



**CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU* EM ODONTOLOGIA –  
NÍVEL MESTRADO**

**HELOUISE RIGHI**

**INFLUÊNCIA DE INICIADORES NO FOTO-ENVELHECIMENTO E NA  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS EXPERIMENTAIS**

**CASCADEL - PR  
2016**

HELOUISE RIGHI

**INFLUÊNCIA DE INICIADORES NO FOTO-ENVELHECIMENTO E NA  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS EXPERIMENTAIS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação *Stricto Sensu* em Odontologia – Nível Mestrado, do Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, da Universidade Estadual do Oeste do Paraná, para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Orientadora: Fabiana Scarparo Naufel

Co-orientadora: Ana Rosa Costa Correr

CASCADEL - PR  
2016

**Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)**

R427i

Righi, Helouise

Influência de iniciadores no foto-envelhecimento e na resistência de união de cimentos resinosos experimentais. /Helouise Righi. Cascavel, PR: UNIOESTE, 2016.

38 p.

Orientadora: Profª. Drª. Fabiana Scarparo Naufel

Coorientadora: Profª. Drª. Ana Rosa Costa Correr

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Campus de Cascavel, 2016

Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Odontologia, Centro de Ciências Biológicas e da Saúde.

1. Fotoiniciador. 2. Cimento resinoso. 3. Cores. 4. Resistência de união. I.Naufel, Fabiana Scarparo. II. Correr, Ana Rosa Costa. III. Universidade Estadual do Oeste do Paraná. IV. Título.

CDD 21.ed. 617.695

CIP-NBR 12899

**Ficha catalográfica elaborada por Helena Soterio Bejio CRB-9º/965**



**unioeste**

Universidade Estadual do Oeste do Paraná

Campus de Cascavel CNPJ 78680337/0002-65  
Rua Universitária, 2069 - Jardim Universitário - Cx. P. 000711 - CEP 85819-110  
Fone:(45) 3220-3000 - Fax:(45) 3324-4566 - Cascavel - Paraná



**PARANÁ**  
GOVERNO DO ESTADO

HELOUISE RIGHI

Influência de iniciadores no foto-envelhecimento e na resistência de união de cimentos resinosos experimentais

.....Dissertação apresentada ao Programa de pós-graduação em Odontologia em cumprimento parcial aos requisitos para obtenção do título de Mestra em Odontologia, área de concentração Odontologia, linha de pesquisa Materiais dentários aplicados à clínica odontológica, APROVADO(A) pela seguinte banca examinadora:

Orientador(a) - Fabiana Scarparo Naufel

Universidade Estadual do Oeste do Paraná - Campus de Cascavel (UNIOESTE)

Vera Lucia Schmitt

Universidade Estadual do Oeste do Paraná - Campus de Cascavel (UNIOESTE)

Wagner Baseggio

Universidade Paranaense - UNIPAR (UNIPAR)

Cascavel, 2 de março de 2016

Aos meus pais, **Cesar** e **Marilete**, exemplos de vida, sempre presentes, me apoiando a cada passo dado; sinônimos de amor, caráter, honestidade, união e família; sem o apoio de vocês não seria nada do que sou hoje.

A **Luiz Ricardo**, namorado e companheiro, por me fazer feliz e apoiar os meus sonhos, demonstrando amor, companheirismo, dedicação e compreensão, tornando-se uma pessoa essencial em minha vida.

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A **Deus**, por estar sempre presente em minha vida e iluminar a minha jornada, me dando conforto, paz e serenidade para continuar; nos momentos mais difíceis a fé que me levou adiante.

Aos meus **familiares**, por me incentivarem a seguir em frente e compreenderem os momentos de ausência em função de responsabilidades junto aos estudos.

A minha orientadora, **Profa. Dra. Fabiana Scarparo Naufel**, por ter me dado todo o suporte e coragem necessária para enfrentar os desafios deste mestrado. Obrigada por ser uma fonte de conhecimento abundante, por acreditar em mim e na minha capacidade. Obrigada pela dedicação à elaboração deste projeto e por nunca medir esforços para a realização do mesmo. Obrigada pelo carinho, amizade, e momentos de descontração. Serei eternamente grata por ter sido sua orientada. Que Deus esteja sempre presente em sua vida.

## AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual do Oeste do Paraná – UNIOESTE - nas pessoas do Reitor **Prof. Paulo Sergio Wolff** e do Diretor geral do campus de Cascavel **Prof. Dr. Alexandre Almeida Webber**.

À Diretora do Centro de Ciências Biológicas e da Saúde **Prof. Dra. Joseane Rodrigues da Silva Nobre**.

Ao Diretor do Ambulatório de Clínicas Odontológicas **Prof. Dr. Eduilson Ilo Lisboa**.

À Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação **Prof. Dr. Silvio Cesar Sampaio** e a Coordenadora do Programa de Pós-Graduação em Odontologia **Prof. Dra. Adriane Yaeko Togashi**.

Aos Profs. **Drs. Rolando Plumer Pezzini** e **Denise Cesar de Oliveira Davidoff** pela significativa contribuição apresentada no exame de qualificação desta dissertação.

Ao meu irmão **Cesar Augusto** pelo incentivo, companhia e paciência comigo nos dias mais difíceis.

À minha fiel companheira **Melody**, por alegrar a minha vida e estar presente nos momentos de desenvolvimento desta dissertação.

À minha co-orientadora **Prof. Dra. Ana Rosa Costa Correr** pelo treinamento nos equipamentos e pela contribuição na pesquisa.

Ao **Prof. Dr. Mario Alexandre Coelho Sinhoreti** da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, pela contribuição e auxílio prestado neste projeto.

Aos **Profs. Dr. Lourenço Correr-Sobrinho** da faculdade de odontologia de Piracicaba e **Prof. Dr. João Lyra** da Universidade Paulista de Brasília pelo auxílio e ensinamento referente à utilização de cerâmicas no estudo.

Aos Professores da Disciplina de Prótese II da UNIOESTE, **Prof. Dr. Rolando Plumer Pezzini**, **Prof. Carlos Estevão Lagustera**, **Prof. Clovis Sussumu Takahachi** e **Prof. Najib Khaled Hamaoui** pelo acolhimento dentro da disciplina durante o período de estágio docência e pelos sábios ensinamentos clínicos e por toda atenção dispensada, contribuindo assim para o meu crescimento.

Aos **alunos** do 4º ano da Disciplina de Prótese II da Unioeste, turmas de 2014 e 2015, pela recepção durante o estágio docência, pela paciência e contribuição e conhecimentos durante o período.

À aluna do Doutorado do Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários da FOP-UNICAMP **Dayane Carvalho Ramos Salles de Oliveira** por todo o auxílio prestado durante a execução da pesquisa e por sempre demonstrar dedicação e não medir esforços em contribuir com ensinamentos, você é um exemplo.

À **Prof. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima** da Faculdade de Odontologia de Piracicaba e a aluna do Doutorado em Dentística da FOP-UNICAMP **Thayla Hellen Nunes Gouveia** pelo apoio e auxílio na utilização de equipamentos laboratoriais.

Ao **Prof. Dr. Wilkens Aurélio Buarque e Silva** da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, pela compreensão e contribuição durante o período em que o mestrado coincidiu com a especialização.

Aos amigos feitos durante o mestrado em especial ao **Gabriel Flores Abuna, Bianca Medeiros Maran e Guilherme Schmitt de Andrade**, por me auxiliarem e darem apoio aos trabalhos feitos em laboratório, e pela amizade e momentos de descontração.

A todos meus colegas de mestrado, pelas suas contribuições singulares ao meu conhecimento e em especial a **Camila Stacheski Machado, Claudia Camila Peruzzo Lopes e Raphael Henrique Palczewski** pelos momentos de alegrias e dificuldades passados juntos durante o curso e pela amizade que irei levar para sempre.

A **todos os professores** do Programa de Pós-Graduação em Odontologia pela contribuição no meu crescimento profissional e pessoal.

E a **todos** que contribuíram indiretamente para a realização deste trabalho.

*“A mente que se abre a uma nova idéia jamais voltará ao seu tamanho original”*

Albert Einstein

## RESUMO

Com o amplo anseio pelo branqueamento dental, é fundamental a produção de materiais cada vez mais claros e que também possuam boa estabilidade de cor, ante às possíveis degradações a que ficam expostos. A Canforoquinona (CQ) é o fotoiniciador mais amplamente empregado nos compósitos odontológicos, porém tem coloração amarelada e sofre escurecimento ao ser exposta à luz ultra violeta (UV), comprometendo a manutenção da harmonia estética. O objetivo deste estudo foi avaliar *in vitro* o efeito do fotoiniciador Phenilpropanodiona (PPD), isoladamente ou em associação com a CQ, sobre a estabilidade de cor de cimentos resinosos fotoativados, e sua resistência de união adesiva à cerâmica, por teste de microcisalhamento. As hipóteses nulas testadas são: i) o fotoiniciador PPD não interfere na alteração de cor de cimentos resinosos, após o foto envelhecimento provocado por exposição prolongada a luz UV; e ii) o fotoiniciador PPD não interfere na resistência da união adesiva de cimentos resinosos à cerâmica. Foram utilizados 4 cimentos resinosos, sendo um comercial (RelyX Venner®) e 3 experimentais, diferindo entre si quanto ao tipo e concentração dos fotoiniciadores. Para a análise de cor, foram cimentados discos cerâmicos sobre dentina bovina, simulando restaurações indiretas (n=8), sendo expostos a 120 h de UV, e testados quanto às alterações de cor, que foram mensuradas empregando a escala CIELab, por meio de espectrofotômetro de reflectância. Os dados obtidos foram verificados quanto a distribuição normal, para então serem submetidos a ANOVA e ao teste complementar Tukey, todos com significância de 5%. Os resultados do teste de cor não apresentam diferença estatisticamente significativa para o  $\Delta E$  dos 4 cimentos estudados, nem tampouco para  $\Delta L$ ,  $\Delta a$  e  $\Delta b$ . Para a resistência de união, todos os cimentos estudados apresentaram diferenças estatisticamente significantes entre si, com o maior resultado para o cimento comercial RelyX Venner® (29,07 Mpa), seguido pelo cimento com CQ (21,74 Mpa), e então pelo cimento de CQ+PPD (19,09 Mpa); e o menor resultado foi obtido com o cimento utilizando apenas o PPD como fotoiniciador (13,99 Mpa). Portanto, para os parâmetros estudados neste trabalho, o PPD não se mostrou vantajoso como fotoiniciador de cimentos resinosos, já que apresentou baixo valor de resistência de união à cerâmica e não demonstrou superioridade quanto à estabilidade de cor.

**PALAVRAS-CHAVE:** Fotoiniciador; Fotoativação; Cimento Resinoso; Cores; Resistência de união

## ABSTRACT

With the ample craving for teeth whitening, it is fundamental the production of increasingly clearer materials and also a good color stability, before the possible degradation which are exposed. The camphorquinone (CQ) is the photo initiator most widely applied on the dental composite, but it has the yellow coloration and suffers darkening when exposed to ultraviolet light (UV), endangering the maintenance of the esthetics harmony. The goal of this study was to evaluate in vitro the effect of the photo initiator Phenylpropanodione, singly or in association with the CQ, about the color stability of the resinous photoactive cement and its bond adhesive resistance, by microshear. The null hypotheses are: i) the photo initiator PPD does not interfere with the color changing of the resin cement, after the photoaging motivated by prolonged exposure to UV light; and ii) the photo initiator PPD does not interfere with the resistance of the adhesive bond of resin cement to the ceramic. Four resinous cements were used, which one of them was commercial (RelyX Venera, 3M/ESPE) and three experimental, differing each other's photo initiator's concentration. For the color analysis, ceramic discs were cemented above the bovine dentine, simulating the indirect restorations (n=8), being exposed to 120 h of UV, and tested about the color alterations which were measured applying the CIELab scale, by spectrophotometer of reflectance. The obtained datas were verified about the normal distribution, for then being submitted to ANOVA and to the complementary test Tukey, all with 5% significance. The results of color analysis do not statistically significant difference to  $\Delta E$  of 4 cements studied neither to  $\Delta L$ ,  $\Delta a$  and  $\Delta b$ . For the Union of Resistance of all cements studied showed statistically significant differences among themselves, with the highest for commercial cement RelyX Venera® (29.07 MPa), followed by cement with CQ (21.74 MPa), and cement CQ + PPD (19.09 MPa); and the lowest result was obtained with the cement using only the PPD as photoinitiator (13.99 MPa). Therefore to the parameters studied in this work, the PPD was not advantageous as photoinitiator resin cements, because made low bond strength value ceramics and not demonstrated superiority as for color stability.

**KEYWORDS:** Photo initiator; Photo activation; Resin cement; Colors; Bond Strength

## LISTA DE QUADROS E TABELAS

<b>Quadro 1</b> - Distribuição dos grupos experimentais teste de cor .....	20
<b>Quadro 2</b> - Formulação dos cimentos estudados .....	22
<b>Quadro 3</b> - Distribuição dos grupos experimentais teste de resistência de união ....	24
<b>Tabela 1:</b> Valores de $\Delta E$ dos grupos estudados .....	26
<b>Tabela 2:</b> Valores de $\Delta L$ , $\Delta a$ e $\Delta b$ dos grupos estudados .....	26
<b>Tabela 3:</b> Resistência da união adesiva à cerâmica dos cimentos estudados, pelo teste de microcissalhamento .....	27

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Escala de cor CIE L*a*b* .....	37
--	----

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- ANOVA - análise de variância
- BisGMA - Bisfenol glicidil dimetacrilato
- CQ - Canforoquinona
- DMPOH - 4-(N,Ndimethylamino) phenethyl alcohol
- DPIH - Diphenyliodonium hexafluorophosphate
- DMAEMA - Dimetil amino etil metacrilato
- EDMAB - Acetado de 4-dimetilaminobenzoato
- GC - Grau de conversão
- PPD - Phenilpropanodiona
- TEGDMA - Trietileno glicol dimetacrilato
- TPO - Trimetilbenzoil-difenil-fosfina
- UV - Ultra-violeta
- UDMA - Uretano dimetacrilato
- $\Delta E$  - Variação de cor
- $\Delta a$  - Define a cor no eixo vermelho-verde
- $\Delta b$  - Define a cor no eixo amarelo-azul
- $\Delta L$  - Luminosidade do objeto que está sendo avaliado

## **EQUIPE EXECUTORA**

Orientadora

Fabiana Scarparo Naufel. Professora associada da Universidade Estadual do Oeste do Paraná – UNIOESTE, disciplina de Dentística; Docente permanente do Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Odontologia – Nível Mestrado, da UNIOESTE.

Co-Orientadora

Ana Rosa Costa Correr. Professora Colaboradora do Programa de Pós-graduação *Strictu sensu* da Faculdade de Odontologia da Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP – Piracicaba-SP.

Orientada

Helouise Righi. Cirurgiã-Dentista. Mestranda do Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Odontologia da Universidade Estadual do Oeste do Paraná – UNIOESTE – Nível Mestrado.

## **LOCAIS DE REALIZAÇÃO**

Universidade Estadual do Oeste do Paraná – UNIOESTE e Faculdade de Odontologia de Piracicaba – FOP/UNICAMP

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>17</b>
<b>2</b>	<b>METODOLOGIA</b> .....	<b>20</b>
2.1	ANÁLISE DE COR.....	20
2.1.1	Delineamento experimental .....	20
2.1.2	Preparo dos espécimes.....	21
2.1.3	Protocolo de cimentação .....	22
2.1.4	Foto-envelhecimento e Teste de análise de cor .....	23
2.1.5	Análise estatística .....	23
2.2	RESISTÊNCIA DE UNIÃO.....	24
2.2.1	Delineamento do estudo .....	24
2.2.2	Preparo dos espécimes.....	24
2.2.3	Teste de microcissalhamento.....	25
2.2.4	Análise estatística .....	26
<b>3</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	<b>26</b>
<b>4</b>	<b>DISCUSSÃO</b> .....	<b>27</b>
<b>5</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>33</b>
	<b>ANEXOS</b> .....	<b>37</b>

## 1 INTRODUÇÃO REVISADA

O uso de restaurações cerâmicas indiretas vêm aumentando devido à sua superioridade estética, comparada com resina compostas, e da estabilidade da cerâmica a longo prazo. As restaurações cerâmicas ácido-sensíveis devem ser cimentadas utilizando sistema adesivo, melhorando assim a retenção, o selamento marginal e a resistência à fratura; conseqüentemente aumentando a durabilidade (LÜHRS *et al.*, 2014). Assim, o sucesso das restaurações de cerâmica pura, cimentadas com cimentos resinosos, depende da obtenção de adesão confiável e boa taxa de polimerização (DAVIDSON, 2001). Os cimentos resinosos constituem um dos passos fundamentais para a longevidade do procedimento restaurador. Desde sua inserção no mercado odontológico, esses materiais vêm sofrendo modificações em sua composição, no sentido de melhorar os valores de resistência adesiva e estabilidade de cor, fatores estes fundamentais para a longevidade do procedimento restaurador. Dentro destas alterações, destaca-se a substituição do agente fotoiniciador canforoquinona por compostos químicos alternativos, na tentativa de melhorar o efeito indesejado da coloração amarela promovida pela canforoquinona, favorecendo seu uso em dentes clareados ou naturalmente mais claros, como também potencializar a polimerização destes cimentos. (AGUIAR, *et al.*, 2010) Os cimentos resinosos fotopolimerizáveis são em muitas vezes eleitos para a fixação de coroas e facetas cerâmicas em dentes anteriores devido a relativa melhora na passagem de luz através da cerâmica, garantindo uma boa força de ligação, uma vez que Akgungor *et al.*, (2005) defendem que, se utilizado uma espessura de até 2mm de cerâmica, não há qualquer efeito deletério sobre a força de ligação dos polímeros.

Canforoquinona (CQ) é o fotoiniciador mais utilizado para resinas compostas fotopolimerizáveis, porém a CQ possui algumas desvantagens como a baixa taxa de polimerização e toxicidade (CHAE e SUM, 1998) além disso a CQ é um composto sólido que contém em sua estrutura molecular um grupamento cromático amarelo, que mesmo em pequenas quantidades pode comprometer o resultado estético final de restaurações causando um amarelamento indesejado (SCHNEIDER *et al.*, 2008). Outro grande problema é que o grupo  $\alpha$  – dicetona, derivado da CQ que tem pico de absorção de gama visível (468nm) (GAJEWSKI *et al.*, 2012) resultando em

fotopolimerização rápida sob luz ambiente (lâmpadas fluorescentes e lâmpadas do refletor) tornando assim um tempo curto tempo de trabalho (LÜHRS *et al.*, 2014). Essas são as razões pela qual os pesquisadores testam diferentes fotoiniciadores na matriz organizada das resinas para substituir ou agir sinergicamente com a CQ (PARK *et al.*, 1999; OLIVEIRA *et al.*, 2014a)

Outros fotoiniciadores, como o Trimetilbenzoin-difenil-fosfina (TPO) podem ser especialmente útil em resinas compostas extremamente brancas, muitas vezes necessárias para dentes clareados, uma vez que pode eliminar o efeito indesejado do amarelamento da CQ (ARIKAWA *et al.*, 2009). Outro fotoiniciador interessante é o Phenilpropanodiona (PPD), que pode melhorar a cinética de polimerização, no entanto pouco se sabe sobre a eficácia do PPD na redução do amarelamento. O PPD é um fotoiniciador com potencial para reduzir problemas de amarelamento dos compósitos resinosos odontológicos. O PPD poderia atuar sozinho como fotoiniciador ou em associação com a CQ, caracterizando uma ação sinérgica e simultânea para formação de radicais livres, que poderiam favorecer o desempenho dos materiais à base de resina (PARK *et al.*, 1999) já que o PPD apresenta pico máximo de absorção na região ultravioleta (UV - 390 nm) (SCHENEIDER *et al.*, 2009). Desta forma, compósitos que apresentam o PPD como iniciador tendem a alcançar os valores máximos de polimerização mais lentamente do que aqueles com canforoquinona, pois a taxa e a velocidade de polimerização são dependentes da densidade de energia absorvida pelo compósito (OLIVEIRA, 2009).

A inadequada polimerização resulta em propriedades físico-mecânicas inferiores, tais como, baixa resistência ao desgaste, baixa estabilidade de cor, reações adversas do tecido pulpar, aumento da taxa de sorção de água, solubilidade, e conseqüentemente, cárie secundária e falha prematura da restauração (BRANDT *et al.*, 2010). Com o aprimoramento acerca da compreensão da fotoativação e dos recursos de polimerização, a estabilidade de cor e a resistência adesiva dos cimentos resinosos tendem a aumentar, favorecendo a longevidade clínica do procedimento.

Para a avaliação da estabilidade de cor alguns métodos de avaliação de envelhecimento *in vitro*, são comumente utilizados para induzir a mudança de cor de compósitos resinosos (SERAFINOU *et al.*, 2007) tais como o armazenamento em água ou o envelhecimento artificial acelerado. Porém, nenhum protocolo específico de envelhecimento foi estabelecido na literatura. No envelhecimento apenas por

água, as amostras geralmente são armazenadas em água durante semanas e a mudança de cor nem sempre é induzida. Os períodos de imersão em água descritos na literatura variam de 7 a 30 dias (ARDU *et al.*, 2011). A maioria dos estudos mostram que a mudança de cor não depende apenas do tempo de imersão, mas também da formulação dos compósitos (OLIVEIRA *et al.*, 2014b) e do nível de sorção de água, que é dependente da capacidade hidrófoba dos monômeros (FERRACANE, 2006)

Irradiação por luz ultravioleta é comumente utilizada como método de envelhecimento artificial acelerado, frequentemente associada com condensação de água em uma máquina de temperatura controlada. Com este método a mudança de cor pode ocorrer durante as primeiras 300 horas do processo de envelhecimento o que equivale ao envelhecimento de 1 ano da restauração em boca (HEYDECKE *et al.*, 2001). Outro método descrito na literatura para ser usado como envelhecimento artificial acelerado para a odontologia é a exposição apenas à luz ultravioleta. (ARIKAWA *et al.*, 2009). Como já foi estabelecida anteriormente pela ISO (2000), com algumas modificações podem induzir a mudança de cor de forma mais eficiente, porém essas modificações não são padronizadas. Nessas condições, a longevidade das restaurações, quanto à estabilidade de cor, pode ser mensurada através da análise pelo sistema CIE  $L^*a^*b^*$ .

O sistema de escala de cor CIE  $L^*a^*b^*$  é reconhecido e comumente utilizado em pesquisas odontológicas. Neste sistema, o local de um determinado tom de cor no espaço é definido pelas coordenadas:  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ . Sendo que o  $L^*$  descreve a luminosidade do objeto que está sendo avaliado. O valor de  $a^*$  define a cor no eixo vermelho-verde e o  $b^*$  no eixo amarelo-azul. A medida do valor total da diferença de cor entre os objetos é descrita por  $\Delta E$ . A diferença de cor de até  $\Delta E=3,7$  foi descrito na literatura que é aceitável na odontologia pelo olho humano, pois significa uma variação de cor pequena que não é perceptível, porém variações de cor acima de 3,7 são perceptíveis visualmente, podendo causar alterações estéticas. (DOUGLAS, *et al.*, 2007; LEE & POWERS, 2007).

Sendo assim, pode-se afirmar que a longevidade das restaurações indiretas é determinada pela resistência, estabilidade de cor e durabilidade da união formada pelos três diferentes componentes, substrato dental, cimentos resinosos e a cerâmica (PEUMANS *et al.*, 2000).

Com base nessas considerações, é oportuno avaliar a influência do PPD como fotoiniciador sobre a estabilidade de cor de cimentos resinosos fotopolimerizáveis, na cimentação de laminados cerâmicos à dentina bovina; bem como sobre a resistência de união desses cimentos à cerâmica. Sendo assim, o objetivo deste estudo foi avaliar *in vitro* o efeito do fotoiniciador Phenilpropanodiona (PPD), isoladamente ou em associação com a CQ, sobre a estabilidade de cor, e sobre a união adesiva à cerâmica, de cimentos resinosos fotoativados.

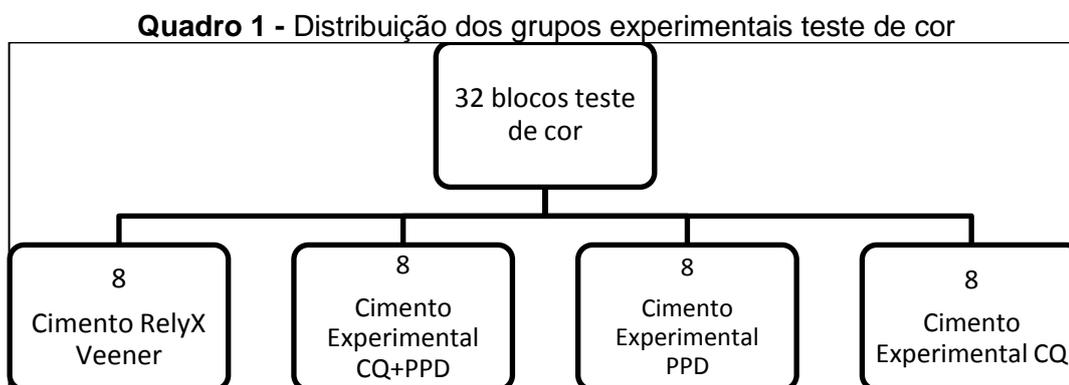
As hipóteses nulas testadas neste estudo foram: i) o fotoiniciador PPD não interfere na alteração de cor de cimentos resinosos, após o foto envelhecimento provocado por exposição prolongada a luz UV; e ii) o fotoiniciador PPD não interfere na resistência da união adesiva de cimentos resinosos à cerâmica.

## 2 METODOLOGIA

### 2.1 ANÁLISE DE COR

#### 2.1.1 Delineamento experimental

Foi desenhado um estudo experimental inteiramente casualizado com parcelas subdivididas de 4 grupos, sendo estes divididos de acordo com o Quadro 1.



#### 2.1.2 Preparo dos espécimes

Um lote de setenta incisivos bovinos livres de trincas e quaisquer lesões foram selecionados e armazenados (congelados) em solução de Cloramina T a 5%, em freezer convencional a -4° C até o uso. Para obter os espécimes as raízes foram

seccionadas 1 mm aquém da junção amelocementária com utilização de disco diamantado dupla face #7020 (KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil) adaptado em mandril e peça reta (Kavo, Joinville, SC, Brasil) sob irrigação constante, sendo descartadas as raízes.

Para a remoção do esmalte dentário da porção vestibular, foi utilizado lixas de granulação #240 (até expor a dentina), e #600 (afim de se obter uma padronização da *smear layer*) (HEYDECKE, *et al.*, 2001) em politriz lixadeira metalográfica (Aropol 2V, Arotec, Cotia, SP) sob irrigação constante.

Após a exposição dentinária padronizada os blocos de dentina (7x7x2) foram obtidos com a utilização de disco diamantado dupla face (Dia. Wafer Blade 12205, Extec Corp. Phoenix USA) montado em máquina de corte de baixa velocidade (Labcut 1010, Extec Corte. Phoenix USA), resfriado a água. As dimensões padronizadas das amostras foram aferidas por meio de paquímetro digital (Mytutoyo, Suzano, São Paulo, Brasil).

Para o teste de cor, foi necessário padronizar a cor inicial dos blocos de dentina (OLIVEIRA *et al.*, 2014b). Esta medição foi feita através de um espectrofotômetro (CM 700d, Konica Minolta), com a utilização de porta amostra de teflon branco, com depressão central de 7x7x2, que posteriormente foi aprofundado para 7x7x3,4 devido à espessura da cerâmica (1,4mm). Para medir a cor inicial o espectrofotômetro foi previamente calibrado, para o branco total utilizando uma matriz que é fornecida pelo próprio equipamento e pelo preto que é disparado na sala escura (totalmente sem iluminação) (HEYDECKE *et al.*, 2001) sendo que o espectrofotômetro tem uma ponta de 3.0 mm e uma visão vertical de iluminação difusa (0 graus). Para a medição da cor a ponta foi posicionada diretamente no centro da amostra. O espectrofotômetro utiliza a escala CIE L\*a\*b de cor como referência. Para as medições de cor foi utilizado iluminação controlada com uma caixa de luz D65 (GTI MiniMatcher, Gti Grafic Technology Inc., Newburgh, NY, USA).

A padronização da cor dos blocos de dentina foi realizada de acordo com os valores de L do sistema CIE L\*a\*b\*; e os blocos com valores discrepantes da média ( $\pm 10\%$ ) foram descartados. Após a padronização da cor, foram obtidos 32 blocos de dentinas com cor semelhante, sendo assim distribuídos aleatoriamente nos grupos 4 experimentais (n=8).

Foram confeccionados 32 discos de cerâmica com vidro cerâmico reforçado por Leucita (IPS EmpressEsthetic/Ivoclar/Vivadent, Liechtenstein) na cor ETC1, com

7 mm de diâmetro por 1,4 mm de espessura (SEGRETO *et al.*, 2015); e utilizados 4 cimentos resinosos, sendo um comercial (Relyx Veener, 3M/ESPE, USA) com Hexafluorofosfato difeniliodonio (*DPIH*) como fotoiniciador, que foi o grupo controle comercial, e 3 experimentais desenvolvidos no laboratório de materiais dentários da FOP-Unicamp (Faculdade de Odontologia de Piracicaba), cujas formulações estão apresentadas no Quadro 2. Entre os cimentos experimentais um possuía canforoquinona como fotoiniciador (controle positivo). Os cimentos experimentais foram elaborados com concentrações pré-testadas em estudos desenvolvidos anteriores pela mesma equipe de execução da pesquisa (SEGRETO *et al.*, 2015).

**Quadro 2 - Formulação dos cimentos estudados**

Cimento Comercial – RelyX Veneer cor translúcida: BisGMA 10-20%, TEGDMA 10-20%, Silica Pirogênica 1-10%, Vidro 56-65%, EDMAB 0,5%, Diphenyliodonium hexafluorophosphate 0,5%, Benzotriazol 0,5%
Cimento 1: BisGMA 20%, TEGDMA 10%, UDMA 10%, Silica Pirogênica 10%, Vidro 50%, DMAEMA 1%, CQ 0,4% + PPD 0,1%
Cimento 2: BisGMA 20%, TEGDMA 10%, UDMA 10%, Silica Pirogênica 10%, Vidro 50%, DMAEMA 1%, PPD 0,8%
Cimento 3: BisGMA 20%, TEGDMA 10%, UDMA 10%, Silica Pirogênica 10%, Vidro 50%, DMAEMA 1%, CQ 0,5%

### 2.1.3 Protocolo de cimentação

Para cimentação, os discos de cerâmica foram condicionados com ácido fluorídrico 10% por 1 minuto, lavados com jato de água por 15 segundos e secados com jato de ar livre de óleo e água, por 15 segundos. Em seguida, foram tratados com Silano (Relyx Ceramic Primer – 3M/ESPE), aplicado com Microbrush®, e volatilizado por 1 minuto; em seguida foi aplicado uma camada de sistema adesivo (Single Bond Universal, 3M/ESPE) com auxílio de Microbrush®, volatilizado o solvente por 10 segundos (KINA, 2005). A dentina foi condicionada com ácido fosfórico a 37%, por 20 segundos, lavada com jato de ar e água por 40 segundos e seca com papel absorvente, em seguida foi aplicado uma camada de sistema adesivo com Microbrush®, aplicado leve jato de ar por 10 segundos para favorecer a volatilização do solvente. Então foi aplicado o cimento resinoso sobre o disco

cerâmico já tratado, e este foi posicionado sobre o bloco dentinário, sob pressão uniforme, equivalente ao peso de uma placa de vidro posicionada sobre o disco cerâmico e fotoativado por 60 segundos com fotopolimetizador (Bluephase G2, Ivoclar/Vivadent, Liechtenstein).

#### **2.1.4 Foto-envelhecimento e Teste de análise de cor**

Depois de cimentados, os espécimes foram armazenados em 100% de umidade relativa em estufa a 37° C, por 24 horas. Após, foi feita a leitura de cor inicial em todas as amostras com espectrofotômetro (CM 700d, Konica Minolta), previamente calibrado e com iluminação controlada com uma caixa de luz D65.

Após lida a cor inicial, as amostras foram acondicionadas em porta amostras da máquina de foto-envelhecimento à 10cm de distancia das lâmpadas (OLIVEIRA *et al.*, 2015a) para iniciar o processo de irradiação ultravioleta UV-b (EQ-UV-B 313, Equilam, Diadema, São Paulo, SP, Brazil), por 120 horas consecutivas à 37°, que equivale aproximadamente ao foto-envelhecimento de um ano em boca sofrendo exposições a luz UV-b diárias a 37°C (OLIVEIRA *et al.*, 2015b). Após foram hidratadas em 100% de umidade relativa à 37° por 24 horas, então foi feita a leitura final da cor permitindo assim calcular a variação da cor ( $\Delta E$ ) e de suas coordenadas ( $\Delta a$ ,  $\Delta b$  e  $\Delta L$ ) e posterior análise estatística.

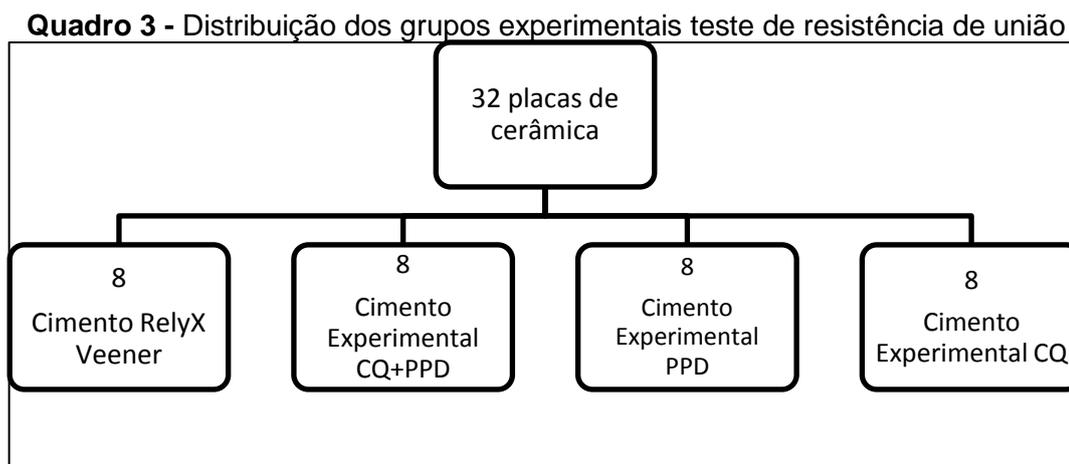
#### **2.1.5 Análise estatística**

Após verificar a normalidade e homogeneidade dos dados, foi realizado o teste ANOVA para parcelas subdivididas ( $\alpha=5\%$ ), uma vez que as leituras inicial e final foram realizadas no mesmo espécime, ou seja, cada espécime foi controle de si mesmo. Caso fosse detectadas diferenças estatisticamente significantes entre os grupos, seria realizado o teste complementar de Tukey ( $\alpha=5\%$ ).

## 2.2 RESISTÊNCIA DE UNIÃO

### 2.2.1 Delineamento do estudo

Foi desenhado um estudo experimental inteiramente casualizado, com 4 grupos, sendo estes divididos de acordo com o Quadro 3.



### 2.2.2 Preparo dos espécimes

Foram confeccionadas 28 fatias de cerâmica de dissilicato de lítio (E-Max CAD, Ivoclar/Vivadent, Liechtenstein) na cor HT A2 com 7 x 6,5 mm de largura e 1,4 mm de espessura. Estas fatias foram cortadas com disco diamantado dupla face (Dia. Wafer Blade 12205, Extec Corp.) montado em máquina de corte de baixa velocidade (Labcut 1010, Extec Corp. Phoenix, USA), resfriado a água. As fatias tiveram suas superfícies regularizadas com lixas de granulação #600 (Extec Corp. Phoenix USA) montadas em politriz (Aropol 2V, Arotec, Cotia, SP) por 30 s, seguido por limpeza em cuba ultra-sônica com água deionizada por 5 minutos. Após foram sinterizadas em forno Programat EP 3000 (Ivoclar/Vivadent, Liechtenstein) em 850°C por 25 minutos.

Foram utilizados os mesmos cimentos, a partir de protocolo semelhante ao utilizado na cimentação da cerâmica para a análise de cor, sendo assim, as fatias de cerâmicas foram condicionadas com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos, lavadas com jato de água por 40 segundos e secados com jato de ar livre de óleo e água, por 20 segundos. Em seguida, foi aplicado com Microbrush® o silano (Relyx Ceramic Primer, 3M/ESPE) e volatilizado por 1 minuto. Foram feitas delimitações das áreas adesivas, com fita adesiva (Adere Tapefix, São Paulo, Brasil) perfurada

com o diâmetro menor do perfurador Ainsworth (Golgran, São Paulo, Brasil.). Subsequentemente, foi realizada aplicação do adesivo (Single Bond Universal, 3M/ESPE) com Microbrush®. Antes da fotoativação do adesivo, matrizes cilíndricas de 1 mm de altura e 0,9 mm de diâmetro interno foram posicionadas perpendicularmente à cerâmica, de maneira que o orifício da matriz coincidissem com a delimitação da área adesiva. Em seguida, o sistema adesivo foi fotoativado por 40 s (Bluephase G2, Ivoclar/Vivadent, Liechtenstein). Após, as matrizes foram preenchidas com os cimentos resinosos respectivos a cada grupo, com o auxílio de seringas para aplicação de insulina (0,5 mL); sendo fotoativados por 1 minuto.

A matriz foi removida com o auxílio de sonda exploradora #5 (Golgran, São Paulo, Brasil) e a fita para a delimitação adesiva foi removida com auxílio de bisturi com lâmina #15, expondo os cilindros de cimento para o ensaio mecânico.

### **2.2.3 Teste de microcisalhamento**

Os cilindros de cimento passaram por avaliação visual em lupa com aumento de 4x, a fim de detectar quaisquer problemas que pudessem influenciar no resultado do teste, como cilindros não perpendiculares à cerâmica, bolhas ou cimento fora da área delimitada. Quaisquer espécimes com defeitos foram excluídos. Passadas 48 horas de armazenagem em água deionizada a 37°C, os espécimes foram fixados em matriz de PVC com resina acrílica autopolimerizável para adaptação em um dispositivo de microcisalhamento adaptado a máquina universal de ensaio (Instron, modelo 4411, Canton, Massachusetts). O carregamento cisalhante foi aplicado com um fio ortodôntico (Morelli Ortodontia, Sorocaba, Brasil), raio de 0,1 mm, posicionado exatamente na interface entre cerâmica e cimento, a uma velocidade de 1 mm/min até a ruptura adesiva. Os valores dados em Kgf foram convertidos para MPa após a mensuração da área adesiva com um paquímetro digital (Starrett), de acordo com a fórmula matemática:  $Rc = \frac{Força (Kgf)}{Área (cm^2)} \times 0,098$ ; onde: Rc é a resistência ao cisalhamento; F é a força aplicada e A área de união.

### 2.2.4 Análise estatística

Após verificar a normalidade e homogeneidade dos dados, foi realizado o teste ANOVA ( $\alpha=5\%$ ). Sendo detectadas diferenças estatisticamente significantes entre os grupos, foi realizado o teste complementar de Tukey ( $\alpha=5\%$ ).

## 3 RESULTADOS

A Tabela 1 apresenta as médias e desvio padrão (DP) do  $\Delta E$  dos 4 cimentos estudados após o foto-envelhecimento por UV-b. A ANOVA não evidenciou diferenças estatisticamente significantes ( $p>0,05$ ) entre os grupos estudados.

**Tabela 1: Valores de  $\Delta E$  dos cimentos estudados**

Cimentos	Média (DP)
RelyX Venner	1,81 (0,63)a
CQ	1,33 (0,27)a
CQ+PPD	1,39 (0,17)a
PPD	1,81 (1,09)a

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indica que não há diferença estatisticamente significativa.

A Tabela 2 apresenta as médias e desvio padrão (DP) do  $\Delta L$ ,  $\Delta a$  e  $\Delta b$  dos 4 cimentos estudados após o foto-envelhecimento por UV-b. A ANOVA não evidenciou diferenças estatisticamente significantes ( $p>0,05$ ) entre os grupos estudados.

**Tabela 2: Valores de  $\Delta L$ ,  $\Delta a$  e  $\Delta b$  dos cimentos estudados**

Cimentos	Média (DP) $\Delta L$	Média (DP) $\Delta a$	Média (DP) $\Delta b$
RelyX Venner	60,33 (2,11)a	0,06 (0,23)a	-0,98 (1,65)a
CQ	60,90 (2,38)a	0,04 (0,29)a	-0,38 (0,54)a
CQ+PPD	60,62 (2,66)a	0,06 (0,31)a	0,33 (2,27)a
PPD	61,89 (1,58)a	0,10 (0,20)a	-0,40 (0,84)a

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença estatisticamente significativa.

Os resultados do teste de microcilhamento são apresentados na Tabela 03. Sendo que a resistência de união do cimento RelyX Veneer® foi maior que os demais, seguido pelo cimento à base CQ, então pelo cimento de CQ+PPD, e o menor resultado foi obtido para o cimento PPD; todos com diferença estatisticamente significativa ( $p > 0,05$ ).

**Tabela 3: Resistência da união adesiva à cerâmica dos cimentos estudados, pelo teste de microcislhamento**

<b>Cimentos</b>	<b>Média (DP)</b>
RelyX Veneer	29,07 Mpa (0,41)a
CQ	24,74 Mpa (0,16)b
CQ+PPD	19,09 Mpa (0,47)c
PPD	13,99Mpa (0,44)d

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença estatisticamente significativa.

#### **4 DISCUSSÃO**

Considerando que o tradicional sistema CQ/amina apresenta algumas desvantagens, são importantes os estudos sobre sistemas fotoiniciadores alternativos para compósitos odontológicos. Em 1998, Chae & Sun propuseram o PPD como um novo fotoiniciador sensível à luz visível, para uso em resinas compostas odontológicas, com a proposta de ser mais eficiente do que a CQ. Em 1999, Park *et al.* afirmaram que o PPD é um fotoiniciador eficiente e comparável a CQ, e observou ação sinérgica entre PPD e CQ. Portanto, este estudo avalia a estabilidade de cor e a resistência de união de cimentos formulados como CQ, PPD, e sua associação (todos contendo amina), comparando a um cimento comercial Veneer, ou seja, sem CQ; sempre após a luz atravessar discos de cerâmica.

A primeira hipótese nula testada, de que o PPD não interfere na estabilidade de cor dos cimentos resinosos, não foi rejeitada, pois os resultados mostraram que não houve diferença na variação de cor dos 4 cimentos estudados nem tampouco para  $\Delta L$ ,  $\Delta a$  e  $\Delta b$ ; sendo assim, o uso do PPD para evitar amarelamento de

compósitos não pôde ser verificado. A segunda hipótese nula testada, de que o PPD não interfere na resistência de união dos cimentos resinosos, foi rejeitada; pois os cimentos estudados apresentaram diferenças entre si, sendo que o cimento comercial RelyX Venner® foi o que apresentou o maior resistência de união, seguido pelo cimento à base CQ, então pelo cimento de CQ+PPD e o menor resultado foi obtido com o cimento contendo apenas o PPD como fotoiniciador.

Como PPD e a CQ têm absorção em diferentes espectros de comprimento de onda, o PPD foi escolhido porque seria uma melhor alternativa de iniciador para espectros na região de UV, comparado com a CQ, que é um fotoiniciador com pico absorção no espectro de luz visível. Porém, esta poderia ser uma desvantagem para a conversão de C=C, porque pouca energia seria concentrada no espectro UV (390 nm) (BRANDT, *et. al.* 2010). O PPD é usado nos compósitos porque tem um coeficiente de extinção molar maior do que a CQ; sendo este a probabilidade de que uma molécula irá absorver luz. Os fotoiniciadores com alto coeficiente de extinção molar são capazes de absorverem mais fótons, produzirem mais radicais livres e, presumivelmente, contribuir para altos valores de grau de conversão (SHIN & RAWLA, 2009) . Por isso nós testamos o PPD como fotoiniciador alternativo que poderia tornar-se viável para substituição da CQ (BRANDT, *et. al.* 2013).

Ambos fotoiniciadores (CQ e PPD) podem ser utilizados em compósitos fotopolimerizáveis sem co-iniciador, no entanto, para diminuir as respectivas concentrações, eles são utilizados com co-iniciadores (BRANDT, *et. al.* 2013). A razão para esta utilização é simples, pois altas concentrações de fotoiniciadores afetam a cor do composito final (AKGUNDOR, *et al.*, 2005; BRANDT, *et al.*, 2011). Portanto, para melhorar a eficiência dos fotoiniciadores em concentrações mais baixas, utilizou-se 1,0% wt de co-iniciador (DMAEMA), em dosagem fixa (2:1 de co-iniciador para fotoiniciador, ajustado para 0,5% wt de iniciador), que é semelhante a outros estudos que encontraram maiores valores de grau de conversão quando utilizaram essas proporções; como exemplo, quando utilizado DMAEMA com CQ (TESHIMA, *et al.*, 2003).

Se a proporção de amina é menor do que a de CQ, a colisão espontânea das duas substâncias torna-se difícil, e algumas moléculas de CQ retornam ao estado original, comprometendo assim a geração de radicais livres. No entanto, se a concentração de amina é maior do que a de CQ, a produção de radicais depende apenas da reatividade do sistema, porque a colisão de moléculas é assegurada

(COOK, 1992) . Por esta razão, a amina também foi usada com o PPD, permitindo uma comparação dos dois fotoiniciadores nas mesmas condições.

Os efeitos da CQ com DMAEMA (YOSHIDA & GREENER, 1992) ou EDMAB (MUSAGE, *et al.*, 2009) no GC mostraram que várias combinações de CQ e amina (DMAEMA / EDMAB) podem produzir maior GC. Em relação ao número de mols de CQ para amina, necessários para se obter máximo GC, não foi obtido, tendo em vista as diferenças nas formulações da resina, e do tipo de aminas aceleradoras utilizada nos dois estudos. O estudo de Yoshida e Greener (1993) sugeriu um platô no GC depois que a proporção ideal de CQ e amina foi obtida, e o estudo de Musage (2009) mostrou tendência para declínio no GC ou dureza Knoop, com concentrações acima da concentração ideal de CQ para amina.

Independentemente do tipo de iniciador, é crítico para o desenvolvimento dos materiais a incorporação de mais do que a concentração ideal (mínima) do fotoiniciador/co-iniciador, que pode comprometer a obtenção do máximo GC (MUSAGE, *et al.*, 2009), e também aumentar a concentração de moléculas residuais de fotoiniciador e de aminas, que podem lixiviar para os tecidos circundantes e saliva.

Neste estudo, além de calcular o  $\Delta E$ , foram calculados os  $\Delta$  das odenadas \*L, \*a e \*b; e não houve diferença entre os cimentos estudados para qualquer destas análises. Schneider, *et al.*, 2008, estudaram a influência de diferentes concentrações de iniciador/co-iniciador (EDMAB) sobre a estabilidade de cor de compósitos experimentais formulados com CQ, PPD e a associação CQ+PPD; e concluiu que o amarelamento correlacionou-se às maiores concentrações, observando que a substituição da CQ pelo PPD não diminui os efeitos do amarelamento.

Deve -se considerar que 1,4 mm de cerâmica, interposta entre a fonte de luz e o agente de cimentação, pode diminuir a irradiância final do fotopolimerizador (O'KEEF, *et al.*, 1991); e restaurações cerâmicas mais grossas ou mais escuras são um obstáculo à luz, e podem reduzir a qualidade e quantidade de luz incidente sobre o cimento resinoso, muitas vezes comprometendo a polimerização final (RUNNACLES, *et al.*, 2014), ou até mesmo mascarar a variação da cor do cimento. Mas os cimentos fotopolimerizáveis são frequentemente indicados para a fixação de coroas e facetas cerâmicas em dentes anteriores, pois estas permitem a passagem de luz relativamente melhor por sua menor espessura, garantindo boa resistência de

união (BRANDT, *et al.*, 2011), uma vez que Akgungor *et al.* (2005 ) afirmam que espessuras de até 2 mm não comprometem a resistência de união.

Schneider, *et al.*, 2008, estudaram o amarelamento de compositos contendo PPD em concentrações semelhantes a este estudo, e concluíram que o composito a base de PPD amarelou significativamente mais que o com CQ, mas, como tratava-se de compósitos restauradores, a leitura da cor era feita diretamente na superfície do compósito. Portanto, a presença da cerâmica neste estudo é uma possível justificativa para não serem detectadas diferenças na variação de cor dos cimentos contendo diferentes fotoiniciadores associados à amina.

O cimento comercial RelyX Veneer® exibiu baixa variação de cor ( $\Delta E$  1,81); semelhante ao estudo de Chen, *et al.*, 2015, onde foram utilizados discos cerâmicos com menor espessura (0,6 mm), resultando no  $\Delta E$  2,63. Isto demonstra que o cimento RelyX Veneer® apresenta boa estabilidade de cor, sendo aceitável ao olho humano, pois exibe variação de cor menor que 3,7 (DOUGLAS, *et al.*, 2007); e que a menor espessura da cerâmica exibe maior variação de cor, devido ao potencial da cerâmica para mascaramento de variações de cor do cimento.

A variação de cor observada em todos os cimentos estudados foi inferior ao poder de detecção do olho humano, podendo-se considerar que todos os cimentos estudados são aceitáveis quando empregados para cimentação de cerâmicas com mais de 1,4 mm, uma vez que a metodologia do envelhecimento artificial por luz ultravioleta por 120 horas consecutivas foi testada em estudos anteriores e demonstrou poder para efetivo envelhecimento, equivalente a 1 ano em boca (OLIVEIRA, *et al.*, 2015b). Novos estudos podem ser feitos utilizando maior tempo de exposição à luz, para verificar a variação de cor destes cimentos após maior tempo de uso.

A resistência de união dos cimentos à cerâmica foi avaliado pelo teste de microcisalhamento. Ensaio de cisalhamento e de tração têm sido comumente utilizados para medir a resistência de união de materiais dentários, por serem relativamente fáceis de executar e exigirem o mínimo de equipamentos para a preparação dos espécimes. Em casos de materiais friáveis, como a cerâmica, o teste de cisalhamento é o mais indicado, pois não envolve cortes para obter-se palitos como na microtração, e o stress na interface adesiva é menor; por isso, o teste de microcisalhamento foi escolhido (Öztürk, *et al.*, 2013).

A menor resistência de união dos cimentos contendo PPD e PPD+CQ, segundo Denis, *et al*, 2015, se deve a monômeros residuais no composto, pois ao estudarem um compósito a base de TEGDMA e BIS-GMA, manipulado com PPD, CQ ou CQ+PPD, verificaram que mais monômeros residuais estiverem presentes no compósito com PPD, o que compromete as propriedades físico-mecânicas do material, além de aumentar sua toxicidade. Porém, Brandt, *et al.*, 2011, observaram resultado antagônico, pois compósitos contendo PPD exibiram resistência de união superior aos cimentos contendo CQ. Este achado pode ser devido ao tipo do teste aplicado, uma vez que naquele estudo foi empregado o teste de *push-out* que, *per se*, implica em elevado Fator C, por ter muitas superfícies aderidas e pouca superfície livre para aliviar o estresse da contração de polimerização; portanto maiores contrações de polimerização têm maior impacto neste tipo de teste. De acordo com o estudo de Schneider *et al.*, 2008, a taxa de polimerização máxima é menor com o PPD e CQ/PPD ( $CQ > CQ/PPD > PPD$ ); ou seja, compósitos que apresentam o PPD como iniciador tendem a alcançar os valores de polimerização máximos mais lentamente que aqueles com CQ, o que implica em menor estresse pela contração de polimerização (SCHNEIDER, *et al.*, 2009).

Ao empregar uma fonte luminosa LED, Segreto, *et al.* (2015) observaram que o cimento manipulado com CQ+PPD apresentou a maior resistência de união, quando comparado com cimentos manipulados apenas com apenas com CQ ou PPD. A diferença pode estar relacionada ao fato do autor ter realizado o teste de microtração, que testa simultaneamente as interfaces dentina/cimento e cimento/cerâmica, também tendo alto Fator C, pela maior área aderida e menor área livre do que o teste de microcisalhamento, que foi empregado neste estudo, testando apenas a interface cerâmica/cimento.

Uma diferença química dos cimentos experimentais em relação ao cimento comercial, é que os experimentais contém o monômero UDMA; e segundo Bacchi, *et al.* (2014), quando o UDMA é incorporado junto a Bis-GMA e TEGDMA, forma-se um trio de polímeros mais forte e homogêneo, melhorando as propriedades físico-mecânicas dos compósitos; o que também foi observado no estudo de Walters, *et al.*, 2016, que adicionou UDMA na formula do compósito, e verificou melhores resultados de grau de conversão, resistência de flexão e maior dureza; porem ambos associaram o monômero de UDMA apenas ao fotoiniciador CQ. No presente estudo, não foram avaliadas as propriedades físico-mecânicas dos cimentos, mas a

resistência de união à cerâmica, que é resultante de vários fatores e da associação de várias dessas propriedades.

O fato do cimento comercial (RelyX Veneer®), que possui em sua formulação o fotoiniciador Hexafluorofosfato difeniliodonio (*DPIH*), exibir maior resistência de união pode ser atribuído a diferenças na cinética e taxa de polimerização, no grau de conversão e na temperatura de transição vítrea (BRANDT, *et al.*, 2010; LOGUERCIO, *et al.*, 2013). Outra possível justificativa é que para todos os cimentos foi usado o adesivo comercial da marca 3M/ESPE, e o fabricante recomenda a utilização de todo o sistema de cimentação do mesmo fabricante, por possuírem monômeros que tornam as ligações mais fortes (Perfil técnico do produto – 3M/ESPE, 2009), desta maneira, tornando a força de união do RelyX Veneer superior comparada à dos cimentos experimentais.

Apesar das limitações dos testes *in vitro*, podemos concluir que o PPD não se mostrou uma opção para substituição da CQ em compósitos resinosos, visto que sua resistência de união foi inferior e não exibiu superioridade na estabilidade de cor, comparado aos outros cimentos testados.

## 5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUIAR, T.; FRANCESCANTONIO, M.; ARRAIS, C.; AMBROSANO, G.; DAVANZO, C.; GIANNINI, M. Influence of curing mode and time on degree of conversion of one conventional and two self-adhesive resin cements. **Operative Dentistry**. v. 35, p. 295-299, 2010.

AKGUNGOR, G.; AKKAYAN, B.; GAUCHER, H. Influence of ceramic thickness and polymerization mode of a resin luting agent on early bond strength and durability with a lithium disilicate-based ceramic system. **The Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 94, p. 234-241, 2005.

ARDU, S.; GUTEMBERG, G.; KREJCI, I.; FEILZER, A.J.; DI BELLA, E.; DIETSCHI, D. Influence of water sorption on resin composite color and color variation amongst various composite brands with identical shade code: an in vitro evaluation. **Journal of Dentistry**. v. 39, p. 37-44, 2011

ARIKAWA, H.; TAKAHASHI, H.; KANIE, T.; BAN, S. Effect of various visible light photoinitiators on the polymerization and color of light-activated resins. **Dental materials**. v. 28, p.454-560, 2009.

BACCHI, A.; DOBSON, A.; FERRACANE, J. L.; CONSANI, R.; PFEIFER, C. S. Thio-urethanes Improve Properties of dual-cured composite cements. **Journal of Dental Research**. v. 93(12), p. 1320-1325, 2014.

BRANDT, W. C.; SCHNEIDER, L. F. J.; FROLLINI, E.; CORRER-SOBRINHO, L.; SINHORETI, M. A. C. Effect of different photo-initiators and light curing units on degree of conversion of composites. **Brazilian Oral Research**. v. 24, n.3, p. 263-270, jul/set. 2010.

BRANDT, W.C.; TOMASELLI, L. O.; CORRER-SOBRINHO, L.; SINHORETI, M. A. C. Can phenyl-propanedione influence Knoop hardness, rate of polymerization and bond strength of resin composite restorations? **Journal of Dentistry**. v. 39, p. 438-447. 2011.

BRANDT, W.C.; SILVA, C. G.; FROLLINI, E.; SOUZA-JUNIOR, E. J. C.; SINHORETI, M. A. C. Dynamic mechanical thermal analysis of composite resins with CQ and PPD as photo-initiators photoactivated by QTH and LED units. **Journal of Mechanical Behavior of Biomedical Materials**. v. 24, p. 21-29, 2013.

CHAE, K. H.; SUM, G. J. Phenylpropanedione: A new visible light photosensitizer for dental composite resin with higher efficiency than Canphorquinone. **Bulletin Of The Korean Chemical Society**. v. 19, p. 152-154, 1998.

CHEN, X. D.; HONG, G., XING, W. Z.; WANG, Y. N. The influence of resin cements on the final color of ceramic veneers. *Journal of Prosthodontic*. v. 59, p. 172-177, 2015.

COOK, W.D. Photopolymerization kinetics of dimethacrylates using the camphorquinone/amine initiator system. **Polymer**. v. 22, n. 3, p. 600-609, 1992.

DAVIDSON, C.L. Lutind cement, the stronghold or the weak link in ceramic restorations. **Advanced Engineering Materials**. v. 3, p. 736-767, 2001.

DENIS, A.B.; DIAGONE, C. A.; PLEPIS, A. M.G.; VIANA, R. B. The effect of the polymerization initiator and light source on the elution of residual Bis-GMA and TEGDMA monomers: A study using liquid chromatography with UV detection. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**. v. 151, p. 908-915, 2015.

DOUGLAS, R. D.; STEINHAUER, T. J.; WEE, A. G. Intraoral determination of the tolerance of dentists for perceptibility and acceptability of shade mismatch. **The Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 97, n. 04, p. 200-208, 2007.

FERRACANE, J.L.; Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. **Dental Materials**. v. 22(3), p. 211-222, 2006.

HEYDECKE, G.; ZHANG, F.; RAZZOONG, M.E. In vitro color stability of double-layer veneers after accelerated aging. **The Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 85(6), p. 551-557, 2001.

Internation Organization for Standardization: Determination of colour stability ISO 7491:2000. **Dental Materials**. 2000.

KINA, D. A clinical protocol in the use of a new glasses ceramic reinforced by leucite. **Revista Dental Press de Estética**. v. 2, p. 23-67, 2005.

LEE, Y.K.; POWERS, J. M. Influence of background color on the color changes of resin composites after aging. **American Journal of Dentistry**. v. 20(1), p. 27-30, 2007.

LOGUERCIO, A. D.; STANISLAWCZUK, R.; MITTELSTADT, F. G.; MEIER. M. M.; REIS. A. Effects of diphenyliodonium salt addition on the adhesive and mechanical properties of an experimental adhesive. **Journal of Dentistry**. v. 41, p. 653-658, 2013.

LÜHRS, A.K.; DE MUNCK, K.; GEURTSSEN, W.; MEERBEEK, B. Composite cements benefit from light-curing. **Dental Materials**, v.30, p. 292-301, 2014.

MUSAJE, L.; FERRACANE, J. L.; SAKAGUSHI, R. L. Determination of the optimal photoinitiator concentration in dental composites based on essential material properties. **Dental Materials**. v. 25, p. 994-1000, 2009.

OLIVEIRA, K.M.C. **Análise fotoelástica da tensão de contração ocorrida na polimerização de compósitos resinosos** [dissertação]. Piracicaba, SP: UNICAMP, 2009.

OLIVEIRA, D. C.; SILVA, C. B.; MUNIZ, B. V.; VOLPATO, M. C.; COSTA, A. R.; SINHORETI, M. A. Effect of 4-(N,N-dimethylamino)phenethyl Alcohol on Degree of Conversion and Cytotoxicity of Photo-Polymerized CQ-Based Resin Composites. **Brazilian Dental Journal**. v. 25(6), p. 538-542, 2014a.

OLIVEIRA, D. C. R. S.; SOUZA-JUNIOR, E. J.; PIETRO, L. T.; COPPINI, E. K.; MAIA, R. R.; PAULILLO, L. A. M. S. Color Stability and Polymerization Behavior of Direct Esthetic Restorations. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**. DOI 10.1111/jerd.12113, 2014b.

OLIVEIRA, D. C. R. S.; ROCHA, M. G.; GATTI, A.; CORRER, A. B.; FERRACANE, J. L.; SINHORETI, M. A. C. Effect of different photoinitiators and reducing agents on cure efficiency and color stability of resin-based composites using different LED wavelengths. **Journal of Dentistry**. DOI 10.1016/j.jdent, 2015 a.

OLIVEIRA, D. C. R. S.; AYRES, A. P. A.; ROCHA, M. G.; GIANNINI, M.; RONTANI, R. M. P.; FERRACANE, J. L.; SINHORETI, M. A. C. Effect of different In Vitro aging methods on color stability of a dental resin-based composite using CIELAB and CIEDE2000 color-difference formulas. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**. DOI 10.1111/jerd.12155, 2015 b.

O'KEEF, K. L.; PEASE, P. L.; HERRIN, H. K. Variables affecting the spectral transmittance of light through porcelain veneers. **The Journal of Prosthetic Dentistry**. v. 66, p. 434-438, 1991.

ÖZTÜRK, E.; BOLAY, S.; HICKEL, E.; ILIE, N. Shear bond strength of porcelain laminate veneers to enamel, dentine and enamel-dentine complex bonded with different adhesive luting systems. **Journal of Dentistry**. v. 41, p. 97-105, 2013.

PARK, Y. J.; CHAE, K. H.; RAWLS H. R. Development of a new photoinitiation system for dental light-cured composites resin. **Dental Materials**, v. 15, p. 120-127, 1999.

PEUMANS, M.; VAN MEERBEEK, B.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Porcelain veneers: a review of the literature. **Journal of Dentistry**. v. 28, p. 163–177. 2000  
RUNNACLES, P.; CORRER, G. M.; BARATTO-FILHO, F.; GONZAGA, C. C. L.; FERUSE, A. Y. Degree of conversion of a resin cement light-cured through ceramic veneers of different thicknesses and types. **Brazilian Dental Journal**. v. 25, n. 1, p. 38-42, 2014.

SCHNEIDER, L. F. J.; PFEIFER, C. S. C.; CONSANI, S. PRAHL, S. A.; FERRACANE, J. L. Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. **Dental Materials**, v. 24, n.9, p. 1169-1177, set, 2008.

SCHNEIDER, L. F. J.; CAVALCANTE, L. M.; CONSANI, S.; FERRACANE, J. L. Effect of co-initiator ratio on the polymer properties of experimental composites formulated with camphorquinone and phenyl-propanedione. **Dental Materials**, v. 25, p. 369-375, 2009.

SEGRETO, D.R.; NAUFEL, F. S.; BRANDT, W. C.; GUIRALDO, R. D.; CORRER-SOBRINHO, L.; SINHORETI, M. A.C. Influence of photoinitiators and light source on the degree of conversion of experimental resin cements. **Brazilian Dental Science**. v. 18(2), 2015.

SERAFINOU, A.; IOSIFIDOU, S.; PAPODOPOULOS, T.; ELIADES, G.; Color stability and degree of cure of direct composite restoratives after accelerated aging. **Operative Dentistry**. v. 32(4), p. 406-411, 2007.

SHIN, D. H.; RAWLS, H. R. Degree of conversion and color stability of the light curing resin with photoinitiator systems. **Dental Materials**. v. 25, p. 1030-1038, 2009.

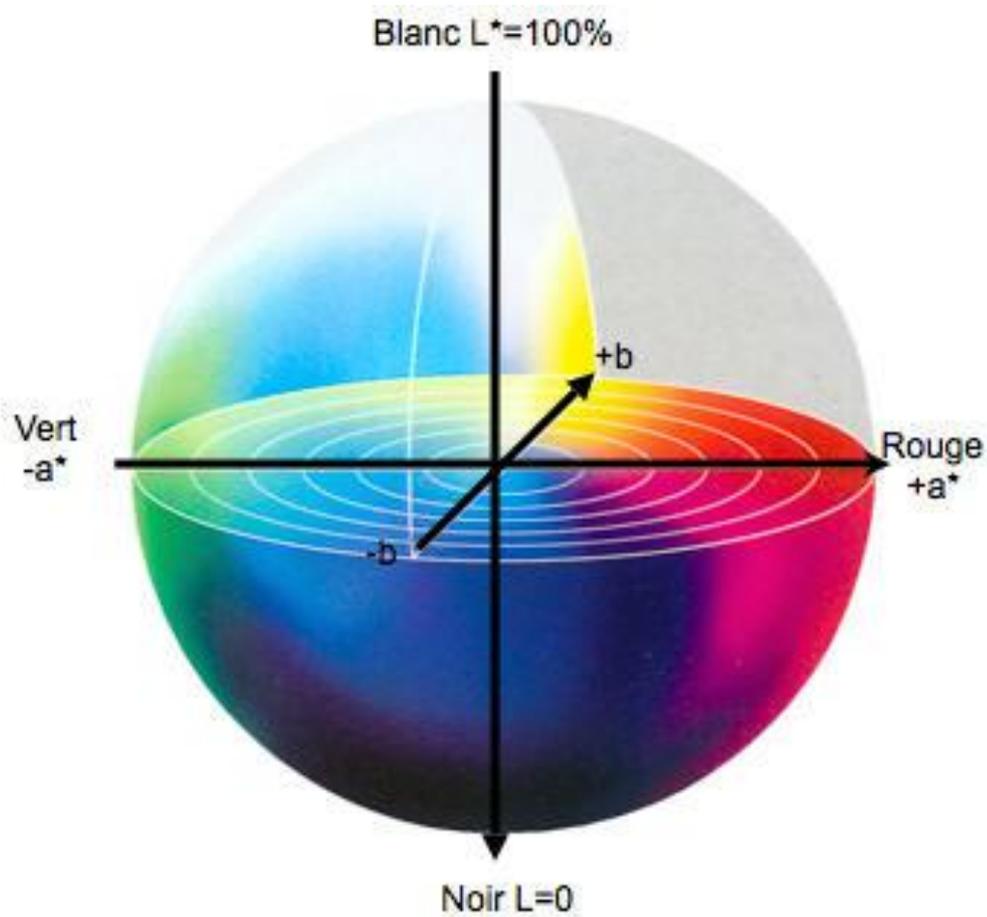
TESHIMA, W.; NOMURA, Y.; URABE, H.; OKAZAKI, M.; NAHARA, Y. ESR study of camphoroquinone/amine photoinitiator systems using blue light-emitting diodes. **Biomaterials**. v. 24, n. 12, p. 2097-2103, 2003.

WALTERS, N. J.; XIA, W.; SALIH, V.; ASHLEY, P. F.; YOUNG, A. M. Poly(propylene glycol) and urethanedimethacrylates improve conversion of dental composites and reveal complexity of cytocompatibility testing. **Dental Materials**. v. 32, p. 264-277, 2016.

YOSHIDA, K.; GREENER, E.H. Effects of two amine reducing agents on the degree of conversion and physical properties of an unfilled light-cured resin. **Dental Materials**. v. 9, n. 4, p. 246-251, 1993.

## ANEXOS

Figura 1 - Escala de cor CIE L\*a\*b



Fonte: <http://pt.slideshare.net/pthormann/pocket-cores-12710167>.