



DAYANE CARVALHO RAMOS SALLES DE OLIVEIRA

“COLOR STABILITY OF DIRECT ESTHETIC RESTORATIONS”

“ESTABILIDADE DA COR DE RESTAURAÇÕES ESTÉTICAS
DIRETAS”

PIRACICABA
2013



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE
PIRACICABA**

DAYANE CARVALHO RAMOS SALLES DE OLIVEIRA

“COLOR STABILITY OF DIRECT ESTHETIC RESTORATIONS”

Orientador: Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo

“ESTABILIDADE DA COR DE RESTAURAÇÕES ESTÉTICAS DIRETAS”

Dissertação de mestrado apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título de Mestre em Clínica Odontológica, com área de concentração em Dentística.

Master dissertation presented to the Piracicaba Dental School, State University of Campinas to obtain the MSc grade in Dental Clinic with major in Operative Dentistry.

Este exemplar corresponde à versão final da Dissertação defendida pela aluna e orientada pelo Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo.

PIRACICABA
2013

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
JOSIDELMA F COSTA DE SOUZA – CRB8/5894 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

OL4e Oliveira, Dayane Carvalho Ramos Salles de, 1987-
Estabilidade da cor em restaurações estéticas diretas / Dayane
Carvalho Ramos Salles de Oliveira . -- Piracicaba, SP : [s.n.],
2013.

Orientador: Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Envelhecimento. 2. Resinas compostas. I. Paulillo, Luis
Alexandre Maffei Sartini, 1962- II. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Color stability of direct esthetic restorations

Palavras-chave em Inglês:

Aging

Composite resins

Área de concentração: Dentística

Titulação: Mestra em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo [Orientador]

Flávio Henrique Baggio Aguiar

Fernanda de Carvalho Panzeri Pires de Souza

Data da defesa: 26-02-2013

Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 26 de Fevereiro de 2013, considerou a candidata DAYANE CARVALHO RAMOS SALLES DE OLIVEIRA aprovada.



Prof. Dr. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO



Profa. Dra. FERNANDA DE CARVALHO PANZERI PIRES DE SOUZA



Prof. Dr. FLAVIO HENRIQUE BAGGIO AGUIAR

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha família e amigos.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A Deus, pelas pessoas e caminhos que colocou em minha vida, que tornou possível aprender tudo que sei e quem sou.

À minha família, mesmo distante, sempre tão perto e presente em minhas decisões.

A Vagner Paschoalini, por tornar tão simples ser feliz.

Ao Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo, pelo exemplo profissional e orientação acadêmica.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba (UNICAMP), na pessoa do seu diretor, o **Prof. Dr. Jacks Jorge Junior** e do seu Diretor Associado, o **Prof. Dr. Alexandre Augusto Zaia**.

Ao Programa de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, nas pessoas da **Profa. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia**, coordenadora dos cursos de Pós-Graduação, e **Prof. Dr. Marcio de Moraes**, coordenador do curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica.

Ao **Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPQ)** pela bolsa de estudos à mim concedida durante o curso de pós-graduação.

Ao **Programa de Estágio Docente (PED)** da UNICAMP, pela oportunidade de Estágio Docente durante o curso de pós-graduação, na Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

Aos Professores do programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, área de Dentística, **José Roberto Lovadino, Débora Alves Nunes Leite Lima, Luís Roberto Marcondes Martins, Flávio Henrique Blaggio Aguiar, Marcelo Giannini e Giselle Maria Marchi Baron**; da área de Endodontia, **Caio Cezar Randi Ferraz**; da área de Prótese, **Altair Antoninha Del Bel Cury**; de Cirurgia, **Roger Moreira**, de Odontopediatria, **Regina Maria Puppim Rontani** e Materiais Dentários, **Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**, pelos conhecimentos transmitidos.

Ao **Prof. Dr. Alexandre Augusto Zaia** e à **Profa. Dra. Adriana de Jesus Soares**, do curso de pós-graduação em Clínica Odontológica, área de concentração em Endodontia, pela oportunidade de estágio no Projeto Trauma.

Aos pós-graduandos do curso de Clínica Odontológica, área de concentração em Dentística dos anos de 2011/2012: **Erick Kamiya Coppini, Lucia Trazzi Prieto, Cintia Tereza Pimenta de Araújo, Ana Paula Almeida Ayres, Carolina Bosso André, Marina Di Francescantonio, Paulo Vermelho, Núbia I. Pavesi Pini, Henrique Heringer Vieira, Nádia Lunardi, Maria Beatriz Freitas D'Arce, Carlos Eduardo Bertoldo, Diogo de Azevedo Miranda, Maria do Carmo Jordão Mainardi, Natália M. A. P. Hernandez, Maria Cecília Caldas Giorgi, Allan Rodrigo Muniz Palialol, Kamila Menezes Guedes de Andrade, Livia Aguilera Ganglianone, Larissa Sgarbosa, Adriano Lima, Giovana Delicio, Thiago Stape, Priscila Camondy Bertaglia e Milena Maria Pierre**, pela parceria e apoio durante o curso.

Aos pós-graduandos do curso de Clínica Odontológica, área de concentração em Endodontia, em especial **Érika Manuela A. Clavijo, Daniela C. Miyagaki, Ana Carolina Correa, Juliana Yuri Nagata e Frederico C. Martinho**, da área de Prótese, em especial, **Martinna Mendonça Bertolini, Yuri Cavalcanti, Camila Heitor, Claudia Lopes Brilhante e Marco Aurélio Carvalho**; do curso de Bioquímica Oral, em especial, **Juliana Nunes Botelho e Lina Maria Marin Gallon**; do curso de Radiologia, em especial, **Yuri Nejaim, Anne Caroline Oenning e Carla Rovaris**; do curso de Materiais Dentários, em especial **Eduardo J. Carvalho de Souza-Júnior, Valéria Bisinoto Gotti, Klíssia Romero Felizardo, Patricia Makishi, Pedro Henrique Freitas, Rafael R. Pacheco, Tales Candido, Tiago M. Dias Preto, Aurealice Rosa Maria Martins, Caio Vinicius Signorelli Grohmann, Renata Fernandes Lacerda, Raquel Rodrigues e Ravana Sfalcin**, pela parceria e amizade.

Aos **discentes do 4º ano de 2012** da Faculdade de Odontologia de Piracicaba (UNICAMP), pela confiança e aceitação durante o Estágio PED.

Aos funcionários das áreas de Dentística **Mônica Barnabé**, de Endodontia, **Ana Cristina do Amaral Godoy**, de Materiais Dentários **Selma Segalla e Marcos Cagiani** e da Clínica de Graduação **Sirlei Marina Ferezino, Elisângela Vendemiatti e Edna Maria Muniz** e do CEPAE, **Cristiane Patrícia E. Tristão** pela amizade e profissionalismo.

À **Profa. Dra. Fernanda Panzeri Pires de Souza e os técnicos Edson Volta e Ricardo de Souza Antunes**, da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto (USP), pelo auxílio e apoio na realização deste trabalho.

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), na pessoa do seu diretor, o **Prof. Dr. Ednilson Porangaba Costa**.

Ao Programa de Educação Tutorial (PET FO-UFRJ), na pessoa do **Prof. Dr. Urubatan Vieira de Medeiros** e ao **MEC/SESU** pela oportunidade de iniciação científica e bolsa de estudos à mim concedida durante o curso de graduação em Odontologia.

À **Profa. Dra. Gisele Damiana da Silveira Pereira**, pela confiança e incentivo à pesquisa e docência.

Aos Professores da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), em especial, **Paulo Ricardo Campos, Katia Dias de Andrade, Silvia Maria Alencar, Andréia Tedesco, Ivo Correa, Zilda Maria Castro de Carvalho, Rosana Saldanha, Maria José de Alencar, Luiz Carlos Santiago,**

Mariana Ribeiro, Adriana Borges, Silvana Marques Miranda, Ellen Brilhante, Almiro Reis Gonçalves, Wladmir Cortesi, Marcelo Roter, Gerson Hayashi, Cynésia Maria, Hanna Fried, Eduardo Jorge Feres Filho, Marcos Freire e Amara Eulalia Santos que direta ou indiretamente participaram da minha formação profissional.

Ao técnico em Prótese Dentária da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), **Roberto Silva**, pelo apoio e conhecimentos transmitidos.

A pessoas muito especiais como **Cristiane Patrícia E. Tristão, Mônica Barnabé, Ana Paula Almeida Ayres, Valéria Bisinoto Gotti, Érika Manuela A. Clavijo, Lucia Trazzi Prieto, Maria do Carmo Jordão Mainardi, Liliane Nunes Diniz, Livia Rodrigues de Menezes, Isabel Ferreira Barbosa, Eduardo J. Carvalho de Souza-Júnior, Erick Kamiya Coppini, Pablo Vieira, Pedro Henrique Freitas, Carlos Eduardo Bertoldo, Vinicius Chaves, Vinícius Salgado e a todos meus amigos** simplesmente por tudo!

Afinal...

“A melhor parte da vida de uma pessoa está nas suas amizades.”

Abramham Lincoln

EPÍGRAFE

“Tudo deveria se tornar o mais simples possível, mas não simplificado.”

Albert Einstein

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar, através de espectrometria FT-IR e espectrofotometria de refletância, a estabilidade da cor de restaurações estéticas em resinas compostas após envelhecimento artificial acelerado (EAA). Para tanto, foram utilizados os sistemas adesivos: convencional de 3 passos - Adper ScotchBond Multi-Purpose (3M/ESPE), convencional de 2 passos – Tetric N Bond (Ivoclar Vivadent), autocondicionante de 2 passos – ClearFill SE Bond (Kuraray) e resinas compostas na cor EA1: nanoparticulada Filtek Z350 XT Supreme (3M/ESPE) e microhíbrida IPS Empress Direct (Ivoclar Vivadent). Espécimes simulando restaurações diretas (n=10) foram confeccionadas, com auxílio de matriz padronizada (4x4x1 mm) sobre substrato dentinário. Restaurações sem sistema adesivo foram utilizadas como controle. As avaliações de cor foram mensuradas com espectrofotômetro (EasyShade Advanced, Vita Zahnfabrik) em duas regiões distintas da restauração: na superfície da resina composta e na interface adesiva, em dois períodos de tempo: 48 h após acabamento e polimento da restauração e após 300 h de EAA com ciclos de 50°C alternados de 4 h de condensação e 4 h de exposição com luz UV. Os espécimes foram aferidos sob fonte de luz padronizada com irradiância espectral relativa D65 (Gti MiniMatcher, Gti Graphic Technology Inc.). Os dados do sistema CIE L*a*b* foram utilizados para o cálculo do ΔE , ΔL , Δa e Δb pela diferença de cada coordenada final pela inicial. Para análise do grau de conversão (GC) das resinas compostas utilizadas, espécimes com 4 mm de diâmetro (n=10) foram confeccionados e após 48 h analisados em espectrômetro FT-IR Spectrum 100 (Perkin Elmer). Os resultados obtidos foram analisados pela análise de variância à dois fatores e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Os sistemas adesivos não interferiram na alteração de cor (ΔE) do corpo da restauração ($\alpha=0,90$) ou da interface de união ($\alpha=0,78$). Por outro lado, o fator resina composta foi significativo para a estabilidade de cor (ΔE) e para os valores das coordenadas isoladas ($\alpha<0,001$). Em relação ao GC, a resina IPS Empress

Direct apresentou resultados superiores (67%) frente a Z350XT (61%) com diferença estatisticamente significativa ($\alpha < 0,001$). Desta forma, concluiu-se que o sistema adesivo não foi capaz de alterar a cor final de restaurações estéticas diretas. Entretanto, em relação para o fator resina composta foi encontrada diferença quanto à estabilidade da cor pelo EEA e ao GC, no qual a IPS Empress Direct apresentou resultados superiores.

Palavras-chave: grau de conversão, sistema adesivo, resinas compostas, envelhecimento acelerado.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the color stability and degree of conversion of esthetic composite resin restorations after accelerated artificial aging (AAA) by FT-IR and reflectance spectrometry. Thus, two etch and rinse adhesive systems – Adper ScotchBond Multi-Purpose (3M/ESPE) and Tetric N Bond (Ivoclar Vivadent) and one two-step self-etching bond system – ClearFill SE Bond (Kuraray) were used with two EA1 shade composite resins: Filtek Z350 XT nanofilled (3M/ESPE) and IPS Empress Direct microhybrid (Ivoclar Vivadent). The restored specimens (n=10) were made with standardized dimensions using a silicon mold under dentin substrate (4x4x1mm). The color were measured with a spectrophotometer (EasyShade Advanced, Vita Zahnfabrik) on composite resin surface and bond interface: 48 hours after finishing and polishing procedures; after 300 hours of AAA with 50°C cycles with 4 hours of condensation and 4 hours of UV exposure. Specimens were measured in a color-assessment cabinet (Gti MiniMatcher, Gti Graphic Technology Inc.) with a light source simulating the spectral relative irradiance of CIE standard illuminant D65. The CIE L*a*b* data were used to calculate the ΔE , ΔL , Δa and Δb by the difference between each final and initial coordinate. The degree of conversion (DC) of the composite resins used was measured using 4x4x1 mm samples (n=10). The DC analysis was performed using a FT-IR spectrometer Spectrum 100 (Perkin Elmer) after 48 hours. Data were submitted to two-way ANOVA and Tukey test ($\alpha=0.05$). As the results, the adhesive systems had no significant influence on the color stability (ΔE) of the restoration surface ($\alpha=0.90$) or the bonding interface ($\alpha=0.78$). Moreover, the composite resin factor was significant and influenced the color as measured by ΔE and isolated coordinates ($\alpha<0.001$). As for the DC, IPS Empress Direct resin showed better results (67%) compared to Z350XT (61%) with statistically significant differences ($\alpha<0.001$). Therefore, the adhesive system could not affect the final color of direct esthetic restorations. On the other hand, IPS Empress

Direct showed better results of DC and color stability after EEA.

Key-words: degree of conversion; adhesive system; composite resin; accelerated artificial aging.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	01
CAPÍTULO ÚNICO (Color stability of direct esthetic restorations).....	05
ABSTRACT	05
INTRODUCTION	06
MATERIAL AND METHODS	07
SAMPLES PREPARATION	07
COLOR ANALYSES	08
ACCELERATED ARTIFICIAL AGING	08
FT-IR SPECTROMETRY	09
STATISTICAL ANALYSES	09
RESULTS	11
DISCUSSION	12
CONCLUSION	14
REFERENCES	14
CONSIDERAÇÕES GERAIS	18
CONCLUSÃO	21
REFERÊNCIAS	22
APÊNDICE	24
MATERIAL E MÉTODOS	24
SELEÇÃO E ARMAZENAMENTO DOS DENTES	26
PREPARO DOS DENTES	27
PADRONIZAÇÃO DA COR DOS BLOCOS DE DENTINA	31

GRUPOS EXPERIMENTAIS	33
PREPARO DAS AMOSTRAS	33
APLICAÇÃO DO SISTEMA ADESIVO	33
RESTAURAÇÃO COM RESINA COMPOSTA	35
ACABAMENTO E POLIMENTO DAS AMOSTRAS	38
LEITURA DA COR	39
ENVELHECIMENTO ACELERADO	39
ANÁLISE DA COR	41
ESPECTROMETRIA	41
ANEXO	44
SUBMISSÃO DO ARTIGO (CAPÍTULO ÚNICO).....	44

INTRODUÇÃO

A cor é definida pela sensação nervosa proveniente do olho humano em resposta à energia transmitida de cada corpo de acordo com o tipo e a intensidade de luz ambiente. Essa percepção é dada por células nervosas presentes na retina. Os bastonetes são células estimuladas em baixa intensidade de luz possibilitando a percepção de forma, enquanto que os cones, de acordo com a exposição de luz, possibilitam a distinção das cores (Souza, 2001).

Este conceito foi definido a partir do experimento de Newton (1672) através do qual se possibilitou descrever a luz branca como uma mistura heterogênea de raios com diferentes índices de refração. Desta forma com a incidência de luz, cada corpo é capaz de absorver e transmitir diferentes comprimentos de ondas de acordo com seu índice de refração, possibilitando a identificação de diferentes cores através de suas dimensões: Matiz, Cromo e Valor (Munsell, 1907; Saleski, 1972).

O Matiz é a coloração básica da cor, corresponde às denominações marrom (A), amarelo (B), cinza (C) e vermelho (D) da escala VitaPan Classical, enquanto, o Cromo ou Saturação corresponde à quantidade de pigmento da cor e o Valor ou Luminosidade atribuído à quantidade de preto e branco (Munsell, 1903; Clark, 1933), no qual ambos influenciam na intensidade da cor. Definida como quarta dimensão da cor por alguns autores, a translucidez também é capaz de influenciar na cor do objeto (Saleski, 1972).

O sistema de cores de Munsell (1907) possibilitou através do arranjo tridimensional das cores, um sistema de ordenamento capaz de especificar uma determinada cor através de suas três dimensões. Influenciado por Munsell, Hunter (1948) criou o Sistema CIE Lab possibilitando, posteriormente, o cálculo através de fórmulas simples do espaço das coordenadas dos eixos XYZ a análise numérica e comparação de dados, no qual L^* = luminosidade, $+a^*$ = vermelho, $-a^*$ = verde, $+b^*$ = amarelo, $-b^*$ = azul (CIE, 1986; Joiner *et al.*, 2004).

Diferentes alternativas de tratamentos estéticos podem ser empregadas para a correção do sorriso. Estes tratamentos consistem em restaurações diretas em resina composta ou em restaurações indiretas com cerâmicas odontológicas. As cerâmicas, em função de suas propriedades ópticas e textura de superfície são capazes de mimetizar a estrutura do esmalte e da dentina e a sua composição química proporciona estabilidade de cor e longevidade estética à estas restaurações. (Oliveira *et al.*, 2010; Oliveira *et al.*, 2011) No entanto, para a resina composta, apesar da evolução de suas propriedades mecânicas, a estabilidade da cor continua sendo um grande desafio, sendo um dos principais motivos para a substituição destas restaurações (Mundim *et al.*, 2010).

Em restaurações estéticas diretas em resinas composta, a cor final da restauração pode ser influenciada pelo substrato subjacente em função da translucidez do material restaurador (Young-Keun & Powers, 2007). Além disso, a estabilidade da cor pode, com o tempo, também ser afetada pela degradação da superfície da restauração em virtude da alteração do índice de refração do material (Ferracane, 2006; Young-Keun & Powers, 2007; Hadis *et al.*, 2010; Catelan *et al.*, 2011) e/ou pela degradação da interface adesiva, como pode ser clinicamente observado em restaurações classe III (Ferracane & Buonocore, 2008).

Apesar da cor do sistema de fixação e do substrato subjacente poderem afetar o aspecto final de restaurações indiretas em cerâmica (Heydecke *et al.*, 2001; Dozic *et al.*, 2010), o mesmo ainda não está bem definido para as resinas compostas. A estabilidade da cor de restaurações estéticas diretas também é de grande relevância clínica, e os fatores que interferem na alteração da cor dos diferentes tipos e composições das resinas compostas ainda não estão sedimentadas na literatura e são necessárias maiores evidências científicas.

Geralmente a composição da matriz orgânica das resinas compostas é dada por moléculas altamente reativas de Bisfenol A glicidil-metacrilato (Bis-GMA, Mw=512 g/mol). No entanto, este composto de alto peso molecular com presença

de grupos fenólicos e interações intermoleculares fortes dadas por grupamentos hidroxilas prejudicam a sua rotação, resultando em um composto de alta viscosidade (Floyd *et al.*, 2006) e menor Grau de Conversão em comparação com outros monômeros (Sideridou *et al.*, 2002). Formulações incluindo um ou mais monômeros com menor peso molecular, como o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA, 286 g/mol), dimetacrilato de uretano (UDMA, 470 g/mol) ou bisfenol A glicil di-metacrilato etoxilado (Bis-EMA, 540 g/mol) possibilitam a redução da viscosidade e aumento do Grau de Conversão (Pfeifer *et al.*, 2009).

O UDMA, monômero de alto peso molecular, possui dois grupamentos amina (-NH-) que formam ligações intermoleculares através de pontes de hidrogênio aumentando a sua viscosidade. Por outro lado, por se tratar de uma cadeia alifática, possibilita a mobilidade do polímero, aumentando o grau de conversão (Sideridou *et al.*, 2002). Desta forma, a composição das resinas compostas podem interferir diretamente nas propriedades físico-mecânicas do material (Floyd *et al.*, 2006; Filho *et al.*, 2008; Pfeifer *et al.*, 2009; Filho *et al.*, 2008; Atai & Watts, 2006).

A estabilidade da cor pode ser avaliada, *in vitro*, através do envelhecimento artificial acelerado. A metodologia possibilita o envelhecimento das amostras por irradiação controlada de 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). A simulação alternada de ambiente úmido e seco com exposição à luz UV corresponde à realidade que as restaurações estéticas em dentes anteriores são submetidas durante o sorriso, fala e repouso dos lábios.

Nestas condições, a longevidade das restaurações quanto a estabilidade da cor podem ser mensuradas através da análise pelo sistema CIE L*a*b* após 300 h de envelhecimento acelerado, equivalente há um ano *in vivo* (Heydecke *et al.*, 2001). A metodologia padrão sugere o período de 300 h, uma vez que tempos superiores não são relevantes em relação à alteração da cor e

períodos inferiores podem interferir nos resultados de acordo com a composição do material avaliado (ASTM, 2006; Ruyter *et al.*, 1987).

Desta forma, este estudo teve por objetivo avaliar a estabilidade da cor de restaurações estéticas diretas pela análise dos fatores: resina composta, microhíbrida ou nanoparticulada, e interface adesiva, pela utilização de sistemas adesivos convencionais ou auto-condicionante, após 300 h de envelhecimento artificial acelerado através das análises do grau de conversão e espectrofotometria pelas hipóteses nulas:

- A cor do sistema adesivo não é capaz de influenciar na cor final de restaurações estéticas em resina composta;
- O envelhecimento acelerado não é capaz de afetar a estabilidade da cor destas restaurações.

CAPÍTULO ÚNICO

COLOR STABILITY OF DIRECT ESTHETIC RESTORATIONS

ABSTRACT

Objectives: The aim of this study was to evaluate the color stability and degree of conversion of esthetic composite resin restorations after accelerated artificial aging (AAA). **Material and Methods:** Two etch and rinse adhesive systems – Adper ScotchBond Multi-Purpose and Tetric N Bond and a self-etching one – ClearFill SE Bond were used with two EA1 shade composite resins: Filtek Z350 XT nanofilled; IPS Empress Direct microhybrid. The restored specimens (n=10) were made using a silicon mold under dentin substrate (4x4x1mm). The color were measured in a D65 color-assessment cabinet on the composite resin surface and bond interface: 48 hours after finishing/polishing procedures; after 300 hours of AAA. The CIE L*a*b* data were used to calculate the ΔE , ΔL , Δa and Δb . The degree of conversion (DC) of the composite resins used was measured using 4x4x1 mm samples (n=10) after 48 hours. Data were submitted to two-way ANOVA and Tukey test ($\alpha=0.05$). **Results:** The adhesive systems had no significant influence on the color stability (ΔE) of the restoration surface ($\alpha=0.90$) or the bonding interface ($\alpha=0.78$). Moreover, the composite resin factor was significant and influenced the color as measured by ΔE and isolated coordinates ($\alpha<0.001$). As for the DC, IPS Empress Direct resin showed better results (67%) compared to Z350XT (61%) with statistically significant differences ($\alpha<0.001$). **Conclusions:** The adhesive system could not affect the final color of direct esthetic restorations. On the other hand, IPS Empress Direct showed better results of DC and color stability after EEA.

Key-words: degree of conversion; adhesive system; composite resin; accelerated artificial aging.

INTRODUCTION

Direct esthetic restorations have been broadly used to smile corrections and tooth structure lost substitution. Nevertheless, composite resin restorations technique challenger is to achieve and maintain the color match, once failure in esthetics is one of the commonest reasons for the re-intervention.¹

As well as the color stability can be decreased by the surface degradation of direct restorations²⁻⁴, the bond interface can also be degraded causing color disturbance as clinically observed in esthetic restorations.⁵

Despite luting system and underlying substrate color can affect the final appearance of indirect restorations,⁵⁻⁷ color stability of direct esthetic restorations is also of great clinical relevance and the factors that influence on color modification between different composite resins still need scientific studies.

Thus, this study aimed to evaluate the color stability of direct esthetic restorations by analyzing both factors involved: the composite resin (microhybrid or nanofilled) and the adhesive system (conventional of 3 or 2 steps or self-etching bond adhesive systems) after 300 h of accelerated artificial aging using non-bonded restorations as control.

Two hypotheses were tested: the null hypothesis that the bond system was not capable to affect the final color of direct restorations and the alternative hypothesis that accelerated artificial aging can not cause a significant decrease in the color stability of these restorations.

Further different factors could affect color data like the subjacent substrate of the restoration through the material translucency.^{3;6-8} Thereby, restorative studies of color analysis should consider to standardized not only the tested materials, but also the subjacent substrate to assure anchored data. For that reason, this study also purposed a standardized technique for color analysis of restorative studies.

MATERIAL AND METHODS

Samples preparation

In this study were used two direct EA1 translucent shade resin composites (microhybrid or nanofilled) and three adhesive systems (1 or 2 steps etch and rinse or self-etch adhesive) as described on Table 1. As the purpose of standardizing the restorative procedure, in this study the same color and a standard thickness of 1 mm were used, mimicking direct esthetic restorations for anterior teeth, as facets.

Likewise to really evaluate the influent factors on color stability of direct restorations avoiding the influence of other factors, eighty bovine dentin flats were standardized by dimensions (4 mm x 4 mm and 1 mm thick) and color with similar L* (100-90) obtained by a previous color analysis not to affect the color results.

Afterward, the dentin substrates were restored according to each group (n=10) in which non-bonded samples were used as a control. The different adhesive systems were used according to the manufactures instructions, though etch and rinse was similar for all groups, excluding the self-etching groups. This ensures that both etch and rinse adhesive systems could have the same hybrid layer thickness on the substrate, depending only of the adhesive composition.

Each increment of 1 mm thick was photo-activated by a light curing unit for 20 seconds (Radii, SDI, Victoria, Australia) with 800 mW/cm^2 previously measured by radiometer, using a silicon mold in which that was associated to a dentin flat. Hereafter, the restored samples were stored in separate containers, kept in the dark at 37°C and 100% relative humidity for 24 hours to ensure the stabilization of the polymerization and polished with an abrasive disks for 10'' (SofLex, 3M/ESPE, St Paul, USA). The thickness of each specimen was verified using a digital caliper (Digimess, Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japan).

Thus, this methodology enabled the standardization of the extrinsic factors, allowing the exclusive evaluation of the studied factors and capable of

being correlated with the clinical reality of the behavior of these materials and their longevity.

Color Analysis

The color was measured according to the CIE L*a*b* color scale relative to the standard illuminant D65 over a white background using a spectrophotometer (EasyShade Advanced, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) according to the readout region: 1- restoration surface coupled to a sample holder of teflon (4x4 mm and 2 mm thick); 2- bond interface coupled to a different sample holder (4x2 mm and 4 mm thick) in different times: A- 24 hours after finishing and polishing procedures; B- after 300 hours of accelerated artificial aging.

All samples were carefully identified by a spherical bur mark in the opposite adhesive interface of the color analysis to ensure the correct comparison of initial and final color after aging of the same surfaces. Spectrophotometers collect spectral data from reflected light and automatically translate these data into the three color coordinates (L* = lightness, +a* = red, -a* = green, +b* = yellow, -b* = blue), according to CIE L*a*b* system. Color stability was evaluated by color variation (ΔE) using the formula:

$$\Delta E = [(L_f - L_i)^2 + (a_f - a_i)^2 + (b_f - b_i)^2]^{0.5}$$

The isolated coordinates were also analyzed separately for comparing the variation of the axes of color following the formulas: $\Delta L = L^*_f - L^*_i$; $\Delta a = a^*_f - a^*_i$ and $\Delta b = b^*_f - b^*_i$, which “i” represent the initial analyzes and “f” the final analyzes of each sample.⁹

Accelerated Artificial Aging

The samples were submitted to accelerated artificial aging EQ-UV (Equilam, Diadema, São Paulo, SP, Brazil). The fixed working program consisted of 4 hours exposure to UV-B light at 50°C and 4 hours of condensation at 50°C for

a period of 300 hours,¹⁰ once color alteration occur in the first 300 hours of the aging process¹¹ which is equivalent to 1 year of clinical service.⁶

FT-IR Spectrometry

The DC was determined according to a method previously reported¹² using an FT-IR spectrophotometer (Spectrum 100, PerkinElmer, Massachusetts, USA) and transmission spectra were recorded with 16 scans at a resolution of 1 cm^{-1} of a non-polymerized amount sample resin within a matrix (d= 4mm). After the IR spectral scan, the resin was irradiated (adjusted to 800 mW/cm^2) through the transparent disks for 20 seconds with the light curing unit (Radii, SDI, Victoria, Australia). After light curing, the specimens were again scanned for their FT-IR spectra after 48 hours. The quantity of the remaining double bonds was determined. Remaining unconverted double bonds were calculated by comparing the percentage of aliphatic C=C (vinyl) absorption (1638 cm^{-1}) to aromatic C=C absorption (1608 cm^{-1}) between cured and uncured specimens (n=10), in which the aromatic double bond stretching bands remain constant during polymerization reactions and serve as internal standard. The DC was determined by subtracting the residual percentage of polymerizable aliphatic double bond from 100% and by the following equation:

$$\text{DC (\%)} = \{1 - (X_a/Y_a)/(X_b/Y_b)\} \times 100$$

In which X_a and X_b are the bands of polymerizable aliphatic double bond after (X_a) and before (X_b) light activation, and Y_a and Y_b are the bands of aromatic double bond after (Y_a) and before (Y_b) light activation.

Statistical Analysis

Two-way ANOVA and Tukey test were used to assess the mean differences between the control and tested groups, and also before and after aging using the type of material and aging status as independent variables. In all cases a $\alpha=0.05$ level of statistically significant differences was selected.

Table 1: Material, composition and batch number according to the manufacture.

Material	Composition	Batch number
Filtek Z350 XT EA1 3M/ESPE St Paul, USA	Similar mixture of Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA and TEGDMA with nanoparticles of non-agglomerated silica and zirconia/silica nanoclusters (59,5 vol%).	N275357BR
IPS Empress Direct EA1 Ivoclar Vivadent Baurueri, SP, Brazil	Mixture of UDMA (10-25%), Bis-GMA (2,5-10%) and TEGDMA (2,5-10%) with barium glass, ytterbium trifluoride, mixed oxide, silicone dioxide and co-polymer (52-59 vol%).	P55580
Adper ScotchBond Multi-Purpose 3M/ESPE St Paul, USA	<u>Primer</u> : HEMA, polyalkenoic acid copolymer and water.	N295761
	<u>Bond</u> : Bis-GMA, HEMA and camphoroquinone.	N293829
ClearFill SE Bond Kuraray Tokyo, Japan	<u>Primer</u> : MPD, HEMA, hydrophilic dimethacrylates, camphoroquinone, N-diethanol -p-toluidine and water.	01089A
	<u>Bond</u> : MDP, HEMA, Bis-GMA, hydrophobic dimethacrilates, camphoroquinone, N-diethanol -p-toluidine and silanized colloidal sílica.	01628A
Tetric N-Bond Ivoclar Vivadent Baurueri, SP, Brazil	Phosphoric acid acrylate, HEMA, Bis-GMA, UDMA, ethanol, catalysts and stabilizers.	N76256

Bis-GMA (Bisphenol A glycidyl methacrylate); Bis-EMA (ethoxylated bis-phenol A methacrylate); UDMA (urethane dimethacrylate); TEGDMA (triethylene-glycol di-methacrylate); HEMA (2-hydroxyethyl methacrylate).

RESULTS

Color Analysis

The ΔE , ΔL^* and Δb^* two-way ANOVA showed significant difference only between the composite resins ($p < 0.0001$). The ΔE mean values of Tukey test demonstrated that any adhesive system showed statistically significant difference and the IPS Empress Direct composite showed higher color stability than the Z350XT, still both composites had considerable color disturbance (Table 2).

Table 2: ΔE , ΔL^* and Δb^* mean values of restoration surface into composite resin analysis.

Composite Resin	Restoration Surface			
	ΔE	ΔL^*	Δb^*	Δa^*
Z350 XT	26.72 (4.20) a	- 8,4 (1.83) a	+ 25.88 (3.95) a	+ 2,44 (0.71) a
IPS				
Empress Direct	20.65 (3.99) b	- 4,28 (1.68) b	+ 20.27 (3.83) b	- 0,33 (0.44) b

Same lower case in the column indicates no statistically significant differences.

The ΔL^* and Δb^* mean values of Tukey test on Table 2 revealed that Z350XT had more variation on blue-yellow and brightness coordinates than the IPS Empress Direct, indicating higher yellowing and opacity.

Degree of Conversion by FT-IR Spectrometry

The two-way ANOVA of DC showed significant difference between the composite resins ($p < 0.0001$). The DC mean values of Tukey test demonstrated that the IPS Empress Direct composite had higher DC 67% (0,8) than the Z350XT 61% (1,8).

DISCUSSION

The null hypothesis that the bond system could not affect the final color of direct restorations was accepted. On account of the filling material translucence, the subjacent substrate can affect the final color of restoration.^{3;6-8} However, this study showed that despite materials like liners¹³ and luting cements,¹⁴ bond interface of direct restorations could not affect color stability.

As described by Dozic (2010), unimportant color fixing systems are not able to promote color modification due limited thickness in relation to other materials studied in the literature, like liners and cements.¹³⁻¹⁴ Although, it should be considered that the differences on color changes among different studies may be related to dissimilar samples thicknesses.¹⁵

Although, the alternative hypothesis that accelerated artificial aging cannot cause a significant decrease in the color stability of these restorations was rejected, once it is capable to modify color coordinates values and composites may respond differently among otherwise composition. Color stability is an important property of composites used in esthetic restorations and several factors are associated with alterations of this property, such as the composition of the resin matrix,^{8;16-17} which can interferes on refractive index and by consequence the translucence.¹⁸ The material thickness also can interfere on translucence.¹⁸ Due the standardization of the thickness of both studied composites, it can be assumed that the translucence was altered by the refractive index modification, in which the Z350XT resin might had higher modifications, probably due to its inorganic pattern.³

Since the samples were not exposed to any staining agent, the related optical property alterations resulted from internal physical-chemical reactions. The L* values reduction after aging is due to the presence of unreacted-carbon double bonds makes the composites more susceptible to degradation, according as the degree of conversion,² which also alters the refractive index by scattering pattern

leading to change in the opacity of the composite^{3,19} explaining the IPS Empress Direct better results compared to Z350XT.

Commonly the organic matrix of filling materials is composed primarily of Bisphenol A glycidyl methacrylate (Bis-GMA, Mw = 512 g/mol), a highly reactive molecule. However, the presence of phenolic groups in its backbone impairing rotation about the bonds and the strong intermolecular interactions given by hydroxyl groups results in a very viscous material and lower degree of conversion²⁰ compared to other monomers.²¹ In order to increase conversion and allow the incorporation of high filler levels, composite formulations include one or more monomers with lower viscosity, such as triethylene-glycol di-methacrylate (TEGDMA, 286 g/mol), urethane dimethacrylate (UDMA, 470 g/mol) or ethoxylated bis-phenol A methacrylate (Bis-EMA, 540 g/mol).²²

UDMA is an aliphatic high-molecular-weight monomer that has two amine groups (-NH-), which form intermolecular hydrogen bonds, increasing its viscosity. Although, its aliphatic molecule gives the polymer mobility, thereby increasing the conversion degree.²¹ This knowledge demonstrated that the partial replacement of Bis-GMA by UDMA leads to increase the conversion degree^{20;22-23} and lower plasticization of organic matrix,²³ as observed in IPS Empress Direct results.

Double bonds in aromatic amines may be a possible explanation, as these conjugate systems are capable of absorbing UV light, thereby creating higher energy states. These active molecules may react with oxygen, commonly with other aromatic groups, or with small organic molecules that may be incorporated during material manipulation. From this reaction, bigger and more conjugated systems, also called color centers or chromospheres are formed, which increase visible light absorption, especially in the blue region of the electromagnetic spectrum, yellowing the material.²⁴

Thereby, a greater yellowing effect is expected with higher amine rate, since the excess of amine that has a great potential for darkness due to oxidative

reactions.²⁵ Even it is not possible to measure the concentration of unreacted amine of each composite, although is predictable that the higher yellowing on Z350XT occurred due to the lower conversion degree compared to IPS Empress Direct.

Furthermore, physical surface modifications caused by aging enable color change due to exposure to staining agents.²⁶ The higher plasticizing effect of the Z350XT²⁷ possibly leads to the matrix resin modification and greater staining in clinical situation compared to a microhybrid composite such as the IPS Empress Direct.²⁸

CONCLUSIONS

Through this study, it was concluded that the adhesive system could not affect the final color of direct esthetic restorations. Although, the resin composites showed different behavior in relation to the EEA and the DC, in which IPS Empress Direct showed better results.

REFERENCES

- 1- Mundim F, Pires-de-Souza F, Garcia L, Consani, S. Colour stability, opacity and cross-link density of composites submitted to accelerated artificial aging. *Eur J Prosthodont Rest Dent* 2010;18(2):89-93.
- 2- Ferracane J. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 2006;22:211-222.
- 3- Yong-Keun L, Powers J. Influence of background color on the color changes of resin composites after accelerated aging. *Am J Dent*. 2007;20(1):27-30.
- 4- Hadis M, Tomlins P, Shortall A, Palin W. Dynamic monitoring of refractive index change through photoactive resins. *Dental Materials* 2010;26:1106-1112.

- 5- Ferracane J, Buonocore. Placing dental composites - A stressful experience. *Oper Dent*. 2008;33:247-257.
- 6- Heydecke G, Zhang F, Razzoog M. In vitro color stability of double-layer veneers after accelerated aging. *J Prosthet Dent*. 2001;85(6): 551-557.
- 7- Dozic A, Tsagkari M, Khashayar G, Aboushelib M. Color management of porcelain veneers: Influence of dentin and resin cement colors. *Quint Int*. 2010;41(7):567-573.
- 8- Pires-de-Souza F, Garcia L, Hamida H, Assirati L. Color stability of composites subjected to accelerated aging after curing using either a halogen or a light emitting diode source. *Braz Dent J*. 2007;18:119-1.
- 9- CIE (Commission Internationale de l'Éclairage). Colorimetry technical report. CIE Pub. No15, 2nd ed. Vienna, Austria: Bureau Central da La CIE, 1986, [corrected reprint 1986].
- 10-ASTM Standards G154-00a. Standard practice for operating fluorescent light apparatus for UV exposure of nonmettalic materials. Annual Book of ASTM Standards, v. 14.04. Penn- sylvania: United States; 2006:646-654.
- 11-Ruyter I, Nilner K, Moller B. Color stability of dental resin materials for crown and bridge veneers. *Dent Mater*. 1987;3:246-251.
- 12-Atai M, Watts DC. A new kinetic model for the photopolymerization shrinkage-strain of dental composites and resin-monomers. *Dent Mater* 2006; 22: 785-791.
- 13-Cruvinel D, Garcia L, Consani S, Pires-de-Souza F. Composites Associated with Pulp-Protection Material: Color-Stability Analysis after Accelerated Artificial Aging. *Eur J Dent*. 2010;4:6-11.
- 14-Chaiyabutr Y, Kois JC, Lebeau D, Nunokawa G. Effect of abutment tooth color, cement color, and ceramic thickness on the resulting optical color of a CAD/CAM glass-ceramic lithium disilicate-reinforced crown. *J Prosthet Dent*. 2011;105(2):83-90.

- 15-Barutçigil C, Harorli O, Yildiz M, Ozcan E, Arslan H, Bayindir F. The color differences of direct esthetic restorative materials after setting and compared with a shade guide. *JADA*. 2011;142(6):658-665.
- 16-Lim Y, Lee Y, Lim B, Rhee S, Yang H. Influence of filler distribution on the color parameters of experimental resin composites. *Dent Mater*. 2008;24:67-73.
- 17-Watanabe H, Covey D. Esthetic restorative material shade changes due to photopolymerization. *Gener Dent*. 2008;56(3): 260.
- 18-Joiner A. Tooth color: a review of the literature. *J Dent*. 2004;32(Suppl.1):3-12.
- 19-Vichi A, Ferrari M, Davidson C. Color and opacity variations in three different resin-based composite products after water aging. *Dent Mater*. 2004;20:530-53.
- 20-Floyd C, Dickens S. Network structure of Bis-GMA and UDMA-based resins systems. *Dent Mater*. 2006;22:1143-9.
- 21-Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2002;23:1819-1829.
- 22-Pfeifer C, Silva L, Kawano Y, Braga R. Bis-GMA co-polymerizations: Influence on conversion, flexural properties, fracture toughness and susceptibility to ethanol degradation of experimental composites. *Dent Mater*. 2009;25:1136-1141.
- 23-Filho J, Poskus L, Guimarães J, Barcellos A, Silva E. Degree of conversion and plasticization of dimethacrylate-based polymeric matrices: influence of light curing mode. *J Oral Sci*. 2008;50(3):315-321.
- 24-Darvell B. *Materials science for dentistry*. 7th ed. Hong Kong: B W Darvell; 2002.
- 25-Schneider L, Cavalcante L, Consani S, Ferracane J. Effect of co-initiator ratio on the polymer properties of experimental resin composites formulated

- with camphoroquinone and phenyl-propanedione. *Dent Mater.* 2009;25:369-75.
- 26-Catelan A, Briso AL, Sundfeld RH, Goiato MC, dos Santos PH. Color stability of sealed composite resin restorative materials after ultraviolet artificial aging and immersion in staining solutions. 2011. *J Prosthet Dent.* 105(4):236-41.
- 27-Da Silva E, Gonçalves L, Guimarães J, Pokus L, Fellows C. The diffusion kinetics of a nanofilled and a midifilled resin composite immersed in distilled water, artificial saliva, and lactic acid. *Clin Oral Invest.* 2011; 15:393–401.
- 28-Nasim I, Neelakantan P, Suieer R, Subbaro C. Color stability of microfilled, microhybrid and nanocomposite resins - an in vitro study. *J Dent.* 2010;38(2):137-142.

CONSIDERAÇÕES GERAIS

Este estudo teve por objetivo avaliar a estabilidade da cor de restaurações estéticas diretas através de metodologia padronizada para evitar interferência de outros fatores senão os de estudo. Desta forma, a fim de padronizar as restaurações realizadas neste estudo foram utilizadas resinas compostas de mesma cor (EA1) e espessura padrão de 1 mm, mimetizando restaurações estéticas diretas em dentes anteriores, como facetas.

Em função do objetivo de estudar os fatores influentes na estabilidade da cor destas restaurações e se evitar a influência de outros fatores, para avaliação da interferência do sistema adesivo, a cor e a espessura do substrato dentinário foram previamente padronizadas através da aferição com paquímetro e espectrofotometria.

O fator sistema adesivo foi selecionado em função da diferença de cor e do tipo de classificação: dois sistemas de condicionamento total de 3 e 2 passos e um auto-condicionante de 2 passos para se analisar possível interferência desses sistemas quanto a cor e a diferença de espessura da camada adesiva.

Contudo, a espessura da camada híbrida formada, depende de outros fatores além da composição do sistema adesivo utilizado, como a espessura da smear-layer, do tipo, concentração, forma e tempo de aplicação do ácido, da capacidade tampão do substrato dentinário, do fluxo do fluido dentinário em direção à superfície desmineralizada, do grau de mineralização do substrato, da profundidade da cavidade, da técnica empregada na lavagem e secagem do tecido desmineralizado e da forma de aplicação do sistema adesivo (Ikeda *et al.*, 2008; Yuan *et al.*, 2008) capazes de limitar a profundidade dos monômeros ácidos de forma a impedir que consigam penetrar na dentina subjacente afetando a espessura da camada híbrida (Tay & Pashley, 2001).

Desta forma, para se evitar esta situação quando não causada pelo material adesivo em todos os grupos, a espessura e smear-layer dos blocos de dentina foram padronizadas com lixas de carbetto de silício para se evitar a

intercorrência dos fatores inerentes ao substrato. Além disso, o ácido e o protocolo de condicionamento utilizados foram os mesmos para os sistemas com condicionamento ácido prévio e todos os sistemas foram utilizados de acordo com as instruções dos fabricantes.

Quanto à confecção da restauração, foi utilizada a técnica incremental em dois passos com incrementos de 2x2 mm com 1 mm de espessura através da utilização da matriz de silicone previamente confeccionada para padronização da espessura das restaurações, havendo apenas a interferência da variável de estudo resina composta.

O processo de polimerização em todos os passos da restauração foi realizado com a mesma fonte de luz e dose de energia padronizada em 32 J. Outro fator controlado para se evitar alterações na polimerização do material testado foi a temperatura em 22°C durante a realização dos procedimentos e a 37°C com 100% de umidade relativa do ar em estufa durante o armazenamento das amostras.

A longevidade das restaurações quanto a estabilidade da cor foram avaliadas através do envelhecimento acelerado realizado em todos os grupos por 300 h, equivalente há um ano *in vivo* (Heydecke *et al.*, 2001). A metodologia utilizada é padrão e alterações da cor após 300 h não são relevantes, entretanto a utilização de tempos inferiores ao descrito podem interferir nos resultados de acordo com a composição do material avaliado.

As amostras para análise e envelhecimento foram tratadas superficialmente apenas com acabamento inicial realizado com discos soft-lex e discos de feltro previamente impregnados com pasta diamantada, como usualmente realizado clinicamente, para se testar a realidade das restaurações *in vivo*.

Desta forma, a metodologia empregada possibilitou a padronização de fatores extrínsecos, permitindo a avaliação dos fatores em estudo para obtenção

de resultados capazes de serem correlacionados com a realidade clínica do comportamento destes materiais quanto sua longevidade.

CONCLUSÃO

Através desse trabalho foi possível concluir que:

1- O sistema adesivo não foi capaz de afetar a cor final de restaurações estéticas diretas.

2- As resinas compostas apresentaram comportamento diferentes em relação ao EAA e ao GC, no qual a IPS Empress Direct apresentou os melhores resultados.

REFERÊNCIAS

- 1- Souza A. Fototransdução: Modelo de transmissão do sinal através de membranas celulares. *Acta Oftalmológica*. 2011;11:19-30.
- 2- Newton I. The optical papers of Isaac Newton. Ed. Alan E. Shapiro. Cambridge: Cambridge University Press. 1984;1 – The optical lectures (1670-1672).
- 3- Munsell A. A color notation. Geo. H. Ellis. Co. Boston. 1907.
- 4- Saleski G. Color, light and shade matching. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1972;27:263-268.
- 5- Clark E. An analysis of tooth color. *The Journal of the American Dental Association*. 1931;18(11):2093-2103.
- 6- Hunter R. Photoelectric Color - Difference Meter. *J. Opt. Soc. Am.* 1948;38:661.
- 7- Oliveira D, Cuozzo R, Rossi J, Paulillo L, Pereira G. Resolução estética de dentes com amelogenese imperfeita. *Rev Dental Press Estét*. 2010; 7(2):114-21.
- 8- Oliveira D, Oliveira L, Castro A, Paulillo L, Pereira G. Resolução estética: Naturalidade com resinas compostas. *Clínica - International Journal of Brazilian Dentistry*. 2001;7(2):178-184.
- 9- Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H. Effect of air-drying and solvent evaporation on the strength of HEMA-rich versus HEMA-free one-step adhesives. *Dent Mat*. 2008; 2(4):1316-1323.

- 10-Yuan Y, Shimada Y, Ichinose S, Tagami J. Hybridization quality in cervical cementum and superficial dentin using current adhesives. Dent Mat. 2008; 24:584-593.
- 11-Tay F, Pashley D. Agressiveness of contemporary self-etching systems. I: depth of penetration beyond dentin smear layers. Dent. Mat. v. 17, p. 296-308, 2001.

APÊNDICE

Materiais e Método

Para a realização deste estudo *in vitro* foram utilizados os materiais descritos na tabela 1.

Tabela 1: Nome comercial, fabricante, composição, apresentação comercial, lote e validade dos materiais utilizados no estudo.

NOME COMERCIAL (FABRICANTE)	COMPONENTES	APRESENTAÇÃO COMERCIAL
Ácido Fosfórico (3M-ESPE. St Paul. EUA.)	Ácido Fosfórico 35%; sílica coloidal e corante.	 Lote: N335795 Validade: 12/2014
Adper ScotchBond Multi-Purpose (3M-ESPE. St Paul. EUA.)	<u>Primer</u> : solução aquosa de 2- hidroxietilmetacrilato (HEMA) e copolímero do ácido polialcenóico. <u>Adesivo</u> : solução de Bisfenol diglicidil dimetacrilato (Bis- GMA), 2- hidroxietilmetacrilato (HEMA) e canforoquinona.	 Lote: N295761 (Primer) N293829 (Bond) Validade: 06/2014 (Primer) 05/2014 (Bond)

Tetric N Bond

(Ivoclar
Vivadent.
Baurueri. SP.
Brasil.)

Acrilato de ácido
fosfórico, HEMA,
BIS-GMA,
dimetacrilato de
uretano (UDMA),
etanol, catalizadores
e estabilizadores.



Lote: N76256

Validade: 06/2013

ClearFill SE
Bond

(Kuraray.
Toquio.
Japão.)

Primer: HEMA, 10-
metacriloiloxidecil
diidrogênio fosfato
(MDP), dimetacrilato
hidrófilo, dietanol p-
toluidina,
canforoquinona e
água.

Adesivo: Bis-GMA,
HEMA, MDP,
dimetacrilato
hidrofílico, dietanol p-
toluidina,
canfororquinona e
silica coloidal
silanizada.



Lote: 01089A (Primer)

01628A (Bond)

Validade: 09/2013 (Primer)

09/2013 (Bond)

Filtek Z350 XT
Supreme –
Esmalte EA1

(3M-ESPE.
St Paul.
EUA.)

BIS-GMA, etoxi
bisfenol-a metacrilato
(BIS-EMA), UDMA,
trietilenoglicol
dimetacrilato
(TEGDMA),
nanopartículas de
sílica não-
aglomerada e
nanoaglomerados de
zircônia/sílica.



Lote: N275357BR
Validade: 08/2015

IPS Empress
Direct - Esmalte
EA1

(Ivoclar.
Vivadent.
Baurueri. SP.
Brasil.)

UDMA, BIS-GMA,
partículas
inorgânicas,
trifluoreto de itérbio,
copolímeros,
iniciadores,
estabilizantes e
pigmentos.



Lote: P55580
Validade: 08/2015

Seleção e Armazenamento dos dentes

Para realização deste estudo foram coletados 100 incisivos bovinos recém extraídos (Figura 1), armazenados por 24 h em solução de timol à 0,1% tamponado e mantidos a 37°C. Os dentes coletados foram raspados com lâmina de bisturi número 15 (Solidor, Lamedid, Barueri, SP, Brasil), submetidos à limpeza com jatos de bicarbonato de sódio e água (Profi II, Dabi-Atlante Ltda, Ribeirão Preto, SP, Brasil) e armazenados em água destilada a 37°C até o início do preparo dos dentes.



Figura 1: Ilustração de um dos Incisivos bovinos usados no estudo.



Figura 2: Coroa do incisivo bovino separado da raiz.

Preparo dos dentes

A porção coronária foi separada da radicular através da secção perpendicular abaixo do limite amelo-cementário (Figura 2) com a utilização de disco diamantado dupla face (KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil) adaptado em mandril e peça reta (Kavo, Joinville, SC, Brasil) sob irrigação constante com água destilada.

A separação coronária abaixo do limite cementário foi realizada para facilitar a visualização da região de esmalte a ser desgastada (Figura 3), garantindo a exposição de dentina em proporções homogêneas (Figura 4), além do correto posicionamento durante a montagem em placas de acrílico para a obtenção dos blocos de dentina durante o corte, como descrito a seguir.



Figura 3: Visão lateral da coroa bovina após corte inciso-gengival mostrando a câmara pulpar e a dentina circundante.



Figura 4: Visão lateral da coroa bovina da dentina (após desgaste do esmalte vestibular).

Para remoção do esmalte dentário da porção vestibular (Figura 5) foram utilizadas lixas de granulação 600 e 900 (Carborundum, Vinhedo, SP, Brasil) em politriz lixadeira metalográfica (Erios PL02E, São Paulo, SP, Brasil) sob irrigação constante com água destilada até a exposição da dentina em dimensões apropriadas para obtenção dos blocos de dentina de tamanho padronizado em 4x4 mm e 1 mm de espessura (Figura 6).



Figura 5: Coroa de incisivo bovino após o desgaste do esmalte vestibular.



Figura 6: Exposição dentinária com proporções adequadas para obtenção dos blocos de dentina.

Após a exposição dentinária de cada coroa, 100 blocos de dentina (4x4 mm) foram obtidos com a utilização de disco diamantado 15HC 1,2" (12,7 mm) 4" x 0,012" (10,2 cmx0,3 mm) (BUEHLER Ltda. Lake Buff, IL, EUA), girando em baixa velocidade sob irrigação constante com água destilada na cortadeira metalográfica de precisão Isomet 1000 (BUEHLER Ltda. Lake Buff, IL, EUA) através de dois cortes paralelos entre si à uma distância de 4 mm (Figura 7) e 2 perpendiculares entre estes com a mesma distância (Figura 8).



Figura 7: Cortes iniciais paralelos com distância de 4 mm entre si.



Figura 8: Cortes perpendiculares aos iniciais com distância de 4 mm.

Para padronização da espessura dos blocos de dentina foi utilizado um dispositivo de teflon com cavidade interna de 1 mm de profundidade (Figura 9), no qual os blocos recortados foram colados com cera pegajosa (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil) (Figura 10).



Figura 9: Dispositivo em teflon com depressão central com 1 mm de profundidade para padronização da espessura dos blocos de dentina.



Figura 10: Colagem dos blocos de dentina com cera pegajosa no dispositivo de teflon.

Para evitar o desgaste do dispositivo utilizado para padronização da espessura das amostras e facilitar a visualização do término do desgaste, o batente do mesmo foi pintado com verniz vermelho (Colorama, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 11) e o dispositivo contendo os blocos de dentina levado à politriz lixadeira metalográfica com lixas de granulação 900 e 1200 (Carborundum, Vinhedo, SP, Brasil), sob irrigação constante com água destilada. Todos os blocos foram aferidos com auxílio de paquímetro digital (Mitutoyo, Kanagawa, Japão) (Figuras 12 e 13).



Figura 11: Batente da matriz de teflon pintado com verniz para evitar o desgaste do mesmo e os blocos de dentina posicionados.



Figura 12: Aferição da espessura dos blocos em 1 mm de espessura.



Figura 13: Aferição da altura e largura dos blocos em 4x4 mm.



Figura 14: Blocos de dentina com dimensões padronizadas (4x4x1 mm).

Após a utilização de cada lixa, os blocos de dentina (Figura 14) foram levados a cuba ultrassônica (Embrasol Tec, Itanhaém, SP, Brasil) com água destilada por 15 minutos para remoção de restos de dentina e/ou abrasivo das lixas.

Padronização da cor dos blocos de dentina

A cor dos 100 blocos de dentina foi aferida com a utilização de porta amostra de teflon com depressão central de 4x4x1 mm (Figura 15), onde o bloco de dentina foi posicionado para leitura no espectrofotômetro (Easysshade Advanced, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) (Figura 16) previamente calibrado sob iluminação D65 (Gti MiniMatcher, Gti Graphic Technology Inc., Newburgh, NY, USA) (Figura 17). A padronização da cor dos blocos de dentina (Figura 18) foi realizada de acordo com os valores de L do sistema CIE L*a*b* e os blocos com valores discrepantes da média foram descartados. Após a padronização da cor, os blocos de dentina foram distribuídos aleatoriamente nos blocos experimentais (Tabela 2).



Figura 15: Porta amostra de teflon com depressão central quadrada (4x4x1 mm).



Figura 16: EasyShade Advanced, Vita Zahnfabrik.



Figura 17: Caixa de iluminação Gti Minimatcher utilizada nas leituras de cor.



Figura 18: Blocos de dentina bovina armazenados individualmente após a padronização da cor.

Grupos experimentais

Tabela 2: Grupos de experimentais utilizados no estudo formados pela interação dos fatores resina composta e sistema adesivo.

Resina Composta/ Sistema Adesivo	Adper ScotchBond Multi-Purpose	Tetric N-Bond	ClearFill SE Bond	Sem Adesivo
Z350 XT A1	Grupo 1	Grupo 3	Grupo 5	Grupo 7
IPS Empress Direct A1	Grupo 2	Grupo 4	Grupo 6	Grupo 8

Preparo das amostras

Aplicação do sistema adesivo

Antes do procedimento adesivo, todas os blocos de dentina foram abrasionados por 10 segundos com lixa 600 para padronização da smear-layer (Figura 19). Para os grupos experimentais 1 a 4, o condicionamento prévio do substrato dentinário foi realizado com ácido fosfórico 35% (3M-ESPE) por 15 segundos (Figura 20), seguido de lavagem com água destilada por 30 segundos (Figura 21) e remoção do excesso de umidade com papel absorvente (Figura 22).

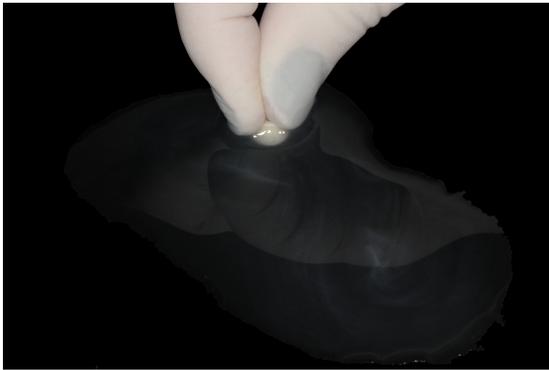


Figura 19: Padronização da smear-layer em politriz com lixa 600.

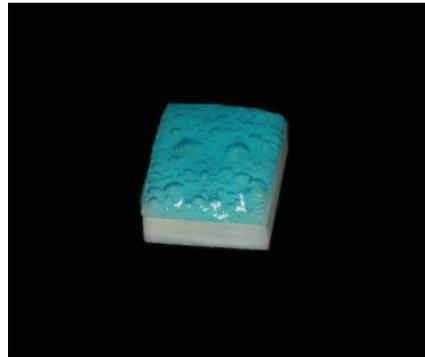


Figura 20: Aplicação do ácido fosfórico nos blocos de dentina dos grupos 1 a 4 por 15 segundos.

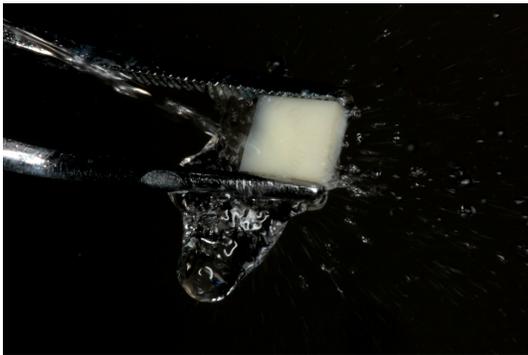


Figura 21: Lavagem do ácido fosfórico com água destilada por 30 segundos.

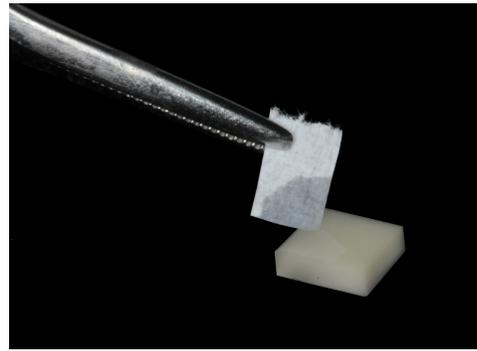


Figura 22: Remoção do excesso de água por capilaridade com papel absorvente.

A aplicação de cada sistema adesivo foi realizada de acordo com as instruções dos fabricantes com auxílio de pincel (KGBrush, KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil) (Figura 23) e fotoativados com fonte LED (Radii, SDI) pelo tempo indicado pelo fabricante do sistema adesivo (Figura 24) como demonstrado na Tabela 3.

Tabela 3: Protocolo de Aplicação dos Sistemas Adesivos.

SISTEMA ADESIVO	PROTOCOLO DE APLICAÇÃO
Adper ScotchBond Multi-Purpose	<ul style="list-style-type: none">- Aplicação do primer por 10 segundos;- Secagem com leve jato de ar por 5 segundos;- Aplicação do adesivo por 10 segundos;- Fotoativação por 20 segundos.
Tetric N Bond	<ul style="list-style-type: none">- Aplicação ativa do adesivo por 10 segundos;- Secagem com leve jato de ar por 5 segundos;- Fotoativação por 20 segundos.
ClearFill SE Bond	<ul style="list-style-type: none">- Aplicação do primer por 20 segundos;- Secagem com leve jato de ar por 5 segundos;- Aplicação do adesivo por 10 segundos;- Fotoativação por 20 segundos.

Restauração com resina composta

A inserção da resina composta foi realizada logo após aplicação do sistema adesivo de acordo com os diferentes grupos experimentais com auxílio de espátula M8 (Cosmedent, Chicago, IL, USA) utilizando matriz de silicone pré-fabricada medindo 4x4x1 mm posicionada sobre o bloco de dentina.

Para confecção das matrizes de silicone com o mesmo tamanho e forma dos blocos de dentina, os blocos descartados na padronização da cor foram posicionados em máquina plastificadora (Metal Vander, Piracicaba, SP, Brasil) (Figura 25) contendo placa de silicone de 1 mm de espessura (Figura 26). Após a plastificação, inserção e recorte foram obtidas matrizes em silicone com 4x4x1 mm.



Figura 23: Aplicação do sistema adesivo com pincel no bloco de dentina.



Figura 24: Ativação do sistema adesivo por luz emitida por diodo (Radii).

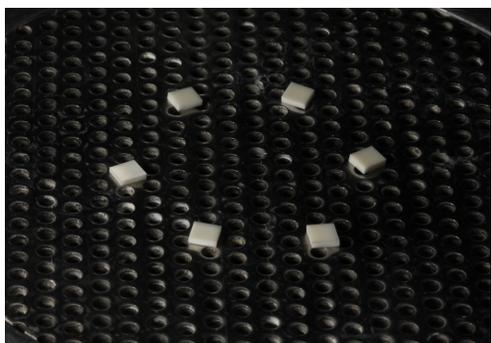


Figura 25: Blocos de dentina posicionados na base da máquina plastificadora para obtenção das matrizes.

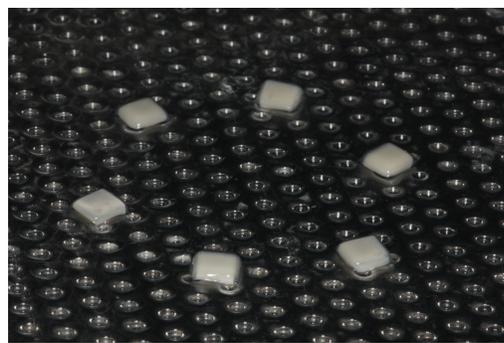


Figura 26: Blocos de dentina cobertos pela placa de silicone após a plastificação.

A restauração foi realizada em dois incrementos de 1 mm de espessura de 2 mm de largura (Figuras 27 a 29), sendo cada incremento fotoativado pelo tempo de 20 segundos com irradiância padronizada em 800 w/cm^2 (Figura 30).

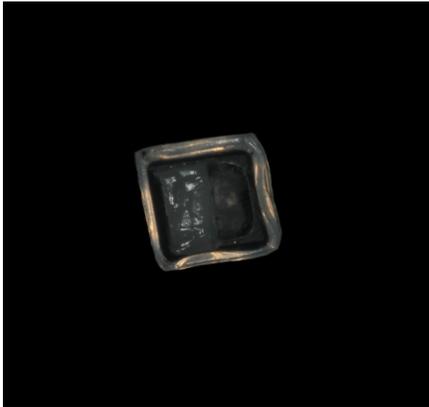


Figura 27: Padronização do incremento em 1 mm de espessura através de matriz de silicone.



Figura 28: Uniformização do incremento de resina composta dentro da matriz.

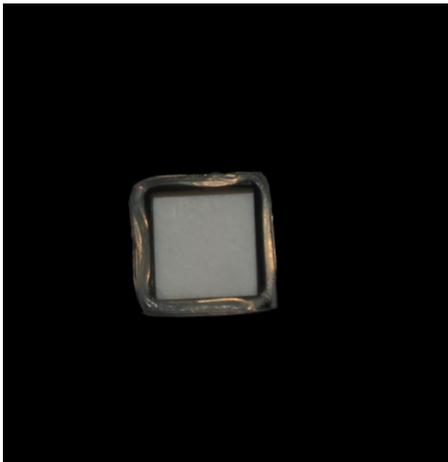


Figura 29: Bloco de dentina posicionado na matriz contendo incremento de resina composta.



Figura 30: Fotoativação por 40 segundos.

Acabamento e Polimentos das Amostras

Após 48 horas, a espessura dos espécimes (blocos de dentina/restauração) foi padronizada em 2 mm com os dois últimos discos de menor granulação do sistema de acabamento (Sof-Lex, 3M-ESPE, St Paul, EUA) por 10 segundos cada disco (Figura 31) e polidas utilizando-se discos de feltros (Diamond Flex, FGM, Joinville, SC, Brasil) (Figura 32) e pasta diamantada (DiamondExcel, FGM, Joinville, SC, Brasil).



Figura 31: Discos Sof-Lex, 3M-ESPE dos quais os dois discos de menor granulação foram utilizados no acabamento das restaurações.



Figura 32: Discos de feltros, FGM usados no polimento da resina composta.

A mensuração das dimensões dos espécimes após o acabamento e polimento foi realizada com paquímetro (Figuras 33 e 34). Posteriormente, as amostras foram levadas a cuba ultrassônica com água destilada por 15 minutos para remoção de restos de abrasivo e armazenadas a 37°C, em 100% de umidade relativa.



Figura 33: Mensuração da largura do espécime.



Figura 34: Mensuração da espessura do espécime.

Leitura da Cor

A análise da cor foi realizada em cada amostra com espectrofotômetro, previamente calibrado, usando o sistema CIE Lab, através de duas leituras: 1) da superfície da amostra restaurada, com auxílio de porta amostra com abertura de 4x4 mm e 2 mm de espessura (Figura 35); 2) e da interface adesiva, com porta amostra com abertura de 2x4 mm e 4 mm de espessura (Figura 36), em 2 períodos de tempo:

- 48h após acabamento e polimento da restauração;
- Após 300 h de envelhecimento acelerado.

Envelhecimento Acelerado

Para realização do envelhecimento uma máquina de intemperismo natural EQ-UV (Equilam, Diadema, SP, Brasil) (Figura 37) foi utilizada para a exposição das amostras (Figura 38) 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 4 h, alternado por ciclos de condensação de 4 h, totalizando 300 h à temperatura constante de 50°C.



Figura 35: Porta amostra de teflon com cavidade central de 4x4 mm e 2 mm de espessura.



Figura 36: Porta amostra de teflon com cavidade central de 2x4 mm e 4 mm de espessura.



Figura 37: Máquina de envelhecimento acelerado Equilam.



Figura 38: Amostras fixadas com cola a base de silicone para exposição ao envelhecimento acelerado.

Análise da cor

A estabilidade da cor foi avaliada pela variação da cor (ΔE) através da fórmula:

$\Delta E = ([L^*2 - L^*1]^2 + [a^*2 - a^*1]^2 + [b^*2 - b^*1]^2)^{1/2}$; e pela variação das coordenadas L^* , a^* e b^* isoladas através das seguintes fórmulas:

$\Delta L = L^*2 - L^*1$; $\Delta a^* = a^*2 - a^*1$ e $\Delta b^* = b^*2 - b^*1$, na qual L^*1 , a^*1 e b^*1 representam as análises iniciais e L^*2 , a^*2 e b^*2 as análises finais de cada amostra. As coordenadas do Sistema CIE Lab também foram analisadas separadamente para comparação da variação dos eixos de cor.

Espectrometria

As amostras para análise do grau de conversão foram confeccionadas com auxílio de uma matriz vazada de teflon ($d = 4 \text{ mm}$) (Figura 39) para possibilitar a leitura no aparelho FT-IR (Spectrum 100, Perkin Elmer, Massachusetts, EUA) (Figura 40). Após a leitura do espectro não polimerizado, a resina no interior da matriz foi polimerizada através de uma matriz de poliéster transparente por 20 segundos (Figura 41) com a mesma fonte de luz utilizada na realização das restaurações para análise da cor (Radii, SDI, Victoria, Austrália com 800 mW/cm^2). Posteriormente, cada espécime polimerizado foi armazenado em eppendorf no interior de uma estufa com umidade relativa e temperatura constante de 37°C pelo período de 48 horas para posterior leitura do espectro polimerizado (Figura 42).



Figura 39: Matriz vazada de teflon.



Figura 40: Aparelho FT-IR (Spectrum 100, Perkin Elmer).

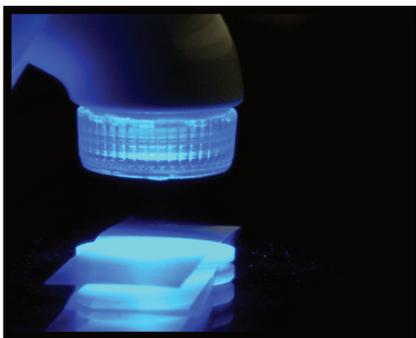


Figura 41: Fotoativação da resina composta inserida no interior da matriz vazada.

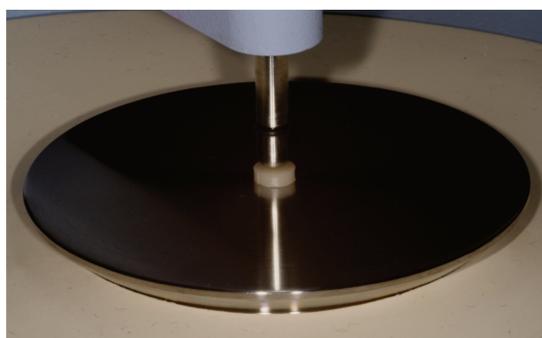


Figura 42: Posicionamento da amostra polimerizada para leitura do espectro.

O grau de conversão (GC) foi determinado através de espectrometria de FT-IR (Spectrum 100, Perkin Elmer, Massachusetts, EUA), no qual espectros foram registrados através de 16 *scans* com resolução de 1 cm^{-1} para realização da análise gráfica. A proporção de ligações duplas remanescentes de hidrocarbonetos alifáticos (1638 cm^{-1}) e aromáticos (1608 cm^{-1}) entre espécimes polimerizados (após 48h) e não polimerizados possibilitou a quantificação (%) do GC através da equação:

$$DC (\%) = \{1 - (Xa / Ya) / (Xb / Yb)\} \times 100$$

Na qual 'X' indica as bandas de ligações duplas alifáticas e 'Y', as bandas de ligações duplas aromáticas e 'b', antes e 'a', após a ativação por luz (Atai & Watts, 2006).

ANEXO

SUBMISSÃO DO ARTIGO (CAPÍTULO ÚNICO)

3/22/13

Gmail - A manuscript number has been assigned



Day Oliveira <dayoli87@gmail.com>

A manuscript number has been assigned

Journal of Dentistry <JoD@elsevier.com>
Para: dayoli87@gmail.com

22 de março de 2013 12:08

Dear Miss Oliveira,

Your submission entitled "COLOR STABILITY OF DIRECT ESTHETIC RESTORATIONS" has been assigned the following manuscript number: JJOD-D-13-00219.

You will be able to check on the progress of your paper by logging on to the Elsevier Editorial System as an author.
The URL is <http://ees.elsevier.com/jjod/>.

Thank you for submitting your work to this journal.

Kind regards,

Journal of Dentistry