



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



Marina dos Santos Faria

**“Efeito do vidro líquido na estabilidade de cor de resinas compostas após
armazenamento em vinho tinto e escovação”**

PIRACICABA
2013



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



Marina dos Santos Faria

**“Efeito do vidro líquido na estabilidade de cor de resinas compostas após
armazenamento em vinho tinto e escovação”**

Trabalho de Conclusão do Curso de
apresentado à Faculdade de Odontologia
de Piracicaba da Universidade Estadual
de Campinas como parte dos requisitos
para conclusão do curso de Graduação
em Odontologia .

Orientador: Prof. Dr. Luís Roberto M. Martins

Piracicaba

2013

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
MARILENE GIRELLO – CRB8/6159 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

Faria, Marina dos Santos, 1992-

F225e Efeito do vidro líquido na estabilidade de cor de
resinas compostas após armazenamento em vinho
tinto e escovação / Marina dos Santos Faria. --
Piracicaba, SP: [s.n.], 2013.

Orientador: Luís Roberto Marcondes Martins.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) –
Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de
Odontologia de Piracicaba.

1. Espectrofotometria. 2. Microscopia eletrônica de
varredura. 3. Corantes. I. Martins, Luís Roberto
Marcondes, 1960- II. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba.
III. Título.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha mãe **Maria Aparecida dos Santos**, ao meu pai, **Ivair Gomes Faria**, ao meu padastro **Luiz Carlos Martins**, aos meus avós maternos **Otávio Pereira dos Santos** e **Eusa Aparecida dos Santos** e as minhas queridas **Mel** e **Polly**.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, à **Deus**, pois sem Ele nada seria possível.

À minha mãe **Maria Aparecida dos Santos Martins**, que dedicou esses quatros anos a minha formação acadêmica e todos os outros ao meu crescimento, amadurecimento, educação e a minha felicidade, me amparando nos momentos mais difíceis, sendo um exemplo de luta e perseverança, fazendo das minhas suas prioridades, sem ela jamais chegaria onde estou hoje. Obrigada por todo amor e carinho que dedicou a mim e por ser essa mãe-pai maravilhosa que só você sabe ser.

Ao meu pai **Ivair Gomes Faria**, que mesmo não estando presente em carne e osso, sua alma sempre me acompanhou e sua paz iluminou os caminhos nos dias mais escuros.

Ao meu padrasto **Luiz Carlos Martins**, pelo apoio, incentivo e carinho dado a mim e a minha mãe nesses anos de convivência.

Aos meus avôs maternos **Otávio Pereira dos Santos** e **Eusa Aparecida Ramos dos Santos** pelo apoio, amor e carinho dados a mim desde criança, e aos bons conselhos que somente o tempo nos ensina.

À toda a **minha família** que de uma forma me apoiou.

À todos **meus amigos** que compartilharam essa caminhada comigo, especialmente a **Amanda, Carol, Daniela, Éloa, Eloisa, Fernanda e Rafaela**. Pois somente eles sabem a verdadeira realidade pela qual passamos, pelos momentos de alegrias e, principalmente, pelos de tristeza, pois sem vocês estes seriam bem piores e as alegrias com menos risos e sorrisos. Obrigada por me aguentarem todos os dias que passamos juntos e espero que venham dias e mais dias.

Ao meu orientador **Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins**, pois sem ele esse trabalho não existiria. E por todo conhecimentos passado nesses anos de ensino e dias de clínica.

À minha **coorientadora Cristiane Rumi Fujiwara Yanikian** que sem ela esse trabalho jamais sairia, a todas suas horas de dedicação e paciência para me ensinar e ajudar.

À todos os **demais professores e professoras** que me ensinaram a ser uma profissional íntegra, honesta e dedicada. Uma cirurgiã – dentista apaixonada pela profissão que escolheu.

Por último, à **Faculdade de Odontologia de Piracicaba** e a **Universidade Estadual de Campinas**, pelo privilégio e orgulho de estudar nessa instituição.

RESUMO

As restaurações em resina composta são susceptíveis à degradação química e mecânica, levando à alterações das características superficiais, como aumento da rugosidade e energia livre total de superfície. A consequência disso é que essas superfícies ficam mais propícias para a impregnação de corantes da dieta. Portanto, o objetivo foi de fazer estudos *in vitro* randomizado e controlado de Nanopool® Liquid Glass (NPLG) como um selante de superfície. O vidro líquido é uma solução de nanopartículas de sílica (SiO_2 NPs) em solventes e é muito usado para impermeabilização e manutenção asséptica de superfícies e possui algumas características como atóxico, hidrofóbico, liofóbico e resistente à abrasão. Foram confeccionados discos de 7mm de diâmetro por 2mm de espessura de três tipos de resina composta (Filtek Z250 XT, Filtek Z350 XT e IPS Empress Direct). Após 24 horas de sua confecção, os espécimes passaram por dois tratamentos: somente polimento (controle) e polimento e aplicação direta de NPLG sobre a resina. Depois disso foram submetidos ao armazenamento experimental em vinho tinto e escovação mecânica simulada. As variáveis resposta estudadas foram alteração de cor (ΔE), a energia livre de superfície (erg/cm^2) e micromorfologia superficial avaliada em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Os testes foram feitos após 24 horas (T_0) da confecção das amostras, 15 (T_1) e 60 (T_2) dias após imersão em vinho tinto e 60 dias após a imersão em vinho somado à escovação mecânica simulada (T_3). Os resultados mostraram que o NPLG reduz significativamente a energia livre de superfície das resinas compostas e reduz a alteração de cor dos compósitos quando comparados aos que não receberam tratamento superficial. O NPLG também facilitou a remoção mecânica de corantes extrínsecos por meio de escovação.

Palavra Chave: Espectrofotometria, microscopia eletrônica de varredura, corantes, degradação química, cor.

ABSTRACT

The composite resin restorations are susceptible to chemical and mechanical degradation, leading to changes in surface characteristics such as roughness and increased total surface free energy. The consequence is that these surfaces are more conducive to dye by dietary colorants. Therefore, the aim of this study was to make randomized and controlled *in vitro* studies of Nanopool® Liquid Glass (NPLG) as a surface sealant. The liquid glass is silica nanoparticles in solution (SiO₂ NPs), and is widely used for waterproofing and maintenance of surfaces aseptic and has some properties such as nontoxic, hydrophobic, lyophobic and abrasion resistant. Discs were made in size of 7mm diameter by 2mm thick by three types of composite resin (Filtek Z250 XT, Filtek Z350 XT and IPS Empress Direct). After 24 hours of this manufacture, the specimens underwent two treatments: polishing only (control) and direct application of polishing and NPLG over the resin. After that, the especimens underwent to experimental storage in red wine and simulated toothbrushing. The studied outcomes were color change (ΔE), the surface free energy (erg/cm²) and surface micromorphology evaluated in Scanning Electron Microscope (SEM). Tests were performed after 24 hours (T0) of the preparation of the samples, 15 (T1) and 60 (T2) days after storage in red wine and 60 days after immersion into wine added to simulated toothbrushing (T3). The results showed that the NPLG reduced significantly the surface free energy of composites and decreases the color change of the composite as compared with that received no surface treatment. The NPLG also facilitated the removal of extrinsic colorants by brushing.

Keywords: Spectrophotometry, microscopy, coloring agents, chemical degradation, color.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	3
2.1 Armazenamento em vinho tinto.....	3
2.2 Armazenamento experimental associado ao desgaste mecânico.....	4
3 PROPOSIÇÃO	7
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	8
4.1 Delineamento experimental.....	8
4.2 Confecção dos corpos de prova e grupos experimentais.....	9
4.3 Leitura de cor.....	12
4.4 Análise da energia livre de superfície.....	13
4.5 Armazenamento experimental e escovação mecânica simulada.....	14
4.6 Avaliação em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	16
5 RESULTADOS.....	18
5.1 Alteração de cor (ΔE).....	18
5.2 Energia livre total de superfície.....	19
5.3 Micromorfologia superficial	21
6 DISCUSSÃO	24
7 CONCLUSÃO	27
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	28

1. Introdução

As resinas compostas apresentaram indicação para restauração de dentes anteriores e também posteriores aumentado consideravelmente nos últimos anos por causa do avanço em sua formulação e simplificação na técnica de união aos tecidos dentais. Além disso, a sua fácil aplicação, mimetização de cor e algumas propriedades mecânicas do dente e relativo baixo custo contribuíram também para o aumento de sua popularidade.(1)(2) Porém, o seu sucesso clínico está diretamente relacionado a fatores como a sua biodegradação em ambiente oral.(3)(4)

Estudos mostram que a dinâmica físico-química da cavidade oral provoca degradação de materiais poliméricos,(3)(5) levando-os à perda de propriedades mecânicas e de superfície, favorecendo a impregnação de compostos orgânicos como corantes. Isto tem relação com a composição do material, cada tipo de solução age preferencialmente num componente da resina composta.(6)(7) Soluções alcoólicas agem principalmente na matriz orgânica(8)(6) e partículas de carga sofrem lixiviação pela água ou danos com ácidos fracos presentes na cavidade bucal.(1) Portanto, o tipo de solução ao qual a resina será exposta pode influenciar na sua resposta química.

Um dos principais motivos para a substituição das restaurações estéticas a base de resinas compostas é a alteração de cor, no corpo ou na margem destas.(9)(10) As causas de alteração de cor podem ser decorrentes de fatores intrínsecos, inerentes à composição da resina composta e seu grau de conversão. (2)(11)(12) ou por fatores extrínsecos, associados à ingestão de alimentos e bebidas que contenham corantes que impregnam no compósito por absorção ou adsorção.(2)(11)(13) Pesquisas mostraram que quando as resinas compostas são adequadamente polimerizadas, a alteração de cor intrínseca se torna imperceptível clinicamente,(13) porém, alterações de cor expressivas são observadas quando o material é exposto aos corantes presentes na dieta(2)(8)(14), principalmente quando a resina não é adequadamente polimerizada.(15)(16) Sugere-se, portanto, que fatores extrínsecos são mais relevantes para alteração de cor de restaurações em

resina composta, desafiando clínicos e pesquisadores a desenvolverem materiais dentários que melhorem ou mantenham a cor das restaurações.

Os selantes de superfície foram desenvolvidos para manutenção da superfície de restaurações de resina e por se tratarem de produtos a base de monômeros de baixo peso molecular, têm a capacidade de minimizar microfendas nas margens da restauração e preencher defeitos da resina composta promovendo uma superfície mais uniforme.(17)(18) Porém, outros estudos mostram a ineficiência desses produtos em longo prazo quanto à sua capacidade de selar completamente as margens da restauração e de sua resistência ao desgaste ou abrasão.(19)(20) Isto se deve ao fato desses produtos não apresentarem partículas de carga, e a matriz orgânica é mais susceptível à degradação e variação de cor do que a própria resina particulada. (21)(22) Por este motivo, é desejável que um selante de superfície com maior resistência ao desgaste e menor susceptibilidade à alteração de cor seja desenvolvido.

O Nanopool Liquid Glass® (NPLG) é um produto patenteado pela empresa alemã Nanopool®, GmbH Schwalbach e é composto por dióxido de silício ou sílica (SiO_2) nanoparticulada em solventes. Sua utilização envolve a impermeabilização de superfícies em geral, reduzindo a energia livre total das superfícies, evitando permeabilidade de compostos orgânicos. De acordo com o fabricante suas características são: fácil de limpar, protege contra agressões do ambiente, protege contra abrasão, hidrofóbico, liofóbico, atóxico, protege contra corrosão e é antimicrobiano.⁴³ E este estudo demonstrou que o NPLG forma uma película microscópica por meio de interações químicas e reduz significativamente a energia livre de superfície da resina composta, isto quer dizer que a superfície fica menos reativa a compostos orgânicos como o biofilme bacteriano ou corantes da dieta. Portanto, há aplicabilidade deste produto na Odontologia, comprovado por meio de testes laboratoriais.

2.Revisão de Literatura

2.1 Armazenamento em vinho tinto

TOPCU et al. (2009) (23) estudaram os efeitos da saliva artificial, suco de limão, café (sem açúcar), coca cola, suco de cereja azedo, suco de cenoura fresco e vinho tinto em resinas compostas comumente usados em Odontologia Restauradora. A cor inicial de quatro tipos de resinas compostas (Filtek Z 250, Filtek Supreme, Quadrant e Charisma) de cor A2 foi medida e após um dia de imersão em oito diferentes soluções nova tomada de cor foi realizada. As medições de cor foram obtidos usando um espectrofotometro XL-20 Trismus e as diferenças de cor (ΔE) foram estimadas. Para os quatro materiais restauradores testados, os valores mais baixos de ΔE foram observados na saliva artificial, enquanto os valores mais altos foram no grupo de vinho tinto. Ao comparar os quatro diferentes materiais restauradores, Filtek Supreme apresentou a menor mudança de cor enquanto Filtek Z250 foi o menos estável. Portanto, a composição das resinas compostas odontológicas e diferentes soluções com corantes podem afetar a estabilidade da cor. Depois de imersão durante 24 horas, todos os materiais apresentaram alterações de cor visíveis. A solução de vinho tinto foi a que mais alterou ΔE e Filtek Supreme foi o que mais incorporou corantes, devido ao tamanho de suas partículas.

CATELAN et al. (2010) (11) estudaram que a alteração de cor de materiais à base de resina é uma das razões mais comuns para substituição de restaurações estéticas. A finalidade desse estudo foi a influência do selante de superfície (BisCover) sobre a estabilidade de cor de resinas compostas nanoparticulada (Supreme XT) e microhíbrida (Vit-l-escence e Opallis) após o envelhecimento artificial. Foram usadas 100 amostras em formato de disco (6 x 1,5 mm) para cada composto. Após 24 horas todas as amostras foram devidamente polidas e o selante de superfície foi aplicados em 50 amostras de cada resina. A cor inicial foi medida utilizando um espectrofotometro de reflexão. Dez espécimes de cada grupo foram envelhecidos durante 252 h em radiação ultravioleta (UV) na câmara de

envelhecimento acelerado ou imerso durante 4 semanas em refrigerante de cola, suco de laranja, vinho tinto ou água destilada (controle). Os resultados mostraram alterações significativas na cor após envelhecimento artificial em todos os grupos ($p < 0,05$). Independente do grupo estudado, o vinho tinto resultou no maior nível de descoloração. Os valores intermediários foram encontrados para suco de laranja, envelhecimento acelerado com radiação ultravioleta (UV), e o refrigerante de cola. Foram encontrados os menores valores de ΔE para os espécimes armazenados em água destilada. Portanto, todas as resinas compostas apresentaram alguma alteração de cor após os métodos de envelhecimento. O selante de superfície não alterou a estabilidade da cor dos materiais testados.

FALKENSAMMER et al. (2013) (24) avaliou o impacto das soluções de diferentes soluções de armazenamento sobre a estabilidade de cor de diferentes materiais a base de resina composta. Espécimes de diferentes tipos materiais a base de resina composta foram confeccionados (cimento resinoso auto-adesivo de polimerização dual, resina composta autopolimerizável, resina composta dual, resina composta nonohíbrida e resina composta micrihíbrida). Então, foram levados ao armazenamento a 37 °C por 4 semanas nas soluções: vinho tinto, chá preto, clorexidina, fluoreto de sódio, óleo orgânico e água destilada. Os parâmetros de cor foram expressos por ΔE , ΔL , Δa e Δb . O vinho tinto causou a descoloração mais intensa, seguido de chá preto. Os antissépticos bucais (clorexidina e fluoreto de sódio) causaram alteração de cor inferior ao inaceitável clinicamente ($\Delta E > 5,5$). Dentre as resinas compostas, a de polimerização dual foi a que mais apresentou mudança de cor. As conclusões foram que materiais restauradores a base de resina composta são influenciadas, quanto a estabilidade de cor, pelas diferentes soluções que podem estar presentes na cavidade oral, principalmente se associada ao tempo de uso desses produtos. A composição da resina composta e sua forma de polimerização também parece ter influência na impregnação de corantes.

2.2 Armazenamento experimental associado ao desgaste mecânico

ZIRMMERLI et al. (2012)(20) Avaliaram o desempenho de selantes e polimento de superfície convencional após procedimentos de envelhecimento. Oitenta restaurações circulares de resina composta foram realizada em molares humanos extraídos. Depois da padronização da rugosidade, as restaurações foram ou selada com um dos três selantes de superfície escolhidos (Lasting Touch (LT), BisCover LV (BC), G-Coat Plus (GP) ou um adesivo dentinário Heliobond (HB)) ou foram polidas manualmente com polidores de silicone (MP) (n = 16). A rugosidade média (Ra) e parâmetros colorimétricos (CP) foram avaliados. Os espécimes passaram por um processo de envelhecimento artificial por ciclagem térmica, procedimentos de coloração (café) e abrasão (escovação). Após cada etapa de envelhecimento, Ra e CP foram medidas novamente. Os menores valores de rugosidade média foram alcançados com HB. BC e GP resultaram em valores de rugosidade média abaixo de 0,2 mm (limiar clinicamente relevantes), enquanto LT e MP, por vezes, conduziram os maiores valores de rugosidade média. LT demonstraram uma significativa descoloração após a primeira coloração com café, mas isso foi normalizado em relação aos os outros grupos após a escovação. As diferenças entre as medições e grupos de teste para Ra e CP foram estatisticamente significativas. No entanto, a última diferença de cor não mostrou diferença estatística entre os cinco grupos. Portanto, selantes de superfície e adesivos de dentina têm o potencial para reduzir a rugosidade da superfície, mas tendem a se destacar ao longo do tempo.

LEPRI & PALMA-DIBB (2012)(25) avaliaram a influência de bebidas e da escovação sobre a rugosidade superficial e a mudança de cor (ΔE) de uma resina composta. Para o estudo, 120 discos (10 mm x 2 mm) de resina composta (Filtek-Z250) foram preparados e polidos. A rugosidade superficial e a cor iniciais foram medidos através do rugosímetro e de espectrofotometro. As amostras foram divididas em quatro grupos: vinho tinto, refrigerante, aguardente de cana-de-açúcar e saliva artificial (controle) e três subgrupos (sem escovação, com escovação com dentífrício Colgate e com escovação com dentífrício Close-Up. As amostras foram imersas nas determinadas soluções 5 vezes por dia durante 5 segundos ao longo de 30 (trinta) dias. Além disso foi feito desgaste experimental dos dois subgrupos com

120 ciclos por dia. Os resultados foram encontrados através da mensuração de cor em 15 dias e 30 dias e depois de as amostras serem repolidas. Já a rugosidade superficial foi medida somente depois de 30 dias. Os valores da alteração de cor foram estatisticamente diferentes após a imersão nas soluções ($p < 0,05$). O vinho tinto foi a bebida que promoveu maior ΔE , seguido pelo refrigerante que apresentou o mesmo valor de alteração de cor que a aguardente e por último foi a saliva artificial. Em 30 dias, as amostras apresentaram alteração de cor maior que em 15 dias, após o repolimento a alteração de cor mostrou-se semelhante ao 15º dia. Bebidas e escovação influenciam negativamente a rugosidade superficial, independente do tempo. Portanto, bebidas e escovação influenciam diretamente na alteração de cor e na rugosidade superficial.

REN et al. (2012) (2) propuseram um modelo de armazenamento experimental em bebidas corantes por meio de termociclagem, para reproduzir as diferenças térmicas do ambiente oral. Foram estudadas 3 tipos de resina composta (Filtek Supreme Ultra, TPH3 e Renamel), em que 16 discos (10 x 1,3 mm) para cada uma delas foram confeccionados. Medidas iniciais de cor (base para cálculo de ΔE) foram tomadas e, então, essas amostras foram submetidas a ciclagem térmica em diferentes soluções: café (55 °C / pH 5,2) e mistura de fria de chá e suco de fruta (5 °C / pH 3,6). Foram feitos mil ciclos com intervalos de 30 segundos em cada solução e depois disso uma segunda mensuração de cor foi feita. Após a primeira ciclagem, as amostras foram vigorosamente escovadas por 3 minutos e tomada mais uma vez as medidas de cor. Uma segunda ciclagem térmica nas soluções corantes foi realizada e medida a cor. Por último mais um ciclo de escovação feito e tomada a medida de cor. Os resultados mostraram que Filtek Supreme Ultra teve maior alteração de cor, seguido de TPH3 e por fim o Renamel. Após a escovação, TPH3 e Renamel obtiveram valores de ΔE semelhantes aos iniciais, o que não ocorreu com Supreme Ultra. A segunda ciclagem térmica causou significativa alteração de cor no Supreme Ultra a ponto de não ser removida com escovação. Portanto, TPH3 e Renamel apresentaram estabilidade de cor superior ao Supreme Ultra.

3. Proposição

A proposta deste projeto foi de avaliar por meio de estudos randomizados e controlados *in vitro* da ação do Nanopool Liquid Glass® sobre as resinas compostas, utilizando-o como um selante de superfície. Para isso, testou-se os parâmetros de variação de cor (ΔE) e micromorfologia superficial em microscopia eletrônica de varredura (MEV). Também foi mensurada a energia livre de superfície (erg/cm^2) das resinas compostas antes e depois do armazenamento e escovação, para mensurar a degradação química e mecânica do NPLG. As variáveis independentes foram: aplicação de NPLG, composição da resina composta, tempo de exposição ao vinho tinto e escovação mecânica simulada. E as hipóteses testadas foram: 1) O NPLG evita a alteração de cor de compósitos submetidos ao armazenamento experimental em vinho tinto e escovação mecânica simulada; 2) O NPLG reduz a energia livre se superfície dos compósitos; 3) O NPLG preserva a micromorfologia superficial do compósito após escovação mecânica simulada.

4. Materiais e métodos

4.1 Delineamento experimental

O estudo foi experimental randomizado e controlado em paralelo de medidas repetidas. Foram estudadas 3 tipos de resinas compostas descritas na Tabela1, classificadas de acordo com suas partículas de carga: microhíbrida, nanoparticulada e nanohíbrida. Todas elas são da cor A2 para esmalte. A avaliação do efeito do NPLG foi feito logo após a confecção do corpo de prova (T_0), após 15 dias de armazenamento em vinho tinto (T_1), após 60 dias de armazenamento em vinho (T_2), e após 60 dias de armazenamento em vinho associado a escovação mecânica dos espécimes (T_3). O esquema do trabalho está descrito na Figura1.

Tabela1. Descrição dos materiais a serem utilizados neste estudo, de acordo com o fabricante.

<i>Material</i>	<i>Composição química</i>	<i>Nome comercial e fabricante</i>	<i>Lote/Validade</i>
Resina Composta	BisGMA, BisEMA e UDMA, Partículas: sílica/zircônia, Fotoiniciador	Filtek Z250XT / 3M ESPE St Paul, MN, USA	N396501BR Maio/2015 
Resina Composta	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA e TEGDMA Partículas: sílica/zircônia Fotoiniciador	Filtek Z350XT / 3M ESPE St Paul, MN, USA	N402839BR Maio/2015 
Resina Composta	Bis-GMA, UDMA Partículas: vidro de bário, trifluoreto de itérbio, copolímero, óxidos mistos Fotoiniciador	IPS Empress Direct / Ivoclar Vivadent Schaan, Liechtenstein.	R67351 Maio/2016 
Vidro Líquido	SiO ₂	Nanopool Liquid Glass / Nanopool GmbH Schwalbach, Germany	Manipulação laboratorial

BisGMA: Bisfenol A glicidil metacrilato; BisEMA: Bisfenol A etoxilato de dimetacrilato; UDMA: Uretano dimetil dimetacrilato; TEGDMA: Trietilenoglicol dimetacrilato.

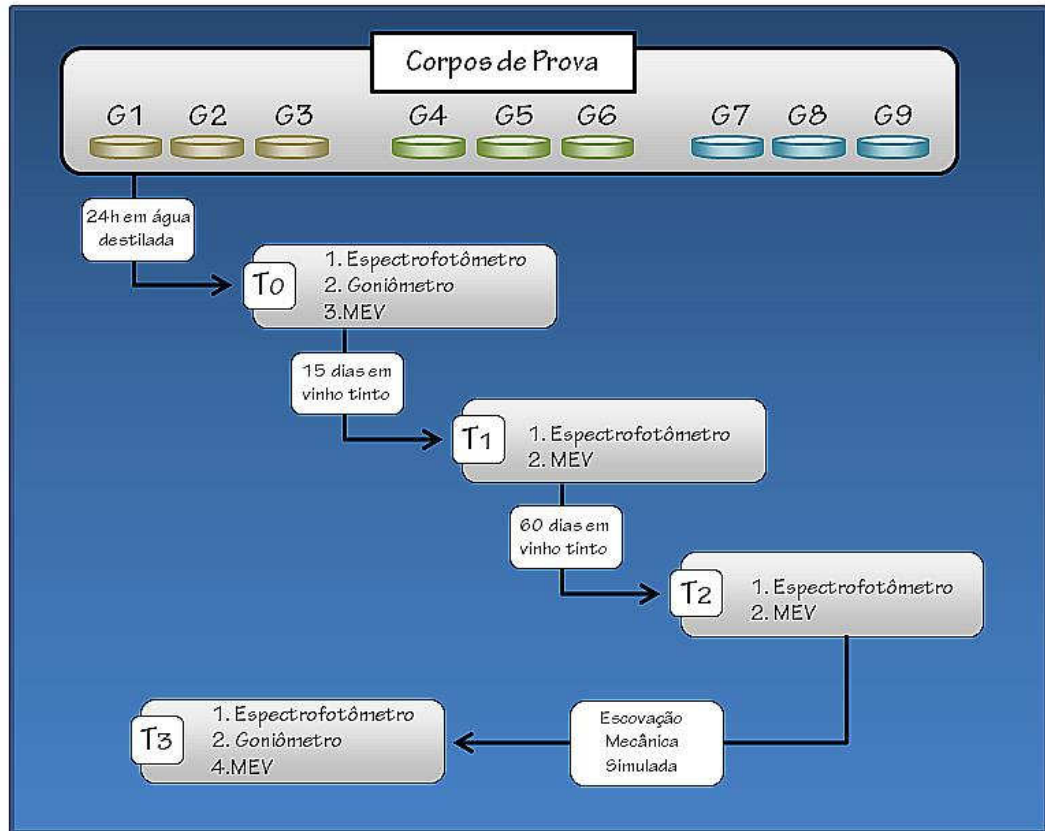


Figura 1. Esquema representando o delineamento experimental. Os fatores a serem estudados estão ordenados em cada tempo (T), em que: T₀: após 24h em água destilada; T₁: após 15 dias em vinho tinto; T₂: após 90 dias em vinho tinto; T₃: após 180 dias em vinho tinto; e T₄: após 180 dias em vinho tinto somado a 7.500 ciclos de escovação mecânica simulada.

4.2 Confeção dos corpos de prova e grupos experimentais

Uma matriz de silicone de adição (Express XT, 3M ESPE) foi confeccionada a partir da matriz de teflon utilizada para mensuração de cor no espectrofotômetro. A partir desta matriz, discos de resina com tamanho de 7mm de diâmetro por 2mm de espessura foi confeccionado. Primeiro um incremento de mais ou menos 1mm foi inserido na matriz de silicone, protegido por uma tira de poliéster e fotopolimerizado por 20 segundos. Depois disso, outro incremento de aproximadamente 1mm foi inserido, protegido por uma tira de poliéster e fotopolimerizado por mais 20 segundos(Figura2). O fotopolimerizador utilizado foi o Optilux 501 (Kerr Corp.,

Orange, CA, EUA) a uma irradiância de 600mW/cm^2 . Como o aparelho utiliza luz halógena, sua potência foi verificada periodicamente por meio de um radiômetro acoplado ao aparelho.

As faces inferiores das amostras foram marcadas para que a leitura de cor fosse realizada somente na face superior dela. Então, foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h, para a completa polimerização da resina e subsequente polimento.

O polimento foi feito com discos a base de SiC, em politriz horizontal (modelo APL-4; Arotec, SP, Brasil), seguindo a gradação de 800 para 1000 e por último a 2000 (CARBIMET Paper Discs; Buehler, IL, EUA). Depois disso, passaram por discos de feltro na ordem: feltro marrom com pasta de granulação $3\mu\text{m}$, feltro verde com pasta de granulação $1\frac{1}{2}\mu\text{m}$, feltro azul com pasta de granulação $\frac{1}{4}\mu\text{m}$ e feltro azul sem pasta. A cada troca de lixa ou de feltro realizou-se a lavagem ultrassônica com água destilada por 15 minutos. Depois do uso do último disco de feltro, uma lavagem ultrassônica de 30 minutos foi feita, com troca de água a cada 10 minutos. Após este processo os espécimes ficaram com o aspecto liso e brilhante (Figura3). Dessa maneira, obteve-se 108 corpos de prova, sendo 36 de cada tipo de resina composta.



Figura2. Confecção dos corpos de prova



Figura3. Confeção dos corpos de prova

As amostras foram divididos em 6 grupos, sendo 3 controle e 3 experimentais:

- G1: resina Filtek Z250XT sem tratamento de superfície (controle);
- G2: resina Filtek Z350XT sem tratamento de superfície (controle);
- G3: resina IPS Empress Direct sem tratamento (controle);
- G4: resina composta Filtek Z250XT tratado com NPLG;
- G5: resina composta Filtek Z350XT tratado com NPLG;
- G6: resina IPS Empress Direct tratado com NPLG;

Os discos de resina do grupo experimental foram tratados da seguinte forma: 1) imersão em NPLG por 1 minuto; 2) leve agitação para remoção do excesso; 3) secagem na posição vertical por 10 minutos em temperatura ambiente (25°C).

Cada grupo conteve 18 amostras, sendo que 10 fizeram parte das amostras experimentais e 8 foram aleatoriamente selecionados para representar o grupo na análise de MEV, sendo 2 corpos de prova por tempo (T_0 a T_3). Cada espécime foi isolado e identificado em eppendorfs (Axygen Scientific ; Axxygen, CA, EUA) e mantido por 24 horas em água destilada na estufa a 37°C (Figura4).



Figura4. Divisão dos grupos e identificação das amostras.

4.3 Leitura de cor

Para a leitura de cor, cada espécime foi cuidadosamente seco e posicionado em porta-amostra de teflon. A avaliação da cor foi realizada com espectrofotômetro de refletância Konica MinoltaCM 700d (Minolta Co. Ltd, Tóquio, Japão), em ambiente de luz padronizado pela Cabine de luz (GTI MiniMatcher MM 1 GTI Graphic Technology Inc., Newburg, NY, EUA). O espectrofotômetro foi previamente calibrado de acordo com as instruções do fabricante a cada sessão de leitura de cor. Também foi padronizado em Small Area View (SAV), isto é, a área de leitura será de 3 mm e a de iluminação de 6 mm. A mensuração foi realizada dentro da cabine de luz na opção luz do dia, com o espécime posicionado no porta-amostra com a superfície sem marcação para cima e com o perfeito acoplamento da ponta de leitura do espectrofotômetro ao porta-amostra, evitando entrada de luz externa(Figura5).

Os valores obtidos foram posteriormente exportados para software específico 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. 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. A leitura de cor foi realizada em T_0 , T_1 , T_2 e T_3 .



Figura5. Utilização do espectrofotômetro.

4.4 Análise da energia livre de superfície

Antes da mensuração de energia livre de superfície, as amostras foram limpas com lavagem com água e sabão neutro, seguido de lavagem ultrassônica com solução 1:1 de etanol e água destilada, por 10 minutos. Após a limpeza da superfície, três líquidos de polaridade distintas (Bromonaftaleno 96%, Formamida 99,5% e água destilada) foram usadas para mensuração do ângulo de contato e posterior cálculo da energia livre de superfície. Uma gota séssil de 15 μL foi depositada sobre o espécime e o ângulo formado entre ele e a gota mensurado por meio de um goniômetro (Ramé-Hart 500, Ramé-hart Instrument co., NJ, EUA)(Figura6). Este procedimento foi repetido 3 vezes para cada tipo de líquido. Então, os resultados obtidos foram inseridos num software Ramé-hart DROPimage Standard (Ramé-hart Instrument co., NJ, EUA)(Figura6), para o cálculo da energia livre de superfície e componentes polar e dispersivo. Estas medidas foram tomadas em T_0 e em T_4 para avaliar o grau de degradação química e mecânica do NPLG.

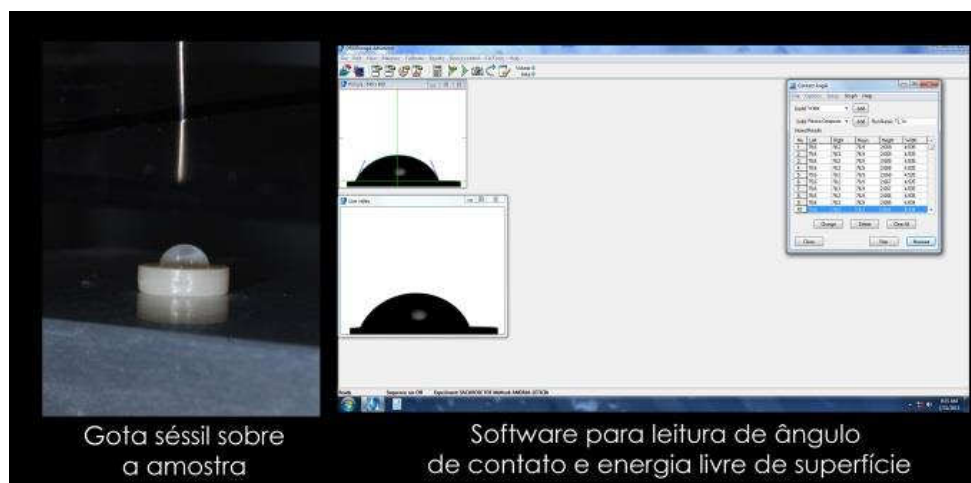


Figura6. Mensuração de energia livre de superfície

4.5 Armazenamento experimental e escovação mecânica simulada

O armazenamento experimental visa simular o efeito dos corantes da dieta sobre a resina composta, portanto, a solução de escolha foi o vinho tinto, pois possui baixo pH, alta concentração de corantes e certa quantidade de álcool, como descrito na Tabela2. Assim, o vinho simulou o desafio ácido e alcoólico sobre os componentes da resina e os corantes promoveram o manchamento extrínseco. Para o estudo, as amostras foram imersas em aproximadamente 1,5 ml de vinho tinto e mantidas na estufa a 37°C (Figura7). O líquido foi trocado todos os dias, sendo que antes de cada troca seu pH foi medido num pHmetro (Orion 420). O prazo de validade de e período próprio para o consumo da bebida foi respeitado neste trabalho.

Tabela2. Descrição da solução a ser utilizado neste estudo, de acordo com o fabricante.

Solução	pH	Composição	Marca comercial/fabricante
Vinho tinto	3,48	água, álcool 14%, ácidos tartárico 5,5 e 8,5g/l., ácidos graxos, glicerina, açúcar, aminoácidos, carboidratos, mono terpenos, aldeídos e ésteres.	Trapiche Syha, Industria Argentina



Figura7. Amostra imersa em vinho tinto

Após o armazenamento por 60 dias em T_3 , os corpos de prova passaram por mensuração de cor e depois foram submetidos ao teste de escovação mecânica simulada (T_4). Foi utilizado a máquina de simulação de escovação (Equilabor, Piracicaba, SP, Brasil) (Figura8), ao qual foram acopladas escovas dentais com cerdas macias de náilon (Colgate Classic, São Paulo, SP, Brasil). Cada amostra passou por 7.500 ciclos de escovação com uma carga de 200g, imersas em solução 1:2 de dentifrício (Colgate Máxima Proteção de Cáries, São Paulo, SP, Brasil) e água destilada. Após este processo, os espécimes foram lavados por 30 segundos em spray de água e a cor mensurada novamente.

Uma lavagem com água e sabão neutro e banho ultrassônico com solução 1:1 de água e etanol por 30 minutos foi feito antes da última mensuração da energia livre de superfície, como descrito no item 4.4. Este parâmetro permitiu a mensuração da degradação química e mecânica das resinas compostas.

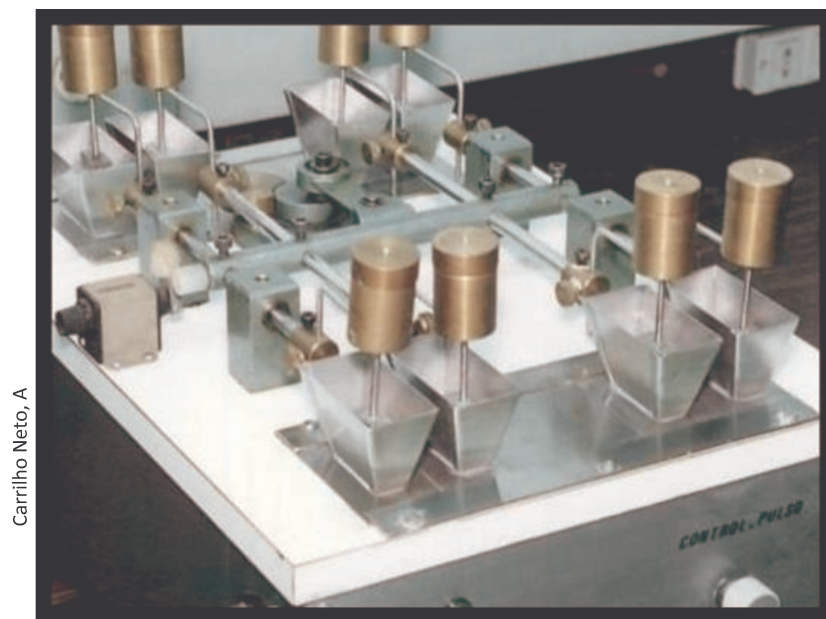


Figura8. Simulador de escovação.

4.6 Avaliação em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A micromorfologia das superfícies foi avaliada em MEV, para obter informações reais da degradação química e mecânica. As amostras separadas para avaliação em MEV, após passarem pelo período de armazenamento ou escovação mecânica simulada, foram limpas em ultrassom com água destilada por 30 minutos, trocando-se a água a cada 10 minutos, para completa remoção dos resíduos do vinho tinto ou dentífrico. Então, ficaram por 24 horas em estufa a 37°C para secagem e foram montadas em stubs metálicos com fita de carbono e recobertos com ouro. Os stubs montados foram avaliados em MEV (JSM 5600LV – Jeol Inc., Peabody, MA, EUA) (Figura9) com aumento de 1000x, operando a 15kV.



Figura9. Microscopia eletrônica de varredura

5. Resultados

5.1 Alteração de cor (ΔE)

Tabela3. Médias de ΔE e desvio padrão após métodos de envelhecimento

	T1			T2			T3		
G1	5,21 ($\pm 1,16$)	Aa		10,03 ($\pm 1,93$)	Bb		8,61 ($\pm 3,12$)	Aa	
G2	9,06 ($\pm 1,10$)	Aa		11,57 ($\pm 0,94$)	Bb		9,82 ($\pm 1,39$)	Aa	
G3	11,97 ($\pm 1,01$)	Bb		16,94 ($\pm 1,20$)	Bc		12,67 ($\pm 3,56$)	Bb	
G4	3,81 ($\pm 0,90$)	Aa		6,78 ($\pm 1,21$)	Aa		5,50 ($\pm 2,42$)	Aa	
G5	8,90 ($\pm 1,05$)	Aa		16,65 ($\pm 2,11$)	Bc		10,46 ($\pm 1,99$)	Bb	
G6	6,30 ($\pm 0,97$)	Aa		11,48 ($\pm 0,75$)	Ab		9,90 ($\pm 1,25$)	Aa	

Letras maiúsculas representam colunas e minúsculas representam linhas.

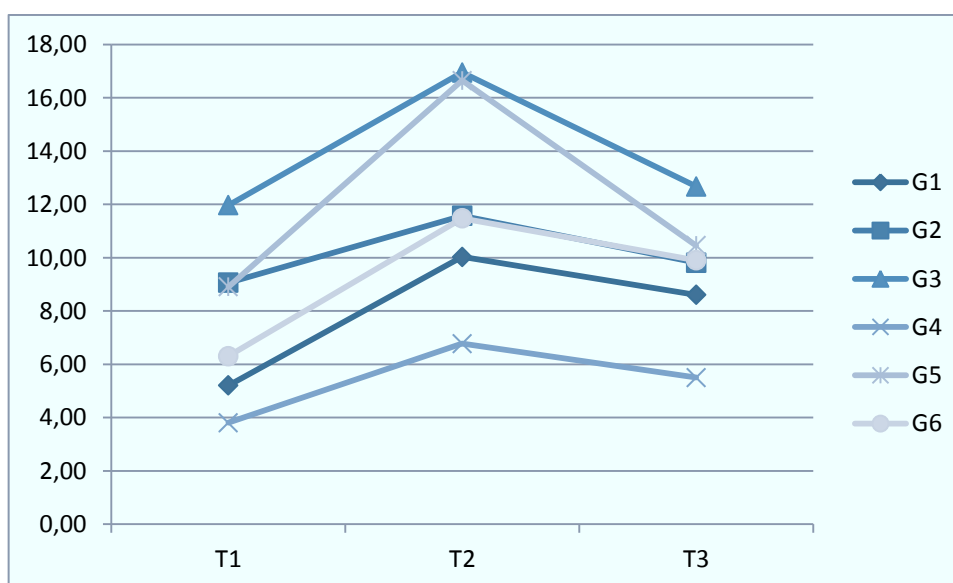


Figura10. Gráfico dos valores de ΔE nos diferentes tempos

Após a aplicação dos testes ANOVA fatorial 2x3 e teste de Tukey, vemos houve diferenças entre os grupos tratados e os grupos não tratados com NPLG ($p < 0,05$). A diferença se encontra principalmente no grupo de Empress Direct em

todos os tempos experimentais e em Filtek Z250 XT em T₂, indicado pelas letras maiúsculas colunas). Quanto ao Filtek Z350 XT, houve maiores valores de alteração de cor e não houve diferença entre a resina tratada e não tratada com NPLG.

O mesmo teste mostrou que o tempo experimental também foi relevante na alteração de cor ($p < 0,05$) que está indicado pelas letras minúsculas (linhas). Podemos observar que as maiores alterações de cor ocorreram após 60 dias de exposição ao vinho tinto. Os grupos de Filtek Z250 XT e IPS Empress Direct tratados com NPLG foram os que apresentaram menor alteração de cor ao longo do tempo. O grupo de Filtek Z350 XT com tratamento apresentou alteração de cor superior ao seu grupo controle. A escovação mecânica reduziu os valores de ΔE em todos os grupos estudados, seja experimental ou controle, porém, os grupos de Filtek Z250 XT e IPS Empress Direct com aplicação de NPLG foram os que obtiveram valores mais baixos após este processo. Em todos os tempos o grupo de Filtek Z250 XT

5.2 Energia livre total de superfície

Tabela4. Médias de energia livre total (mN/cm^2) e desvio padrão de resinas compostas com e sem NPLG

Tipo de Resina	Tipo de Tratamento			
	Sem NPLG		Com NPLG	
Filtek Z250XT	23,47 ($\pm 2,2$)	Aa	19,65 ($\pm 0,98$)	Ab
Filtek Z350XT	25,2 ($\pm 2,57$)	Aa	19,35 ($\pm 2,1$)	Ab
IPS Empress Direct	27,47 ($\pm 2,07$)	Aa	19,16 ($\pm 0,89$)	Ab

Letras maiúsculas representam colunas e minúsculas representam linhas.

Foi aplicado os testes estatísticos ANOVA fatorial 2x2 e teste de Tukey. Os resultados mostraram que houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos que receberam NPLG e os grupos controle que não foram tratados com NPLG ($p=0,048$), indicada pelas letras minúsculas que diferem entre si quando se trata do tipo de tratamento (linhas).

Os mesmos testes mostraram que a composição da resina composta não influenciou na resposta ao tratamento ($p<0,05$), indicado pelas letras maiúsculas que não diferem entre si quando se trata do tipo de resina composta utilizada (linhas). As análises também mostraram que não houve interação entre o tratamento e tipo de resina ($p>0,05$). Portanto, independente do tipo de resina composta utilizada, o NPLG foi efetivo na redução de energia livre superficial.

Tabela5. Médias de energia livre total (mN/cm^2) e desvio padrão após meios de envelhecimento

	<i>T0</i>			<i>T3</i>		
G1	23,47 ($\pm 2,2$)	Ba		29,98 ($\pm 4,34$)	Cb	
G2	25,2 ($\pm 2,57$)	Ba		29,02 ($\pm 3,81$)	Cb	
G3	27,47 ($\pm 2,07$)	Ba		33,9 ($\pm 5,83$)	Cb	
G4	19,65 ($\pm 0,98$)	Ac		28,6 ($\pm 4,51$)	Ba	
G5	19,35 ($\pm 2,1$)	Ac		26,63 ($\pm 4,18$)	Ba	
G6	19,16 ($\pm 0,89$)	Ac		31,08 ($\pm 2,91$)	Cb	

Letras maiúsculas representam colunas e minúsculas representam linhas.

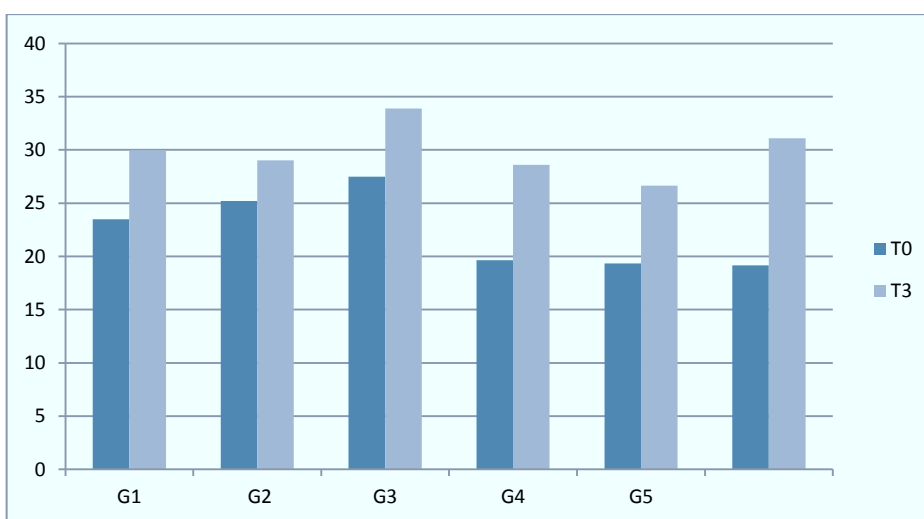


Figura10. Gráfico dos valores de energia livre total nos diferentes tempos

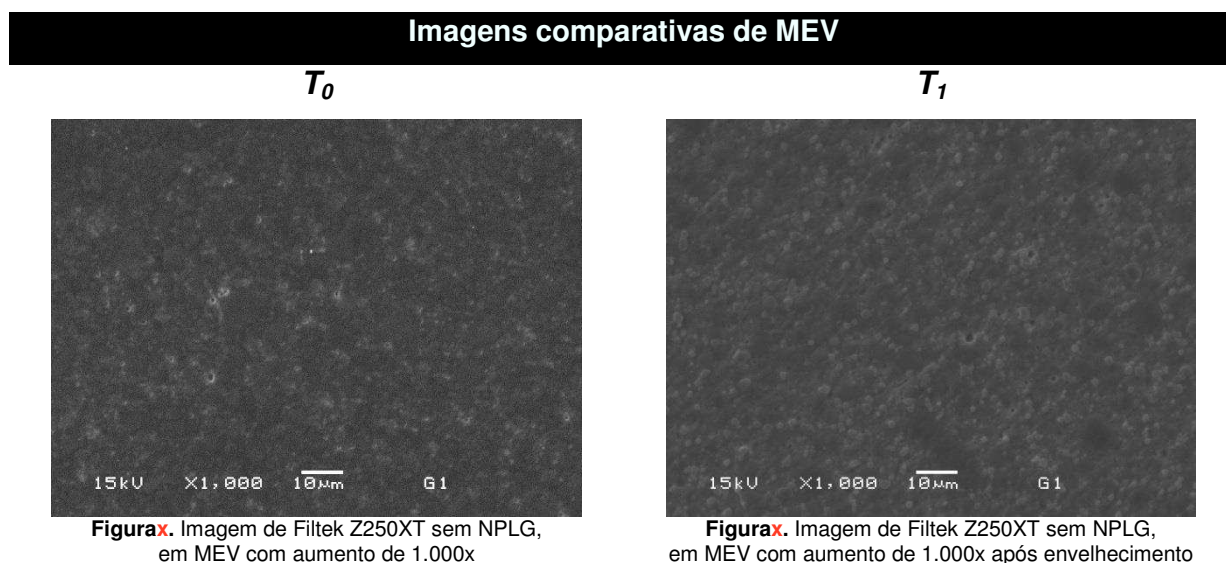
Os testes ANOVA fatorial 2x2 e o teste de Tukey foram utilizados para determinar se houve diferenças entre os grupos antes e depois de passarem por um processo experimental de degradação. Os resultados foram que o tratamento de superfície reduziu os valores de energia livre de superfície para todos os grupos

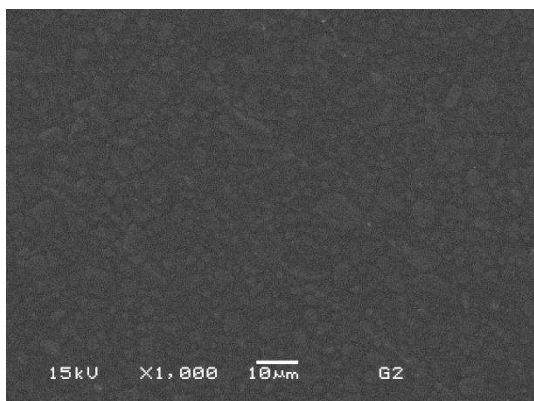
($p < 0,01$), como foi visto no primeiro teste e está indicado pelas letras minúsculas (colunas).

Quanto a degradação, todos os grupos foram alterados, como podemos ver indicado pelas letras minúsculas (linhas). Os grupos experimentais foram mais afetados quantitativamente, como visto no gráfico, porém, mesmo após o processo de degradação a energia livre de superfície das resinas com NPLG foi mais baixa no grupo de Filtek Z250 XT e Filtek Z350 XT tratada com NPLG do que nas mesmas resinas sem tratamento. Após o armazenamento e escovação, o grupo de IPS Empress Direct com NPLG mostrou valor de energia livre total estatisticamente igual ao grupo de IPS Empress Direct sem NPLG.

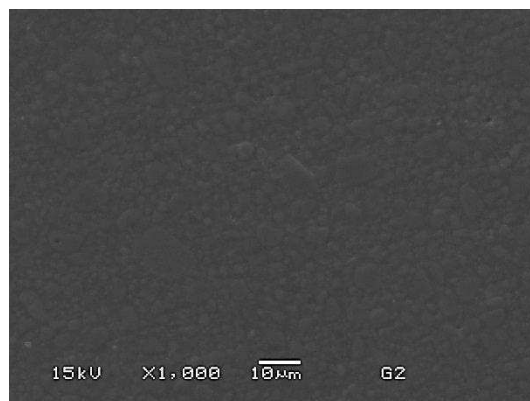
5.3 Micromorfologia superficial

Imagens de MEV mostram os efeitos deletérios do armazenamento experimental em vinho tinto e da escovação mecânica simulada. As imagens foram feitas em T_0 (controle) e em T_3 (experimental).

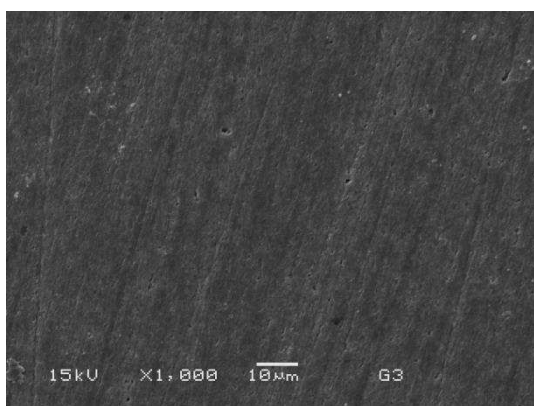




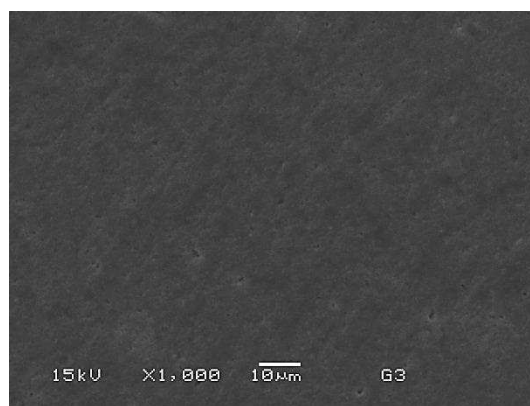
Figurax. Imagem de Filtek Z350XT sem NPLG, em MEV com aumento de 1.000x



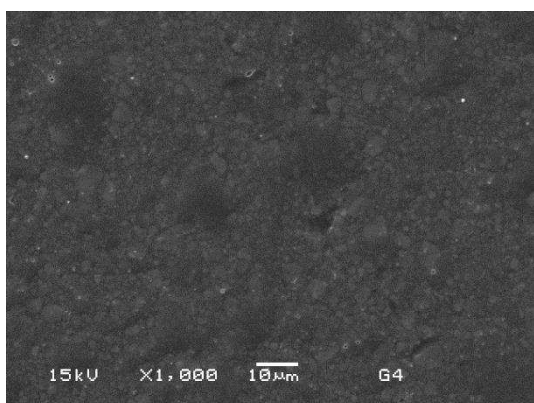
Figurax. Imagem de Filtek Z350XT sem NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento



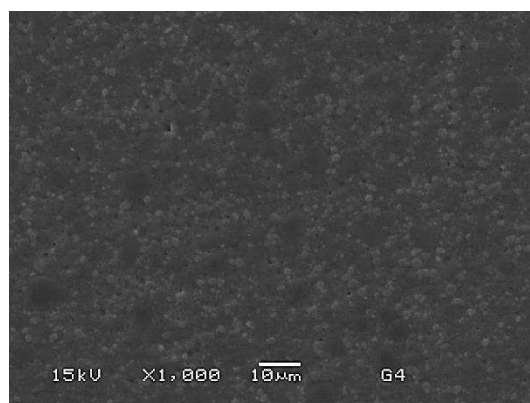
Figurax. Imagem de IPS Empress Direct sem NPLG, em MEV com aumento de 1.000x



Figurax. Imagem de IPS Empress Direct sem NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento



Figurax. Imagem de Filtek Z250XT com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x



Figurax. Imagem de Filtek Z250XT com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento

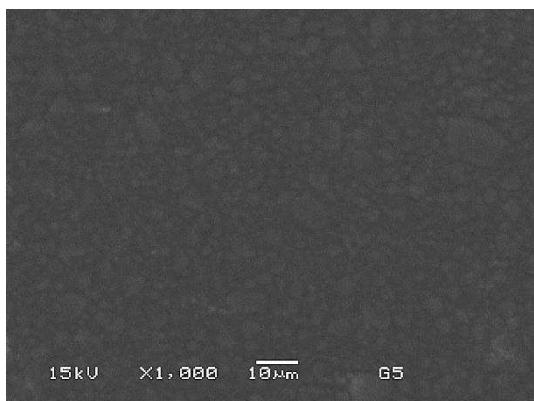


Figura x. Imagem de Filtek Z350XT com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x

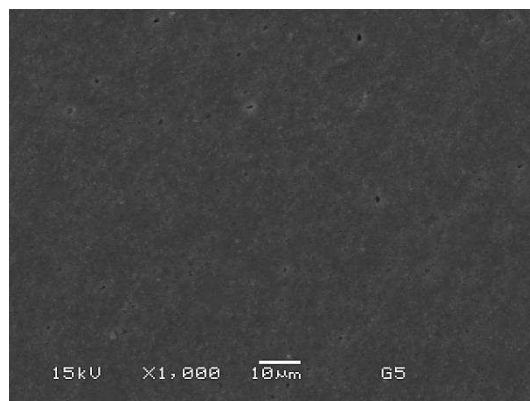


Figura x. Imagem de Filtek Z350XT com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento

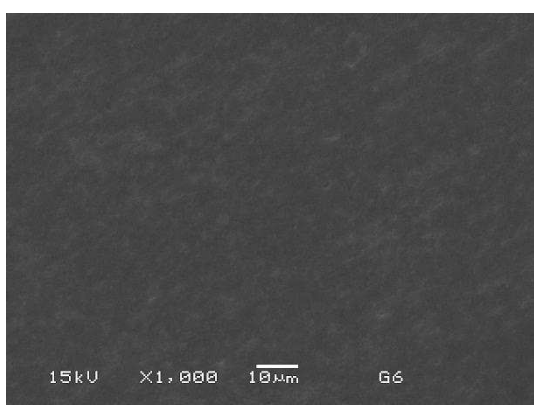


Figura x. Imagem de IPS Empress Direct com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x

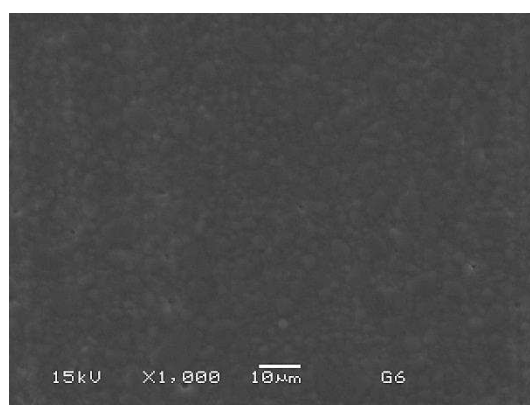


Figura x. Imagem de IPS Empress Direct com NPLG, em MEV com aumento de 1.000x após envelhecimento

Comparando-se as imagens nos diferentes tempos, nota-se degradação superficial em todos os grupos, independente do tratamento ou não com NPLG.

6.Discussão

As evidências mostram que as resinas compostas são muito susceptíveis à alteração de cor, principalmente quando são expostas ao vinho tinto. (23)(11)(24) Essa alteração é associada à degradação da superfície das resinas compostas, que causa um maior aumento na rugosidade e consequentemente aumento na energia livre de superfície. (26)(27) Existem poucos estudos que associem a energia total livre de superfície com o sucesso clínico das restaurações, apenas alguns estudos provam que a menor energia livre total de superfície reduz a aderência de compostos orgânicos como o biofilme bacteriano e corantes da dieta (28)(26), portanto, superfícies mais reativas favorecem, além da adesão de biofilme bacteriano, a impregnação de corantes da dieta. O NPLG é um produto que reduz significativamente a energia total livre de diversos tipos de superfície e neste trabalho foi avaliado os seus efeitos também sobre resinas compostas.

O teste no goniômetro mostrou que o NPLG criou sobre a resina composta uma camada nanométrica de sílica, que pode ser vistas nas imagens de MEV, conferindo maior hidrofobicidade ao material ($p<0,05$). Portanto, a hipótese 2, de que o NPLG reduz a energia livre total de superfície foi aceita. E o efeito desta nova condição superficial sobre a alteração de cor dos compósitos foi positiva, ou seja, as superfícies de Filtek Z250 XT e IPS Empress Direct tratadas com NPLG mostraram menores alterações de cor, ao longo do tempo, quando comparadas aos outros grupos.

O grupo onde foi estudado Filtek Z250 XT com NPLG foi o que demonstrou melhor desempenho, quanto a alteração de cor, em todas as fases do estudo. Valores de ΔE inaceitáveis clinicamente devem ser superiores a 5,5 (11)(24), e o grupo de Filtek Z250 XT com NPLG ao final do estudo mostrou valor de ΔE no limite de 5,5, isto significa que a cor deste material ainda seria aceito numa situação real. E na imagem de MEV podemos observar a formação de uma densa camada inorgânica neste grupo quando comparado ao seu controle. Portanto, o seu desempenho foi proporcional à formação da camada de sílica sobre o compósito e uma camada mais densa se formou neste grupo devido às características de suas

partículas. O fabricante do NPLG não informa a composição do produto, protegida por patente, mas garante que há interação química dele com as superfícies aos quais é aplicado. Portanto, acreditamos que o NPLG tenha maior reatividade com o Filtek Z250 XT porque o mesmo apresenta partículas de vidro em tamanhos maiores que outras resinas estudadas, aumentando a quantidade de moléculas livres na superfície para a reação. Além disso possui UDMA em sua composição, que é menos hidrofílico que o BisGA e TEGDMA. (6)

O Filtek Z350 XT apresentou maiores alterações de cor, seja no grupo controle ou experimental. Outros trabalhos justificam este achado pelas características de sua carga (23)(2), que são compostas basicamente por partículas inorgânicas (vidro e zircônia) de tamanho manométrico e nanoclusters que são agregados dessas partículas. Logo, apesar da grande quantidade de partículas na massa do compósito, os clusters criam porosidades intrínsecas que facilitam a absorção de corantes(2)(29), além de apresentarem matriz orgânica a base de Bis-GMA e TEGDMA que são mais hidrofílicos e menos estáveis quanto a alteração de cor.(6)

O vinho tinto foi a solução de escolha, pois apresenta características que provocam um grande desafio para a manutenção da cor, como presença de etanol e baixo pH(6) (11) (23). Modelos de imersão em soluções com corantes são amplamente utilizados em pesquisa odontológica e simulam casos extremos de exposição a essas soluções e há uma correlação direta entre o tempo de exposição e o grau de pigmentação dos compósitos.(25) Portanto, os achados deste estudo são relevantes clinicamente, quando supomos que numa situação real é quase impossível encontrarmos consumo de vinho tinto equivalente ao desafio do modelo de armazenamento experimental utilizado neste estudo.

Quanto ao processo de envelhecimento da resina composta, observamos maiores valores de ΔE após 60 dias de imersão no vinho tinto em todos os grupos. Esses valores extrapolaram o limite crítico para o aceitável clinicamente. Contudo, os grupos de Filtek Z250XT e IPS Empress Direct demonstraram valores inferiores comparados aos seus grupos controle. Os valores máximos de ΔE foram obtidos com 60 dias de armazenamento em vinho tinto para todos os grupos, sendo o IPS Empress Direct sem tratamento o que apresentou o maior valor, seguido de Filtek

Z350Xt com tratamento. Contudo, após o ciclo de escovação todos os valores foram reduzidos. Poucos estudos existem a respeito da relação entre escovação e alteração de cor, contudo, Ren et al. encontrou evidências de que a escovação é efetiva para redução de ΔE , desde que esta alteração seja atribuída a fatores extrínsecos.

Quando comparamos a efetividade da escovação mecânica, o grupo de Filtek Z350 XT com NPLG foi o que apresentou melhor desempenho, ou seja, houve grande queda no valor de ΔE antes e depois da escovação. Isso é atribuído em parte ao NPLG que reduziu a reatividade superficial, facilitando a remoção de compostos orgânicos e da morfologia de partículas que permite superfície mais uniforme quando recebem abrasão. O Grupo de Filtek Z250 XT com NPLG foi o que menos mostrou alteração de cor nos diferentes tempos e após a escovação mecânica foi o que obteve menor valor de ΔE . Portanto, podemos dizer que a hipótese 1 foi parcialmente aceita, pois embora o NPLG não mantenha a cor do compósito a níveis basais, ele impede uma maior impregnação de corantes e facilita a sua remoção com a escovação quando comparado às resinas sem tratamento.

E quanto a hipótese 3, as imagens de microscopia mostram que independente do tratamento de superfície as resinas compostas foram degradadas mecanicamente. Trabalhos mostram que selantes de superfície comercialmente disponíveis não são resistentes à abrasão por escovação, porém, a superfície final de resinas seladas apresentam melhores características do que as de resinas não seladas.(30) O NPLG não foi efetivo na manutenção da micromorfologia superficial das resinas compostas aqui estudadas, contudo, partículas de sílica ainda são observadas entremeando a matriz original do compósito. Esse resíduo de NPLG, depois da escovação, ainda é efetivo para manutenção da baixa energia livre de superfície do Filtek Z250 XT e Filtek Z350 XT, quando comparados aos respectivos grupos controles.

Apesar deste estudo inicial trazer parâmetros que podem ser utilizados clinicamente, mais estudos devem ser feitos no sentido de criar um produto com melhor aplicação prática e que tenha maior longevidade após a abrasão mecânica.

7.Conclusão

O NPLG foi efetivo na redução da energia livre de superfície de resinas compostas e na redução de alteração de cor dos mesmos após desafio com corantes.

Referências bibliográficas

1. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dental Materials*. 2006;22(3):211–22.
2. Ren YF, Feng L, Serban D MH. Effects of common beverage colorants on color stability of dental composite resins the utility of a thermocycling stain challenge model in vitro.pdf. *Journal of Dentistry*. 2012;40s:e48–e56.
3. Correr GM, Bruschi Alonso RC, Baratto-Filho F, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MAC, Puppini-Rontani RM. In vitro long-term degradation of aesthetic restorative materials in food-simulating media. *Acta Odontologica Scandinavica*. 2012;70(2):101–8.
4. De Fúcio SB, Puppini-Rontani RM, de Carvalho FG, Mattos-Graner Rde O, Correr-Sobrinho L G-GF. Analyses of biofilms accumulated on dental restorative materials. *American Journal of Dentistry*. 2009;22(3):131–6.
5. Yap AUJ, Tan SHL, Wee SSC, Lee CW, Lim ELC ZK. Chemical degradation of composite restoratives. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2001;28:1015–21.
6. Sideridou ID, Karabela MM. Sorption of water, ethanol or ethanol/water solutions by light-cured dental dimethacrylate resins. *Dental Materials. The Academy of Dental Materials*; 2011;27(10):1003–10.
7. Bagheri R, Burrow MF, Tyas M. Influence of food-simulating solutions and surface finish on susceptibility to staining of aesthetic restorative materials. *Journal of Dentistry*. 2005 May;33(5):389–98.
8. Yap AU, Low JS OL. Effect of food-simulating liquids on surface characteristics of composite and polyacid-modified composite restoratives. *Operative Dentistry*. 2000;25(3):170–6.
9. Wilson NHF, Burke FJT, Mjör IA. Reasons for placement and replacement of restorations of direct restorative materials by a selected group of practitioners in the United Kingdom. *Quintessence International*. 1997;28:245–8.
10. Regina S, Braga M, Beatriz MS, Vasconcelos T, Roberto M, Macedo DP, et al. Reasons for placement and replacement of direct restorative materials in Brazil. *Quintessence International*. 2007;38(357):189–94.
11. Catelan A, Briso ALF, Sundfeld RH, Goiato MC, dos Santos PH. Color stability of sealed composite resin restorative materials after ultraviolet artificial aging and immersion in staining solutions. *The Journal of Prosthetic Dentistry. Journal of Prosthetic Dentistry*; 2011;105(4):236–41.
12. Finer Y, Santerre JP. The influence of resin chemistry on a dental composite ' s biodegradation. *Journal of Biomedical Materials Research A*. 2004;69(2):233–46.

13. Yıldız M. Intrinsic and extrinsic discoloration of dimethacrylate and silorane based composites. *Journal of Dentistry*. 2012;40s:e57–e63.
14. Turssi CP, Hara a T, Serra MC, Rodrigues a L. Effect of storage media upon the surface micromorphology of resin-based restorative materials. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2002;29:864–71.
15. Kim IJ LY. Changes in color and color parameters of dental resin composites after polymerization. *Journal of Biomedical Materials Research B*. 2007;80(2):541–6.
16. 29. Çelik EU, Aladağ A, Türkün LŞ YG. Color changes of dental resin composites before and after polymerization and storage in water. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*. 2011;23(3):179–88.
17. Tjan AHL, Tan DE. Microleakage at gingival margins of Class V composite resin restorations rebonded with various low-viscosity resin systems. *Quintessence International*. 1991;22:565–73.
18. Dos Santos PH, Pavan S, Suzuki TYU, Briso ALF, Assunção WG, Sinhoreti MAC, et al. Effect of fluid resins on the surface roughness and topography of resin composite restorations analyzed by atomic force microscope. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2011;4(3):433-9
19. D'Alpino PH, Pereira JC, Rueggeberg F a, Svizero NR, Miyake K, Pashley DH. Efficacy of composite surface sealers in sealing cavosurface marginal gaps. *Journal of Dentistry*. 2006;34(3):252–9.
20. Zimmerli B, Koch T, Flury S. The influence of toothbrushing and coffee staining on different composite surface coatings. *Clinical Oral Investigations*. 2012;16:469–79.
21. Lee Y-K, Powers JM. Combined effects of staining substances on resin composites before and after surface sealant application. *Journal of Materials Science. Materials in Medicine*. 2007;18(5):685–91.
22. Aguilar FG, Roberti Garcia Lda F, Cruvinel DR, Sousa AB de CPP-SF. Color and opacity of composites protected with surface sealants and submitted to artificial accelerated aging. *European Journal of Dentistry*. 2012;6(1):24–33.
23. Topcu FT, Sahinkesen G, Yamanel K, Erdemir U, Oktay EA, Ersahan S. Influence of different drinks on the colour stability of dental resin composites. *European journal of dentistry*. 2009 Jan;3(1):50–6.
24. Falkensammer F, Arnetzl GV, Wildburger A, Freudenthaler J. Color stability of different composite resin materials. *The Journal of prosthetic dentistry Journal of Prosthetic Dentistry*; 2013;109(6):378–83.

25. Lepri CP, Palma-Dibb RG. Surface roughness and color change of a composite: Influence of beverages and brushing. *Dental Materials Journal*. 2012;31(4):689–96. A
26. Rüttermann S, Trellenkamp T, Bergmann N, Raab WH-M, Ritter H, Janda R. A new approach to influence contact angle and surface free energy of resin-based dental restorative materials. *Acta biomaterialia*. 2011 Mar;7(3):1160–5.
27. Quirynen M BC. The influence of surface roughness and surface-free energy on supra- and subgingival plaque formation in man. A review of the literature. *Journal of Clinical Periodontology*. 1995;22:1–14.
28. Combe EC, Owen B a, Hodges JS. A protocol for determining the surface free energy of dental materials. *Dental Materials*. 2004;20(3):262–8. A
29. Choi MS, Lee YK, Lim BS, Rhee SH, Yang H. Changes in surface characteristics of dental resin composites after polishing. *Journal of Materials Science. Materials in Medicine*. 2005;16:347–53.
30. Cilli R, Cecilia M, Mattos R De, Marques H, Rios D, Amarante P, et al. The role of surface sealants in the roughness of composites after a simulated toothbrushing test. *Journal of Dentistry*. 2009;37:970–7.