo Vermelho, Priscila, Bia, Larissa, Milena, Thiago, Núbia, Daniel, Allan, Ju Públio, Maria e Érika (endo) por nós muitas coisas já se passaram. Momentos bons e ruins... mas todos

acabaram em um sorriso. Inúmeras vezes nos surpreendemos uns com os outros, e umas poucas nos decepcionamos. Por pouco nos ofendemos e, por menos ainda, chegamos a sentir raiva um dos outros, mas mesmo com todos os aborrecimentos obtivemos uma conquista imortal: a nossa amizade. Muito obrigada pelo apoio e carinho durante todo o curso.

-Aos amigos do doutorado que já terminaram Giu, Marina, Cíntia, Thaiane, Bruno, Maria, Adriano, Gisele pela ajuda em todos os momentos quando ainda estava me entrosando na Dentística, pelo apoio, pelos ensinamentos, vocês fizeram com quem a vida em Piracicaba fosse mais feliz.

-Aos irmãos de orientador Day, Bel, Eric e Suellen que vocês continuem o trabalho que começamos juntos sempre com muita dedicação e carinho.

-Aos novos aluninhos que estão chegando agora Marília, Waldemir, Mari, Jéssica, Thayla, Cris, Diogo e Michele que vocês iniciem um trabalho lindo muito obrigado por preencherem a Dentística com alegria e alto astral.

-À Cíntia, minha mãe piracicabana meu anjo da guarda na Terra pelas palavras de carinho, por estar sempre de braços abertos, pelo colo nos momentos de aflição, pela amizade sincera e por fazer parte da minha vida. Mesmo a distância não foi capaz de diminuir nossa cumplicidade. Me sinto sempre perto de você nos pensamentos e no coração.

-À minha grande amiga Day por dividir comigo casa, problemas, conselhos, pesquisas e uma amizade linda. Amiga muito obrigado por todo apoio. Desejo que você seja muito feliz pois você merece!

-Às amigas Giulliana e Marina, o que posso dizer de pessoas que são irmãs de alma e coração, vocês se tornaram minha família em Piracicaba, cada dia morando com vocês foram presentes e agradeço à Deus por fazerem parte da minha vida. Nem mesmo a distância é capaz de atenuar o amor que sinto por vocês.

-Aos amigos Pantera, Marcus, Jana, Dani, Samirinha, Buchecha, Tigre, Sté, Morena, Lu Almeida, Cloe, Gabi, Lu Stolf, Thais, Ju Zanatta e Tati pela amizade e por fazerem de Piracicaba um lugar muito mais feliz para se viver fazendo com que a distância da família se tornasse um pouco menor, a convivência com vocês é um presente.

INTRODUÇÃO

O aprimoramento das propriedades mecânicas, somada as propriedades ótica e estética possibilitaram a indicação clínica com maior previsibilidade e confiança das facetas laminadas.

A longevidade destas restaurações é determinada pela resistência, estabilidade de cor e durabilidade da união formada pelos três diferentes componentes, substrato dental, cimentos resinosos e a cerâmica (Peumans et al., 2000). Além disso, outros fatores podem influenciar o prognóstico das facetas laminadas como a profundidade do preparo, se o mesmo se encontra em esmalte ou dentina, tipo e espessura da cerâmica e sistema adesivo (Zarone et al., 2006).

Com relação ao substrato dental a resistência adesiva da cerâmicas ao esmalte é superior à dentina (Ozturk et al., 2013). Por isso a maioria dos dentes preparados para facetas laminadas deveria ter somente parte do esmalte desgastado (Meyenberg et al., 2006) evitando-se assim a exposição de dentina. Essa redução do esmalte é indicada para melhorar a união do sistema adesivo à superfície dentária, pois a camada aprismática do esmalte proporciona menor retenção (Meyenberg et al., 2006). Por isso a profundidade do desgaste da face vestibular deve ter por volta de 0,5 mm (Cherukara et al., 2003) resultando assim em facetas laminadas com espessuras entre 0,5 a 0,7 mm. Este desgaste também tem por objetivo evitar o sobrecontorno anatômico do dente e consequentemente a inflamação gengival (Radz et al., 2011).

O material mais utilizado para confecção das facetas são as cerâmicas, que podem ser classificadas em vítreas, à base de dissilicato de lítio, leucita e feldspáticas ou cristalinas, a base de óxido de alumina ou policristais de zircônia estabilizados por óxidos (Conrad et al., 2007). A associação das diferentes composições cerâmicas com novas técnicas laboratoriais tem resultado em materiais com propriedades mecânicas e estéticas aprimoradas (Conrad et al., 2007).

Dentre essas associações, o sistema cerâmico IPS Empress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) é um material processado por termopressagem que tem a leucita como fase cristalina de reforço. Este sistema foi

substituído no mercado pelo sistema cerâmico IPS Empress Esthetic, que apresenta na sua composição cristais de leucita de tamanho médio, distribuídos de maneira mais homogênea pela fase vítrea (Ivoclar-Vivadent, 2004), resultando em um material com propriedades ópticas superiores.

A cimentação das facetas cerâmicas à superfície dental é realizada utilizando sistemas adesivos e cimentos resinosos (Oquendo et al., 2011). Os cimentos resinosos podem apresentar diferentes tipos de ativação da reação de polimerização podendo ser classificados em ativação física (fotoativados), química ou de dupla-ativação, também chamados de cimentos duais (Kramer et al., 2000).

Os cimentos fotoativados podem ser indicados para cimentação de facetas laminadas (El-Mowafy et al., 1999). Porém, esse cimento têm como sua principal limitação a dependência da quantidade de fótons que atinge o cimento para excitação do fotoiniciador. Além disso, a ativação também é dependente do comprimento de onda da luz que atinge o material (Assmussen & Peutzfeldt, 2005). O fotoiniciador canforoquinona, pode fazer parte da formulação e apresenta espectro de absorção de luz entre 360 e 510 nm, com pico de absorção de aproximadamente 470nm. Assim, quanto mais próximo do pico de absorção for a luz emitida, mais eficaz será o efeito sobre esse fotoiniciador. No entanto à medida que a luz passa através de restaurações cerâmicas de maior espessura, pouco translúcidas e de cores escuras pode ocorrer uma atenuação da incidência de luz, isso significa que parte da luz pode ser absorvida, dispersada ou refletida e, conseqüentemente, atenuada comprometendo-se assim a polimerização do cimento (el-Badrawy & el-Mowafy, 1995., Braga et al., 2002).

Por este motivo, foram desenvolvidos os cimentos duais buscando conciliar as vantagens dos cimentos fotoativados, como controle do tempo de trabalho, melhor facilidade de remoção dos excessos e resistência imediata que impede o deslocamento da peça, e ainda a possibilidade de polimerização mesmo na ausência de luz, que é a principal vantagem dos cimentos ativados quimicamente (Pegoraro et al., 2007; Arrais et al., 2008).

Porém cimentos duais possuem co-iniciadores, peróxidos e aminas

aromáticas (Foxton et al., 2003), estes elementos são componentes químicos orgânicos e, por isso, são susceptíveis aos fenômenos de degradação sob envelhecimento (Pegoraro et al., 2007), alterando a cor original, principalmente pela oxidação da amina, o que pode comprometer a estética.

Outra possibilidade para a cimentação de facetas ou lentes de contato são as resinas compostas de baixa viscosidade (Moon et al., 2002) que foram introduzidas no mercado no final da década de 90. A diminuição na viscosidade é alcançada através da redução em aproximadamente 15% no seu conteúdo inorgânico (Christensen et al., 1999) e da associação de diferentes tipos de monômeros presentes na matriz resinosa. Sua característica mais fluída promove ao material bom escoamento e baixo módulo de elasticidade, o que, teoricamente, suportaria e dissiparia a tensão gerada por alterações térmicas e forças mastigatórias presentes na cavidade bucal, diminuindo assim a possibilidade de infiltração marginal e falha na linha de união (Liebenberg et al., 1999). Somado a isto, este material tem a vantagem do menor custo quando comparado aos cimentos resinosos e a indicação para outras técnicas clínicas otimizando o seu uso em consultório. No entanto, o desempenho clínico destes materiais como agente cimentante para facetas laminadas ainda não está completamente consolidado, necessitando ser melhor avaliado.

Alguns métodos laboratoriais são propostos para induzir o envelhecimento das amostras com o objetivo de simular condições presentes na cavidade bucal. Dentre estes, têm-se a fadiga mecânica, realizada através de ciclagem mecânica da amostra (Mitsui et al., 2003); a fadiga térmica, que utiliza a ciclagem térmica (Bedran-de-Castro et al., 2004), a associação destas duas ciclagens constituindo a ciclagem térmico-mecânica; a degradação hidrolítica, através do armazenamento das amostras por um determinado período de tempo em meio aquoso (Vandewalle et al., 2004) e por fim o envelhecimento acelerado por luz ultravioleta emitida por uma fonte de luz UV-B em ciclos alternados de condensação à temperatura constante em torno de 50°C (ASTM, 2006).

Uma vez que estudos clínicos consomem muito tempo, os métodos de

envelhecimento induzido tem sido sugeridos para relacionar os achados laboratoriais com o desempenho clínico dos materiais.

Assim, afim de se analisar qual agente de fixação apresenta melhor comportamento na cimentação de facetas laminadas foi delineado este estudo com o objetivo de comparar as propriedades físicas e químicas de resinas compostas de baixa viscosidade à cimentos resinosos dual e fotoativado.

CAPÍTULO ÚNICO:
**“PHYSICAL-CHEMICAL PROPERTIES EVALUATION OF THE RESIN CEMENTS AND
FLOWABLE RESIN COMPOSITES USED TO LUTE CERAMIC VENEERS SUBMITTED TO
ACCELERATED ARTIFICIAL AGING”**

ABSTRACT

Objectives: The aim of this study was to evaluate the color stability, microshear bond strength (MSBS), failure pattern and degree of conversion of four different resin cements and two flowable resin composites submitted to accelerated artificial aging.

Material and Methods: To evaluate color stability, forty-eight extracted human incisors were randomly divided into six experimental groups (n=8) according to the different luting systems evaluated: Single Bond 2/RelyX Veneer; Single Bond 2/RelyX ARC; Single Bond 2/Filtek Z350 XT Flowable; Tetric N-Bond/Variolink Veneer; Tetric N-Bond/Variolink II; Tetric N-Bond/Tetric N-Flow, shade A1. Forty-eight IPS Empress Esthetic veneers were cemented according to the experimental groups evaluated. Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) was used to evaluate the degree of conversion (n = 10), and spectrophotometry according to CIE Lab chromatic space was used to evaluate the color stability (n = 8). To induce color change, the resin materials were artificially aged with exposure to cycles of UV-B light for 300 h. To evaluate the microshear bond strength, two ceramic cylinders (IPS Empress Esthetic) (d = 1 mm, 2 mm thick) were luted on the buccal enamel surface previous prepared simulating veneers preparations. After twenty-four hours, the first cylinder was coupled to the EZ -test machine for measuring the initial bond strength and, the remaining cylinder was submitted to accelerated artificial aging before bond strength test. The fracture pattern was analyzed by stereomicroscopy (with 40x magnification). The data were analyzed using one-way and two-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 0.05$).

Results: There was clinically perceptible color change ($\Delta E > 3.3$) for all resin materials tested; there were no statistical difference among the color stability of any luting materials. The ΔE ranged from 6,11 to 9,33. For the degree of conversion, the following decreasing sequence was found: RelyX ARC > Variolink

II > RelyX Veneer > Filtek Z350 XT Flowable > Tetric Flow > Variolink Veneer; for the microshear bond strength, Single Bond 2/RelyX ARC = Tetric N-Bond/Variolink II = Tetric N-Bond/Variolink Veneer = Single Bond 2/ RelyX Veneer > flowable resin composite. The dual-cure resin cements showed a higher percentage of cohesive fracture patterns on ceramic (62.5%) and the light-cure resin cements and the flowable resin composites, adhesive fracture pattern (50-75%).

Conclusions: Accelerated artificial aging induced color change and decreased microshear bond strength for all luting systems evaluated. The microshear bond strength and the degree of conversion of the dual-cure resin cements obtained better performance compared to light-cure resin materials tested.

INTRODUCTION

The characteristics of porcelain laminate veneers, such as preservation of dental structure¹, superior translucency², color stability, clinical longevity and superficial texture, make them an excellent choice for aesthetic treatments³. With the advances of the adhesive dentistry, resin luting strategies have been widely used to bond these indirect restorations to tooth structure⁴.

The color stability of these resin materials can be influenced by a variety of extrinsic and intrinsic factors⁵. The extrinsic factors correspond to the absorption of stain from exogenous sources related to hygiene habits, smoking and diet⁶. The intrinsic factors involve alterations in the percentage of remaining C=C bonds, composition of the resin matrix and the type of photo-initiator system⁷.

Camphorquinone is the most commonly photo-initiator used for light-cured resin cements. It significantly influences material's color, very small concentration (~ 1 wt %)⁸. Other very important components of photo-initiator systems are tertiary aromatic or aliphatic amines, which act as so-called co-initiators or accelerators⁸. These accelerators are present in chemically activated systems such as dual-cured and auto-cured resin cements. These amines are mainly responsible for color change⁹; all amines are known to form by-products during photoreaction, which tend to cause yellow to red/brown discolorations under the influence of light or heat¹⁰. When color change becomes visible, it

affects the esthetical appearance of indirect restorations¹¹.

Based on the assumption that there are two options for luting ceramic veneers: the dual-cured cements, which have the disadvantage of containing an aromatic tertiary amine in its composition that can compromise the color stability of the indirect restorations over the clinical conditions¹², desirable characteristics of light-and chemically cured resin cements¹³ as longer working time and effective polymerization¹² and the light-cured resin cement which have better color stability and longer working time compared to chemically and dual-cured resin cements¹². The disadvantage of less effective polymerization some authors have started testing flowable resin composites to lute ceramic veneers¹⁴ in order to take advantage of the properties of light-cured resin composites and the greater cost-effectiveness compared to the resin cements¹⁴.

Clinical studies assessing the long-term behavior of flowable composite are very difficult. As it is impossible to standardize the oral conditions which hinders the prediction of durability and the comparison of dentals materials¹⁵. Laboratory aging methods have been standardized to facilities the comparisons among researches carried out by different authors¹⁶. The artificial aging methods also allow the assessment of the degradation of the materials in a short period that would otherwise take months or even years of use in the oral cavity¹⁷. Thus, it becomes relevant to investigate the color stability and other chemical and physical properties of different flowable resin composites compared to resin cements in order to verify its effectiveness.

This study evaluated the color stability, the microshear bond strength and the degree of conversion of two dual-cure resin cements, two light cure resin cements and two flowable resin composites submitted to accelerated artificial aging. The hypothesis investigated in the study was that the behavior of flowable composite would be similar to that of the light-cured and dual-cured cements regarding color stability, microshear bond strength and degree of conversion.

MATERIALS AND METHODS

The study was submitted and approved by the review board of Ethics at

Piracicaba Dental School- University of Campinas, under the protocol number 078/2012. Table 1 described six different luting systems (two dual-cured resin cements, two light-cured resin cements and two flowable composites) of three different brands of each type, which were investigated in this study.

Color measurement test

Freshly extracted human incisors (n=48) were selected, cleaned and storage in 0.2 % thymol solution at 4°C. Wears of 0.6-mm thick were performed on buccal surface to simulate veneers preparations using high-speed hand piece and a diamond bur #2135 (KG Sorensen) under water cooling in a cavity preparation machine for the standardization preparations. The diamond bur was discarded after each 5 preparations. Forty-eight ceramics veneers were fabricated with 0.6 mm thickness using IPS Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) in shade ET1, according to the manufacturer's recommendations. Before luting, each ceramic veneer, the area designated for contact with the luting system was prepared with 10% hydrofluoric acid (FGM Dental Materials, Joinville, SC, Brazil) in gel, applied for 20 seconds and, then rinsed with water and gently dried with air. All ceramics veneers were silanized with a monocomponent silane (RelyX Ceramic Primer- 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) for 1 min and dry. The teeth were divided into six experimental groups (n=8) according to the different luting systems evaluated: G1- (SB/RVE) Single Bond 2/RelyX Veneer (3M ESPE); G2- (SB/ARC) Single Bond 2/RelyX ARC (3M ESPE); G3- SB/FFL) Single Bond 2/Filtek Z350 XT Flowable (3M ESPE); G4- (TB/VVE) Tetric N-Bond/Variolink Veneer (Ivoclar-Vivadent); G5- (TB/VAR) Tetric N-Bond/Variolink II (Ivoclar-Vivadent); G6- (TB/TFL) Tetric N-Bond/Tetric N-Flow (Ivoclar-Vivadent).

Each prepared teeth were acid-etched with 37% phosphoric acid (Scotchbond Etchant, 3M ESPE) for 15 seconds. The adhesive system was applied to the tooth surface after the luting systems were manipulated according to the manufacturer's instructions for both, as previous described in (Table 2). All ceramic veneers were luted with one of the luting systems and light-cured directly on the ceramic using visible light Demetron LC (SDS Kerr, Middleton, USA) for 40 seconds. The light irradiance was measured with a radiometer and confirmed for all groups at 800 mW/cm². All the test specimens were stored in

isolated receptacles at 37°C under high-humidity and kept in the absence of light for 24 hours before color analysis.

Initial color readouts were evaluated using a Spectrophotometer (Easyshade, VITA Zahnfabrik, BadSackingen, Germany). Before measuring the color of the specimens, Vita Easyshade was calibrated using its calibration block, according to the manufacturer's instructions (Vita Easyshade Manual).

The specimens were dried with absorbent paper, and placed on a light box (MM-1eUV/D65). Color measurements were performed at the center of the ceramic veneer using a silicon pattern specially made for each specimen in order to standardize the initial and final readouts in the same position. The observation pattern simulated for color readout according to the CIE L*a*b system (Commission Internationale de l'Éclairage). The CIELAB system is an approximately uniform color space with coordinates for lightness, namely, white/black (L*), red/green (a*) and yellow/blue (b*)¹⁸.

Subsequently, the specimens were submitted to AAA (Accelerated Artificial Aging System) using an UV-accelerated aging chamber EQUV (Equilam Ind Com Ltda, SP, Brazil). The AAA process consisted of alternative periods of ultra-violet light B (4 hours) and condensation (4 hours), under 50°C heat and 100% humidity for 300 hours¹⁹.

After AAA process, final color readout was measured under the same conditions before and the color stability (ΔE) was determined by the difference between the coordinates obtained before and after aging process of the samples, by the following formula: $\Delta E = \sqrt{(L_F^* - L_i^*)^2 + (a_F^* - a_i^*)^2 + (b_F^* - b_i^*)^2}$. In which, ΔE is the color change, the subscript letter (F) corresponds to the final readout, obtained after aging, and the letter (I) to the initial readout. Values of ΔE below 3,3 were considered clinically acceptable²⁰.

Table 1-Resin cements and adhesive systems used in the study with composition and manufacturer's information.

Luting Systems (Manufacture's)	Composition (%by WT)
Adhesive Adper Single Bond 2 (3M ESPE)	-Ethyl alcohol (25-35%), -Bis-GMA (10-20%), -Syntetic amorphous silica (10-20%), -Hema (5-15%), -Glycerol dimethacrylate (5-10%), -Copolymer of acrylic and itaconic acids (5-10%), -UDMA (1-5%), -Water (<5%).
Adhesive Tetric N-Bond (Ivoclar-vivadent)	-Bis-GMA (25-50%), -Ethanol (10-25%), -2-hydroxyethyl methacrylate (10<20%), -Phosphonic acid acrylate (10<20%), -Glycerin 1-3 dimethacrylate (5-10%), -Urethane dimethacrylate (2,5-10%), -Diphenyl-trimethylbenzol-phosphinoxide (<2,5%).
Resin Cement RelyX ARC (3M ESPE)	Paste A: - silane treated ceramic (60-70%), -TEGDMA (10-20%), -Bis-GMA (10-20%), -Silane treated silica (1-10%), - Functionalized dimethacrylate polymer (1-10%), - Triphenylantimony (<0,2%). Paste B: - silane treated ceramic (55-65%), -TEGDMA (10-20%), -Bis-GMA (10-20%), -Silane treated silica (1-10%), - Functionalized dimethacrylate polymer (1-10%), -2-benzotriazolyl-4-methylphenol (<1%), -Benzoyl peroxide (<1%).
Resin Cement Variolink II (Ivoclar-vivadent)	Base: -Bis-GMA (10-25%), -Urethane dimethacrylate (2,5-10%), -Triethyleneglycol dimethacrylate (2,5-10%). Catalyst: -Bis-GMA (50-100%), -Urethane dimethacrylate (3<10%), -Triethyleneglycol dimethacrylate (3<10%), -Dizenzoyl peroxide (≤2,5%).
Resin Cement RelyX Veneer (3M ESPE)	-Silane treated ceramic (55-65%), -TEGDMA (10-20%), -Bis-GMA (10-20%), -Silane treated silica (1-10%), - Funcionalized dimethacrylate polymer (<5%), - Ethyl 4-dimethyl aminobenzoate (EDMAB) (<0,5%), -Benzotriazol (<0,5%), -Diphenyliodonium hexafluorophospate (<0,5%), -Triphenylantimony (<0,2%).
Resin Cement Variolink Veneer (Ivoclar-vivadent)	-Urethane dimethacrylate (25-50%), -Decamethylene dimethacrylate (2,5-10%).
Flowable Composite Filtek Z350 XT Flowable (3M ESPE)	-Silane treated ceramic (50-60%), -Substituted dimethacrylate (15-25%), -Bis-GMA (5-10%), -Silane treated silica (5-10%), -TEGDMA (5-10%), -Ytterbium fluoride (<5%), -Funcionalized dimethacrylate polymer (<5%), -Titanium dioxide (<0,5%), -Ethyl 4-dimethyl aminobenzoate (EDMAB) (<0,5%), - Benzotriazol (<0,5%), -Diphenyliodonium hexafluorophospate (<0,5%).
Flowable Composite Tetric N-Flow (Ivoclar-vivadent)	-Urethane dimethacrylate (Bis-GMA) (27,8%), -Triethyleneglycol dimethacrylate (7,3%), -Barium glass, ytterbium trifluoride, mixed oxide, silicon dioxide (63,8%), -Additives, stabilizers, catalysts, pigments (1,1%).

Table 2: Procedures for cementing systems adhesion

Luting Systems	Procedures for cementing
Single Bond 2/ RelyX Veneer (G1)	1-Acid etching of enamel with 37% phosphoric acid (15s) and washing with distilled water for 15s; 2-Application of two consecutives layer of adhesive system on enamel; 3-Mild air stream; 4- Adhesive layer was the applied in ceramic surface; 5-Resin cement application in ceramic surface and enamel; 5-Light curing for 40 s.
Single Bond 2/ RelyX ARC (G2)	1-Acid etching of enamel with 37% phosphoric acid (15s) and washing with distilled water for 15s; 2-Application of two consecutives layer of adhesive system on enamel; 3-Mild air stream; 4- Adhesive layer was the applied in ceramic surface; 5-Mix of the resin cement (10s); 6-Cement application in ceramic surface and enamel; 6-Light curing for 40 s.
Single Bond 2/ Filtek Z350 XT Flowable (G3)	1-Acid etching of enamel with 37% phosphoric acid (15s) and washing with distilled water for 15s; 2-Application of two consecutives layer of adhesive system on enamel; 3-Mild air stream; 4- Adhesive layer was the applied in ceramic surface; 5-Application of the flowable resin composite; 6- Light curing for 40 s.
Tetric N-Bond/ Variolink Veneer (G4)	1-Acid etching of enamel with 37% phosphoric acid (15s) and washing with distilled water for 15s; 2-Application of two consecutives layer of adhesive system on enamel; 3- mild air stream; 4- Adhesive layer was the applied in ceramic surface; 5-Resin cement application in ceramic surface and enamel; 6-Light curing for 40 s.
Tetric N-Bond/ Variolink II (G5)	1-Acid etching of enamel with 37% phosphoric acid (15s) and washing with distilled water for 15s; 2-Application of two consecutives layer of adhesive system on enamel; 3-mild air stream; 4- Adhesive layer was the applied in ceramic surface; 5-Mix of the resin cement pastes (base+catalyst for 15s); 6- Resin cement application in ceramic surface and enamel; 7-Light curing for 40 s.
Tetric N-Bond/ Tetric N-Flow (G6)	1-Acid etching of enamel with 37% phosphoric acid (15s) and washing with distilled water for 15s; 2-Application of two consecutives layer of adhesive system on enamel; 3- mild air stream; 4- Adhesive layer was the applied in ceramic surface; 5-Application of the flowable resin composite; 6- Light curing for 40 s.

Microshear bond strength test

Another forty-eight human incisors were selected, cleaned and stored in a 0.2% thymol solution at 4° C for 1 week. The buccal surface was ground flat using silicon carbide abrasive papers of increasing grit, #400 and #600 #1200 (Carborundum, Saint-Gobain Abrasives Ltda, Guarulhos, Brazil), under water cooling to obtain a flat enamel surface (6mm²). These teeth were observed using a stereomicroscope (Leica Microsystems, Heerbrugg, Switzerland) at 25x magnification to guarantee enamel integrity.

The specimens were randomly divided into six experimental groups (n=8) according to the resin luting systems evaluated as previous described before (Table 2).

The microshear bond test was determined using two cylinders of a leucite glass-ceramic (IPS Empress Esthetic) with 1-mm diameter, 2-mm thick, the cylinders were etched for 20 seconds using a 10% hydrofluoridric (FGM Dental Materials, Joinville,SC, Brazil), followed by the application of a silane agent (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE, St Paul, MN, USA) application for 60 s and dry. All specimens were bonded to the enamel surface previous prepared, according to the experimental groups following the manufacturer's instructions (Table 2). For all cylinders, the adhesive area was delimited using adhesive tape to avoid the overflow of luting agents beyond the ceramic luting area (0,78 mm³).

Two ceramic cylinders were cemented on each tooth crown, and 24 hours after the bonding procedure, one of the cylinders ceramics randomized was submitted to microshear bond strength test using a thin metal wire (0.2 mm thick) in a universal testing machine (EZ-Test, Shimadzu Corp., Japan) at a 0.5 mm crosshead speed. The quantitative values were converted into MegaPascal (MPa) by considering bonding surface area of the resin cements. MTBS (MPa) = Maximum load (N)/Bonding surface area of the resin cement (mm²). The remaining cylinder was submitted to AAA before bond strength test.

After microshear bond strength, the failure patterns were evaluated using a stereomicroscope (40x magnification, SMZ-10, Nikon; Tokyo, Japan), to determine the mode of failure, which was classified into three types: A- adhesive failure; B- ceramic cohesive; C- mixed failure.

Degree of conversion test

For the measurement of absorption spectrums for uncured resin cement, the material was inserted in the circular matrix and covered by polyester matrix between two glass plates and the spectrum were recorded with 32 scans at a resolution of 4cm^{-1} in the 1590 a 1660cm^{-1} band. After the IR spectral scans, a ceramic disk was placed over the polyester matrix. The material was light-cured for 40 seconds through the ceramic with the halogen light Demetron LC (SDS Kerr, Middleton, USA). Specimens were stored at 37°C , 100% relative humidity for 24 hours. The absorption spectrums for polymerized material were obtained as describe above.

Remaining unconverted double bonds were calculated using the standard method for monitoring the change in the ratio of aliphatic $\text{C} = \text{C}$ absorption at 1638 cm^{-1} to aromatic carbon-carbon absorption at 1608cm^{-1} between cured and uncured specimens according to the following equation: $\text{DC} = 100 \times [1 - (\text{C}/\text{U})]$, where C and U are reasons of intensity between aliphatic and aromatic $\text{C} = \text{C}$ absorptions, after and before the polymerization, respectively. The percentage of carbonic double linking that did not react during the polymerization reaction is determined. The DC is determined by the subtraction of the residual percentage of aliphatic $\text{C} = \text{C}$ from 100%.

STATISTICS ANALYSES

For color stability and degree of conversion the statistical analyses was performed using one-way ANOVA and Tukey's test. The microshear bond strength values were subjected to two-way split-spot ANOVA and Tuke's test.

In the present study, $\alpha = 0.05$ was considered as the level of significance.

RESULTS

Color Stability

The results of one-way ANOVA showed no significant differences between the tested luting systems ($p=0,4494$). The results of Tukey's test are present in table 3. The accelerated aging test led to color changes in all the evaluated luting systems. The $\Delta E \geq 3.3$ were considered clinically unacceptable because were

detectable by the human eye²¹.

Table 3: Mean values of the color stability (ΔE) of the materials evaluated.

Luting Systems	N	Means (SD)	Tukey
Tetric N-Bond/Variolink Veneer	8	9.338 (3.504)	a
Single Bond 2/RelyX ARC	8	8.313 (3.622)	a
Tetric N-Bond /Tetric N-Flow	8	7.875 (2.763)	a
Tetric N-Bond /Variolink II	8	7.438 (2.644)	a
Single Bond 2/RelyX Veneer	8	6.863 (3.052)	a
Single Bond 2/Filtek Z350 XT Flowable	8	6.113 (3.779)	a

Microshear bond strength

The ANOVA showed significant differences for the factors "luting systems" ($p \leq 0.0001$) and "artificial aging" ($p \leq 0.0001$); the interaction between these factors was not significant ($p = 0.8687$). The results of the Tukey's test are presented in Tables 4 and 5 respectively. The luting systems SB/ARC and TB/VAR showed the statistically significantly highest mean microshear bond strength. SB/FFL and TB/TFL were statistically similar and showed the statistically significantly lowest enamel bond strength means. TB/VVE and SB/RVE presented intermediate bond strength means. Accelerated artificial aging decreased the bond strength values for all luting systems tested.

Different types of fractured surface of each group are revealed in table 6. According to the data, most adhesive failures are observed in SB/RVE, TB/VVE, SB/FFL and TB/TFL groups and most cohesive failure in ceramic occur in SB/ARC and TB/VAR groups.

Table 4: Mean microshear bond strength and standard derivation in MPa.

Luting Systems	N	Means (SD)	Tukey
Single Bond 2/RelyX ARC	16	32.9 (7.6)	a
Tetric N-Bond /Variolink II	16	28.5 (6.7)	a
Tetric N-Bond/Variolink Veneer	16	18.5 (5.5)	b
Single Bond 2/RelyX Veneer	16	18.1 (4.8)	b
Single Bond 2/Filtek Z350 XT Flowable	16	12.1 (3.0)	c
Tetric N-Bond /Tetric N-Flow	16	10.0 (1.6)	c

Means followed by different letters represent significantly different.

Table 5: Mean microshear bond strength after artificial aging independently of luting systems.

Aging Test	N	Means (SD)	Tukey
Without Aging test	48	22.1	a
With Aging test	48	18.0	b

Means followed by different letters represent significantly different.

Table 6: The frequencies and percentage of failure patterns.

Luting Systems	Adhesive Failure	Ceramic Cohesive	Mixed Failure
Single Bond 2/ RelyX ARC	4 (25%)	10 (62,5%)	2 (12,5%)
Tetric N-Bond/ Variolink II	4 (25%)	10 (62,5%)	2 (12,5%)
Tetric N-Bond/ Variolink Veneer	10(62,5%)	4 (25%)	2 (12,5%)
Single Bond 2/ RelyX Veneer	8 (50%)	6 (37,5%)	2 (12,5%)
Single Bond 2/ Filtek Z350 XT Flowable	8 (50%)	4 (25%)	4 (25%)
Tetric N-Bond/ Tetric N-Flow	12 (75%)	4 (25%)	0

Degree of Conversion

Degree of conversion data the one-way, the ANOVA showed significant statistically differences among the luting materials tested. The results of Tukey's test are present in table 7. The material RelyX ARC showed the statistically significantly highest means for degree of conversion. Variolink II, RelyX Veneer and Filtek Z350 XT Flowable presented intermediate values with difference statistically between each other. The material Variolink Veneer and Tetric N-Flow showed the statistically significantly lowest degree of conversion means.

Table 7: Values of the Degree of conversion (DC) of the materials evaluated.

Luting Systems	N	Means (SD)	Tukey
Relyx ARC	10	81.20% (4.38)	a
Variolink II	10	59.99% (1.37)	b
Relyx Veneer	10	54.00% (1.82)	c
Filtek Z350 XT Flowable	10	51.70% (2.39)	d
Variolink Veneer	10	49.04% (1.26)	e
Tetric N-Flow	10	48.70% (0.93)	e

DISCUSSION

The hypothesis tested in this study was rejected since the flowable composite proved to be inferior behavior to the resin cements, although the degree of conversion was similar to those of the light-cured resin cement.

The study showed that all resin materials presented color change after accelerated artificial aging. The color change of resin materials induced by UV irradiation has been related to chemical alterations in the activators, initiator systems, and the resin cement composition itself. Degradation of residual aromatic amine and oxidation of residual unreacted carbon-carbon double bonds also result in the changes in color²¹. In addition, the monomers contained in the resin matrix may of these resin materials influence on staining²¹. The presence of UDMA can contribute to a reduction in the concentration of TEGDMA, which is the monomer that release higher quantities of monomers into aqueous environments²², added to this is the monomer responsible for higher rates of water sorption in resin-based materials due to its hydrophilic ether linkages²³. If the matrix is hydrophilic, increased water sorption occurs, resulting in a more white and opaque shade²⁴. The replacement of TEGDMA for UDMA may improve color stability²⁰. Compared with BIS-GMA, UDMA appears to be less susceptible to staining²⁵.

RelyX ARC and RelyX Veneer contains BIS-GMA and TEGDMA, Variolink II is composed of BIS-GMA, TEGDMA and UDMA, Variolink Veneer contains UDMA and decamethylene dimethacrylate, Tetric N-Flow contains BIS-GMA and TEGDMA and Filtek Z350 XT Flowable is basically composed of BIS-GMA, TEGDMA and BIS-EMA. The results showed that the monomers contained in the resin matrix might not influence in the staining. All the materials tested showed clinically visible color changes, the ΔE values ranging among 6,11 to 9,33 greater than 3,3 were considerable clinically perceptible, based on a previous report ²⁰.

Previous investigations have shown that light-cured resin materials as Variolink Veneer and RelyX Veneer, claims to be amine reduced, thus, it is expected to be more color stable. In this study, its ΔE was in the same range compared to the others cements. The light-cured resin cements should receive enough light energy to be polymerized efficiently²⁶. The polymerization can also

influence on color change, because it quantifies residual monomers available to form colored degradation products²⁵, similar ΔE values of the light-cured resin materials and the dual-cured resin cements were found regardless the degree of conversion.

The degree of conversion of a resin material depends on factors such as the chemical structure of the monomers, the curing conditions, including light intensity and photo-initiator concentration²⁷. The light intensity that reaches dual-cured cements is an extremely important factor to ensure an effective polymerization²⁸. Dual-cured resin cements need to be light-cured to ensure satisfactory polymerization; they have a chemical activator to complete the reaction¹³. The dual-cured resin cement RelyX ARC evaluated in this study showed higher degree of conversion values than the others materials.

The accelerated artificial aging significantly affects the bond performance of the luting systems, once a decrease on microshear bond strength values was found after aging compared to the groups tested 24 hours after bonding procedures. This can be justified because the water uptake and hygroscopic expansion may have an adverse impact on the longevity of the cementing systems²⁹. Study have reported that smaller interface bonding area (1.0 mm²) as used in this study may allow higher water-ion diffusion through the hybrid layers, thus accelerating the bond degradation³⁰. Another possible explanations can be attributed to stress concentration in the resin-filler interface during the temperature variation, which can cause loss of filler particles and exposure of the resin matrix³¹. Accelerated artificial aging with temperature changes can cause dimensional changes of the material, forming fracture lines in the bonding interface and in the resin cement line. This may lead to fractures in the material, decreasing the bond strength of the composite restorative³¹.

The mechanical properties of resin materials are influenced by type and composition of the resin matrix, filler type and curing mode³². The dual-cured resin cements RelyX ARC and Variolink II presented the highest microshear bond strength values. When light is attenuated by the presence of an indirect restoration, the self-curing reaction present in the dual materials contributes to the resin material polymerization, allowing the chemical components to react¹³.

The light cured resin cements Variolink Veneer and RelyX Veneer presented statistically similar microshear bond strength values. The light flux that reaches the material after passing through the laminate veneer is decreased; as the light-cured resin materials depends on the irradiance, the mechanical properties of these materials can be most affected than the dual-cured resin materials³³.

The flowable resin composite resin used for luting ceramic veneers presented lower microshear bond strength values than the others luting systems tested; these flowable materials present high polymerization shrinkage³⁴, which can induce stress in the bond interface and enhancing the development of cracks as found in the results of this study.

The highest failure pattern with microshear bond strength was adhesive with TB/VVE (62,5%), SB/RVE (50%), SB/FFL (50%) and TB/TFL (75%). As for SB/ARC (62,5%) and TB/VAR (62,5%). Most ceramic cohesive failure was observed for dual-cured cements. It might be related to the following findings investigated in the present study with the microshear bond strength results. Dual-cured resin luting agents associate some of the desirable characteristics of light-cured luting, their chemical components seem to ensure complete polymerization when light intensity is attenuated by restorative material and tooth substrate³⁵. Dual-cured resin cements shown superior mechanical properties, compared to the others luting systems¹², this can explained by the results of failure patterns. Lower bond strength of the light-cured luting systems compared to the dual-cured luting systems in this study may be an explanation for the most adhesive failure of the light-cured luting systems groups. Methodological limitations for in vitro studies are inherent in the assessment of clinical performance of materials thus more in vivo studies are necessary to help clarify the better luting systems indicated to laminate veneers.

CONCLUSIONS

Thus, with the limitations imposed by the experimental design used in the current study, the following conclusions can be drawn: 1- Light or dual-cured materials, have unacceptable color stability after artificial aging; 2- Dual-cured resin

cement showed the highest means for degree of conversion; 3- After the accelerated artificial aging, the microshear bond strength values decreased for all luting materials tested and the resin cements Variolink II and RelyX ARC showed higher microshear bond strength values than the other tested luting systems.

REFERENCES

- 1- Kermanshah H, Borougeni AT, Bitaraf T. (2011) Comparison of the microshear bond strength of feldspathic porcelain to enamel with three luting resins. *Journal of Prosthetic Research*; 55 110-116.
- 2- Feire A, Archegas LRP. (2010) Porcelain laminate veneer on a highly discoloured tooth: A case report. *Journal Canadian Dental Association*; 76a 126 1-5.
- 3- Rasetto FH, Driscoll CF, von Fraunhofer JA. (2001) Effect of light source and time on the polymerization of resin cement through ceramic veneers. *Journal of Prosthodontics*;10(3) 133-139.
- 4- Prieto LT, Souza-Júnior EJ, Araújo CTP, Lima AF, Dias CT, Paulillo LAMS. (2012) Nanoleakage evaluation of resin luting systems to dental enamel and leucite-reinforced ceramic. *Microscopy Research and Technique*; 75 671-676.
- 5- Mundim FM, Garcia Lda F, Cruvinel DR, Lima FA, Bachmann L, Pires-de-Souza Fde C. (2011) Color stability, opacity and degree of conversion of pre-heated composites. *Journal of Dentistry*;39 Suppl 1 e25-29.
- 6 - Dietschi D, Campanile G, Holz J, Meyer JM. (1994) Comparison of the color stability of ten new-generation composites: an in vitro study. *Dental Materials*;10(6) 353-362.
- 7- Sarafianou A, Iosifidou S, Papadopoulos T, Eliades G. (2007) Color stability and degree of cure of direct composite restoratives after accelerated aging. *Operative Dentistry*; 32(4) 406-411.
- 8- Janda R, Roulet JF, Kaminsky M, Steffin G, Latta M. (2004) Color stability of resin matrix restorative materials as a function of the method of light activation. *European Journal of Oral Science*; 112(3) 280-285.
- 9- Eliades T, Gioka C, Heim M, Eliades G, Makou M. (2004) Color stability of

orthodontic adhesive resins. *The Angle Orthodontist*; 74 391–393.

10- Janda R, Roulet J-F, Latta M, Steffin G, Ruttermann S. (2005) Color stability of resin-based filling materials after aging when cured with plasma or halogen light. *European Journal of Oral Science*; 113 251–257.

11- Kucukesmen HC, Usumez A, Ozturk N, Eroglu E. (2008) Change of shade by light polymerization in a resin cement polymerized beneath a ceramic restoration...*Journal of Dental*; 36(3) 219-223.

12- Nathanson D, Banasr F. (2002) Color stability of resin cements- an in vitro study. *Practice Procedure Aesthetic Dentistry*; 14(6) 449-455.

13- Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC. (2002) Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *Journal of Oral Rehabilitation*; (29) 257-262.

14- Archegas LRP, Freire A, Vieira S, Caldas DBM, Souza EM. (2011) Colour stability and opacity of resin cements and flowable composites for ceramic veneer luting after accelerated ageing. *Journal of Dentistry*; 39 804-810.

15- Mjör IA, Gordan VV. (2002) Failure, repair, refurbishing and longevity of restorations. *Operative Dentistry*; 27(5) 528-534.

16- Loomans BAC, Cardoso MV, Roeters FJM, Opdam NJM, De Munck J, Huysmans MCDNJM, Van Merbeek B. (2011) Is there one optimal repair technique for all composites? *Dental Material*; 27 701-709.

17- Goiato MC, Santos DM, Haddad MF, Pesqueira AA. (2010) Effect of accelerated aging on the microhardness and color stability of flexible resins for dentures. *Brazilian Oral Research*; 24(1) 114-119.

18- Alandia-Roman CC, Cruvinel DR, Sousa ABS, Pires-de-Souza FCP, Panzeri H. (2013) Effect of cigarette smoke on colour stability and surface roughness of dental composites. *Journal of Dentistry* <http://dx.doi.org/10.1016/j>

19- ASTM STANDARDS G154-00A. (2006) Standard practice for operating fluorescent light apparatus for UV exposure of nonmetallic materials. *Annual Book of ASTM Standards*. Pennsylvania: United States; 646–654.

20- Vichi A, Ferraria M, Davidson CL. (2004) Color and opacity variations in three different resin-based composite products after water aging. *Dental Material*; 20 530–534.

- 21- Sideridou I, Achilias DS, Kyrikou E. (2004) Thermal expansion characteristics of light-cured dental resins and resin composites. *Biomaterial*; 25(15) 3087-3097.
- 22- Moharamzadeh K, Hooshmand T, Keshvad A, Van Noort R. (2008) Fracture toughness of a ceramic-resin interface. *Dental Material*; 24(2) 172-177
- 23- Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi ECh. (2008) Dynamic thermomechanical properties and sorption characteristics of two commercial light cured dental resin composites. *Dental Material*; 24(6) 737-743.
- 24- Buchalla W, Attin T, Hilgers R, Hellwig E. (2002) The effect of water storage and light exposure on the color and translucency of a hybrid and a microfilled composite. *Journal of Prosthetic Dentistry*; 87 264–270.
- 25- Turgut S, Bagis B. (2011) Color stability of laminate veneers: An in vitro study. *Journal of Dentistry*; 39s e57–e64.
- 26- Ghavam M, Amani-Tehran M, Saffarpour M. (2010) Effect of accelerated aging on the color and opacity of resin cements. *Operative Dentistry*; 35(6) 605-609.
- 27- Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G (2002) Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterial*; 23 1819-1829.
- 28- Archegas LRP, Menezes Caldas DB, Rached RN, Soares P, Souza EM (2012) Effect of Ceramic Veneer Opacity and Exposure Time on the Polymerization Efficiency of Resin Cements. *Operative Dentistry*; 37-2 281-289.
- 29- Aguiar TR, André CB, Correr-Sobrinho L, Ambrosano GMB, Giannini M (2013) Effect of storage times and mechanical load cycling on dentin bond strength of conventional and self-adhesive resin luting cements. *The Journal of Prosthetic Dentistry*; 111(5) 404-410.
- 30- Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Bauer JR, Grande RH, et al (2008) Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin? *Journal of Dentistry*; 36 309-315.
- 31- Yap AU, Tan SH, Wee SS, Lee CW, Lim EL, Zeng KY (2001) Chemical degradation of composite restoratives. *Journal of Oral Rehabilitation*; 28(11) 1015-1021.

- 32- Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, & Klaiber B (2001) Comparison of photo-activation versus chemical or dual- curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *Journal of Oral Rehabilitation*; 28(11) 1022-1028.
- 33- Cadenaro M, Codan B, Navarra CO, et al (2011) Contraction stress, elastic modulus, and degree of conversion of three flowable composites. *European Journal of Oral Science*; 119 241-245.
- 34- Mortier E, Gerdolle DA, Jacquot B, Panighi MM (2004) Importance of water sorption and solubility studies for couple bonding agent-resin-based filling material. *Operative Dentistry*; 29(6) 669-676.
- 35- Meng X, Yoshida K, Atsuta M. (2007) Influence of light irradiation condition on microshear bond strength of dual cured resin luting agents. *Dental Material Journal*; 26 575-558.

CONCLUSÃO

Como conclusão geral de que pode haver uma relação direta entre o grau de conversão e o microcisalhamento pois os cimentos duais apresentaram maior grau de conversão e maior resistência à união. Em relação à estabilidade de cor todos os materiais avaliados apresentaram grande alteração da cor original após o envelhecimento artificial, o que pode prejudicar a estética das facetas laminadas em cerâmica após um período de tempo.

REFERÊNCIAS*

- Arrais CA, Rueggeberg FA, Waller JL, de Goes MF, Gianinni M. Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems. *J Dent*. 2008; 36(6):418-26.
- Asmussen E, Peutzfeldt A. Resin composites: Strength of the bond to dentin versus surface energy parameters. *Dent Mater*. 2005; 21:1039-43.
- Bedran-de-Castro AK, Pereira PN, Pimenta LA, Thompson JY. Effect of thermal and mechanical load cycling on microtensile bond strength of a total-etch adhesive system. *Oper Dent*. 2004; 29(2):150-6.
- Braga RR, Ferracane JL, Condon JR. Polymerization contraction stress in dual-cure cements and its effect on interfacial integrity of bonded inlays. *J Dent*. 2002; 30:333-340.
- Cherukara GP, Seymour KG, Zou L, Samarawickrama DY. Geographic distribution of porcelain veneer preparation depth with various clinical techniques. *J Prosthet Dent*. 2003; 89(6):544-50.
- Christensen RP, Palmer TM, Ploeger BJ, Yost MP. Resin polymerization problems – are they caused by resin curing lights, resin formulations, or both? *Compendium Cont Edu Dent*. 1999; 20: 42-54.
- Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent*. 2007; 98(5):389-404.
- el-Badrawy WA, & el-Mowafy OM. Chemical versus dual curing of resin inlay cements. *J Prosthet Dent*. 1995; 73(6):515-24.
- El-Mowafy OM, Rubo MH, El-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent*. 1999; 24: 38-43.
- Foxton RM, Pereira PN. Effect of light source direction and restoration thickness on tensile strength of a dual-curable resin cement to copy-milled ceramic. *Am J Dent*. 2003; 16(2):129-34.
- Kramer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent*. 2000; 13:60-76.
- Meyenberg KH. Nonvital teeth and porcelain laminate veneers--a contradiction? *Eur J Esthet Dent*. 2006 Autumn;1(3):192-206.

- Mitsui FHO, Bedran-de-Castro AKB, Ritter AV, Cardoso PEC, Pimenta LAF. Influence of load cycling on marginal microleakage with two self-etching and two one-bottle dentin adhesive systems in dentin. *J Adhes Dent*. 2003; 5(3):209-216.
- Moon PC, Tabassian MS, Culbreath TE. Flow characteristics and film thickness of flowable resin composites. *Oper Dent*. 2002; 27: 248-253.
- Oquendo A, Brea L, David S. Diastema: correction of excessive spaces in the esthetic zone. *Dent Clin North Am*. 2011; 55(2):265-81.
- Ozturk E, Bolay S, Hickel R, Ilie N. Shear bond strength of porcelain laminate veneers to enamel, dentine and enamel-dentine complex bonded with different adhesive luting systems. *J Dent*. 2003; 41:97-105.
- Pegoraro TA, Silva NRFA, Carvalho RM. Cements for use in esthetic dentistry. *Dent Clin N Am*. 2007; 51:453-47.
- Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers: a review of the literature. *J Dent* 2000; 28:163–77.
- Radz GM. Minimum thickness anterior porcelain restorations. *Dent Clin North Am*. 2011; 55(2):353-70.
- Unterbrink GL, Liebenberg WH. Flowable resin composites as "filled adhesives": Literature review and clinical recommendations. *Quint Int*, Berlin, 1999; 30(4):249-257.
- Vandewalle KS, Ferracane JL, Hilton TJ, Erickson RL, Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. *Dent Mater*. 2004; 20: 96-106.
- Zarone F, Epifania E, Leone G, Sorrentino R, Ferrari M. Dynamometric assessment of the mechanical resistance of porcelain veneers related to tooth preparation: a comparison between two techniques. *J Prost Dent*. 2006; 95:354–63.

APÊNDICE

1-Materiais e Métodos

Para o desenvolvimento desse estudo foram utilizados os materiais ácido fosfórico à 37% (3M/ESPE) (Fig. 1), os sistemas adesivos Single Bond 2 (3M/ESPE) e Tetric N-Bond (Ivoclar-Vivadent) (Fig. 2), o agente silano RelyX Ceramic Primer (3M/ESPE) (Fig. 3), ácido fluorídrico 10% (FGM)(Fig. 4) e os agentes cimentantes RelyX ARC (3M/ESPE), RelyX Veneer (3M/ESPE), Filtek Z350 XT Flowable (3M ESPE), Variolink II (Ivoclar-Vivadent), Variolink Veneer (Ivoclar-Vivadent) e Tetric N-Flow (Ivoclar-Vivadent) (Fig. 5).

Delineamento Experimental:

Unidades Experimentais: - 96 incisivos humanos

- 60 discos de material de cimentação

Fator em estudo:

Agentes de cimentação e sistemas adesivos em seis níveis:

- Cimento resinoso Rely X Veneer- Sistema Single Bond 2 (3M ESPE);
- Cimento resinoso Rely X ARC- Sistema Single Bond 2 (3M ESPE);
- Resina composta Filtek Z350 XT Flowable- Single Bond 2 (3M ESPE);
- Cimento resinoso Variolink Veneer- Sistema adesivo Tetric N-Bond (Ivoclar-Vivadent);
- Cimento resinoso Variolink II- Sistema adesivo Tetric N-Bond (Ivoclar-Vivadent);
- Resina composta Tetric N-Flow- Sistema adesivo Tetric N-Bond (Ivoclar-Vivadent).

Variáveis de resposta:

- ✓ Estabilidade de cor através de colorímetro
- ✓ Grau de conversão
- ✓ Resistência ao Microcislhamento em Mega Pascal



Fig. 1
Ácido Fosfórico à 37%.



Fig. 2
Sistemas adesivos Single Bond 2 e Tetric N-Bond.



Fig.3
Agente Silano RelyX Ceramic Primer.



Fig.4
Ácido Fluorídrico à 10%.

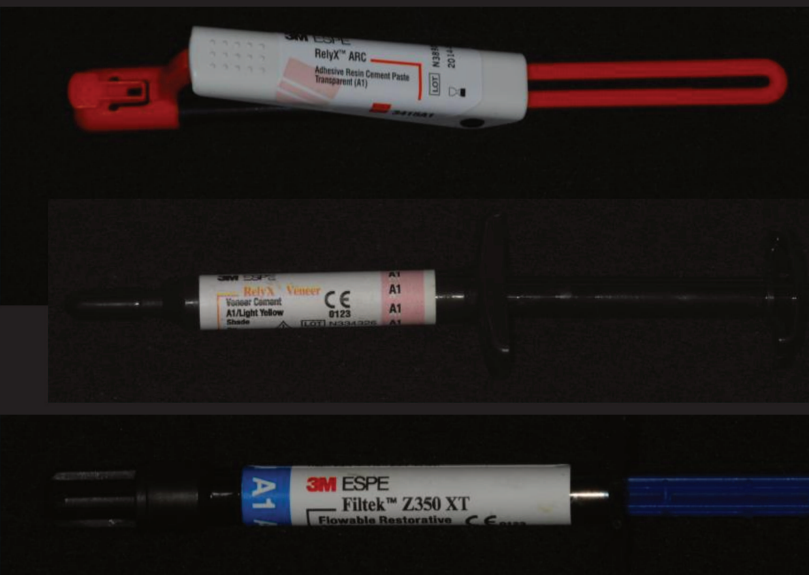


Fig. 5
Agentes cimentantes Rely X ARC, Variolink II, RelyX Veneer, Variolink Veneer, Filtek Z-350 XT Flowable e Tetric N-Flow.



2- Preparo dos dentes:

Para este estudo, foram utilizados 96 incisivos humanos. Os dentes foram submetidos à raspagem manual com cureta periodontal Gracey 5-6, (Trinity®)(Fig. 6) para remoção de debris orgânicos, e polidos com taça de borracha (Microdont) e pasta de pedra pomes e água (Fig. 7). Em seguida, esses dentes foram armazenados em solução de 0,2% de timol por uma semana até o momento da sua utilização.

Para avaliação da estabilidade de cor 48 incisivos humanos foram submetidos à desgastes na face vestibular com profundidade de 0,6 mm simulando um preparo para faceta laminada, com ponta diamantada #2135 (KG Sorensen) em alta rotação refrigerada acoplada em uma máquina de preparo (Fig. 8), a cada 5 preparos a ponta diamantada foi descartada. O acabamento do preparo foi realizado com ponta diamantada #2135 FF (KG Sorensen). Após o preparo da face vestibular os incisivos foram divididos, por sorteio, nos grupos experimentais de acordo com os sistemas de fixação.

Grupos Experimentais

G1: Cimento resinoso fotopolimerizável RelyX Veneer (3M ESPE) em associação com o sistema adesivo Single Bond 2 (3M ESPE),

G2: Cimento resinoso dual RelyX ARC (3M ESPE) em associação com o sistema adesivo Single Bond 2 (3M ESPE),

G3: Resina composta Filtek Z350 XT Flowable (3M ESPE) em associação com o sistema adesivo Single Bond 2 (3M ESPE),

G4: Cimento resinoso fotopolimerizável Variolink Veneer em associação com o sistema adesivo Tetric N-Bond (Ivoclar-Vivadent),

G5: Cimento resinoso dual Variolink II em associação com o sistema adesivo Tetric N-Bond (Ivoclar-Vivadent),

G6: Resina composta Tetric N-Flow em associação com o sistema adesivo Tetric N-Bond (Ivoclar-Vivadent).

3 – Moldagem e cimentação dos incisivos

Finalizado os preparos foi realizada a moldagem dos elementos dentais utilizando para isso o Impregum (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) e obtidos modelos em gesso especial tipo IV, e confeccionadas facetas laminadas com cerâmica

IPS Empress Esthetic na cor ET1 (Fig. 9) com 0,6mm de espessura (Fig. 10). As facetas foram cimentadas nos preparos, para isto, receberam tratamento superficial com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos (FGM) (Fig. 11), uma camada de silano RelyX Ceramic primer (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) (Fig. 12) e cimentação de acordo com as instruções do fabricante descritos na tabela 1.

Tabela 1 - Tabela com descrição das instruções do fabricante para cada sistema de fixação.

Cimento Resinoso	Sistema Adesivo	Protocolo de Cimentação
RelyX Veneer	Single Bond 2	Condicionamento do elemento dental por 15s, lavagem e aplicação de duas camadas consecutivas do adesivo por 15 s, secar por 5 s para evaporar o solvente. Aplicar uma fina camada do adesivo sobre a faceta. Aplicação do cimento diretamente na peça protética, colocação da peça em posição e fotoativação por 40 s.
RelyX ARC	Single Bond 2	Condicionamento do elemento dental por 15s, lavagem e aplicação de duas camadas consecutivas do adesivo por 15 s, secar por 5 s para evaporar o solvente. Aplicar uma fina camada do adesivo sobre a faceta. Dispensar o cimento e espatular por 10 s na proporção de 1:1, aplicar sobre a peça protética e fotoativação por 40 s.
Filtek Z350 XT Flowable	Single Bond 2	Condicionamento do elemento dental por 15s, lavagem e remoção do excesso de umidade com algodão úmido, aplicar duas camadas consecutivas do adesivo por 15 s, secar por 5 s para evaporar. Aplicar uma fina camada do adesivo sobre a faceta. Colocar a resina flow diretamente sobre a peça protética, inserção da peça em posição e fotoativação cada face por 40 s
Variolink Veneer	Tetric Bond	Condicionamento do elemento dental por 15s, lavagem e aplicação de duas camadas consecutivas do adesivo por 15 s, secar por 5 s para evaporar. Aplicar uma fina camada do adesivo sobre a faceta. Aplicar uma camada do cimento no elemento dental, inserção da peça em posição e fotoativação por 40 s.
Variolink II	Tetric Bond	Condicionamento do elemento dental por 15s, lavagem e aplicação de duas camadas consecutivas do adesivo por 15 s, secar por 5 s para evaporar o solvente. Aplicar uma camada do adesivo sobre a faceta. Dispensar o cimento e espatular por 10 s na proporção de 1:1. Colocar diretamente sobre a peça protética, inserção da peça em posição e fotoativação por 40 s.
Tetric Flow	N- Tetric Bond	Condicionamento do elemento dental por 15s, lavagem e aplicação de duas camadas consecutivas do adesivo por 15 s, secar por 5 s para evaporar o solvente. Aplicar uma camada do adesivo sobre a faceta. Colocar a resina flow diretamente sobre a peça protética, inserção da peça e fotoativação por 40 s.



Fig.6
Limpeza dos incisivos humanos com curetas periodontais.



Fig.7
Limpeza com taças de borracha montadas em contra-ângulo em baixa rotação.



Fig.8
Simulação do preparo de faceta com profundidade de 0,6 mm com ponta diamantada #2135 seguindo a angulação do incisivo humano.



Fig.9
Facetas laminadas confeccionadas com cerâmica IPS Empress Esthetic.

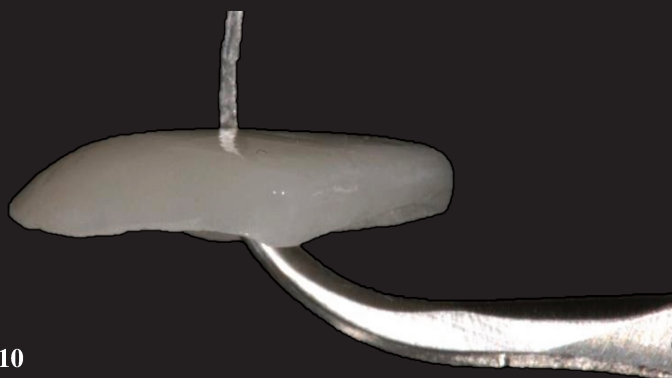


Fig.10
Mensuração da espessura da faceta laminada com especímetro 0,6 mm.



Fig.11
Tratamento superficial da faceta laminada com ácido fluorídrico à 10% por 20 segundos.

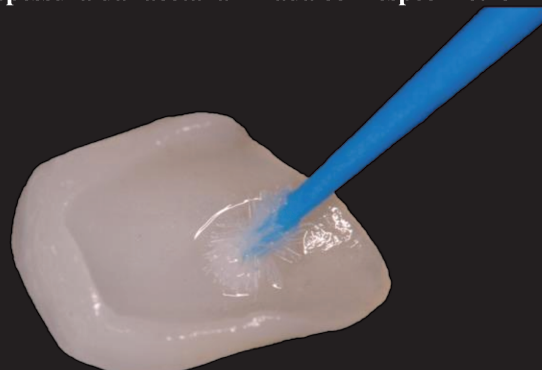


Fig.12
Aplicação da camada de silano RelyX Ceramic Primer.

4 - Avaliação de cor inicial

As observações dos padrões ópticos foram obtidos a partir de espectrofotômetro Easyshade Advance (VITA, Alemanha) (Fig. 13) acoplado a uma cabine de luz (MM-1eUV/D65). O espectrofotômetro foi calibrado conforme recomendações do fabricante do aparelho (Fig. 14). Para padronização do ponto de mensuração da cor foi confeccionado uma matriz com material de moldagem um silicone de adição Express XT Putty Soft (3M ESPE) com um orifício com dimensões compatíveis a ponta ativa do espectrofotômetro realizando assim a mensuração sempre na mesma área (Fig. 15).

Todos os corpos-de-prova foram submetidos a uma análise cromática inicial (Fig. 16), com a avaliação de cor calculada através do Sistema CIE $L^*a^*b^*$, estabelecido pela Comissão Internationale de l'Eclairage – CIE. Este consiste de dois eixos a^* e b^* , que possuem ângulos retos e representam a dimensão da tonalidade ou cor (a^* : proporção vermelho-verde; b^* : proporção amarelo-azul). O terceiro eixo é o brilho, representado pela letra L^* . Este é perpendicular ao plano a^*b^* (Fig. 17). Após a análise inicial, as amostras foram submetidas ao envelhecimento.

5 – Envelhecimento Artificial Acelerado

As amostras foram submetidas ao envelhecimento por luz, foram expostos a uma irradiação controlada de luz ultravioleta emitida por uma fonte de luz UV-B no comprimento de onda de 310 nm pelo período de 4h, alternado por ciclos de condensação de água por 4h, à temperatura constante de 50°C (ASTM, 2006), totalizando 300h em uma máquina de intemperismo natural EQ-UV (Equilam, Diadema, SP, Brasil) (Fig. 18). Após a realização do envelhecimento acelerado por luz as amostras foram armazenadas em estufa à 37°C e submetidos a nova avaliação de cor.

6 - Avaliação final de cor

A avaliação final de cor foi realizada dentro dos mesmos parâmetros e condições descritos para a realização da leitura inicial.



Fig.13
Aparelho espectrofotômetro Easyshade Advance (VITA)



Fig.14
Calibração realizada conforme recomendações do fabricante acoplando o aparelho ao bloco branco no interior do dispositivo e então acionando o aparelho

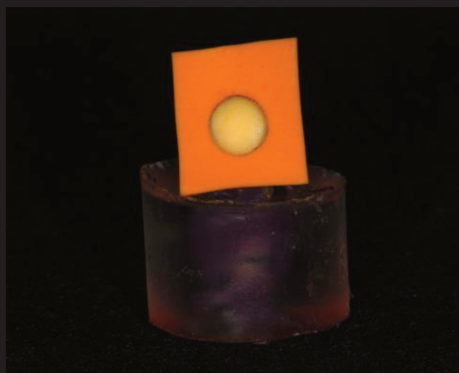


Fig. 15
Matriz confeccionada para padronização da leitura de cor

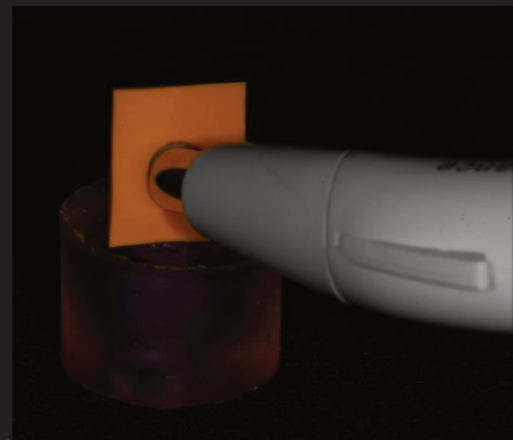


Fig. 16
Corpos-de-prova sendo submetidos a análise cromática com o espectrofotômetro



Fig. 17
Visor do espectrofotômetro durante a leitura com as diferentes coordenadas L^* , a^* e b^* .

7 – Análise da Alteração de cor:

A estabilidade de cor foi analisada pela fórmula e calculada pela diferença (ΔE) entre as coordenadas obtidas das amostras antes e após o procedimento de envelhecimento. A classificação adotada para os valores de ΔE foi aquela determinada pela National Bureau of Standards (NBS) que considera: valores de 0,0 a 0,5 – alteração extremamente leve; 0,5 a 1,5 – alteração leve; 1,5 a 3,0 – alteração perceptível; 3,0 a 6,0 – alteração marcante; 6,0 a 12,0 – alteração extremamente marcante; 12,0 ou mais – alteração para outra cor (Mutlu-Sagesen et al., 2005).

A mudança total de cor, ΔE , é comumente usada para representar uma diferença de cor e é calculada a partir da fórmula:

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

8 – Preparação das amostras para o teste de Microcislhamento:

Para avaliação da resistência de união outros 48 incisivos humanos foram submetidos à raspagem manual com cureta periodontal e polidos com taça de borracha como descrito anteriormente. Foram incluídos em resina de poliestireno e sua face vestibular foi planificada com lixas de carbeto de silício (Carborundum, Saint-Gobain Abrasivos LTDA, Guarulhos, SP, Brasil), com granulações 400, 600 e 1200 acopladas em politriz mecânica (Maxi Grind, São Paulo, SP, Brasil), sob constante irrigação a água (Fig. 19) e distribuídos nos grupos experimentais.

Deu-se início aos procedimentos de cimentação que foram realizados em blocos ao acaso.

Após a planificação, foi delimitada na superfície vestibular dos incisivos, uma área para adesão, para evitar o extravasamento do adesivo/cimento, através de fita adesiva com perfuração central com 1 mm de diâmetro (Fig. 20). Em seguida, os cilindros de cerâmica IPS Empress Esthetic, previamente confeccionados em laboratório de prótese, foram cimentados na superfície dental (Fig. 21). Para isto, em todos os grupos os cilindros receberam em uma das extremidades tratamento superficial com condicionamento com ácido fluorídrico a 10% por 20 segundos (FGM) (Fig. 22) e posteriormente, foi aplicado

o agente de silanização RelyX Ceramic Primer (3M ESPE) agindo por 60 segundos (Fig. 23) e a seguir o mesmo foi dispersado com jato de ar por 5 segundos.

Iniciou-se os procedimentos de cimentação para cada grupo seguindo os protocolos preconizados pelos fabricantes de cada um dos sistemas vide tabela 1. Todos os dentes receberam condicionamento com ácido fosfórico Scotchbond (3M ESPE) (Fig. 24) por um período de 15 segundos (Fig. 25), aplicação do sistema adesivo de acordo com o agente cimentante utilizado (Fig. 26) e fotoativação (Fig. 27) com aparelho Demetron LC (SDS Kerr, Middleton, USA).

Após cimentação dos dois cilindros cerâmicos sobre a superfície dental (Fig. 28) as amostras foram armazenadas por 24 horas em estufa à 37°C e o primeiro cilindro cerâmico foi levado à máquina de ensaio universal EZ-L Test à velocidade de 0,5 mm/minuto. Para isto o corpo-de-prova foi alojado horizontalmente numa luva metálica, com 20,5 mm de diâmetro interno por 20 mm de altura, fixada ao mordente inferior da máquina de ensaio universal. No mordente superior foi fixada a extremidade do dispositivo utilizado para o carregamento axial, um fio ortodôntico de 0,3mm de diâmetro por 5 mm de comprimento formando uma alça que envolvia o cilindro de cerâmica aderido à superfície de esmalte, para realizar o esforço de tração, resultando em cisalhamento (Fig. 29).

A resistência de união ao microcisalhamento, em Mega Pascal (MPa), foi calculada após a mensuração da área adesiva com um paquímetro digital (Starrett), de acordo com a fórmula matemática. pela seguinte fórmula:
$$Rc = \text{Força (Kgf)} \times 0,098 / \text{Área (cm}^2\text{)}$$

Onde: Rc é a resistência ao cisalhamento; F é a força aplicada e A área de união.

Após o ensaio de resistência do primeiro cilindro cerâmico cimentado o cilindro remanescente foi submetido ao envelhecimento por luz conforme citado anteriormente e após o envelhecimento também submetido a máquina de ensaio universal e obtido o valor de resistência após o procedimento de envelhecimento.

9- Padrão de fratura:

A análise do padrão de fratura foi realizada após o ensaio de microcisalhamento, a superfície dental foi analisada em Lupa estereoscópica (SMZ-10, Nikon; Tóquio, Japão) com aumento de 40x. Os padrões de fratura foram classificados em: falha adesiva, falha coesiva em cerâmica e falha mista.

10- Teste de grau de conversão (DC):

Para a mensuração do grau de conversão dos agentes de fixação sem o adesivo (n=10), das amostras polimerizadas nesta metodologia, foi necessário a obtenção do espectro de absorção dos materiais não polimerizados. O espectro dos materiais não polimerizados foi aferido diretamente após a manipulação do mesmo. Enquanto que para os materiais polimerizados as amostras foram confeccionadas a partir de uma matriz de 1 mm de espessura, cobertos por matriz de poliéster entre duas placas de vidro, sob um peso de 1 kg para assegurar a compactação do material e polimerizados através de um disco de cerâmica de 0,6 mm de espessura com o aparelho aparelho Demetron LC (SDS Kerr, Middleton, USA) por 40 segundos.

Os espectros de absorção das amostras não polimerizadas foram obtidos através do espectrômetro Spectrum 100 FTIR/UATR (Perkin Elmer, EUA) (Fig. 30) pelo método de absorbância, na região entre 650 a 4000cm⁻¹, com 32 varreduras e 4cm⁻¹ de resolução. Para análise do espectro dos compósitos a base de metacrilato, foi considerado o intervalo de 1590 a 1660cm⁻¹, para observações em 1608 e 1638cm⁻¹, sinalizando, respectivamente, as ligações vinílicas aromáticas do bisfenol e alifáticas do grupamento funcional metacrilato. Após a análise inicial, foram mensurados os dados das amostras polimerizadas, utilizando-se os mesmos critérios para as amostras não polimerizadas. O DC (%) foi calculado a partir da seguinte equação: $DC = 100 \times [1 - (R_{polimerizado}/R_{não-polimerizado})]$, na qual R representa a razão entre o pico de absorbância em 1638 cm⁻¹ e em 1608 cm⁻¹.

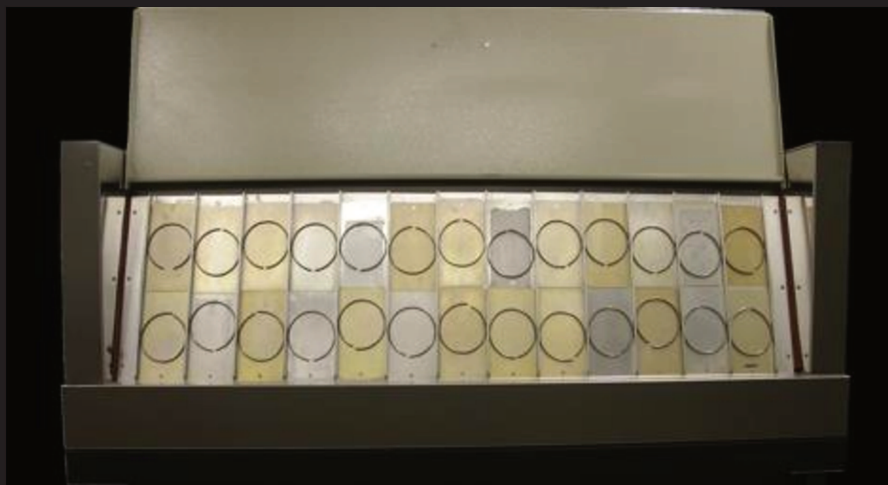


Fig. 18
Máquina de Intemperismo natural



Fig. 20
Delimitação para proteção da área de adesão



Fig. 19
Planificação da porção superficial de esmalte da face vestibular com lixas de carbeto de silício sob constante irrigação à água

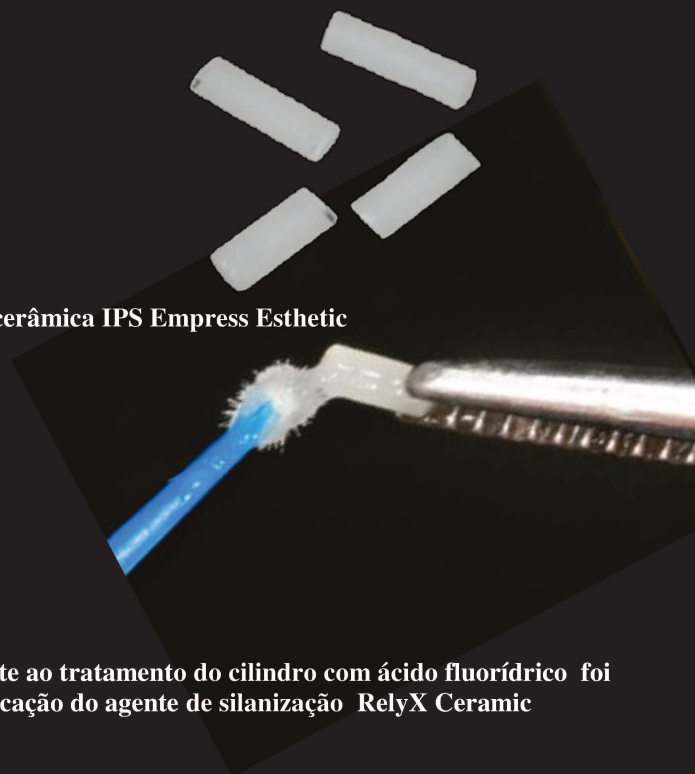


Fig. 21
Cilindros de cerâmica IPS Empress Esthetic



Fig. 22
Tratamento superficial do cilindro com ácido fluorídrico

Fig. 23
Posteriormente ao tratamento do cilindro com ácido fluorídrico foi realizada aplicação do agente de silanização RelyX Ceramic primer.

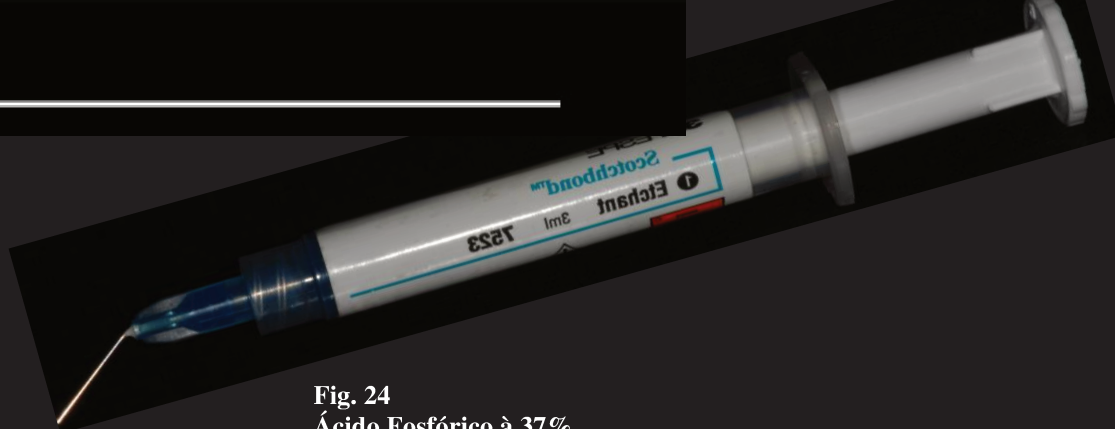


Fig. 24
Ácido Fosfórico à 37%

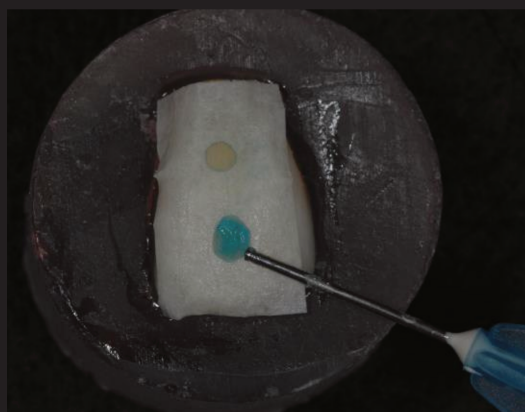


Fig.25
Condicionamento com ácido fosfórico
por 15 segundos na área delimitada



Fig. 26
Aplicação do sistema adesivo na área
delimitada

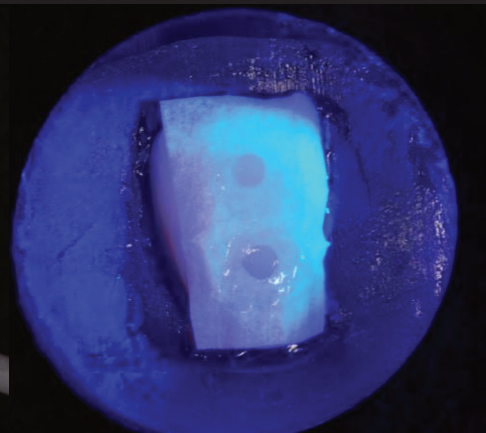


Fig. 27
Fotoativação do sistema adesivo



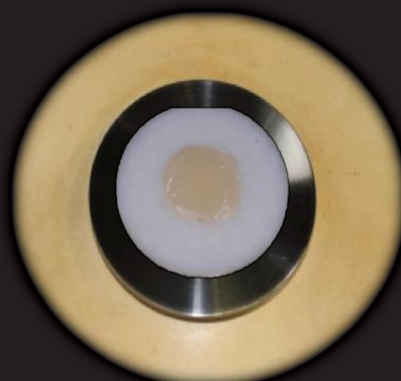
Fig. 28
Cilindros cimentados sobre a superfície
dental



Fig. 29
Amostra acoplada a máquina universal para realização
do teste de resistência à união



Fig. 30
Os espectros de absorção das amostras foram obtidas através do espectrômetro Spectrum 100 FTIR/UATR .
Vista aproximada da obtenção do espectro das amostras polimerizadas na matriz.



ANEXO 1

Comitê de Ética em Pesquisa – Certificado

15/01/13 16:29



**COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**



CERTIFICADO

O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa **"Estabilidade de cor e qualidade da camada de união de facetas laminadas após o envelhecimento termomecânico"**, protocolo nº 078/2012, dos pesquisadores Lúcia Trazzi Prieto e Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde - Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 06/11/2012.

The Ethics Committee in Research of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that the project **"Stability of color and quality of layer bonding ceramic veneers after thermomechanical aging"**, register number 078/2012, of Lúcia Trazzi Prieto and Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo, comply with the recommendations of the National Health Council - Ministry of Health of Brazil for research in human subjects and therefore was approved by this committee at 11/06/2012.


Profa. Dra. Livia Maria Andaló Tenuta
Secretária
CEP/FOP/UNICAMP


Prof. Dr. Jacks Jorge Junior
Coordenador
CEP/FOP/UNICAMP

Nota: O título do protocolo aparece como fornecido pelos pesquisadores, sem qualquer edição.
Notice: The title of the project appears as provided by the authors, without editing.

ANEXO 2

DECLARAÇÃO

A cópia do artigo de minha autoria, submetidos à publicação em revista científica, que constam da minha Tese de Doutorado, intitulada "**Chemical and physical properties evaluation of the resin cements and flowable resin composites used to ceramic veneers submitted to accelerated artificial aging**", não infringem os dispositivos da Lei nº 9.610/98, nem o direito autoral de qualquer editora.



Piracicaba, 20 de julho de 2014.

Lúcia Trazzi Prieto
Autor RG nº43.519.291-7

Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo
Orientador RG nº85.155.83

ANEXO 3

Operative Dentistry

21/07/14 22:46



[AUTHOR INSTRUCTIONS](#) [REVIEWER INSTRUCTIONS](#) [ONLINE JOURNAL](#)

To ensure proper functionality of this site, both JavaScript and Cookies must be enabled.

[HOME](#)

Detailed Status Information

Manuscript #	14-219-L
Current Revision #	0
Submission Date	2014-07-21
Current Stage	Initial QC Started
Title	"Chemical and physical properties evaluation of the resin cements and flowable resin composites used to lute ceramic veneers submitted to accelerated artificial aging"
Running Title	Luting system for laminate veneer
Manuscript Type	Laboratory Research
Corresponding Author	Lúcia Prieto (Piracicaba Dental School, University of Campinas - UNICAMP)
Contributing Authors	Cintia Araujo , Dayane Oliveira , Erick Coppini , Carlos Dias , Luis Paulillo
Financial Disclosure	I certify that all financial and material support for this research and work are clearly acknowledged in the manuscript.
Abstract	Objectives: The aim of this study was to evaluate the color stability, microshear bond strength (MSBS), failure pattern and degree of conversion of four different resin cements and two flowable resin composites submitted to accelerated artificial aging. Material and Methods: To evaluate color stability, forty-eight human incisors were randomly divided into six experimental groups (n=8) according to the different luting systems evaluated: Single Bond 2/RelyX Veneer; Single Bond 2/RelyX ARC; Single Bond 2/Filtek Z350 XT Flowable; Tetric N-Bond/Variolink Veneer; Tetric N-Bond/Variolink II; Tetric N-Bond/Tetric N-Flow. Forty-eight IPS Empress Esthetic veneers were cemented according to the experimental groups evaluated. Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) was used to evaluate the degree of conversion (n = 10), and spectrophotometry according to CIE Lab chromatic space was used to evaluate the color stability (n = 8). To induce color change, the resin materials were artificially aged with exposure to cycles of UV-B light for 300 h. To evaluate the microshear bond strength, two ceramic cylinders (IPS Empress Esthetic) (d = 1 mm, 2 mm thick) were luted on the buccal enamel surface previous prepared simulating veneers preparations. After twenty-four hours, the first cylinder was coupled to the EZ -test machine for measuring the initial bond strength and, the remaining cylinder was submitted to accelerated artificial aging before bond strength test. The fracture pattern was analyzed by stereomicroscopy (with 40x magnification). The data were analyzed using one-way and two-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 0.05$). Results: There was clinically perceptible color change ($\Delta E > 3.3$) for all resin materials tested; there were no statistical difference among the color stability of any luting materials. The ΔE ranged from 6.11 to 9.33. For the degree of conversion, the following decreasing sequence was found: RelyX ARC > Variolink II > RelyX Veneer > Filtek Z350 XT Flowable > Tetric Flow > Variolink Veneer; for the microshear bond strength, Single Bond 2/RelyX ARC = Tetric N-Bond/Variolink II = Tetric N-Bond/Variolink Veneer = Single Bond 2/ RelyX Veneer > flowable resin composite. The dual-cure resin cements showed a higher percentage of cohesive fracture patterns on ceramic and the light-cure resin cements and the flowable resin composites, adhesive fracture pattern. Conclusions: Accelerated artificial aging induced color change and decreased microshear bond strength for all luting systems evaluated. The microshear bond strength and

http://jopdent.allentrack.net/cgi-bin/main.plex?form_type=stat...id=173&ms_id=4233&ms_rev_no=0&ms_id_key=M32D38wUfysb00UAsOjbw

Página 1 de 2

Operative Dentistry

21/07/14 22:46

	the degree of conversion of the dual-cure resin cements obtained better performance compared to light-cure resin materials tested; similar color stability.
Associate Editor	Not Assigned
Key Words	resin cement, ceramic, veneers, microshear bond strength
Topic	CEMENTATION / LUTING AGENTS, PROCEDURES
Clinical Relevance	Clinical relevance statement: The color stability and bond strength of luting systems may compromise the success to long-term of laminate veneers.
Copyright Release Date	Not Received

Stage	Start Date
Initial QC Started	2014-07-21
Editorial Office Processing	2014-07-21
Author Approved Converted Files	2014-07-21
Preliminary Manuscript Data Submitted	2014-07-21