



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



Renato Rodrigues Carlos

Análise comparativa em relação à estabilidade de cor, sorção e solubilidade de diferentes materiais restauradores.

Monografia apresentada ao curso de Odontologia da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - Unicamp, para obtenção do Diploma de Cirurgião - dentista.

Orientador: Prof. Dr. Mario Alexandre Coelho Sinhoreti

Piracicaba

2013

1

Renato Rodrigues Carlos

Análise comparativa em relação à estabilidade de cor, sorção e solubilidade de diferentes materiais restauradores.

Monografia apresentada ao curso de Odontologia da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - Unicamp, para obtenção do Diploma de Cirurgião - dentista.

Orientador: Prof. Dr. Mario Alexandre Coelho Sinhoreti

Piracicaba

2013



ANEXO 2

CONCORDÂNCIA DO ORIENTADOR

Declaro que o aluno **Renato Rodrigues Carlos RA 105639** esteve sob minha orientação para a realização do Trabalho de Conclusão de Curso intitulado **“Análise comparativa em relação à alteração de cor, sorção e solubilidade de materiais restauradores resinosos”** no ano de **2013**.

Concordo com a submissão do trabalho apresentado à Comissão de Graduação pelo aluno, como requisito para aprovação na disciplina DS833 - Trabalho de Conclusão de Curso.

Piracicaba, 13 de Agosto de 2013.

Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

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

C195a Carlos, Renato Rodrigues, 1990-
Análise comparativa em relação à estabilidade de cor,
sorção e solubilidade de diferentes materiais restauradores /
Renato Rodrigues Carlos. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2013.

Orientador: Mario Alexandre Coelho Sinhoreti.
Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) –
Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de
Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Dentística operatória. 3.
Restauração dentária permanente. I. Sinhoreti, Mário
Alexandre Coelho, 1969- II. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III.
Título.

Dedico ao meu amigo Thor.

Agradecimentos

Agradeço ao meu orientador, o Prof. Dr. Mario Alexandre Coelho Sinhoreti, pela oportunidade de conhecer o ambiente laboratorial e de pesquisa.

Agradeço à minha co-orientadora, Klissia Romero Felizardo, pela imensurável ajuda, sem a qual esse trabalho não seria possível.

Agradeço ao CNPq – PIBIC pelo suporte financeiro fornecido.

Agradeço à família e amigos por existirem.

Resumo

Foram avaliadas a alteração de cor (AC), sorção (SO) e solubilidade (SOL) dos materiais Natural Look (NL), Herculite Classic (HC), Filtek Z250 (Z250), Natural Flow (NF), Tetric Flow (TF), Filtek Z350 Flow (Z350F), Vitro Fill (VF), Vitremer (V), GC Gold 1 (GC1), GC Gold 2 (GC2), GC Gold 9 (GC9), Vitro Molar (VM), Vitro Cem (VC), Ketac Molar (KM), Ketac Cem (KC) e Ionofil Plus (IP). Foram confeccionadas 45 amostras (n=5) para AC e 90 para SO e SOL. Para os testes de SO e SOL, a especificação da ISO 4049 foi seguida. As amostras para o envelhecimento acelerado (EA) foram expostas à 348 ciclos de irradiação ultravioleta sob temperatura de condensação de 50°C (4h de luz e 4h de condensação). A AC cor foi verificada em espectrofotômetro e a usando o programa CIE L*a*b*. Os resultados foram analisados por ANOVA e Tukey ($p < 0,05$). De acordo com os dados de SO, o VC e VF obtiveram os maiores valores em ácido como em água destilada. Não houve diferença estatística para SOL em meio ácido. Em água, o VC foi estatisticamente diferente de GC1 e GC2. O Z350F obteve o maior valor de AC, sendo estatisticamente diferente dos demais materiais. Concluiu-se que para SO, os materiais VC e VF apresentaram as maiores médias, o que não ocorreu para KM. Para SOL apenas o VC apresentou diferença em água destilada. O Z350F foi o que mais alterou sua cor.

Palavras-chave: Resina Composta, sorção e solubilidade, estabilidade de cor.

Abstract

Color stability (CS), sorption (SO) and solubility (SOL) of the materials Natural Look (NL), Herculite Classic (HC), Filtek Z250 (Z250), Natural Flow (NF), Tetric Flow (TF), Filtek Z350 Flow (Z350F), Vitro Fill (VF), Vitremer (V), GC Gold 1 (GC1), GC Gold 2 (GC2), GC Gold 9 (GC9), Vitro Molar (VM), Vitro Cem (VC), Ketac Molar (KM), Ketac Cem (KC) e Ionofil Plus (IP) were analyzed. Forty five (45) samples (n=5) for CS and ninety (90) for SO and SOL were made. For the SO and SOL tests, ISO 4049 specifications were followed. The samples for the Accelerated Aging test (AA) were exposed to UV radiation under condensation temperature (50°C), triggered at different cycles (4h of light emission and 4h of condensation) in a total of 36 cycles

(=348h). The CS was verified under spectrophotometer using CIE L*a*b* software. The results were analyzed by ANOVA and Tukey ($p < 0,05$). According to SO results, the VC (258,0) and VF (138,8) presented higher values under distilled water (353,0) (175,6). When comparing the environments, only KM achieved statistic difference. There were no statistic differences for SOL under acidic environment. Under distilled water, VC (226,30) was statistically different from GC1 (-51,40) and GC2 (-51,40). Material Z350F (10,47) presented the higher CS value, demonstrating statistic difference compared to the other materials. Conclusion is that for SO, materials VC and VF presented higher values, different to KM which had the highest value under distilled water. For SOL, only VC presented difference under distilled water. Z350F showed the highest color alteration.

Keywords: Composite Resin, sorption and solubility, color stability.

1. Introdução

A crescente demanda estética no consultório odontológico tem impulsionado e estimulado o desenvolvimento de pesquisas que visam melhorar a qualidade dos materiais estéticos. O advento dos compósitos ativados por luz visível tem contribuído significativamente para suprir o anseio tanto de profissionais como de pacientes. Nesse sentido, a resistência do material aos desafios do ambiente bucal é essencial para a longevidade das restaurações; resistência à alteração de cor, assim como a taxa de sorção e solubilidade desses materiais podem ser fatores determinantes para o sucesso do tratamento restaurador. Portanto, a constante avaliação de suas propriedades físico-químicas se mostra de fundamental importância para garantir a disponibilidade, a manutenção e o desenvolvimento de materiais com qualidades estético-funcionais que satisfaçam as exigências do mercado.

2. Revisão de Literatura

Compósitos ativados por luz visível representam um importante passo no desenvolvimento de materiais odontológicos, constituindo-se materiais de aplicação

versátil (Thomé *et al.*, 2007), podendo ser indicados tanto para dentes anteriores e posteriores (Mitra *et al.*, 2003), uma vez que permitem reproduzir de maneira cada vez melhor a forma, a cor e a textura natural dos dentes, além de apresentar excelentes propriedades mecânicas, qualidade estética e capacidade de adesão às estruturas dentárias (Toledano *et al.*, 2003).

No desenvolvimento destes novos materiais restauradores, inúmeras alterações foram feitas, especialmente na tentativa de obter melhor estabilidade de cor, adequada resistência ao desgaste e lisura de superfície clinicamente aceitável. (Watanabe *et al.*, 2005; Yap AU, Lye KW, Sau CW, 1997). Neste contexto, fabricantes têm, predominantemente, incorporados maior quantidade de componentes inorgânicos no interior da matriz resinosa, reduzindo o tamanho das partículas de carga promovendo assim alterações em sua geometria (Lu H, Roeder LB, Powers JM, 2003).

Os compósitos odontológicos mais utilizados nos procedimentos restauradores diretos são classificados de acordo com o tamanho das partículas de carga, em híbridos, microhíbridos e microparticulados. (Almeida *et al.*, 2010). As resinas compostas microhíbridas possuem tamanho de partícula de 0,1 a 5 µm e tamanho médio de 0,7µm (Lu H, Roeder LB, Powers JM, 2003).

Basicamente, os compósitos a base de metacrilato são constituídos por uma matriz orgânica, carga inorgânica e por um agente silano de ligação, que une a partícula e a matriz (Polydorou *et al.*, 2007). A matriz orgânica contém um ou mais monômeros de base, como o Bis-GMA (bisfenol A Glicidilmetacrilato) e/ou UDMA (uretano dimetacrilato), diluente co-monômero e vários aditivos, como fotoiniciadores, co-iniciadores, inibidores de polimerização e fotoestabilizadores (Gonçalves *et al.*, 2007, Polydorou *et al.*, 2007). As partículas de carga fazem parte da matriz polimérica e são importantes na determinação do desempenho mecânico, na viscosidade e no grau de conversão do compósito (Lopes *et al.*, 2009).

A estrutura da matriz orgânica bem como as características das partículas de carga exerce um impacto direto na lisura de superfície da resina composta e na susceptibilidade de manchamento. Matrizes resinosa hidrófilas tendem a absorver mais água e são mais facilmente manchadas em comparação a matrizes mais hidrófobas, uma vez que a água constitui-se em veículo de penetrabilidade de corantes. (Guller AU, Guller E, Yucel AC, Ertars EE,

2009; Ling L, Xu X, Choi GY *et al.*, 2009). Partículas maiores tendem a produzir superfícies mais rugosas e mais difíceis de serem polidas, comprometendo a lisura superficial (Jung M, Eichelberger K, Klimek J, 2007).

A redução no tamanho das partículas de carga das resinas compostas pode melhorar a lisura superficial (Turssi *et al.*, 2005) e, conseqüentemente, a retenção de brilho.

Recentes modificações realizadas pelos fabricantes na composição das fases orgânica e inorgânica visam melhorar as diversas propriedades das resinas compostas (Manhart *et al.*, 2000; Turssi *et al.*, 2005). Especula-se que materiais desenvolvidos contendo partículas de tamanho nanométrico e/ ou modificações na matriz orgânica, possam oferecer melhor desempenho clínico e excelente resistência mecânica ao desgaste, devido a maior fração volumétrica de cargas e a facilidade na manutenção do polimento.

A estabilidade intra-oral das propriedades físicas e mecânicas das resinas compostas fotopolimerizáveis é fator importante para o sucesso a longo prazo do procedimento restaurador. Interferências químicas, térmicas e mecânicas, atuando em diversas combinações, exercem papel fundamental no processo de degradação intra-oral a qual os materiais restauradores são submetidos.

Parte da redução das propriedades mecânicas dos materiais é atribuída ao processo de degradação química (Asmussem, 1984; Gonçalves *et al.*, 2007; Schneider *et al.*, 2008). Este processo pode ser causado por desafios ácidos e enzimas salivares, e ocorre por meio da difusão de moléculas através da estrutura polimérica (Asmussem, 1984; Wu & McKinney, 1982). Conseqüentemente, fatores que interferem na difusão dos solventes, como por exemplo, a composição da matriz, o grau de conversão e a densidade de ligações cruzadas apresentam grande importância na resistência do material à degradação química (Asmussem & Peutzfeldt, 2001; Yap *et al.*, 2005; Aguiar *et al.*, 2005; Ferracane, 2006; Gonçalves *et al.*, 2007).

Conceitualmente, quando um compósito é imerso em um solvente, dois processos ocorrem: inicialmente, é a sorção de solvente que acarreta em intumescimento e ganho de massa (Sideridou *et al.*, 2003); posteriormente, ocorre lixiviação de componentes não reagidos, podendo ocorrer perda de massa, volume e redução das propriedades mecânicas (Sideridou *et al.*, 2008; Ferracane, 2006).O

solvente exerce um mecanismo de plastificação, difundindo-se no interior da rede polimérica, ocasionando a separação das cadeias poliméricas e criando uma expansão nesta rede (Ferracane, 2006; Sideridou & Archilias, 2005). Entretanto, já que durante a reação de polimerização ocorre a formação de uma rede polimérica com microespaços e volume livre entre as cadeias, parte do solvente é acomodada sem alteração de volume do material (Ferracane, 2006). Seguidamente, à medida que forças de atração entre as cadeias poliméricas são excedidas, poderá ocorrer dilatação da matriz, aumento do volume da rede e, conseqüentemente, amolecimento da matriz resinosa (Toledano *et al.*, 2003). Assim, pode-se considerar que o mecanismo de sorção é auto-limitante, ou seja, à medida que o volume livre entre as cadeias se torna saturado pelo solvente, o fenômeno tende a diminuir (Malacarne *et al.*, 2006; Ferracane, 2006; Örtengren *et al.*, 2001).

A sorção de solventes também é acompanhada pela perda de componentes, o que causa redução de volume (Ferracane, 2006; Sideridou *et al.*, 2003). Quando o material é imerso em água, alguns dos componentes, como monômeros não reagidos (Toledano *et al.*, 2003) são liberados, resultando na perda de massa, caracterizando o fenômeno de solubilidade. Mas, além da liberação de monômeros não reagidos, pode ocorrer a dissolução de partículas de carga (Toledano *et al.*, 2003). Provavelmente, o solvente absorvido pela matriz acumula-se, ao longo do tempo, na interface carga-matriz, levando a perda de união entre ambas ou até mesmo na degradação hidrolítica das partículas de carga (Bagheri *et al.*, 2005).

Nesse sentido, a resistência do material aos desafios do ambiente bucal é essencial para a longevidade das restaurações adesivas. E, a taxa de sorção e solubilidade desses materiais podem ser influenciadas pela composição individual de cada material (Janda *et al.*, 2007), característica hidrofílica da matriz (Sideridou *et al.*, 2003), pelo grau de conversão (Sideridou *et al.*, 2003) e pelo tipo de solvente (Almeida *et al.*, 2010; Lopes *et al.*, 2009). Além disso, estudos relatam que a sorção e a solubilidade são dependentes do tempo de imersão (Lopes *et al.*, 2009) e do pH da solução (Örtengren *et al.*, 2001, Almeida *et al.*, 2010).

De acordo com a norma 4049/2009 da ISO, para que os compósitos sejam indicados como materiais restauradores, estes devem apresentar sorção de água menor que $40\mu\text{g}/\text{mm}^3$ e solubilidade menor que $7,5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ em um período de 7 dias de armazenamento. Além da água, outros solventes podem resultar em efeitos

deletérios nas matrizes dos compósitos (Okada *et al.*, 2001; Gurdal *et al.*, 2002), uma vez que constituem fontes intermitentes ou contínuas de degradação química (Lopes *et al.*, 2009; Aguiar *et al.*, 2005b).

A capacidade de sorção de água e solubilidade interfere diretamente nas propriedades químicas e físicas dos materiais, uma vez que componentes mais hidrofílicos permitem a movimentação e difusão da água (Tay, 2002). A presença de monômeros não reagidos após a reação de polimerização, como o Bis-GMA e TEGDMA, além de apresentar toxicidade quando imersos em água são capazes de se solubilizarem (Tanaka, 1991), contribuindo para a formação de falhas ao longo da interface adesiva, acelerando a degradação marginal e conseqüentemente, reduzindo a longevidade das restaurações indiretas (Yap, 2002). Além da polimerização, outros fatores influenciam o coeficiente de difusão: presença do HEMA; tipo, tamanho e quantidade das partículas de carga (quanto maior a quantidade de carga, menor sorção de água); relação pó/líquido, porosidades, assim como, as características da interface carga/matriz (Martin & Jedynekiewicz, 1998; Mortler, 2005).

Um dos fatores que induz as restaurações à alteração de cor, translucidez e brilho, seja a curto ou longo prazo, é o envelhecimento dos materiais restauradores por tensão de condições físico-químicas (Reis, 2003; Schulze *et al.*, 2003).

Segundo Hörsted-Binslev e Mjör, em 1988, a descoloração dos compósitos pode ocorrer por três mecanismos: 1. descolorações externas devido ao acúmulo de biofilme bacteriano; 2. alterações na superfície ou sub-superfície da resina devido a suave penetração e reação de agentes corantes com a camada superficial da resina composta, pelo fenômeno de adsorção e 3. descolorações intrínsecas devido a reações físico-químicas nas porções profundas da restauração, pelo fenômeno de absorção.

A rugosidade superficial, a retenção de brilho e a estabilidade de cor estão entre as mais importantes características da textura superficial que influenciam a aparência das resinas compostas e, conseqüentemente, o seu desempenho e longevidade clínica (Cavalcante & Pimenta, 2005; Silikas *et al.*, 2005; Kakaboura *et al.*, 2007; Lee *et al.*, 2002; Lee *et al.*, 2005).

Restaurações confeccionadas com resina composta e materiais híbridos tem demonstrado um desempenho clínico satisfatório (Abdalla *et al.*, 1997; Browning *et*

al., 2000). No entanto, ao longo do tempo, processos de biodegradação podem acarretar alterações na textura superficial desses materiais (Roulet & Wältli, 1984; Van Groeningen *et al.*, 1986; Sidhu *et al.*, 1997). Apesar da carência de informações concretas acerca do limiar de lisura superficial capaz de impedir o favorecimento da colonização e maturação do biofilme bacteriano (Steinberg *et al.*, 1999), o aumento da rugosidade de restaurações pode implicar maior risco de desenvolvimento de lesões de cárie e inflamação periodontal (Quirynen & Bollen, 1995; Bollen *et al.*, 1997), sobretudo em restaurações cervicais (Dunkin & Chambers, 1983). Ademais, há a possibilidade de pigmentação da restauração, acarretando comprometimento estético da mesma (Hachya *et al.*, 1984).

Dentre os fatores relacionados com o incremento da rugosidade superficial das restaurações localizadas em áreas cervicais, ressaltam-se processos de degradação química (Van Groeningen *et al.*, 1986) e de desgaste abrasivo determinados por procedimentos de higiene bucal (Asmussen, 1985; Momoi *et al.*, 1997; Attin *et al.*, 1998), os quais podem agir isoladamente ou mutuamente (Söderholm & Richards, 1998).

Embora, em estudos laboratoriais, a sorção de água esteja relacionada com o relaxamento da tensão gerada na interface dente-restauração pela fotopolimerização (Feilzer *et al.*, 1995; Segura & Donly, 1993), em meio aquoso os materiais restauradores podem ser acometidos por erosão superficial, hidrólise ou dissolução de seus componentes (Söderholm *et al.*, 1984; Söderholm *et al.*, 1996; Cattani-Lorente *et al.*, 1999). Além disso, acredita-se que na cavidade bucal tais fenômenos ocorram de maneira mais acentuada (Söderholm *et al.*, 1996), em função da composição iônica da saliva, da ingestão de alimentos e bebidas ácidas e da presença de ácidos provenientes do metabolismo bacteriano (Geurtsen *et al.*, 1999; Yap *et al.*, 2000).

Considerando que um dos fatores que contribui para o sucesso ou o fracasso das restaurações estéticas depende, além da estabilidade da cor do material, principalmente da compatibilidade de cor entre o material restaurador e o dente, pesquisas têm sido realizadas com o intuito de tornar esta compatibilidade

mais precisa. (Lee YK, Lu H, Oguri M, Powers JM., 2005; Turssi CP, Ferracane JL, Vogel K., 2005; Aguiar FH, Braceiro AT, Ambrosano GM and Lovadino JR., 2005).

3. Proposição

Na cavidade bucal, materiais restauradores estão sujeitos a diversos fenômenos de degradação, desencadeados por processos físicos, químicos e mecânicos, que acometem a micromorfologia superficial das restaurações. Assim, este trabalho teve como objetivo avaliar: o efeito do meio de armazenamento em relação a sorção de água e solubilidade e a alteração de cor após envelhecimento acelerado (intemperismo natural EQ-UV).

4. Materiais e Métodos

4.1 Preparo dos corpos de prova para o teste de sorção e solubilidade e teste de alteração de cor após envelhecimento acelerado (intemperismo natural EQ-UV).

Foram utilizados na pesquisa nove materiais representantes do grupo de cimentos de ionômero modificados com resina cuja reação de polimerização é realizada através de dupla ativação (reação ácido/base e quimicamente ativada) para o teste de sorção e solubilidade: Vitro Fill LC (VF) (DFL), GC Gold Label 2 LC (GC-2), GC Gold Label 1 LC (GC-1), GC Gold Label 9 LC (GC-9), Vitro Molar (VM) (DFL), Vitro Cem (VC) (DFL), Ketac Molar Easy (KM) (3M/ESPE), Ketac Cem EasyMix (KC) (3M/ESPE) e Ionofil Plus (IP) (VOCO).

A formulação desses materiais (pó) baseia-se praticamente em silicato de vidro (Al, Ca, F), óxido de ferro, silicato de estrôncio e o (líquido) ácido poliacrílico, tartárico e água.

Para o teste de alteração de cor após envelhecimento acelerado utilizou-se nove materiais representantes do grupo de compósitos microhíbridos, compósitos fluídos e cimentos de ionômero de vidro modificados com resina: Natural Look (NL) (DFL), Herculite Classic (HC) (KERR), Filtek Z250 (3M/ESPE), Natural Flow (NF)

(DFL), Tetric N-Flow (TNF) (IVOCLAR/VIVADENT), Filtek Z350X-T Flow (3M/ESPE), Vitro Fill LC (VF) (DFL), Vitremer (3M/ESPE) (V) e GC Gold Label 2 LC (GC-2) (GC).

A classificação dos materiais utilizados e fabricantes estão descritos na Tabela 1. Os espécimes foram confeccionados segundo a norma da Organização Internacional de Padronização (ISO) 4049:2009, exceto para as dimensões do espécime.

Foram confeccionados cinco corpos-de-prova no formato de disco de cada compósito, totalizando 135 corpos-de-prova, sendo 45 para o teste de alteração de cor (n=5) e 90 corpos-de-prova para o teste de sorção e solubilidade, os quais foram subdivididos entre 45 corpos-de-prova armazenados em água destilada (n=5) e 45 corpos-de-prova armazenados em ácido láctico (0,01M) (n=5).

Tabela 1: Classificação dos materiais utilizados para sorção (SO), solubilidade (SOL) e alteração de cor (AC).

| Materiais | Fabricantes | Teste |
|--------------------------|--------------------|--|
| Natural Look (NL) | DFL | Alteração de cor (AC) |
| Herculite Classic (HC) | KERR | Alteração de cor (AC) |
| Filtek Z250 (Z250) | 3M/ESPE | Alteração de cor (AC) |
| Natural Flow (NF) | DFL | Alteração de cor (AC) |
| Tetric Flow (TF) | IVOCLAR | Alteração de cor (AC) |
| Filtek Z350 Flow (Z350F) | 3M/ESPE | Alteração de cor (AC) |
| Vitro Fill (VF) | DFL | Alteração de cor (AC) Sorção (SO) Solubilidade (SOL) |
| Vitremer (V) | 3M/ESPE | Alteração de cor (AC) |
| GC Gold 1 (GC1) | GC | Sorção (SO) Solubilidade (SOL) |
| GC Gold 2 (GC2) | GC | Alteração de cor (AC) Sorção (SO) Solubilidade |

**4.1.A- Preparo
prova para o
solubilidade**

| | | |
|-------------------|---------|--------------------------------------|
| | | (SOL) |
| GC Gold 9 (GC9) | GC | Sorção (SO) Solubilidade (SOL) |
| Vitro Molar (VM) | DFL | Sorção (SO) Solubilidade (SOL) |
| Vitro Cem (VC) | DFL | Sorção (SO) Solubilidade (SOL) |
| Ketac Molar (KM) | 3M/ESPE | Sorção (SO) Solubilidade (SOL) |
| Ketac Cem (KC) | 3M/ESPE | Sorção (SO) Solubilidade (SOL) |
| Ionofil Plus (IP) | VOCO | Sorção (SO) Solubilidade (SOL) |

**dos corpos de
teste de sorção e**

Sobre uma placa de vidro, foi colocada uma tira de poliéster (Dentsply, Petrópolis, Rio de Janeiro, Brasil) e uma matriz de silicone com dimensão padronizada de $1,0 \pm 0,1$ mm de espessura e $6,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro interno, de acordo com a norma ISO 4049/2009, no entanto com modificação nas dimensões das amostras.

Para esta pesquisa foi realizado modificações nas dimensões ($1,0 \pm 0,1$ mm de espessura e $6,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro interno) (Fig. 1) uma vez que o espectrofotômetro tem 2 tamanhos de área de leitura/iluminação: “MAV”- Medium Area View, na qual a área de leitura é de 8 mm e a iluminação é de 11 mm; e “SAV”- Small Area View, na qual a área de leitura é de 3 mm e a de iluminação de 6 mm. Para esse trabalho foi selecionado a área “SAV”.



Fig. 1- Tira de poliéster (Dentsply, Petrópolis, Rio de Janeiro, Brasil) e uma matriz de silicone com dimensão padronizada de $1,0 \pm 0,1\text{mm}$ de espessura e $6,0 \pm 0,1\text{mm}$ de diâmetro interno.

Os compósitos foram inseridos (1 mm) no interior da matriz com o auxílio de uma espátula de titânio. Para os compósitos fluídos, os mesmos foram inseridos no interior da matriz com o auxílio de uma ponta aplicadora de uma seringa cirúrgica de (5 ml) (Fig. 2) em incremento único (1mm). O peso de pó e do líquido foi padronizado para todos os materiais dessa categoria e medido em balança analítica de precisão, respeitando a proporção pó/líquido indicada pelo fabricante. Para a manipulação, foram utilizadas placas de vidro e espátulas de plástico, de forma asséptica, por um único operador.



Fig. 2- Compósitos fluídos sendo inseridos no interior da matriz com o auxílio de uma ponta aplicadora de uma seringa cirúrgica em incremento único.

Após o preenchimento da matriz de silicone com os compósitos fluídos outra tira de poliéster foi posicionada sobre os compósitos, seguida de uma lamínula de vidro (Fig. 3) sobre a qual foi aplicada uma carga de 500g por 20 segundos, com o intuito de comprimir levemente o material e extravasar o excesso, obtendo uma superfície nivelada, lisa e de espessura padronizada (Fig. 4). Aguardou-se o tempo de polimerização química informado pelo fabricante e em seguida removeu-se a lamínula de vidro.

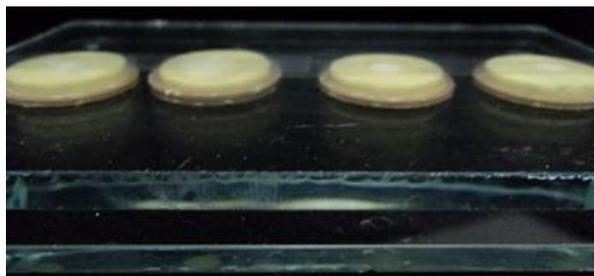


Fig. 3- Após o preenchimento da matriz de silicone com os compósitos, outra tira de poliéster foi posicionada sobre os compósitos, seguida de uma lamínula de vidro.

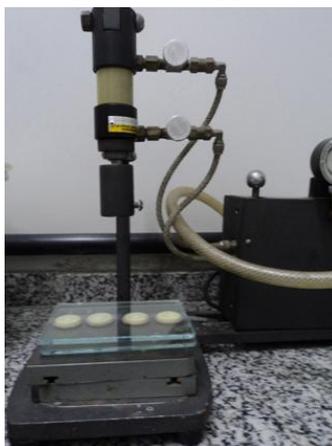


Fig. 4- Carga de 500g por 20 segundos, com o intuito de comprimir levemente o material e extravasar o excesso.

Realizada a polimerização dos cimentos ionoméricos, os corpos de prova foram retirados da matriz e armazenados durante 24h, em potes de cor âmbar sendo os mesmos identificados para cada tipo de material, para a completa polimerização (Fig. 5). Após 24h as amostras foram polidas com lixa de granulação média para remoção dos excessos laterais (Fig. 6).



Fig.5- Os corpos de prova foram retirados da matriz e armazenados em potes de cor âmbar, sendo os mesmos identificados para cada tipo de material durante 24h, para a completa polimerização.



Fig. 6- Após 24h as amostras foram polidas com lixa de granulação média para remoção dos excessos laterais.

4.1.B- Preparo dos corpos de prova para o teste de alteração de cor após envelhecimento acelerado (intemperismo natural EQ-UV).

Sobre uma placa de vidro, foi colocada uma tira de poliéster (Dentsply, Petrópolis, Rio de Janeiro, Brasil) e uma matriz de silicone com dimensão padronizada de $1,0 \pm 0,1\text{mm}$ de espessura e $6,0 \pm 0,1\text{mm}$ de diâmetro interno, de acordo com a norma ISO 4049/2009, no entanto com modificação nas dimensões das amostras, para que estas ficassem com o tamanho de acordo com o tamanho da ponta ativa do aparelho fotopolimerizador. (Fig. 7)



Fig. 7- Tira de poliéster (Dentsply, Petrópolis, Rio de Janeiro, Brasil) e uma matriz de silicone com dimensão padronizada de $1,0 \pm 0,1\text{mm}$ de espessura e $6,0 \pm 0,1\text{mm}$ de diâmetro interno.

Os compósitos foram inseridos no interior da matriz com o auxílio de uma espátula de titânio, no caso dos compósitos fotopolimerizáveis, em incremento único (1mm). Após o preenchimento da matriz de silicone, outra tira de poliéster foi posicionada sobre os compósitos, obtendo uma superfície nivelada, lisa e de espessura padronizada (Fig. 8).

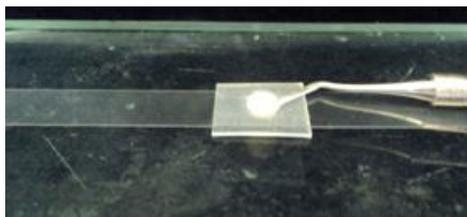


Fig. 8- Compósitos sendo inseridos em incremento único no interior da matriz. Outra tira de poliéster foi posicionada sobre os compósitos.

A fotoativação dos espécimes foi realizada com o aparelho LED Bluephase* (Ivoclar Vivadent), o qual possui abertura de saída de luz de 8mm de diâmetro, compatível com o tamanho das amostras. Para a padronização da distância de fotoativação, o aparelho fotoativador foi posicionado o mais próximo possível da matriz de silicone, com a ponta do aparelho posicionada perpendicularmente à superfície do material. Cada corpo de prova foi fotoativado de acordo com as recomendações do fabricante. (Fig. 9)



Fig. 9- Padronização da distância de fotoativação, o aparelho fotoativador LED Bluephase* (Ivoclar Vivadent) foi posicionado o mais próximo possível da matriz de silicone, com a ponta do aparelho posicionada perpendicularmente à superfície do material.

Realizada a fotoativação, os corpos de prova foram retirados da matriz e armazenados durante 24h, em potes de cor âmbar sendo os mesmos identificados para cada tipo de material, para a completa polimerização. Após 24h as amostras foram polidas com lixa de granulação média para remoção dos excessos laterais (Fig. 10).

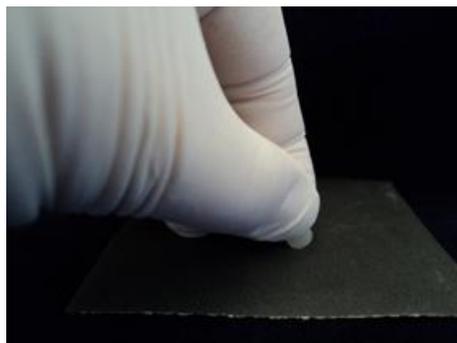


Fig. 10- Após 24h as amostras foram polidas com lixa de granulação média para remoção dos excessos laterais.

4.2 Teste de sorção e solubilidade

Foram confeccionados 90 corpos-de-prova para o teste de sorção e solubilidade, os quais foram subdivididos entre 45 corpos-de-prova armazenados em água destilada (n=5) e 45 corpos-de-prova armazenados em ácido láctico (0,01M) (n=5). O teste de sorção e solubilidade foi realizado de acordo com a norma ISO 4049/2009, no entanto com modificação nas dimensões ($1,0 \pm 0,1$ mm de espessura e $6,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro interno). Após a reação de polimerização, as amostras foram removidas da matriz, polidas e armazenadas secas em recipientes escuros (âmbar), a 37°C por 24 horas. Seguidamente, os corpos de prova foram colocados em *ependorfes* de 1,5ml devidamente certificados com o nome de cada material (Fig. 11). Esses *ependorfes* foram acondicionados dentro de um porta *ependorfe*, onde o mesmo foi inserido no interior de um dessecador em sílica gel COD1911- 4mm (Dinâmica Química Contemporânea Ltda, Diadema, SP, Brasil), para remoção da água livre, como recomendado pela norma para materiais resinosos (Fig. 12)



Fig. 11- Corpos de prova foram colocados em *ependorfes* de 1,5ml devidamente certificados com o nome de cada material.



Fig. 12- Dessecador em sílica gel COD1911- 4mm (Dinâmica Química Contemporânea Ltda, Diadema, SP, Brasil), para remoção da água livre.

Durante todo período de dissecação, os corpos de prova foram mantidos em estufa bacteriológica com temperatura controlada em 37°C e pesados periodicamente em uma balança analítica de alta precisão Chyo JEX-200(YMC Co, Ltd, Toquio, Japão) até a obtenção de uma massa constante (m_1), ou seja, até quando a perda de massa for menor ou igual a 0,1mg. em 24 horas (Fig. 13).



Fig. 13- Balança analítica de alta precisão Chyo JEX-200(YMC Co, Ltd, Toquio, Japão)

Para verificar as variações na massa, as amostras foram mensuradas diariamente em balança analítica até a obtenção de massa constante (JK-180, Chyo Balance Corp., Tóquio, Japão). A área de cada disco foi verificada com paquímetro

digital de precisão (Mitutoyo, Sul Americana, São Paulo, Brasil), a partir da média de 4 pontos equidistantes (Fig. 14).



Fig. 14- Quatro aferições equidistantes da espessura dos corpos de prova através de um paquímetro digital. Após obtenção das medidas foi calculada uma média para mensuração do volume do corpo de prova.

Em seguida, 45 discos ($n=5$) foram armazenados em *ependorfes* de 1,5ml devidamente certificados com o nome de cada material contendo água destilada (1,0 ml) e 45 discos ($n=5$) em ácido láctico (0,01M) (1ml) (Fig. 15) a $37\pm 1^\circ\text{C}$ durante 7 dias consecutivos.

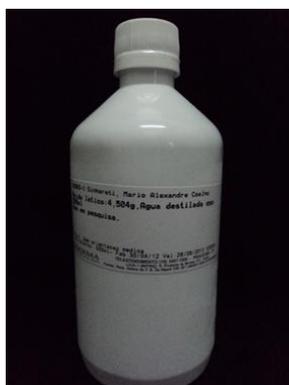


Fig. 15- Ácido láctico (0,01M)

Após esse período, os discos no caso daqueles armazenados em ácido láctico foram lavados em água destilada e o excesso de umidade de ambos os grupos, removido com papel absorvente para então terem novamente a massa mensurada (m_2). As amostras foram recolocadas na câmara para dessecação até obtenção de uma massa constante (m_3). Os valores obtidos com a mensuração dos discos foram

aplicadas em fórmulas específicas de sorção de água (Wsp) e solubilidade (Wsl), fornecida pela especificação da ISO 4049: 2009, descritas a seguir:

$$W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

$$W_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

Os valores de sorção de água e solubilidade foram calculados em micrograma por milímetro cúbico ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$), sendo que:

- m1 é a massa inicial do espécime, antes da imersão em água;
- m2 é a massa após a imersão em água e ácido láctico durante 7 dias;
- m3 é a massa após acondicionamento do espécime;
- V é o volume do espécime em milímetros cúbicos.

4.2.1 Esquema do Teste de sorção e solubilidade



4.3 Teste de envelhecimento acelerado (intemperismo natural EQ-UV) e Teste de avaliação de alteração de cor

Após a confecção das 45 amostras (n=5) em forma de disco, de acordo com cada grupo de compósitos, estes foram polidos após 24h com lixa de granulação média para remoção dos excessos laterais (Fig. 16).

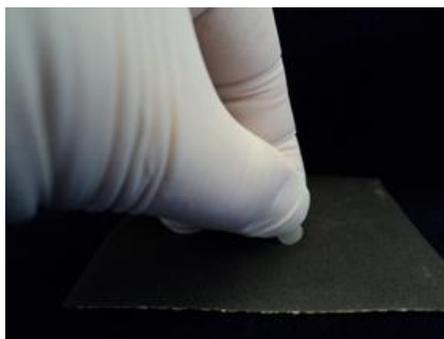


Fig. 16- Amostra sendo polida após 24h com lixa de granulação média para remoção dos excessos laterais.

Cada espécime recebeu uma marcação com broca esférica (KG Sorensen) em uma das faces laterais com a finalidade de padronizar o posicionamento da amostra na máquina de simulação de ciclos térmicos (intemperismo) e durante a avaliação da cor (Fig. 17).



Fig. 17- Espécime recebendo a marcação com broca esférica (KG Sorensen) em uma das faces laterais para padronização do posicionamento.

Após as marcações os espécimes foram aderidos às placas fixadoras do aparelho de simulação de ciclos térmicos ou ensaio de envelhecimento acelerado (intemperismo natural EQ-UV) (Fig. 18) utilizando-se silicone indicado para tal, e levados à câmara de condensação frente à fonte de luz, numa distância de 50mm desta (Fig. 19 A-B).

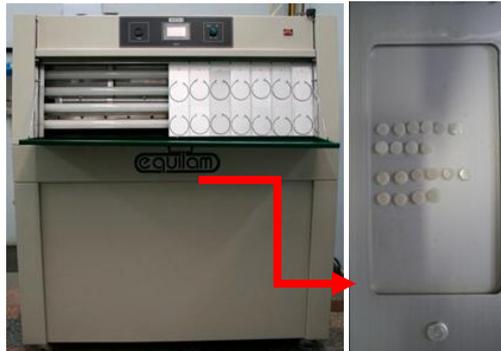


Fig. 18- Espécimes aderidos às placas fixadoras do aparelho de intemperismo natural EQ-UV.



Fig. 19A- Placas fixadoras na **A** câmara de condensação frente à fonte de luz. **B** lâquima de simulação de ciclos térmicos (ensaio de envelhecimento acelerado (intemperismo natural EQ-UV)).

O sistema de envelhecimento acelerado simula forças da natureza predizendo a durabilidade relativa dos materiais expostos às intempéries. A chuva e a neblina são simuladas por processo de condensação de água destilada saturada e oxigênio auto gerado pelo sistema. Os efeitos da luz do sol, onde apenas 1% da radiação provoca degradação, são simuladas por uma rede de oito fontes de luz UV-B composto por tubos fluorescentes de 40 watts com emissão concentrada na região ultravioleta B, com radiação concentrada em 280/320nm como na natureza. A temperatura de exposição é automaticamente controlada de acordo com os programas estabelecidos para ciclos UV/condensação. As amostras foram colocadas no aparelho de Sistema Acelerado de Envelhecimento EQ-UV (Equilam, Diadema, SP, Brasil) sob ação de luz UV e de condensação, as quais foram acionadas em ciclos separados repetidos sucessivamente e automaticamente.

As amostras de acordo com cada grupo de compósitos, foram expostas a uma irradiação controlada de luz ultravioleta (UVB) emitida por uma fonte de luz xênon com irradiância de $0,40 \text{ W/m}^2$ no comprimento de onda de 320nm pelo período máximo de envelhecimento de 384h (Abrão, 1990) com uma temperatura de 50°C (período de emissão de luz UV-B) e de condensação a 50°C , as quais foram acionadas em ciclos separados (4h para emissão de luz e 4h de condensação) repetidos sucessivamente e automaticamente (totalizando 36 ciclos). O processo de condensação foi produzido com a exposição de uma das superfícies dos corpos-de-prova a uma mistura aquecida de vapor de água saturada de ar enquanto que o lado oposto da amostra foi utilizado para sua aderência às placas metálicas que as sustentavam.

Desta forma, em poucos dias ou semanas (12 dias consecutivos) o EQ-UV pôde produzir degradações que ocorreriam em meses ou anos (Agnelli, 2003; Agnelli, 1994). Nesse caso, foi simulado a degradação de acordo com o período estipulado de 12 dias sendo referente a 1 ano de degradação. Estas degradações podem ser observadas como perda de brilho, aparecimento de trincas, bolhas, descoloração, etc.

Após o envelhecimento, os corpos-de-prova foram novamente submetidos ao processo de leitura de cor por meio de um espectrofotômetro Konica Minolta CM 700d (Minolta Co. Ltd, Tóquio, Japão), em ambiente de luz padronizado pela Cabine GTI MiniMatcher MM 1 (GTI Graphic Technology Inc., Newburg, NY, USA), sendo o espectrofotômetro previamente calibrado de acordo com as instruções do fabricante (Fig.20).



Fig. 20- Espectrofotômetro Konica Minolta CM 700d (Minolta Co. Ltd, Tóquio, Japão)

Para a leitura da cor, cada espécime recebeu uma marcação com broca esférica (KG Sorensen) em uma das faces laterais com a finalidade de padronizar o posicionamento da amostra durante a avaliação da cor (Fig. 21).

Os espécimes foram posicionados em porta-amostra, confeccionado especialmente para o tamanho da amostra, com o entalhe da identificação voltada para o operador (Fig. 22). O espectrofotômetro tem 2 tamanhos de área de leitura/iluminação: “MAV”- Medium Area View, na qual a área de leitura é de 8 mm e a iluminação é de 11 mm; e “SAV”- Small Area View, na qual a área de leitura é de 3 mm e a de iluminação de 6 mm. Para esse trabalho foi selecionado a área “SAV”.



Fig. 21- Espécime recebendo marcação com broca esférica (KG Sorensen) em uma das faces laterais com a finalidade de padronizar o posicionamento da amostra.



Fig. 22A- Porta-amostra confeccionado especialmente para o tamanho da amostra. B- Amostra posicionada no porta-amostra com o entalhe da identificação voltada para o operador.

A mensuração foi realizada inicialmente com o espécime posicionado no porta-amostra com a superfície a ser analisada voltada para cima, no interior da cabine de luz (opção luz natural) para padronização da luz externa com uma área de leitura de 3 mm no centro do espécime, uma vez que a luz incidente pode influenciar a leitura de cor.

Para realizar a leitura se faz necessário o perfeito acoplamento da ponta de leitura do espectrofotômetro ao porta-amostra, evitando a entrada de luz externa. Foi

utilizada cabine de luz com a finalidade de padronizar a luz incidente (luz natural) ao redor do porta-amostra, o que poderia influenciar a leitura de cor (Fig. 23 A-B)



Fig. 23 A- Acoplamento da ponta de leitura do espectrofotômetro ao porta-amostra, evitando a entrada de luz externa. B- Cabine de luz (opção luz natural).

Após a mensuração da cor, os valores obtidos foram posteriormente exportados para software específico para verificação da cor (On Color, Konica Minolta Sensing Americas, NJ, USA) (Fig. 24).



Fig. 24- Software para verificação da cor (On Color, Konica Minolta Sensing Americas, NJ, USA)

Para a avaliação da cor foi utilizado o CIE $L^*a^*b^*$ (modelo proposto pela Commission Internationale de l'Éclairage (CIE), organização destinada a padronização da cor e aparência em áreas definidas. O modelo CIE $L^*a^*b^*$

representa um espaço de cor uniforme, com distâncias iguais correspondendo a igual percepção das diferenças de cor. Neste espaço tridimensional de cor existem três eixos ou coordenadas (L, a, b). O valor de L^* é a medida de luminosidade ou claridade de um objeto que é quantificado numa escala tal que o preto perfeito tem valor de L^* igual a zero, enquanto o branco total tem valor de L^* igual a 100. Existem ainda dois componentes cromáticos que representam as variações de matiz e croma. O eixo a^* é medido do avermelhado (a^* positivo) ao esverdeado (a^* negativo), variando respectivamente de +120 a -120. O eixo b^* é medido do amarelado (b^* positivo) ao azulado (b^* negativo), variando respectivamente de +120 a -120. As coordenadas a^* e b^* aproximam-se de zero para as cores neutras (branco, cinza) e aumentam em magnitude para as cores mais saturadas e intensas. Este sistema permite a definição numérica da cor e a diferenciação existente entre duas cores. A vantagem do sistema CIE $L^* a^* b^*$ é que as diferenças de cor podem ser expressas em unidades, que podem ser relacionadas à percepção visual e significância clínica (O'Brien *et al.*, 1997) (Fig. 25).

Cabe ressaltar que a cor é uma resposta psicofísica à interação física da energia da luz com um objeto e à experiência subjetiva individual de um observador. Segundo Joiner, 2004, três fatores podem influenciar a percepção da cor: a fonte de luz, o objeto que está sendo observado e o observador que está vendo o objeto. A fonte de luz pode emitir energia radiante com comprimento de onda variável e isto é caracterizado pela relativa quantidade de energia emitida em cada comprimento de onda em um espectro visível. A fonte de luz que ilumina um objeto afeta a percepção da cor, já que fontes individuais contêm quantidades variáveis de luz em cada comprimento de onda. A refletância espectral de um objeto caracteriza a cor que o compõe. Por exemplo, um objeto vermelho parece vermelho primeiramente porque reflete mais comprimentos de onda vermelhos do que verdes e azuis (Joiner, 2004).

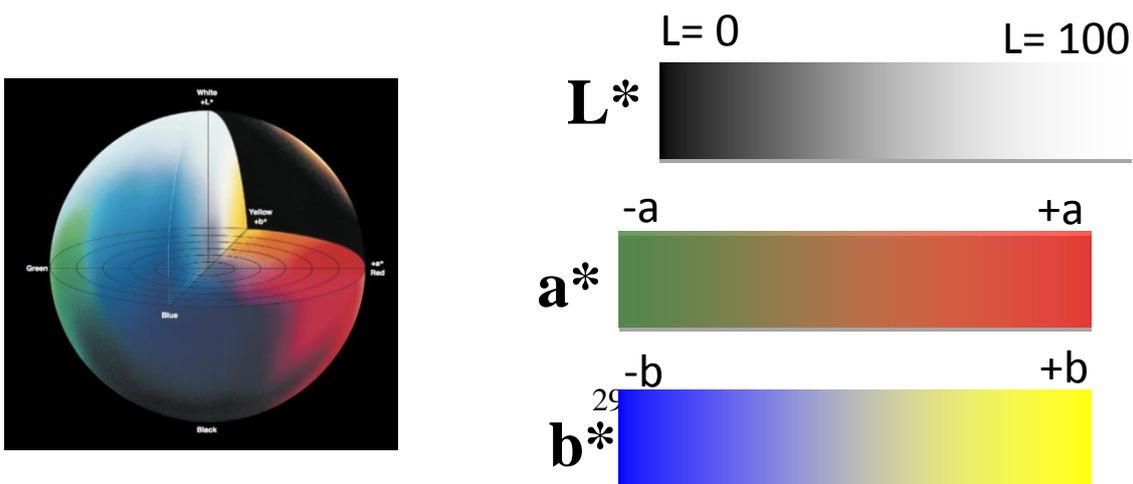
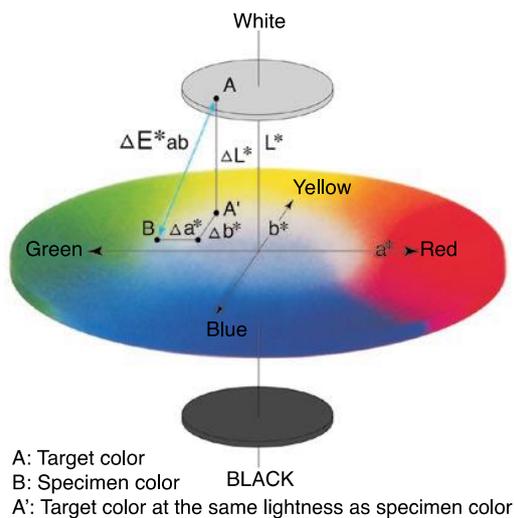


Fig.25- CIE L*a*b* (modelo proposto pela Commission Internationale de l'Éclairage (CIE), organização destinada a padronização da cor e aparência em áreas definidas. O modelo CIE L*a*b* representa um espaço de cor uniforme, com distâncias iguais correspondendo a igual percepção das diferenças de cor.

A estabilidade de cor foi determinada pela diferença (ΔE) entre as coordenadas obtidas das amostras antes e após o procedimento de envelhecimento. A mudança total de cor, ΔE , é comumente usada para representar uma diferença de cor e é calculada a partir da fórmula (CIE., 1986b):

$$\Delta E^{*ab} = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \text{ onde,}$$

Valores de $\Delta E^* \geq 3,3$ são considerados clinicamente inaceitáveis (Ruyter; Nilner; Moller, 1987) (Fig. 26).



$$\Delta L^* = L^*_1 - L^*_0$$

$$\Delta a^* = a^*_1 - a^*_0$$

$$\Delta b^* = b^*_1 - b^*_0$$

$$\Delta E^{*ab} = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$$

Fig. 26- Cálculo para a estabilidade de cor pela diferença (ΔE) entre as coordenadas obtidas das amostras antes e após o procedimento de envelhecimento.

4.4 Análise Estatística

Os resultados foram analisados com ANOVA (two-way) e as médias comparadas pelo teste de Tukey, com o nível de significância de 5% para sorção de água e solubilidade. Para a avaliação da alteração de cor, os resultados foram

analisados através de ANOVA (one-way) e as médias comparadas pelo teste de Tukey, com o nível de significância de 5% para verificar a estabilidade de cor (inicial e final) para cada coordenada de cor.

5. Resultados

5.1 - Sorção e Solubilidade

Os valores de sorção de água e solubilidade foram calculados em micrograma por milímetro cúbico ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) e encontram-se na tabela 1 (sorção) e tabela 2 (solubilidade).

Tab. 1- Valores médios de sorção ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) em meio líquido (água destilada e ácido láctico).

| Materiais | Sorção (H2OD) | Sorção (C3H6O3) |
|------------------|------------------------|------------------------|
| VC | 353,0±199,5 Aa | 258,0±148,4 Aa |
| VF | 175,6±120,0 ABa | 138,8±100,8 ABa |
| KM | 113,6±93,4 Ba | 83,3±76,6 ABb |
| VM | 71,9±44,4 Ba | 102,1±34,9 ABa |
| IP | 100,14±18,51 Ba | 102,1±29,8 ABa |
| GC2 | 82,46±12,89 Ba | 92,14±13,53 ABa |
| KC | 29,5±32,9 Ba | 76,8±60,8 Ba |
| GC1 | 34,4±26,6 Ba | 73,84±5,49 Ba |

| | | | | |
|------------|-------------------|-----------|-------------------|-----------|
| GC9 | 48,56±6,34 | Ba | 45,58±5,15 | Ba |
|------------|-------------------|-----------|-------------------|-----------|

Letras maiúsculas diferentes nas colunas indicam diferenças significantes ($p < 0,05$).
Letras minúsculas diferentes nas linhas indicam diferenças significantes ($p < 0,05$).

Tab.2- Valores médios de solubilidade ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) em meio líquido (água destilada e ácido láctico).

| Materiais | Solubilidade (H₂OD) | Solubilidade (C₃H₆O₃) |
|------------------|---------------------------------------|---|
| VC | 226,30±187,1 Aa | 143,0± 95,0 Aa |
| VF | 121,70±122,8 ABa | 122,1±217,7 Aa |
| KM | 56,90±78,2 ABa | 23,88±21,87 Aa |
| VM | -7,29±8,26 ABa | 9,3±29,9 Aa |
| IF | -19,78±3,58 Aba | 6,91±3,80 Aa |
| GC2 | -23,80±105,9 Ba | 3,7±151,5 Aa |
| KC | 46,00±233,0 Aba | 17,5±38,4 Aa |
| GC1 | -51,40±56,9 Ba | 13,89±6,04 Aa |
| GC9 | -1,50±44,5 ABa | -6,3±25,6 Aa |

Letras maiúsculas diferentes nas colunas indicam diferenças significantes ($p < 0,05$).
Letras minúsculas diferentes nas linhas indicam diferenças significantes ($p < 0,05$).

5.2- Alteração de cor

Após a obtenção dos corpos-de-prova, os mesmos foram submetidos à leitura de cor por meio de um espectrofotômetro Konica Minolta CM 700d (Minolta Co. Ltd, Tóquio, Japão), em ambiente de luz padronizado pela Cabine GTI MiniMatcher MM 1e (GTI Graphic Technology Inc., Newburg, NY, USA) e acondicionados na máquina de envelhecimento artificial acelerado.

Terminado o procedimento de envelhecimento, as amostras foram novamente submetidas à leitura de cor. Para avaliação de alteração de cor (ΔE) foi realizada comparação pareada dos valores espectrofotométricos no mesmo corpo-de-prova antes e depois do envelhecimento.

A seguir serão apresentados os resultados de leitura de cor antes do procedimento de envelhecimento artificial acelerado (resultado inicial) e resultado final para cada material pesquisado (Tab. 3 e Tab. 4).

Tab. 3- Diferença entre os valores (ΔE^{*ab}) e desvio-padrão para os 9 grupos de resina composta estudados antes e após o processo de envelhecimento acelerado.

| Resina Composta | ΔE^{*ab} |
|------------------------|------------------------------------|
| VF | 7,35±3,41 AB |
| GC2 | 4,03±2,18 B |
| TNF | 2,55±0,73 B |
| NF | 1,75±1,15 B |
| NL | 5,61±1,92 AB |
| Z-250 | 3,68±1,22 B |
| HC | 2,65±0,75 B |

| | |
|----------------|---------------------|
| Z-350 F | 10,47±7,05 A |
| V | 7,84±2,24 AB |

Letras maiúsculas diferentes nas colunas indicam diferenças significantes ($p < 0,05$).

Valores de $\Delta E^*ab \geq 3,3$ são considerados clinicamente inaceitáveis (Ruyter; Nilner; Moller, 1987).

Tab. 4- Média dos valores CIE-Lab de cores encontradas pelo espectrofotômetro para os 9 grupos estudados antes e após o processo de envelhecimento acelerado e a diferença entre os valores encontrados ΔE .

| Resina | CIE-Lab antes | | | CIE-Lab após | | | ΔE | ΔE (Média) | Significância Estatística |
|--------|---------------|------|-------|--------------|-------|-------|------------|-----------------------|------------------------------|
| | L | a | b | L | a | b | | | |
| VF | 74,22 | 2,84 | 18,91 | 70,13 | 3,82 | 17,47 | 4,44 | | |
| VF | 74,28 | 3,99 | 18,06 | 67,6 | 3,63 | 17,15 | 6,75 | 7,35±3,41 | AB |
| VF | 75,36 | 2,79 | 20,62 | 69,99 | 3,62 | 16,87 | 6,6 | | |
| VF | 74,65 | 3,79 | 18,61 | 69,27 | 3,51 | 16,70 | 5,72 | | |
| VF | 73,85 | 1,73 | 15,84 | 86,81 | 1,16 | 13,28 | 13,22 | | |
| GC | 73,11 | 2,85 | 17,90 | 79,14 | -0,38 | 18,40 | 6,86 | | |
| GC | 72,37 | 2,40 | 17,21 | 69,64 | 1,99 | 17,40 | 2,76 | | |
| GC | 69,46 | 1,01 | 14,30 | 70,66 | 2,31 | 19,84 | 5,81 | 4,03±2,18 | B |
| GC | 71,78 | 2,47 | 18,20 | 71,42 | 1,73 | 16,70 | 1,71 | | |
| GC | 72,56 | 2,30 | 18,96 | 69,98 | 1,97 | 17,37 | 3,04 | | |
| TNF | 71,47 | 2,38 | 17,58 | 73,04 | 3,78 | 17,95 | 2,13 | | |
| TNF | 75,53 | 3,63 | 22,07 | 73,49 | 4,61 | 19,63 | 3,33 | 2,55±0,73 | B |
| TNF | 72,84 | 2,99 | 20,19 | 74,28 | 4,72 | 20,04 | 2,25 | | |
| TNF | 75,2 | 3,47 | 21,41 | 74,13 | 4,67 | 18,48 | 3,33 | | |
| TNF | 73,53 | 3,10 | 19,82 | 73,62 | 4,16 | 18,46 | 1,72 | | |
| NF | 74,47 | 4,34 | 21,09 | 74,9 | 4,57 | 20,67 | 0,64 | | |
| NF | 74,05 | 3,11 | 19,13 | 74,54 | 4,08 | 18,41 | 1,3 | 1,75±1,15 | B |

| | | | | | | | | | |
|--------------|--------------|-------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|-------------------|-----------|
| NF | 74,48 | 3,43 | 20,01 | 75,05 | 4,19 | 19,01 | 1,37 | | |
| NF | 74,3 | 1,96 | 18,25 | 71,44 | 2,93 | 16,13 | 3,68 | | |
| NF | 76,08 | 3,66 | 19,75 | 74,45 | 3,87 | 19,07 | 1,77 | | |
| NL | 68,66 | 3,25 | 18,43 | 73,63 | 4,99 | 18,05 | 5,27 | | |
| NL | 68,82 | 3,00 | 16,59 | 74,46 | 4,6 | 19,22 | 6,42 | 5,61±1,92 | AB |
| NL | 69,84 | 3,37 | 18,09 | 71,79 | 4,82 | 18,94 | 2,57 | | |
| NL | 68,34 | 3,12 | 17,83 | 74,11 | 4,98 | 17,71 | 6,06 | | |
| NL | 68,17 | 2,63 | 15,85 | 74,74 | 5,28 | 19,03 | 7,76 | | |
| Z-250 | 70,23 | 0,91 | 16,44 | 73,06 | 4,67 | 19,71 | 5,73 | | |
| Z-250 | 71,67 | 1,11 | 17,24 | 71,15 | 4,47 | 18,82 | 3,75 | 3,68±1,22 | B |
| Z-250 | 71,65 | 1,38 | 17,85 | 72,55 | 4,01 | 18,22 | 2,8 | | |
| Z-250 | 71,54 | 1,45 | 18,09 | 72,41 | 4,05 | 18,08 | 2,74 | | |
| Z-250 | 69,45 | 1,17 | 16,49 | 71,77 | 3,63 | 16,65 | 3,38 | | |
| HC | 72,49 | 4,17 | 20,89 | 73,91 | 3,86 | 19,07 | 2,32 | | |
| HC | 72,47 | 3,96 | 20,59 | 73,64 | 3,21 | 16,93 | 3,91 | | |
| HC | 73,46 | 3,61 | 20,27 | 74,65 | 5,06 | 20,92 | 1,98 | 2,65±0,75 | B |
| HC | 74,17 | 0,76 | 8,78 | 75,85 | 1,46 | 10,84 | 2,75 | | |
| HC | 71,27 | 3,31 | 17,93 | 73,3 | 4,46 | 18,07 | 2,33 | | |
| Z-350 | 73,88 | 2,80 | 17,29 | 86,87 | -0,86 | -0,75 | 22,52 | | |
| Z-350 | 72,89 | 2,20 | 15,71 | 78,52 | 2,62 | 23,73 | 9,81 | | |
| Z-350 | 74,06 | 3,27 | 18,16 | 78,84 | 3,05 | 23,35 | 7,06 | 10,47±7,05 | A |
| Z-350 | 72,51 | 2,62 | 16,34 | 78,26 | 2,65 | 22,83 | 8,67 | | |
| Z-350 | 74,41 | 3,23 | 18,01 | 72,66 | 2,15 | 14,26 | 4,27 | | |
| V | 79,87 | 0,96 | 19,26 | 71,95 | 3,27 | 16,78 | 4,27 | | |
| V | 79,16 | 0,20 | 21,19 | 71,72 | 2,1 | 14,57 | 8,61 | | |
| V | 79,59 | 1,05 | 19,20 | 72,22 | 2,49 | 14,43 | 10,13 | 7,84±2,24 | AB |
| V | 78,27 | 1,20 | 20,49 | 72,34 | 3,27 | 16,81 | 8,89 | | |
| V | 72,89 | 2,2 | 15,71 | 78,52 | 2,62 | 23,73 | 7,28 | | |

Letras maiúsculas diferentes nas colunas indicam diferenças significantes ($p < 0,05$). Valores de $\Delta E^*ab \geq 3,3$ são considerados clinicamente inaceitáveis (Ruyter; Nilner; Moller, 1987).

De acordo com os dados de sorção, o VC ($258,0 \pm 148,4$) e VF ($138,8 \pm 100,8$) obtiveram os maiores valores em ácido como em água destilada ($353,0 \pm 199,5$) ($175,6 \pm 120,0$). Quando comparados os meios, apenas o KM obteve diferença estatística. Não houve diferença estatística para solubilidade em meio ácido. Em água destilada, o VC ($226,30 \pm 187,1$) foi estatisticamente diferente de GCI ($-51,40 \pm 56,9$) e GCII ($-51,40 \pm 56,9$). A resina Z-350 ($10,47 \pm 7,05$) obteve o maior valor de alteração de cor, sendo estatisticamente diferente dos demais materiais.

6. Discussão

Com o aumento do uso de materiais restauradores estéticos, surgiram também preocupações acerca da degradação destes materiais, justificando a realização de diversos experimentos sobre o assunto (Abu-Bark *et al.*, 2001; Mohamed-Thair, Auj, 2004; Aliping- Mckenzie *et al.*, 2004; Souza *et al.*, 2005; Bagheri *et al.*, 2007).

Vários fatores são importantes para determinar a extensão na qual o material será afetado pelo meio aquoso, sendo as características químicas como sorção e solubilidade, densidade das ligações cruzadas, hidrofília e porosidade da rede, os fatores mais conhecidos (Asmussen & Peutzfeldt, 2001; Ferracane, 2006; Gonçalves *et al.*, 2007).

Foram utilizados na pesquisa nove materiais representantes do grupo de cimentos de ionômero de vidro modificados com resina cuja reação de polimerização é realizada por meio de dupla ativação (reação ácido/base e quimicamente ativada): GC Gold Label 2 LC (GC-2), GC Gold Label 1 LC (GC-1), GC Gold Label 9 LC (GC-9), Vitro Molar (VM) (DFL), Vitro Cem (VC) (DFL), Ketac Molar Easy (KM) (3M/ESPE), Ketac Cem EasyMix (KC) (3M/ESPE), Ionofil Plus (IP) (VOCO) e Vitro Fill LC (VF) (DFL) para o teste de sorção e solubilidade.

A formulação desses materiais apresenta uma contextura no pó, o qual está formado por pequenas partículas de alumínio- silicato de cálcio, preparado pela fusão de misturas de sílica, alumínio, fluoretos de alumínio e fosfato de alumínio e um líquido podendo ser uma solução aquosa de ácido poliacrílico e/ou ácido tartárico, bem como ácido polialcenóico e água. Esses cimentos apresentam em sua composição uma mistura de água e HEMA. A quantidade de água absorvida parece ser diretamente proporcional ao conteúdo de HEMA do material. Parte do líquido do ácido polialcenóico é substituída por hidroxietil metacrilato.

De acordo com a norma ISO 4049/2009, para que os compósitos sejam indicados como materiais restauradores, estes devem apresentar sorção de água menor/ou igual a $40\mu\text{g}/\text{mm}^3$ e solubilidade menor/ou igual a $7,5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ em um período de 7 dias de armazenamento. Além da água, outros solventes podem resultar em efeitos deletérios nas matrizes dos compósitos (Okada *et al.*, 2001; Gurdal *et al.*, 2002), uma vez que constituem fontes intermitentes ou contínuas de degradação química (Lopes *et al.*, 2009; Aguiar *et al.*, 2005b).

O tempo de armazenagem utilizado neste trabalho (7 dias) foi considerado suficiente para a ocorrência de sorção, uma vez que este período é o preconizado pela ISO 4049/2009. Segundo Chutinan *et al.* (2004), é nas duas primeiras semanas que acontece mais intensamente a sorção de água.

Muitos estudos sobre os fenômenos de absorção e solubilidade em compósitos utilizaram água destilada (Santos *et al.*, 2002; Sideridou *et al.*, 2003; Sideridou *et al.*, 2004; Kalachandra & Wilson, 1992; Malacarne *et al.*, 2006; Imazato *et al.*, 1999) e saliva artificial (KCL, NaCl, MgCl, CaCl, Nipogin, CNC, Sorbitol e água deionizada) como meio de imersão (Golçalves *et al.*, 2007; Silva *et al.*, 2008) na tentativa de criar um modelo de estudo mais real e compatível com as condições do meio oral (Gonçalves *et al.*, 2007; Silva *et al.*, 2008). No entanto, recentes estudos tem demonstrado que ácidos orgânicos produzidos pelo biofilme oral podem causar efeitos adversos em compósitos e materiais restauradores resinosos (Nicholson *et al.*, 1999; Bogheri *et al.*, 2007), e dessa forma sua utilização para estudos sobre compósitos permitirá resultados mais próximos aos encontrados no meio oral.

Distler & Kronche (1983) verificaram que o ácido láctico representou cerca de 70% do total dos ácidos produzidos pelo biofilme oral estudado e que este

apresentou um aumento abrupto nas suas concentrações em relação ao propiônico e acético após exposição à sacarose. De acordo com estes autores, estes resultados ocorrem devido à rápida degradação do açúcar à lactato pela ação de bactérias como *Streptococcus mutans* e está associado com a diminuição das concentrações dos outros ácidos. Baseado nisto parece razoável estabelecer que durante a ingestão de carboidratos *in vivo*, deve existir maior quantidade de ácido láctico na cavidade oral do que os outros ácidos orgânicos produzidos pela placa dental humana.

Deste modo, estudos sobre a ação deste ácido sobre compósitos podem produzir resultados mais próximos da realidade encontrada na cavidade oral. O pH do ácido láctico usado neste estudo foi de (0,01 M). A ação desses meios mostrou-se variada, mas geralmente envolve a liberação de componentes não reagidos e a degradação da cadeia polimérica (Ferracane, 2006) o que pode estar de acordo com nossos estudos uma vez que quando comparado os meios para sorção, apenas o (KM) obteve diferença estatística em água destilada ($113,6 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 93,4$) e meio ácido (ácido láctico – $83,3 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 76,6$) (Tab. 1).

Os valores de sorção obtidos neste estudo (Tab. 1) foram maiores aos referidos pela ISO (4049/2009) em um período de 7 dias de armazenamento mesmo seguindo o protocolo recomendado pela norma. Apenas o KC ($29,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 32,9$) e o GCI ($34,4 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 26,6$) obtiveram valores de sorção menores que $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ apenas em água destilada. Já os materiais VC ($258,0 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 148,4$) e VF ($138,8 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 100,8$) obtiveram os maiores valores em ácido como em água destilada ($353,0 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 119,5$) ($175,6 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 120,0$).

Essa diferença de valores pode ser compreendida através da teoria da difusão de água, uma vez que a permeabilidade pode estar relacionada à polaridade das cadeias poliméricas. Por essa teoria, as moléculas de água se anexam à cadeia polimérica via ligação com hidrogênio (afinidade da água por grupos polares hidrofílicos no polímero), induzindo intumescimento e plastificação do polímero. O solvente exerce um mecanismo de plastificação, difundindo-se no interior da rede polimérica, ocasionando a separação das cadeias poliméricas e criando uma expansão nesta rede (Ferracane, 2006; Sideridou & Archilias, 2005). Entretanto, já que durante a reação de polimerização ocorre a formação de uma rede polimérica com microespaços e volume livre entre as cadeias, parte do solvente é acomodada

sem alteração de volume do material (Ferracane, 2006). Seguidamente, à medida que forças de atração entre as cadeias poliméricas são excedidas, poderá ocorrer dilatação da matriz, aumento do volume da rede e, conseqüentemente, amolecimento da matriz resinosa (Toledano *et al.*, 2003) e a “teoria do volume livre” onde a sorção de água nos polímeros não-polares se dá pelo movimento de moléculas de água “não ligada” através dos espaços vazios dentro do polímero, sem nenhuma inter-relação com as moléculas polares no material (Malacarne *et al.*, 2006; Fabre *et al.*, 2007).

Assim, pode-se considerar que o mecanismo de sorção é auto-limitante, ou seja, à medida que o volume livre entre as cadeias se torna saturado pelo solvente, o fenômeno tende a diminuir (Malacarne *et al.*, 2006; Ferracane, 2006; Örtengren *et al.*, 2001).

O volume de água que pode ser absorvido é determinado pelo conteúdo de monômeros hidrofílicos presentes no material (Martin, 1998; Malacarne *et al.*, 2006; Örtengren *et al.*, 2001a; Ito *et al.*, 2005) enquanto que em uma matriz hidrofóbica a sorção é menor, causando menor impacto na cor do compósito (Dietschi *et al.*, 1994; Buchalla *et al.*, 2002).

Com isso, a sorção de solventes é acompanhada pela perda de componentes, causando uma correlação significativa entre partículas de carga/matriz resinosa (Ferracane, 2006; Sideridou *et al.*, 2003). Quando o material é imerso em água, alguns dos componentes, como monômeros não reagidos (Toledano *et al.*, 2003) são liberados, resultando na perda de massa. Mas, além da liberação de monômeros não reagidos, pode ocorrer a dissolução de partículas de carga (Toledano *et al.*, 2003). Provavelmente, o solvente absorvido pela matriz acumula-se, ao longo do tempo, na interface carga-matriz, levando a perda de união entre ambas ou até mesmo na degradação hidrolítica das partículas de carga (Bagheri *et al.*, 2005).

A presença de monômeros não reagidos após a reação de polimerização, como o Bis-GMA e TEGDMA, além de apresentar toxicidade quando imersos em água são capazes de se solubilizarem (Tanaka, 1991).

O fenômeno de absorção também é influenciada pelo tipo (Silva *et al.*, 2008) e pela quantidade (Sideridou *et al.*, 2003) de partículas de carga de um material. A interface entre as partículas de carga e a matriz polimérica é o local mais provável

para acomodação adicional de água nos compósitos. Quanto maior a quantidade de carga, menor sorção de água (Kalachandra & Wilson, 1992). Além disso, estudos relatam que a sorção e a solubilidade são dependentes do tempo de imersão (Lopes *et al.*, 2009) e do *pH* da solução (Örtengren *et al.*, 2001, Almeida *et al.*, 2010). Janda *et al.*, 2007 observaram uma correlação significativa entre sorção de água e partícula de carga, no entanto, nenhuma correlação foi encontrada entre partícula de carga e solubilidade.

Em relação aos dados de solubilidade os materiais Ionofil ($6,9 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 3,80$), GCII ($3,7 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 151,5$) e GCIX ($-6,3 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 25,6$) obtiveram valores menores que $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ em meio ácido como o GCIX ($-1,50 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 44,5$) em água destilada. Já o material VC ($226,30 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 187,1$) foi estatisticamente diferente de GCI ($-51,40 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 56,9$) e GCII ($-51,40 \mu\text{g}/\text{mm}^3 \pm 56,9$) em água destilada (Tab. 2).

Foram encontrados valores negativos para a solubilidade do cimento, o que está de acordo com o encontrado na literatura. Segundo Vrochari *et al.*, (2010) os resultados negativos demonstram que não houve retirada de componentes pelo processo de dissolução, afirmando que a quantidade de água que permaneceu vinculada à matriz foi superior à quantidade de componentes retirados pelo processo de dissolução, o que sugere um ganho de massa aparente. Este fato também está de acordo com o trabalho de Lopes *et al.* (2008), que também encontraram valores de solubilidade negativos, o que indica que o cimento é mais sensível à sorção de água levando ao ganho de massa, que poderia mascarar a solubilidade real. Isso não significa que não ocorreu solubilidade, mas que a sorção de água foi maior que a solubilidade.

A norma ISO 4049:2009 preconiza que o tamanho das amostras devem possuir dimensões internas de $(15,0 \pm 0,1)$ mm de diâmetro e $(1,0 \pm 0,1)$ mm de profundidade, para preparação dos discos. Para esta pesquisa foi realizado modificações nas dimensões ($1,0 \pm 0,1$ mm de espessura e $6,0 \pm 0,1$ mm de diâmetro interno) uma vez que o espectrofotômetro tem 2 tamanhos de área de leitura/iluminação: “MAV”- Medium Area View, na qual a área de leitura é de 8 mm e a iluminação é de 11 mm; e “SAV”- Small Area View, na qual a área de leitura é de 3 mm e a de iluminação de 6 mm. Para esse trabalho foi selecionado a área “SAV”.

Em relação ao número de corpos de prova (n=5 por grupo) estes estão de acordo com a norma ISO 4049:2009.

Como visto diversos fatores podem influenciar nos fenômenos de sorção de água e solubilidade. A água exerce importante papel na degradação química dos compósitos, o que pode resultar em propriedades mecânicas reduzidas (Ito *et al.*, 2005; Kalachandra; Wilson, 1992; Pastila *et al.*, 2007; Söderholm, Roberts, 1990; Ferracane *et al.*, 1998) e, conseqüentemente, em problemas clínicos a curto ou longo prazo.

A estabilidade de cor dos compósitos assume um papel crucial no sucesso do tratamento restaurador estético, pois a alteração desta propriedade pode indicar a substituição das restaurações.

Vários fatores intrínsecos e extrínsecos influenciam a estabilidade de cor dos compósitos, tais como matriz resinosa, tipo de partícula de carga (Um; Ruyter, 1991; Vichi *et al.*, 2004; Buchalla *et al.*, 2002; Yazici *et al.*, 2007; Schulze *et al.*, 2003; Rüttermann *et al.*, 2008; Janda *et al.*, 2007b), sistema fotoiniciador (Janda *et al.*, 2007b), aparelho fotoativador (Yazici *et al.*, 2007), técnica de polimerização (Janda *et al.*, 2007b; Rüttermann *et al.*, 2008), grau de conversão (Imazato *et al.*, 1995), tempo de irradiação (Janda *et al.*, 2004; Janda *et al.*, 2005; Janda *et al.*, 2007b; Prado Júnior; Porto Neto, 2000; Rüttermann *et al.*, 2008), técnica de acabamento e polimento da restauração (Güler *et al.*, 2009), acúmulo de placa bacteriana, sorção de água (Reis *et al.*, 2001; Vichi *et al.*, 2004), contato com alimentos e substâncias corantes (Yazici *et al.*, 2007; Samra *et al.*, 2008) e tempo de imersão, uma vez que as alterações de cor tornam-se mais intensas à medida que aumenta o tempo de imersão (Imazato *et al.*, 1995; Samra *et al.*, 2008; Yazici *et al.*, 2007; CHAN *et al.*, 1980; Janda *et al.*, 2007b).

A estabilidade de cor também depende do método de envelhecimento utilizado. Enquanto o armazenamento a seco mostra-se suave e não provoca descoloração severa do compósito, o armazenamento em água é mais agressivo (Janda *et al.*, 2007b). Vários estudos tem avaliado o efeito do armazenamento em água, em diferentes períodos, na estabilidade de cor dos compósitos e tem encontrado que a mesma exerce influência sobre esta propriedade (Buchalla *et al.* 2002, Imazato *et al.*, 1995).

Segundo Vilalta *et al.* (2006), a sorção de água por si não é capaz de alterar a cor da resina composta. Na ausência de pigmentação externa, o manchamento intrínseco pode estar relacionado à influência do método de envelhecimento utilizado sob várias condições físico-químicas, como irradiação visível e ultravioleta, mudança de temperatura e umidade e luz de xenônio (Buchalla *et al.*, 2002; Schulze *et al.*, 2003; Furuse *et al.*, 2008).

No presente estudo utilizou-se o sistema de envelhecimento acelerado o qual simula forças da natureza predizendo a durabilidade relativa dos materiais expostos às intempéries. A chuva e a neblina são simuladas por processo de condensação de água destilada saturada e oxigênio auto gerado pelo sistema. Os efeitos da luz do sol, onde apenas 1% da radiação provoca degradação, são simuladas por uma rede de oito fontes de luz UV-B composto por tubos fluorescentes de 40 watts com emissão concentrada na região ultravioleta B, com radiação concentrada em 280/320nm como na natureza. A temperatura de exposição é automaticamente controlada de acordo com os programas estabelecidos para ciclos UV/condensação. As amostras foram colocadas no aparelho de Sistema Acelerado de Envelhecimento EQ-UV (Equilam, Diadema, SP, Brasil) sob ação de luz UV e de condensação, as quais foram acionadas em ciclos separados repetidos sucessivamente e automaticamente.

Vários métodos foram desenvolvidos para a mensuração da cor, como a espectrofotometria e a colorimetria, o que tornou possível o estudo dos parâmetros relacionados com a estabilidade de cor dos compósitos (UM; RUYER, 1991; Buchalla *et al.*, 2002; PIRES-DE-SOUZA *et al.*, 2007). O espectrofotômetro tem sido amplamente utilizado para mensuração da cor e apresenta melhores resultados quando comparado à avaliação visual. O sistema empregado nesses equipamentos normalmente é baseado no sistema CIELab. Este corresponde a um sistema de coordenadas, onde o valor de L^* é a medida de luminosidade (Samra *et al.*, 2008) de um objeto e é quantificado com uma escala que varia do preto (zero) ao branco (100). O olho humano percebe esta característica de cor mais claramente, uma vez que a quantidade de células responsáveis pelo preto e branco é muito maior que as células responsáveis pela visão colorida. Assim qualquer perda na luminosidade é crítica para a estabilidade de cor e para o sucesso clínico do material (Samra *et al.*, 2008). Os valores de a^* e b^* são medidas de cromaticidade onde a^* designa o eixo

verde-vermelho. Isso significa que quando o valor for negativo mostrará desvio para tonalidade verde e quando for positivo mostrará para o vermelho. O valor b^* corresponde o eixo azul-amarelo e quando este apresentar valor negativo o desvio será no sentido da tonalidade azul e quando for positivo mostrará desvio no sentido amarelo. A diferença de cor é obtida pelo cálculo $\Delta E_{ab}^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$. A resistência aos efeitos do manchamento causado pelas soluções, como chá, café, suco, soluções ácidas, são medidos com um espectrofotômetro e são expressas em unidades de ΔE^* , com os valores mais baixos indicando uma menor coloração (Lepri, 2008). O valor de ΔE^* representa a mudança de cor relativa que um observador poderia relatar para os materiais após imersão nas soluções ou entre diferentes períodos (TOPCU *et al.*, 2009).

Assim, o significado clínico desse resultado está na quantificação da alteração de cor (ΔE) dentro do período avaliado e o quanto pode ser considerado perceptível e aceitável. Apesar das controvérsias existentes na literatura com relação aos valores de aceitação clínica para alteração de cor (ΔE), vários trabalhos mostraram que as restaurações são consideradas clinicamente aceitáveis quando apresentam $\Delta E \leq 3,3$ (UM, RUYTER, 1991; Schulze *et al.*, 2003; Vichi *et al.*, 2004; Janda *et al.*, 2005), valor adotado no presente estudo.

Para o teste de alteração de cor após envelhecimento acelerado utilizou-se nove materiais representantes do grupo de compósitos microhíbridos, compósitos fluídos e cimentos de ionômero de vidro modificados com resina: Natural Look (NL) (DFL), Herculite Classic (HC) (KERR), Filtek Z250 (3M/ESPE), Natural Flow (NF) (DFL), Tetric N-Flow (TNF) (IVOCLAR/VIVADENT), Filtek Z350X-T Flow (3M/ESPE), Vitro Fill LC (VF) (DFL), Vitremer (3M/ESPE) (V) e GC Gold Label 2 LC (GC-2) (GC).

De acordo com as orientações do COUNCIL ON DENTAL MATERIALS, INSTRUMENTS AND EQUIPMENT, a padronização dos procedimentos técnicos, tais como: uso de compósito com a mesma tonalidade de cor, matrizes translúcidas e técnica incremental foram preconizadas com o intuito de evitar interferência de variáveis.

Sabe-se que a percepção de cor está diretamente relacionada com a dispersão da luz. Considerando que a interface entre matriz orgânica e partícula de carga é um dos pontos frágeis do compósito, com alta sensibilidade à sorção de

água (Kalachandra, 1989), pode-se supor que a degradação hidrolítica desta interface pode modificar a maneira pela qual a luz é dispersa pelas partículas (VICHI *et al.*, 2004; PIRES-DE-SOUZA *et al.*, 2007). Diante disso, a estabilidade de cor tem se mostrado diferente, dependendo das partículas de carga presentes no compósito. Resinas compostas de micropartículas apresentam maior alteração de cor, seguidas das microhíbridas e das híbridas (PIRES-DE-SOUZA *et al.*, 2007; Buchalla *et al.*, 2002), pois em compósitos com maior proporção de interface carga-matriz, pode ocorrer a instabilidade hidrolítica do silano existente entre as partículas de carga e a matriz, levando ao decréscimo da luminosidade devido ao armazenamento em água (Buchalla *et al.*, 2002).

Os materiais absorvem água em diferentes graus, dependendo do aspecto molecular e microestrutural, como polaridade da estrutura molecular, grupos hidroxilas pendentes capazes de formar pontes de hidrogênio com a água, grau de ligação cruzada com a matriz do compósito, presença de água residual atraindo moléculas, tipo, dimensão, volume e difusibilidade das partículas de carga, degradando as características do material (Mortier *et al.*, 2004; Mortier *et al.*, 2005; Gerdolle *et al.*, 2008).

Nesse estudo a resina composta Filtek Z-350 XT-Flow (Z-350) foi a que mais sofreu alteração de cor após o envelhecimento acelerado, ($10,47 \pm 7,05$) seguida dos materiais Vitremer (V) ($7,84 \pm 2,24$), Vitro Fill LC (VF) ($7,35 \pm 3,41$), Natural Look/ Flow (NL) ($5,61 \pm 1,92$) e Gold Label 2 (GC) ($4,03 \pm 3,41$) sendo considerados clinicamente inaceitáveis de acordo com $\Delta E \leq 3,3$ (UM, RUYTER, 1991; SCHULZE *et al.*, 2003; Vichi *et al.*, 2004; Janda *et al.*, 2005).

Essas alterações podem ser justificadas pela diferença na matriz resinosa, uma vez que contêm essencialmente vidros cerâmicos como carga. O Bis-GMA é um monômero de alta massa molecular, um éster aromático de um dimetacrilato que, através da polimerização por adição via radical livre, origina um polímero com ligações cruzadas, rígido e insolúvel. Os dois anéis aromáticos presentes na sua estrutura conferem à molécula uma estrutura rígida. Por sua vez, os dois grupos hidroxila, e os dois grupos metacrilatos terminais são determinantes para a polimerização do monômero (Anusavice, K.J. 1998; Bascones, A., *et al.*, 2002; Combe, E.C., *et al.*, 1999; Deb, S. 1998; Vreven, J; Raskin, A., 1997). No entanto, o Bis-GMA apresenta algumas desvantagens. A mais importante é a presença de

grupos hidroxila (OH). Como consequência das ligações intermoleculares do tipo ponte de hidrogênio, esse monômero apresenta viscosidade elevada e tendência à sorção de água.

Os dimetacrilatos de uretana alifáticos (UDMA) foram desenvolvidos inicialmente para produzir monômeros com viscosidades mais baixas. A correlação das propriedades mecânicas com o conteúdo uretana é baseada na ligação cruzada que pode ocorrer na presença de grupos amida (Combe, E.C., et al., 1999; Deb, S., 1998; Galan JR., 1999; Vreven, J.; Raskin, A., 1997). A principal vantagem do dimetacrilato de uretana é a sua menor viscosidade, o que permite a incorporação de uma porcentagem maior de carga inorgânica, sem a adição de diluentes de baixa massa molar. Em contrapartida, os principais defeitos são uma contração de polimerização elevada e uma certa fragilidade (Vreven, J.; Raskin, A., 1997).

Muitos compósitos tiveram a substituição do TEGDMA por uma mistura de UDMA e Bis-EMA (SIDERIDOU et al., 2003). O UDMA e Bis-EMA criam uma rede polimérica mais rígida que o TEGDMA, a qual absorve menos água, porém libera maior quantidade de monômeros não reagidos. Além da liberação de monômeros não reagidos, pode ocorrer a dissolução de partículas de carga (Toledano *et al.*, 2003). Provavelmente, o solvente absorvido pela matriz acumula-se, ao longo do tempo, na interface carga-matriz, levando a perda de união entre ambas ou até mesmo na degradação hidrolítica das partículas de carga (Bagheri *et al.*, 2005). A presença de monômeros não reagidos após a reação de polimerização, como o Bis-GMA e TEGDMA, além de apresentar toxicidade quando imersos em água são capazes de se solubilizarem (Tanaka, 1991).

Outra hipótese é a de que a solubilidade em água leva ao aumento do volume livre no polímero formado e, conseqüentemente, à presença de um maior espaço para as moléculas do solvente se difundirem no interior da rede polimérica. O solvente no interior da matriz pode causar deterioração, assim como da interface matriz-partícula, sendo que esse processo de plastificação da matriz resulta em uma menor estabilidade de cor do compósito (Ferracane et al., 1998).

Uma vez que a interface entre matriz orgânica e partícula de carga é um dos pontos mais frágeis do compósito, com alta sensibilidade à sorção (Kalachandra, 1989), a solução sorvida tende a acumular-se nesta interface (Kalachandra; Wilson, 1992), provocando a perda da união carga-matriz ou a degradação hidrolítica das

partículas (Söderholm 1984; Bagheri et al., 2005). Com isso, especula-se que o amolecimento da matriz resinosa possa ter favorecido o deslocamento das partículas de carga da matriz dessas resinas levando à formação de uma superfície porosa e suscetível ao manchamento (Badra et al., 2005).

7. Conclusão

Pode-se concluir que, para sorção, VC e VF apresentaram os maiores valores, independentemente do meio, o que não ocorreu para o KM que obteve maior valor na presença de água destilada. Para solubilidade apenas o VC apresentou diferença em água destilada. A resina composta Z-350 foi a que mais alterou sua cor após o envelhecimento acelerado.

Referências

- 1) Abdalla AI, García-Godoy F. Bond strengths of resin-modified glass ionomers and polyacid-modified resin composites to dentin. *Am J Dent.* 1997 Dec;10(6):291-4.
- 2) Aguiar FH, Braceiro AT, Ambrosano GM and Lovadino JR. Hardness and diametral tensile strength of a hybrid composite resin polymerized with different modes and immersed in ethanol or distilled water media. *Dent Mater,* 2005; 21:1098-103.
- 3) Aguiar FH, Lazzari CR, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. *Braz Oral Res.* 2005 Oct-Dec;19(4):302-6. Epub 2006 Feb 14.
- 4) Aravamudhan K, Rakowski D, Fan PL. Variation of depth of cure and intensity with distance using LED curing lights. *Dent Mater.* 2006 Nov;22(11):988-94. Epub 2006 Feb 16.
- 5) Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. *J Dent Res.* 2001; 80(6):1570-3.
- 6) Asmussen E. Clinical relevance of Physical, chemical and bonding properties of composite resins. *Operative Dentistry,* 10, 61-73, 1985.
- 7) Asmussen E. Softening of BISGMA-based polymers by ethanol and by organic acids of plaque. *Scand J Dent Res.* 1984; 92(3): 257-61.
- 8) Attin T, Buchalla W, Trett A & Hellwig E. Toothbrushing abrasion of polyacid-modified composites in neutral and acidic buffer solutions. *Journal of Prosthetic Dentistry,* 80 148-150.
- 9) Bagheri R, Burrow MF, Tyas M. Influence of food-simulating solutions and surface finish on susceptibility to staining of aesthetic restorative materials. *J Dent.* 2005 May;33(5):389-98. Epub 2004 Dec 9.

- 10) Bollen CM, Lambrechts P & Quirynen M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: A review of the literature *Dental Materials*, 1997I, 13, 258-269.
- 11) Browning WD, Brackett WW, Gilpatrick RO. Two-year clinical comparison of a microfilled and a hybrid resin-based composite in non-carious Class V lesions. *Oper Dent*. 2000. 25(1):46-50.
- 12) Cattani-Lorente, M.A. et al. Comparative study of the physical properties of a polyacid-modified composite resin and a resin-modified glass ionomer cement. *Dent Mater*, Washington, v.15, n.1, p.21-32, Jan. 1999.
- 13) Ciccone-Nogueira JC, Borsatto MC, de Souza-Zaron WC, Ramos RP, Palma-Dibb RG. Microhardness of composite resins at different depths varying the post-irradiation time. *J Appl Oral Sci*. 2007 Aug;15(4):305-9.
- 14) De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K, Lambrechts P. Four-year water degradation of a resin-modified glass-ionomer adhesive bonded to dentin. *Eur J Oral Sci*. 2004 Feb;112(1):73-83. Erratum in: *Eur J Oral Sci*. 2004 Apr;112(2):205.
- 15) Dunkin RT & Chambers DW. Gingival response to Class V composite resin restorations *Journal of American Dental Association*, 106 482-484.
- 16) Feilzer, A.J. et al. The influence of water sorption on the development of setting shrinkage stress in traditional and resin-modified glass ionomer cements. *Dent Mater*, Washington, v. 11, n.3, p.186-190, May 1995.
- 17) Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater*. 2006; 22(3): 211-22.
- 18) Geurtsen, W. Leyhausen G., Garcia-Godoy, F. Effect of storage media on the fluoride release and surface microhardness of four polyacid-modified composite resins ("compomers"). *Dent Mater*, Washington, v. 15, n.3, p.196-201.
- 19) Gonçalves F, Calheiros FC, Witzel MF, Kawano Y, Braga RR. Effect of photoactivation protocol and radiant exposure on monomer conversion and flexural strength of a resin composite after water and ethanol storage. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2007; 82(1): 89-92.
- 20) Guller AU; Guller E; Yucel AC; Ertas E. Effects of polishing procedures on color stability of composite resins. *J. Appl Oral Sci*. 2009;17(2):108-12
- 21) Hachiya Y, Iwaku M, Hosoda H & Fusayama T. Relation of finish to discoloration of composite resins. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 52, 811-814.
- 22) Horsted-Bindslev P, Knudsen J, Baelum V. Dentin adhesive materials for restoration of cervical erosions. Two- and three-year clinical observations. *Am J Dent*. 1988. Spec No:195-9.
- 23) Janda R, Roulet JF, Latta M, Rüttermann S. Water sorption and solubility of contemporary resin-based filling materials. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2007 Aug;82(2):545-51.
- 24) Jung M; Eichelberger K; Klimek J. surface geometry of four nanofiller and one hybrid composite after One-step and multiple-step Polishing. *Operative Dentistry*, 2007, 32-4, 347-355
- 25) Kakaboura A, Fragouli M, Rahiotis C, Silikas N. Evaluation of surface characteristics of dental composites using profilometry, scanning electron,

- atomic force microscopy and gloss-meter. *J Mater Sci Mater Med*. 2007. 18(1):155-63.
- 26) Lee YK, Kim SH, Powers JM. Changes in translucency of resin composites after storage in salivary esterase. *J Esthet Restor Dent*. 2005. 17(5):293-9.
 - 27) Lee YK, Lim BS, Kim CW. Effect of surface conditions on the color of dental resin composites. *J Biomed Mater Res*. 2002. 63(5):657-63.
 - 28) Lee YK, Lu H, Oguri M, Powers JM. Changes in gloss after simulated generalized wear of composite resins. *J Prosthet Dent* 2005; 94: 370-376.
 - 29) Lopes MB, Costa LA, Consani S, Gonini AJ, Sinhoreti MA. SEM evaluation of marginal sealing on composite restorations using different photoactivation and composite insertion methods. *Indian J Dent Res*. 2009 Oct-Dec;20(4):394-9.
 - 30) Lu H, Roeder LB, Powers JM. Effect of polishing systems on the surface roughness of microhybrid composites. [J Esthet Restor Dent](#). 2003;15(5):297-303.
 - 31) Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, Yiu CK, Carrilho MR. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater*. 2006 Oct;22(10):973-80. Epub 2006 Jan 6.
 - 32) Manhart J, Kunzelmann KH, Chen HY, Hickel R. Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins. *Dent Mater*. 2000; 16(1): 33-40.
 - 33) Martin & Jedyakiewicz. Measurement of water sorption in dental composites. [Biomaterials](#). 1998 Jan-Feb;19(1-3):77-83.
 - 34) Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Assoc*. 2003; 134(10): 1382-9.
 - 35) Momoi Y, Hirosaki K, Kohno A & McCabe JF. In vitro toothbrush-dentifrice abrasion of resin-modified glass ionomers, 1997. *Dental Materials*, 13, 82-88.
 - 36) Pinto JR, Mesquita MF, Henriques GE, de Arruda Nóbilo MA. *J Prosthet Dent*. 2002 Nov;88(5):516-21
 - 37) Polydorou O, Trittler R, Hellwig E, Kümmerer K. Elution of monomers from two conventional dental composite materials. *Dent Mater*. 2007 Dec;23(12):1535-41. Epub 2007 Apr 3.
 - 38) Quirynen, M., Bollen, C.M.L The influence of surface roughness and surface-free energy on supra and subgingival plaque formation in man. *J Clin Periodontol*, Copenhagen, v. 22, n.1, p.1-14, Jan. 1995.
 - 39) Reis AF, Giannini M, Lovadino JR, Ambrosano GM. Effects of various finishing systems on the surface roughness and staining susceptibility of packable composite resins. *Dent Mater* 2003; 19: 12-18.
 - 40) Roulet, J.F., Wälti, C. Influence of oral fluid on composite resin and glass ionomer cement. *J Prosthet Dent*, Saint Louis, v. 52, n. 2, p.182-189, Aug. 1984
 - 41) Schneider LF, Moraes RR, Cavalcante LM, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L, Consani S. Cross-link density evaluation through softening tests: Effect of ethanol concentration. *Dent Mater*. 2008; 24(2): 199-203.
 - 42) Sideridou & Archilias. Elution study of unreacted Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, and Bis-EMA from light-cured dental resins and resin composites using HPLC. [J Biomed Mater Res B Appl Biomater](#). 2005 Jul;74(1):617-26.

- 43) Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2003 Feb;24(4):655-65.
- 44) Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi ECh. Dynamic thermomechanical properties and sorption characteristics of two commercial light cured dental resin composites. *Dent Mater*. 2008 Jun;24(6):737-43. Epub 2007 Sep 21.
- 45) Sidhu, S.K., Sherriff F, M., Watson, T.F. In vivo changes in roughness of resin modified glass ionomer materials. *Dent Mater*, Washington, v. 13, n.3, p. 208-213, May, 1997.
- 46) Silikas N, Kavvadia K, Eliades G, Watts D. Surface characterization of modern resin composites: a multitechnique approach. *Am J Dent*. 2005. 18(2):95-100.
- 47) Söderholm & Richards. Wear resistance of composites: a solved problem? *General Dentistry*, 46, 256-263, 1998.
- 48) Steingerg, D. et al. Effect of salivary biofilm on the adherence of oral bacteria to bleached and non-bleached restorative materials. *Dent Mater*, Washington, v.15, n.1, p.14-20, Jan. 1999.
- 49) Thomé T, Steagall W Jr, Tachibana A, Braga SR, Turbino ML. *J Appl Oral Sci*. 2007 Dec;15(6):486-91.
- 50) Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, Garcia-Godoy F. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials. *J Dent*. 2003 Jan;31(1):43-50.
- 51) Turssi CP, Ferracane JL, Serra MC. Abrasive wear of resin composites as related to finishing and polishing procedures *Dental materials* 2005;21(7):641-48.
- 52) Turssi CP, Ferracane JL, Vogel K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. *Biomaterials* 2005; 26: 4932-4937.
- 53) Van Groeningen, G., Jongebloed, W., Arends, J. Composite degradation in vivo. *Dent Mater*, Washington, v. 2, n.5, p.225-227, Oct. 1986.
- 54) Watanabe T, Miyazaki M, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S. Influence of polishing duration on surface roughness of resin composites *Journal of Oral Science*. 2005;47(1) 21-25.
- 55) Wu W, McKinney JE. Influence of chemicals on wear of dental composites. *J Dent Res*. 1982; 61(10): 1180-3.
- 56) Yap AU, Lim LY, Yang TY, Ali A, Chung SM. Influence of dietary solvents on strength of nanofill and ormocer composites. *Oper Dent*. 2005; 30(1): 129-33.
- 57) Yap AUJ, Tan KB, Bhole S. Comparison of aesthetic properties of tooth-colored restorative materials. *Oper Dent* 1997;22(4):167-72.