

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Mirella Bitencourt Mantey

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DOS
COMPONENTES DA MATRIZ ORGÂNICA
NA ESTABILIDADE DE COR DA RESINA
COMPOSTA**

Passo Fundo

2025

Mirella Bitencourt Mantey

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DOS
COMPONENTES DA MATRIZ ORGÂNICA
NA ESTABILIDADE DE COR DA RESINA
COMPOSTA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da UPF, para obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob orientação do prof. Dr. Alvaro Della Bona e coorientação da profa. Dra. Carmem Silvia Costa Pfeifer.

Passo Fundo

2025

Folha reservada para
Ata de aprovação da Banca Examinadora

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a.
Após, faça a substituição pela Ata de aprovação fornecida pela
Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

Folha reservada para
Ficha catalográfica

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a.
Após, faça a substituição pela Ficha Catalográfica fornecida pela
Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

BIOGRAFIA DO AUTOR

Mirella Bitencourt Mantey, nascida na cidade de Santiago, no Rio Grande do Sul. É graduada em Odontologia pela Universidade Franciscana (Santa Maria – Rio Grande do Sul) (2015/02). Possui especialização em Endodontia pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) (2017/02), com monografia intitulada “Selamento de perfuração de furca com cimentos MTA-like: revisão de literatura sobre relatos de casos”. É especialista em Dentística pelo Instituto Odontológico das Américas (IOA Chapecó) (2022/02), com monografia intitulada “Restaurações diretas classe I em molares inferiores aplicando dois diferentes sistemas restauradores: relato de caso”.

Atualmente trabalha como cirurgiã-dentista na área de Clínica Geral e Dentística no Instituto Odontológico das Américas (IOA) em Chapecó, Santa Catarina, e faz parte do corpo docente do curso de Especialização em Dentística e Prótese na mesma instituição.

OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS

Incluir agradecimentos a pessoas, empresas, instituições, órgãos financiadores da bolsa e da infraestrutura de pesquisa, etc.

SUMÁRIO

BIOGRAFIA DO AUTOR	6
OFERECIMENTOS E AGRADECIMENTOS	8
SUMÁRIO	10
LISTA DE TABELAS	11
LISTA DE FIGURAS	12
LISTA DE ABREVIATURAS	14
1. Introdução	19
2. Revisão de literatura	22
3. Proposição	43
4. Materiais e métodos	44
5. Resultados e discussões	60
6. Conclusões	75
CONSIDERAÇÕES FINAIS	77
REFERÊNCIAS	78
APÊNDICES	98
ARTIGO SUBMETIDO	101

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Valores médios de grau de conversão (GC).....	60
Tabela 2. Valores médios de ΔE_{00}	66
Tabela 3. Valores médios de b^* obtidos em T0 (antes do envelhecimento das amostras por 60 dias).....	67
Tabela 4. Valores médios de Δb^* (diferença da coordenada b^* após o envelhecimento das amostras em água por 60 dias).....	67
Tabela 5. Valores médios de Δb^* (diferença da coordenada b^* após o envelhecimento das amostras em café por 60 dias).....	68
Tabela 6. Valores médios de YI (índice de amarelecimento).....	69

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fluxograma com o delineamento experimental.....	45
Figura 2 - Fabricação dos corpos de prova sobre o equipamento de espectroscopia por infravermelho.....	47
Figura 3 - Desenho esquemático da fabricação dos corpos de prova para avaliação de dureza e cor, representando a fotoativação a partir das duas distâncias experimentais (1 mm e 7mm), o polimento, e as dimensões do corpo de prova.....	48
Figura 4 - Ponteira acoplada na ponta da unidade fotoativadora com medida de 7 mm.....	49
Figura 5 - Microdurômetro (HSV-10, Pantec).....	51
Figura 6 - Imagem obtida durante a avaliação de microdureza Vickers mostrando as diferentes posições das indentações realizadas.....	52
Figura 7 - Indentações próximas a falhas.....	52
Figura 8 - Imagem obtida pelo microscópio do microdurômetro demonstrando as medidas das diagonais do losango formado pela indentação.....	53
Figura 9 - Desenho esquemático da imersão das amostras.....	54
Figura 10 - Amostras após imersão em água destilada ou café por 60 dias.....	54
Figura 11 - Corpo de prova posicionado sobre a abertura de medição do espectrofotômetro.....	55

Figura 12 - Imagem obtida pelo software durante mensuração de cor de corpos de prova aleatórios do grupo 50-50 CQ 7 mm imersos em água (acima) e café (abaixo) por 60 dias.....	56
Figura 13 - Gráfico das coordenadas de cor (em evidência o Δb^*) obtido durante a avaliação de um corpo de prova aleatório do grupo 70-30 CQ 7 mm após imersão em água por 60 dias.....	57
Figura 14 - Gráfico das coordenadas de cor (em evidência o Δb^*) obtido durante a avaliação de um corpo de prova aleatório do grupo 70-30 BAPO 7 mm após imersão em café por 60 dias.....	58
Figura 15 – Grau de conversão (%) <i>versus</i> tempo (s) dos grupos experimentais formulados com BAPO.....	62
Figura 16 – Taxa máxima de polimerização (s^{-1}) <i>versus</i> tempo (s) dos grupos experimentais formulados com BAPO.....	63
Figura 17 – Grau de conversão (%) <i>versus</i> tempo (s) dos grupos experimentais formulados com CQ.....	64
Figura 18 – Taxa máxima de polimerização (s^{-1}) <i>versus</i> tempo (s) dos grupos experimentais formulados com CQ.....	65

LISTA DE ABREVIATURAS

AT - Limiar de aceitabilidade

ATR - Refletância total atenuada

BAPO - Óxido de bisacilfosfina

Bis-GMA - Bisfenol A diglicidil dimetacrilato

CIE - Comissão Internacional de Iluminação

CQ - Canforoquinona

ΔE - Estabilidade de cor

EDMAB - Amina etil 4-dimetilaminobenzoato

FTIR - Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier

GC – Grau de conversão

H - Dureza

MIR - Região de infravermelho médio

PT - Limiar de perceptibilidade

TEGDMA - Dimetacrilato de trietilenoglicol

TPO - Óxido de monoacilfosfina

YI – Índice de amarelecimento

RESUMO

A instabilidade de cor da resina composta ao longo do tempo é considerada um fator negativo desse material restaurador, visto que resulta na redução das suas propriedades estéticas, fazendo com que as restaurações sejam substituídas em um espaço de tempo menor do que o esperado. Este estudo avaliou a cinética de polimerização, o grau de conversão (GC), a dureza (H) e a estabilidade de cor (ΔE) de resinas compostas experimentais formuladas com diferentes composições de matriz resinosa. Foram testadas as seguintes hipóteses: (1) a variação na distância de fotoativação (1 mm e 7 mm) influencia na cinética de polimerização e no grau de conversão do material; (2) o envelhecimento das resinas compostas experimentais, em água e café, resulta em alteração perceptível de cor; (3) o grau de conversão do material influencia na estabilidade de cor da resina composta envelhecida; e (4) os fotoiniciadores avaliados influenciam na estabilidade de cor do compósito resinoso envelhecido. Foram formuladas 2 composições de matriz resinosa: 1: Bis-GMA 50% + TEGDMA 50%; e 2: Bis-GMA 70% + TEGDMA 30%. Essas composições receberam diferentes fotoiniciadores: 0,5 wt% de canforoquinona (CQ) + 1 wt% de co-iniciador de amina etil 4-dimetilaminobenzoato (EDMAB); e 0,5 wt% de BAPO. As amostras foram avaliadas para cinética de polimerização e GC após fotoativação à uma distância de 1 mm e 7 mm e a alteração de

cor (ΔE), antes e após envelhecimento em água destilada e café por 60 dias. Os dados quantitativos foram analisados usando ANOVA e teste post-hoc de Tukey ($\alpha = 0,05$). Os valores de ΔE_{00} foram avaliados levando em consideração os limites de perceptibilidade (PT= 0,8) e aceitabilidade (AT= 1,8). O grupo 50:50 BAPO apresentou o maior GC nas duas distâncias (1 mm e 7 mm) e o menor valor de ΔE_{00} em comparação aos demais grupos. O envelhecimento em água e café resultou em alteração de cor perceptível ($\Delta E_{00} > 0,8$) e inaceitável ($\Delta E_{00} > 1,8$) em todas as condições experimentais. O grau de conversão influencia na estabilidade de cor da resina composta, e a composição da matriz orgânica, a depender dos monômeros e fotoiniciadores, tem efeito nessas duas variáveis (GC e ΔE_{00}).

Palavras-chave: Bis-Fenol A-Glicidil Metacrilato; Fotoiniciadores Dentários; Cor; Polimerização; Resina Composta.

ABSTRACT¹

Color changes in resin-based composites over time is considered a negative factor for this restorative material because of impairment on the esthetic properties, which may lead to the replacement of the restoration shorter than expected. This study evaluated the polymerization kinetics, degree of conversion (DC), hardness (H) and color stability (ΔE) of experimental resin-based composites formulated with different resin matrix compositions. The following hypotheses were tested: (1) different photoactivation distances (1 mm and 7 mm) influence the polymerization kinetics and the degree of conversion of the material; (2) aging in water and coffee results in noticeable color changes of the experimental resin-based composites; (3) the degree of conversion influences the color stability of the aged composites; and (4) the photoinitiators influence the color stability of the aged composites. Two resin matrix compositions were formulated: 1: Bis-GMA 50% + TEGDMA 50%; and 2: Bis-GMA 70% + TEGDMA 30%. These compositions received different photoinitiators: 0.5wt% camphorquinone (CQ) + 1wt% ethyl amine co-initiator 4-dimethylaminobenzoate (EDMAB); and 0.5wt% BAPO. The samples were evaluated for polymerization kinetics and DC after photoactivation from a distance of

¹ Title (título em inglês)

1 mm and 7 mm and for color changes (ΔE), before and after aging in distilled water and coffee for 60 days. Quantitative data were statistically analyzed using ANOVA and Tukey's post-hoc test ($\alpha = 0.05$). The ΔE_{00} values were evaluated based on the perceptibility (PT= 0.8) and acceptability (AT= 1.8) thresholds. The 50:50 BAPO group showed the highest GC at both distances (1 mm and 7 mm) and the lowest ΔE_{00} value compared to the other groups. Aging in water and coffee showed perceptible ($\Delta E_{00} > 0.8$) and unacceptable ($\Delta E_{00} > 1.8$) color changes for all experimental conditions. The degree of conversion influences the color stability of the experimental composites, and the composition of the organic matrix, depending on the monomers and photoinitiators, influences on these two variables (DC and ΔE_{00}).

Keywords: Bis-Phenol A-Glycidyl Methacrylate; Dental Photoinitiators; Color; Polymerization; Composite Resin.

1. INTRODUÇÃO

A resina composta consolidou-se como material de primeira escolha para restaurações diretas devido às excelentes propriedades estéticas e funcionais (DEMARCO *et al.*, 2013). A estabilidade de cor desse material tem uma enorme importância na Odontologia restauradora, pois a alteração de cor ao longo do tempo resulta na redução das características estéticas esperadas, com insatisfação do paciente e, conseqüentemente, redução do tempo de vida das restaurações, podendo ser considerado um fator negativo desse material restaurador.

Estudos mostram taxas anuais de falha de restaurações de resina composta em dentes anteriores, variando de 0 a 4,1 % (DEMARCO *et al.*, 2015), sendo que a principal causa da substituição das restaurações está relacionada a estética, como incompatibilidade de cor e manchamento superficial (DEMARCO *et al.*, 2017).

A matriz orgânica da resina composta é formada basicamente por um sistema fotoiniciador e monômeros de dimetacrilato, dentre outros componentes (LOVEL *et al.*, 1999). A composição monomérica mais utilizada nas resinas compostas comercializadas atualmente é a base de Bis-GMA (bisfenol A diglicidil dimetacrilato), uma molécula de alta viscosidade, como monômero base, associado ao TEGDMA (dimetacrilato de trietilenoglicol) como comonômero diluente, que por

apresentar baixo peso molecular favorece consideravelmente o grau de conversão dos polímeros (FLOYD & DICKENS, 2006; GONÇALVES *et al.*, 2009).

A literatura reporta que os componentes da matriz orgânica influenciam na estabilidade de cor da resina composta. No que se refere aos monômeros, os pesquisadores sugerem que a estrutura química e as características físicas dessas moléculas têm efeito nas propriedades ópticas da resina (FONSECA *et al.*, 2017), o que tem instigado novos estudos para avaliar as propriedades estéticas de monômeros alternativos aos convencionais. Da mesma forma, fotoiniciadores alternativos a canforoquinona, que é o sistema mais utilizado em resinas compostas, têm sido objeto de estudo a fim de melhorar as propriedades estéticas desse material (ALBUQUERQUE *et al.*, 2013; SALGADO *et al.*, 2014; SALGADO *et al.*, 2015, MANOJLOVIC *et al.*, 2016).

Apesar disso, ainda não há confirmação sobre os fatores que causam a alteração de cor da resina composta ao longo do tempo. Dessa forma, compreender a relação dos componentes da matriz orgânica na estabilidade de cor desse material restaurador pode levar ao desenvolvimento de materiais com melhores propriedades, favorecendo a longevidade das características estéticas das restaurações. Além disso, o entendimento sobre o grau de conversão dos monômeros se faz importante, visto que durante o processo de polimerização podem permanecer monômeros residuais não convertidos que causam alteração de cor da resina composta ao longo do tempo (HOSOYA, 1999; FONSECA *et al.*, 2017).

Portanto, o objetivo deste estudo foi avaliar a cinética de polimerização, o grau de conversão, a microdureza e a estabilidade de

cor de resinas experimentais formuladas com diferentes sistemas fotoiniciadores (CQ/amina e BAPO) e variações na composição monomérica (Bis-GMA e TEGDMA).

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Estabilidade de cor

Nas últimas décadas, pesquisadores têm se dedicado ao estudo da cor em materiais dentários, propondo métricas para avaliação quantitativa da diferença de cor percebida entre dois objetos, ou dois momentos no mesmo objeto. A fórmula mais utilizada nos estudos até o início dessa década é baseada no sistema CIE-L*a*b*, criado em 1978 pela Comissão Internacional de Iluminação (CIE). Essa fórmula é capaz de aproximar distâncias uniformes entre as coordenadas de cores (KHASHAYAR *et al.*, 2014; PARAVINA *et al.*, 2019).

Com o passar dos anos, ocorreram aperfeiçoamentos e uma nova fórmula foi apresentada, a CIEDE2000. Essa métrica foi desenvolvida baseada no espaço de cor CIELab, mas leva em consideração as diferenças de luminosidade, cromaticidade e tonalidade (PARAVINA *et al.*, 2019). Criada com objetivo de superar certas limitações da fórmula anterior (CIELab), a CIEDE2000 tem a capacidade de refletir melhor as diferenças de cor percebidas pelo olho humano (PECHO *et al.*, 2016). Autores relatam uma porcentagem de 95% de concordância com achados visuais utilizando essa métrica, comparada a 75% da fórmula CIELab. Sendo assim, essa medida de espaço de cor se tornou a primeira escolha a ser utilizada nas pesquisas

(CHU *et al.*, 2010; GÓMEZ-POLO *et al.*, 2016; PARAVINA *et al.*, 2019; DELLA BONA, 2020).

Quando se avaliam cor e as propriedades ópticas em odontologia, recomenda-se indicar a relevância clínica dos valores quantitativos, obtidos pelas métricas, utilizando-se os limiares de perceptibilidade (PT) e de aceitabilidade (AT) (ISO/TR 28642:2016; CHU *et al.*, 2010; PEREZ *et al.*, 2011; PARAVINA *et al.*, 2019). Os limiares (PT e AT) servem, então, para relacionar clinicamente resultados analíticos (avaliação objetiva) e observações visuais (avaliação subjetiva) com a percepção clínica, padronizando os estudos no âmbito da odontologia (PARAVINA *et al.*, 2015; DELLA BONA, 2020). Os limiares de perceptibilidade e aceitabilidade são importantes para que, além da determinação da capacidade de percepção da diferença de cor, seja estimado se essa diferença é aceitável ou não clinicamente (PARAVINA, 2009).

Isso significa que em uma avaliação subjetiva, 50% dos observadores consegue perceber (perceptibilidade) a diferença de cor entre dois objetos ou situações comparativas, e desses, 50% considera essa diferença aceitável clinicamente (aceitabilidade). Os valores de PT (0,8) e AT (1,8) foram definidos por um estudo multicêntrico (PARAVINA *et al.*, 2015) usando a métrica CIEDE2000 (ΔE_{00}). Além disso, estudo recente (TEJADA-CASADO *et al.*, 2023) usando pares de amostras em resina composta e a métrica CIEDE2000 indicou que diferenças de cor entre amostras de menor cromaticidade foram melhor aceitas pelos observadores, do que aquelas com maior cromaticidade.

Ainda não existe um consenso quanto ao protocolo laboratorial mais adequado para a avaliação da estabilidade de cor da resina

composta. Nesse sentido, o estudo de Paolone *et al.*, (2022) revisou a literatura disponível para oferecer informações sobre os procedimentos experimentais que avaliaram essa variável. Embora os autores tenham encontrado uma grande variabilidade nos processos laboratoriais para esse tipo de estudo, algumas semelhanças foram observadas na maioria deles. Foram incluídos 178 artigos na revisão, e, em relação a característica das amostras de resina composta, a maioria dos estudos utilizou corpos-de-prova em forma de disco (n=170) e com uma espessura de 2 mm (n=116). Os parâmetros de cor foram verificados, em grande parte das pesquisas, utilizando um espectrofotômetro (n=154). E, quanto aos líquidos corantes, o café instantâneo em pó foi o mais utilizado (n=102) seguido do chá (n=61), e vinho tinto (n=55), sendo eles, mantidos, na maioria dos estudos, em uma temperatura de 37°C (PAOLONE *et al.*, 2022).

2.2 Cinética de polimerização e grau de conversão

Grande parte dos compósitos restauradores têm monômeros de metacrilato como base da matriz orgânica, que polimerizam através do mecanismo de crescimento de cadeia pela propagação de radicais livres. Uma vez que o processo radicalar é iniciado, a formação de cadeias poliméricas ocorre através dos grupos vinílicos dessas moléculas. O conhecimento sobre essa reação química facilita a compreensão do processo de polimerização dos monômeros das resinas compostas (FERRACANE & GREENER, 1986). Durante o processo de polimerização, podem permanecer monômeros residuais não convertidos que causam alteração da cor da resina composta ao longo do tempo. Dessa forma, o entendimento sobre o grau de conversão das moléculas

da matriz orgânica é fundamental quando se estuda a estabilidade de cor deste material (HOSOYA, 1999; FONSECA *et al.*, 2017; STRAZZISAHYON *et al.*, 2020).

Os materiais restauradores apresentam diferentes sistemas de ativação: química, térmica e por luz. A polimerização por luz, requer o uso de uma unidade fotoativadora para o início do processo. Quando o fotoiniciador presente na matriz orgânica da resina composta recebe a energia de um fóton, este se decompõe e gera radicais livres que darão início a polimerização do monômero. Pesquisadores afirmam que para garantir uma boa polimerização de amostras de resina composta de até 2 mm de espessura, é necessária uma exposição radiante de 16 a 24 J/cm², o que atualmente, com os aparelhos fotoativadores que apresentam uma irradiância próxima a 1.000 mW/cm² se consegue com uma exposição de 20 segundos, a qual é suficiente para depositar uma densidade de energia de 20 J/cm² (1,0 W/cm² x 20s) no material (PEUTZFELDT & ASMUSSEM, 2005).

É de extrema importância que a ponta da unidade ativadora esteja o mais próximo possível do material restaurador no momento da fotoativação, pois estudos mostram que a uma distância de 3 mm ocorre uma redução de 14% na irradiância, podendo essa taxa aumentar para 50% no uso de aparelhos que produzem luz com maior grau de divergência (REIS, 2021). Um estudo variou a distância da fotoativação em uma resina composta (Z350) e mostrou que a variação de 0 para 8 mm de distância da ponta da unidade ativadora até a amostra, produziu uma redução de 62% da irradiância (VIDAL *et al.*, 2020). Fróes-Salgado *et al.*, (2009), em um trabalho semelhante, avaliaram o grau de conversão, dentre outras propriedades, de compósitos fotoativados a

distâncias de 0, 3 e 7 mm, mostrando que a irradiância diminuiu em média 40% quando a amostra foi fotoativada a uma distância de 7 mm, reduzindo consideravelmente o grau de conversão.

A avaliação do grau de conversão mostra a quantidade de ligações duplas alifáticas insaturadas de carbono convertidas em ligações saturadas (covalentes simples) (REIS, 2021). A taxa de conversão de uma resina composta, usualmente, ocorre entre 50% e 70%, mas nem todas as ligações insaturadas não convertidas em ligações simples representam monômeros residuais, apenas uma pequena quantidade (cerca de 2,5% a 5%). Quanto maior o número de ligações insaturadas convertidas em ligações covalentes, mais altos os valores de propriedades mecânicas do material, maior a resistência a degradação, estabilidade de cor e biocompatibilidade a médio e longo prazo (MOLDOVAN *et al.*, 2019).

A espectroscopia de infravermelho é muito utilizada em estudos que avaliam a cinética de polimerização e o grau de conversão em materiais dentários (MORAES *et al.*, 2008; FURUSE *et al.*, 2011; BALBINOT *et al.*, 2019; MOLDOVAN *et al.*, 2019). Essa é uma técnica baseada na interação entre a radiação eletromagnética e as vibrações características das ligações químicas presentes nos átomos constituintes da matéria, o que permite identificar moléculas baseado no interferograma gerado. O interferograma, por sua vez, é convertido em um espectro utilizando a transformada de Fourier, que é uma ferramenta matemática. Os espectros podem ser obtidos pelo método de transmissão (quando o detector mede a intensidade da radiação que passa pela amostra) ou reflexão (quando o detector mede a radiação infravermelha refletida pela amostra). Dentro deste último, existem dois métodos:

refletância total atenuada (ATR) e refletância difusa e especular (MORAES *et al.*, 2008).

2.3 Dureza (H)

Alguns estudos que avaliam a estabilidade de cor da resina composta também avaliam a dureza desse material. Isso porque essa propriedade pode estar relacionada à solubilidade e sorção de água, as quais têm o potencial de influenciar na alteração de cor da resina composta a longo prazo (ESPÍNDOLA-CASTRO *et al.*, 2020; DE OLIVEIRA *et al.*, 2022; FIDAN *et al.*, 2023).

Estes estudos envolvem tanto resinas experimentais com variações na matriz orgânica (FRÓES-SALGADO *et al.*, 2015) quanto compósitos disponíveis comercialmente (RIZZANTE *et al.*, 2019; ESPÍNDOLA-CASTRO *et al.*, 2020; STRINI *et al.*, 2021).

Fróes-Salgado *et al.*, (2015), formularam resinas experimentais compostas por Bis-GMA e BisEMA como monômeros-base combinados a diferentes monômeros diluentes (EGDMA, DEGDMA, TEGDMA, TETGDMA e D₃MA). Os corpos de prova foram testados antes e após envelhecimento por três meses em etanol 75% e água destilada, onde após esse período, os grupos compostos por BisEMA apresentaram valores de dureza Knoop maior do que aqueles que continham Bis-GMA como monômero base da matriz orgânica. Similarmente, Ma *et al.*, (2024) formularam resinas compostas do tipo *Bulk Fill* com o monômero alternativo Bis-EFMA em sua matriz orgânica e restauraram cavidades classe II de dentes naturais, reportando estabilidade de cor e propriedades mecânicas favoráveis para o monômero Bis-EFMA.

Estudos mostram que a irradiância do fotopolimerizador tem influência direta nas propriedades mecânicas da resina composta. Strazzi-Sahyon *et al.*, (2020) avaliaram a estabilidade de cor e dureza de resina composta fotopolimerizada com diferentes unidades fotoativadoras e submetidas a termociclagem, reportando que, a unidade fotoativadora de comprimento de onda mais amplo (Poliwave) assegurou uma melhor estabilidade de cor e dureza comparada a unidade de fotopolimerização de comprimento de onda único. Outro estudo avaliou a dureza Knoop e o grau de conversão de uma resina composta micro-híbrida em diferentes distâncias de fotopolimerização (0, 2 e 4 mm) mostrando que o aumento da distância reduziu significativamente os valores de dureza, porém, o grau de conversão, embora tenha apresentado uma tendência a redução, não apresentou diferença estatisticamente significativa (CATELAN *et al.*, 2015). Vargas *et al.* (2024) avaliaram a dureza e a estabilidade de cor dentre outras propriedades, de uma resina composta nanoparticulada comercialmente disponível que passou por diferentes processos de acabamento e polimento, sendo envelhecida em café e repolida. Os autores perceberam a redução dos valores de dureza Knoop, bem como, uma diferença de cor significativa após envelhecimento.

Quanto ao protocolo laboratorial do teste de dureza Vickers, Richard *et al.*, (2024), compararam os tamanhos das indentações obtidas a partir de diferentes cargas (50, 100, 300 e 1000 gf) em corpos de prova de resina composta (Tetric EvoCeram *Bulk Fill*) polidos e não polidos. Os autores concluíram que o polimento dos corpos de prova resultou em maiores valores de dureza, e que uma carga de 300 gf é suficiente para penetrar além da camada superficial que pode conter monômeros

inibidos pelo oxigênio, atingindo uma profundidade de indentação adequada sem causar danos ao corpo de prova.

2.4 Monômeros

As resinas compostas são constituídas de uma matriz orgânica (monômeros, iniciadores, modificadores de cor), uma matriz inorgânica com partículas de carga e um agente de união (REIS, 2021). O Bis-GMA (bisfenol A diglicidil dimetacrilato) é o monômero mais utilizado em resinas compostas usadas na odontologia (ASMUSSEN & PEUTZFELDT, 1998). Essa molécula apresenta um alto peso molecular ($M_w = 512 \text{ g/mol}$), e tem um alto potencial de interação de pontes de hidrogênio, resultado dos grupamentos hidroxila presentes, o que também resulta em alta viscosidade (PEUTZFELDT, 1997; FONSECA *et al.*, 2017). A alta viscosidade do Bis-GMA dificulta a adição de volumes adequados de carga inorgânica e também representa um desafio na difusão das moléculas co-iniciadoras, e na propagação de espécies radiculares na matriz orgânica, reduzindo assim, o grau de conversão dos monômeros (SRIVASTAVA *et al.*, 2018).

Sendo assim, são adicionados monômeros diluentes ao sistema a fim de reduzir a viscosidade do material e melhorar suas propriedades. Um co-monômero frequentemente utilizado como diluente é o dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA). Essa molécula apresenta um baixo peso molecular ($M_w = 286 \text{ g/mol}$) e baixa viscosidade ($\eta = 0,0505 \text{ Pa}\cdot\text{s}$), o que favorece muito o grau de conversão dos polímeros (ATAI & WATTS, 2006; FLOYD & DICKENS, 2006; GONÇALVES *et al.*, 2009), e possibilita uma maior incorporação de carga à matriz da resina composta. Conseqüentemente, o TEGDMA em combinação com

o Bis-GMA proporciona um aumento nas propriedades como rigidez e resistência mecânica e diminuição de outras (não desejáveis) como coeficiente de expansão térmica linear e solubilidade do material (REIS, 2021). Porém, a adição desse co-mônômero pode aumentar a contração de polimerização (GONÇALVES *et al.*, 2010), a absorção de água (SIDERIDOU *et al.*, 2007) e, dessa forma, prejudicar a estabilidade de cor das resinas compostas (GAJEWSKY *et al.*, 2012).

Essa composição monomérica básica (Bis-GMA + TEGDMA), também chamada de resina de Bowen em referência ao cientista que desenvolveu o Bis-GMA, ainda faz parte da formulação mais utilizada nas resinas compostas comercializadas atualmente. Monômeros alternativos já vem sendo usados como base da matriz orgânica das resinas compostas a fim de melhorar as propriedades do material, como por exemplo, o UDMA (uretano dimetacrilato), um monômero com peso molecular de 470 g/mol, porém, com uma menor viscosidade, o que permite a versatilidade de ser utilizado isolado ou associado a outros monômeros (ANUSAVICE *et al.*, 2013).

Dentre os monômeros experimentais estudados, uma alternativa ao Bis-GMA, é o Bis-EMA, uma molécula semelhante ao Bis-GMA, porém, com uma maior mobilidade, o que provavelmente é atribuído pela ausência de grupamentos hidroxila (LEMON *et al.*, 2007). Sendo assim, esse monômero pode apresentar um aumento significativo, de até três vezes, no grau de conversão dos polímeros em relação ao Bis-GMA (GAJEWSKI *et al.*, 2012).

Outro sistema de monômeros proposto é tiol-eno, que polimerizam pelo mecanismo de crescimento em etapas (“step-growth”), diferente dos metacrilatos que polimerizam pelo mecanismo de

crescimento de cadeia (“chain-growth”). No sistema “step-growth” a vitrificação ocorre em graus de conversão mais elevados, o que por consequência resulta em conversão final mais alta, especialmente se comparado a metacrilatos disfuncionais que formam redes poliméricas cruzadas (LU *et al.*, 2005; BOULDEN *et al.*, 2011). Apesar disso, a molécula de tiol-eno isolada como base da matriz orgânica apresenta baixas propriedades mecânicas. Sendo assim, Boulden *et al.*, 2011, buscando unir as propriedades mecânicas dos metacrilatos com as características positivas do tiol-eno, testaram uma resina a base de metacrilato-tioleno e obtiveram bons resultados quanto a resistência à flexão, tensão de polimerização, profundidade de cura e solubilidade, quando comparada a uma matriz composta somente por dimetacrilato.

Fugolin & Pfeifer (2017) revisaram a literatura a respeito do desenvolvimento de monômeros alternativos, e relataram estudos que avaliaram moléculas originadas da química do metacrilato, por exemplo, metacrilamidas e bisacrilamidas, assim como, éteres vinílicos e tiol-vinilsulfona. Estas, segundo as pesquisas, se mostraram estáveis no meio aquoso. Sabendo que a solubilidade e sorção de água podem ser consideradas desvantagens do Bis-GMA, estes monômeros se mostram boas escolhas.

Em outro estudo, alguns autores testaram um monômero chamado Bis-GMA clorado (Cl-Bis-GMA). Essa molécula, semelhante ao Bis-GMA, passou por uma modificação química em que um grupo hidroxila foi substituído por cloro, que é menos hidrofílico. Foram avaliadas algumas propriedades como reologia, citotoxicidade, biocompatibilidade, grau de conversão, solubilidade e sorção de água,

que mostraram resultados promissores para o Cl-Bis-GMA, em comparação ao Bis-GMA (AL-ODAYNI *et al.*, 2019).

Ainda nessa linha de pesquisa, o estudo de Fugolin *et al.* (2020) avaliou a cinética e tensão de polimerização, a sorção e a solubilidade de água, dentre outras propriedades, dos monômeros UDMA e 2EMATE-BDI como base e comonômeros, em resinas livres de Bis-GMA. Os pesquisadores concluíram que a utilização do 2EMATE-BDI como comonômero, se mostrou uma boa alternativa em virtude do menor estresse de polimerização observado nas amostras compostas por essa molécula em comparação ao grupo controle que combinou Bis-GMA e TEGDMA.

A indústria, por sua vez, já utiliza monômeros alternativos em suas formulações, como por exemplo o DX511, presente na resina Kalore (GC America, Alsip, Illinois), que apresenta um alto peso molecular ($M_w = 895$ g/mol), o que permite uma redução na contração de polimerização, ao mesmo tempo em que promove uma maior reatividade e grau de conversão através dos grupos terminais flexíveis que possui (ANUSAVICE *et al.*, 2013). Com propriedades semelhantes, outra alternativa é o silorano, monômero a base de silício, utilizado na resina Filtek LS, que também promove uma menor contração de polimerização por conta da sua diferença estrutural, composta por unidades de siloxano e anéis epóxi que se abrem durante a polimerização (BOARO *et al.*, 2010; BARACCO *et al.*, 2012; ANUSAVICE *et al.*, 2013), além de beneficiar o sistema restaurador por apresentar uma boa estabilidade cromática (FURUSE *et al.*, 2008; PEREZ *et al.*, 2010).

2.4.1 Estabilidade de cor relacionada aos monômeros

Sabe-se que as características físicas e químicas da matriz orgânica da resina composta têm influência sobre a estabilidade de cor do material. De acordo com alguns autores, a estrutura química dos monômeros, a presença de grupos funcionais polares e as características físicas da estrutura polimérica tridimensional apresentaram influência nas propriedades ópticas da resina composta (FONSECA *et al.*, 2017).

A avaliação de cor das amostras, na maioria dos estudos, é feita após um processo de envelhecimento artificial em água e/ou corantes existentes nos alimentos. O objetivo desse processo é simular as condições de exposição ao meio bucal. Alguns fatores influenciam no desempenho da resina composta quando exposta ao envelhecimento artificial em água. O estudo de Fonseca *et al.*, (2017) demonstra que além do grau de conversão, a composição química e a característica hidrofílica dos monômeros são fatores importantes na determinação do desempenho das resinas compostas após essa exposição. Esse estudo avaliou diferentes monômeros associados ao TEGDMA em uma resina experimental em relação ao grau de conversão, sorção de água, solubilidade e estabilidade de cor. Os resultados demonstraram menores valores de ΔE para Bis-EMA quando comparado ao UDMA e Bis-GMA (FONSECA *et al.*, 2017). O silorano, já citado anteriormente nesta revisão, apresentou um bom desempenho em relação a estabilidade de cor em estudos que compararam resinas comerciais baseadas neste monômero, com compósitos à base de dimetacrilatos (FURUSE *et al.*, 2008; PEREZ *et al.*, 2010).

Um outro estudo foi conduzido para avaliar o efeito da viscosidade do co-monômero na estabilidade de cor da resina composta. Os pesquisadores utilizaram a variação da relação Bis-GMA:TEGDMA

para modificar a viscosidade do material. Entretanto, os resultados não revelaram uma correlação entre esses fatores (CAMARGO *et al.*, 2015).

2.4.2 Cinética de polimerização e grau de conversão relacionados aos monômeros

O processo de polimerização dos metacrilatos se dá através da produção de radicais livres em uma reação em cadeia que consiste em três etapas: iniciação, propagação e terminação. A etapa da iniciação é dividida em dois momentos: no primeiro, ocorre a produção de radicais livres, e no segundo, a adição destes radicais às primeiras moléculas de monômeros para produzir o radical iniciador da cadeia (ODIAN, 2004).

Um estudo interessante de Lovell *et al.*, 1999, observou a cinética de polimerização de dimetacrilatos, mais especificamente, Bis-GMA e TEGDMA. Este processo é caracterizado pelo mecanismo de propagação e terminação das moléculas e radicais. Após o início da conversão dos monômeros, à medida que a reação progride, a movimentação radicalar é restringida em função da reticulação do meio, e a terminação passa a ser controlada pela difusão, de modo que se torna limitada. Neste momento, se observa um aumento na quantidade de radicais livres, aumentando assim, a taxa de propagação (fenômeno chamado de autoaceleração). A medida que o sistema continua a reagir, a taxa de propagação também passa a ser limitada pela difusão, sofrendo uma queda, efeito esse chamado de desaceleração. Neste instante, devido a vitrificação, as taxas de propagação e terminação reduzem, o que geralmente se traduz na presença de monômeros residuais. Este trabalho também esclareceu o quanto a viscosidade inicial e a estrutura química

dos monômeros influenciam no desempenho da cinética de polimerização (LOVELL *et al.*, 1999).

O grau de conversão pode estar relacionado a características como: estrutura e rigidez da molécula, presença ou não de grupamentos hidroxila e reatividade. Estas propriedades influenciam durante o processo de polimerização, na densidade de reticulação do meio, bem como na mobilidade do sistema, desempenhando um efeito significativo na cinética de polimerização (LOVELL *et al.*, 1999).

Monômeros alternativos à combinação convencional de Bis-GMA e TEGDMA vêm sendo estudados quanto ao desempenho no processo de polimerização. Um estudo que avaliou a cinética de polimerização e grau de conversão de algumas moléculas, teve como resultado, melhor cinética de polimerização nos grupos compostos por Bis-EMA e FIT 852 em comparação ao Bis-GMA. A combinação de Bis-GMA:TEGDMA foi a que resultou no menor grau de conversão. Esse estudo também observou que, apesar de ser mais reativo, o Bis-GMA proporciona um meio mais viscoso para o início da polimerização do TEGDMA, o que acelera a terminação controlada por difusão da reação (FONSECA *et al.*, 2017). Em contrapartida, de acordo com um estudo realizado por Gonçalves *et al.*, (2009), as combinações de Bis-GMA e TEGDMA apresentaram valores mais altos de grau de conversão em comparação com as amostras compostas por Bis-EMA, justificando a utilização dessa mistura que ainda é a mais utilizada nas resinas compostas comercializadas atualmente.

O grau de conversão de polímeros tem sido identificado como um fator que tem influência na sorção de água. Gajewski *et al.*, (2012) concluiu que a sorção de água aumentou à medida que o grau de

conversão das amostras diminuiu. Neste estudo, o Bis-EMA apresentou o menor valor de sorção de água em comparação com o Bis-GMA e UDMA, provavelmente devido à sua alta taxa de conversão e às propriedades hidrofóbicas da molécula (LEMON *et al.*, 2007).

2.5 Partículas de carga

A incorporação de partículas de carga na matriz orgânica da resina composta, possibilita alguns benefícios a esse material, como, melhora nas propriedades físicas e mecânicas, redução na contração de polimerização, redução na expansão e contração térmica, controle da viscosidade e características de manipulação, diminuição da absorção de água, e, radiopacidade (ANUSAVICE *et al.*, 2013).

De maneira geral, as resinas são classificadas de acordo com o tamanho médio das partículas, podendo ser macroparticuladas, microparticuladas, híbridas, micro-híbridas, nanoparticuladas e nano-híbridas. Atualmente, a maioria das resinas compostas disponíveis comercialmente são micro-híbridas ou nano-híbridas.

As resinas nano-híbridas, são compostas por uma mistura de partículas nanométricas (< 100 nm) e partículas micrométricas (normalmente de vidro e sílica coloidal). Estas resinas apresentam propriedades mecânicas adequadas e manutenção do polimento. Geralmente contêm um percentual de inclusão de carga que varia de 55% a 69% em volume (REIS, 2021) e são bastante utilizadas em estudos que avaliam as propriedades das resinas compostas (KHERAIF *et al.*; 2013; XU *et al.*, 2020; HUANG *et al.*, 2022; AL-SHAMI *et al.*, 2023).

2.5.1 Estabilidade de cor relacionada às partículas de carga

A literatura nos mostra, que a composição da matriz inorgânica das resinas compostas, a depender do tamanho e concentração das partículas de carga, pode ter influência no grau de alteração de cor desse material a longo prazo (LEPRINCE *et al.*, 2013; KHERAIF *et al.*, 2013; SALGADO *et al.*, 2014; AL-SHAMI *et al.*, 2023; HUANG *et al.*, 2022).

Um estudo Sulaiman *et al.*, (2021) avaliou a estabilidade de cor de algumas resinas compostas comercializadas (nanoparticuladas e micro-híbridas) e de um material à base de ionômero de vidro, após envelhecimento em café, suco de uva, água deionizada e termociclagem, por 14 dias. Os autores concluíram que as resinas que possuíam em sua composição partículas nanométricas, apresentaram uma maior estabilidade de cor do que as resinas compostas micro-híbridas e que o ionômero de vidro modificado por resina. Este estudo, corrobora com os resultados de Al-Shami *et al.*, (2023) que encontrou os mesmos desfechos quando comparou um compósito nanohíbrido (Tetric N-Ceram) e micro-híbrido (Te-Econom Plus) em relação a estabilidade de cor.

Por outro lado, um estudo que avaliou a estabilidade de cor de resinas compostas de diferentes marcas comerciais compostas por partículas de carga de diferentes tamanhos, encontrou maiores valores de alteração de cor nas resinas nano-híbridas em comparação às micro-híbridas (HUANG *et al.*, 2022). Resultado esse, que corrobora com os encontrados por Kheraif *et al.*, (2013) em um estudo semelhante.

2.5.2 Grau de conversão e viscosidade relacionados às partículas de carga

O grau de conversão está estreitamente relacionado com a composição da matriz orgânica e partículas de carga da resina composta (SILVA *et al.* 2008; XU *et al.*, 2020), bem como, com a viscosidade do meio de reação (ODIAN, 2004).

Em relação a influência da composição monomérica na viscosidade do meio, a literatura nos mostra, por exemplo, que a mistura de 50% de Bis-GMA e 50% de TEGDMA em peso, apresenta baixa viscosidade, sendo de 200 cPa. Quando se altera essa concentração para 75% de Bis-GMA e 25% de TEGDMA em peso, a viscosidade sobe consideravelmente para 4.300 cPa, (ANUSAVICE *et al.*, 2013).

No que diz respeito as partículas de carga, Xu *et al.*, (2020) avaliaram o grau de conversão de resinas nano e micro-híbridas, e encontraram maiores valores nas resinas nano-híbridas. Em contrapartida, estudos semelhantes, mostraram resultados diferentes, onde as resinas nanoparticuladas apresentaram menores valores de grau de conversão comparadas a híbridas e micro-híbridas (SILVA *et al.*, 2008; RIBEIRO *et al.*, 2012).

2.6 Fotoiniciadores

Os fotoiniciadores utilizados na composição das resinas compostas, são classificados em dois tipos, baseados no seu mecanismo de formação de radicais livres: Tipo I: os radicais são gerados pela fragmentação da molécula do fotoiniciador, e; Tipo II: os fotoiniciadores são excitados pela luz e requerem a interação com um coiniciador para a formação dos radicais livres (STANSBURY, 2000; RESENDE *et al.*, 2022).

O sistema de fotoiniciador mais utilizado desde 1975 é composto pela canforoquinona (CQ), classificado como sendo do tipo II, requer um co-iniciador, geralmente uma amina terciária, para iniciar a reação de polimerização (ASMUSEN *et al.*, 2009; PRATAP *et al.*, 2019). Sua faixa de absorção se dá entre 360-510 nm, com um pico máximo em 468 nm, o que permite sua absorção por diversas unidades fotoativadoras (IKEMURA *et al.*, 2010; KOWALSKA *et al.*, 2022). A canforoquinona foi bem estudada em relação a resistência, dureza e profundidade de polimerização, se mostrando um sistema de iniciação adequado para materiais restauradores a base de resina (MACIEL *et al.*, 2018). A concentração de CQ varia de 0,17% a 1,03% em peso da porção resinosa de compósitos restauradores disponíveis comercialmente (TAIRA *et al.*, 1988).

No entanto, o uso da canforoquinona como fotoiniciador apresenta algumas desvantagens. As moléculas de amina terciária que atuam como co-iniciadoras desse sistema, quando não reagidas, podem gerar produtos oxidativos que prejudicam a estética do material a longo prazo. Além disso, talvez sua maior desvantagem, seja a coloração amarelada que pode afetar as propriedades ópticas do material (MACIEL *et al.*, 2018).

Nos últimos anos, foram desenvolvidos novos sistemas fotoiniciadores, como BAPO (óxido de bisacilfosfina) e TPO (óxido de monoacilfosfina), que são classificados como tipo I. Esses fotoiniciadores, diferentemente da canforoquinona, não dependem da presença de um co-iniciador para iniciar o processo de polimerização (OLIVEIRA *et al.*, 2015). Nesse sistema, após a absorção de luz, ocorre a clivagem desses fotoiniciadores, gerando moléculas reativas capazes

de iniciar a reação de polimerização (ALBUQUERQUE *et al.*, 2013). Assim, a chance do efeito amarelado a longo prazo, causado pela oxidação das aminas terciárias, é reduzida (OLIVEIRA *et al.*, 2015). Esses fotoiniciadores possuem uma faixa de comprimento de onda menor em comparação a canforoquinona. Por exemplo, o BAPO apresenta uma faixa de absorção de luz entre 265-416 nm (DECKER *et al.*, 2001; IKEMURA *et al.*, 2008).

Um estudo realizado por Schneider *et al.*, (2012) comparou a eficiência e a profundidade de polimerização de diferentes sistemas fotoiniciadores e concluiu que em relação a profundidade de polimerização, a combinação de CQ+EDMAB (amina terciária) obteve resultados mais favoráveis do que o TPO. Porém, em relação a eficiência de polimerização, os resultados indicaram valores maiores para o TPO em relação à canforoquinona (CQ). Esses achados corroboram com os resultados encontrados no estudo de Oliveira *et al.*, (2015). Da mesma forma, Resende *et al.*, (2022) investigou a profundidade de polimerização de diferentes fotoiniciadores, incluindo CQ, PPD, MAPO e BAPO, e também encontrou os maiores valores de profundidade de polimerização nas amostras de canforoquinona.

Um estudo conduzido por Albuquerque *et al.*, (2013) avaliou o grau de conversão de sistemas fotoiniciadores contendo CQ+EDMAB, TPO+EDMAB e BAPO. Os resultados mostraram que tanto BAPO quanto TPO apresentaram um grau de conversão semelhante à canforoquinona. Já um trabalho que comparou CQ, TPO e BAPO em relação ao grau de conversão e taxa de polimerização, concluiu que BAPO apresentou um maior grau de conversão e taxa de polimerização em comparação aos demais (BERTOLO *et al.*, 2017).

O estudo realizado por Meereis *et al.* (2014) avaliou o desempenho do fotoiniciador BAPO como uma alternativa ao sistema CQ+EDMAB em termos de cinética de polimerização, resistência a flexão e módulo de elasticidade. Os resultados demonstraram que o BAPO apresentou um tempo de início de polimerização menor que a CQ, o que pode ser atribuído ao seu mecanismo de formação de radicais livres. Ao passar por clivagem, o BAPO é capaz de gerar quatro radicais livre, tornando-se altamente reativo. Nesse mesmo estudo, foram adicionados dois co-iniciadores (EDAB e DPIHP) ao fotoiniciador BAPO, resultando em um sistema que apresentou valores mais elevados de grau de conversão e taxa de polimerização em comparação com o sistema convencional (CQ+EDAB).

Ainda em relação as propriedades mecânicas dos sistemas fotoiniciadores, um estudo avaliou TPO, BAPO e CQ quanto à microdureza e revelou que BAPO apresentou uma maior microdureza em relação a CQ e TPO (SALGADO *et al.*, 2014).

Quando avaliada a estabilidade de cor, a pesquisa de Oliveira *et al.*, (2015), mostrou que a canforoquinona (CQ) apresentou uma maior tendência a amarelar em comparação ao BAPO e TPO após processo de envelhecimento em água. Estudos semelhantes, concluíram que o TPO apresentou uma maior estabilidade de cor comparado à CQ e BAPO (ALBUQUERQUE *et al.*, 2013; SALGADO *et al.*, 2014; SALGADO *et al.*, 2015, MANOJLOVIC *et al.*, 2016).

Alguns autores realizaram um estudo avaliando variações no tipo de amina terciária associadas a CQ. Foram utilizadas amostras compostas por Bis-GMA/TEGDMA em uma proporção de 3:1, 0,25% em peso de CQ e 1% em peso de amina (DMAEMA, CEMA, DMPT,

DEPT ou DABE) e testados de grau de conversão, estabilidade de cor e transmitância, taxa de contração de polimerização e microdureza Knoop. Os pesquisadores concluíram que DMAEMA, que é uma amina alifática apresentou maior grau de conversão, microdureza, e estabilidade de cor em relação a aminas aromáticas, mas, em contrapartida, exibiu maior contração de polimerização (FURUSE, *et al.*, 2011).

3. PROPOSIÇÃO

Objetivos gerais

Avaliar a cinética de polimerização, o grau de conversão, a dureza e a estabilidade de cor de resinas experimentais formuladas com diferentes sistemas fotoiniciadores (CQ/amina e BAPO) e variações na composição monomérica (Bis-GMA e TEGDMA).

Objetivos específicos

Testar as seguintes hipóteses:

- (1) a variação na distância de fotoativação (1 mm e 7 mm) influencia na cinética de polimerização e no grau de conversão do material,
- (2) o envelhecimento das resinas compostas experimentais, em água ou café, resulta em alteração perceptível de cor,
- (3) o grau de conversão do material influencia na estabilidade de cor da resina composta envelhecida, e
- (4) os fotoiniciadores avaliados influenciam na estabilidade de cor do compósito resinoso envelhecido.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Este estudo experimental *in vitro* foi realizado no laboratório de materiais dentários (LAMAD) da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul e no laboratório de pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo (Programa de Pós-Graduação).

Oitenta amostras de resinas compostas experimentais foram utilizadas nessa pesquisa (N=80). Os corpos de prova foram divididos, inicialmente, em dois grupos (n=40) de acordo com a composição da matriz orgânica, baseada nos diferentes valores de logP dos monômeros.

Grupo 1: (Bis-GMA 50% + TEGDMA 50%) e

Grupo 2: (Bis-GMA 70% + TEGDMA 30%).

Cada grupo foi subdividido (n=20) e recebeu diferentes sistemas fotoiniciadores (CQ/amina e BAPO). Foram avaliados a cinética de polimerização, o grau de conversão após fotoativação (à uma distância de 1 mm e 7 mm), a microdureza e a alteração de cor (ΔE) (antes e após submersão em água destilada e café por 60 dias) das amostras (CAMARGO *et al.*, 2015; ALBUQUERQUE *et al.*, 2015; FONSECA *et al.*, 2017) (Figura 1).

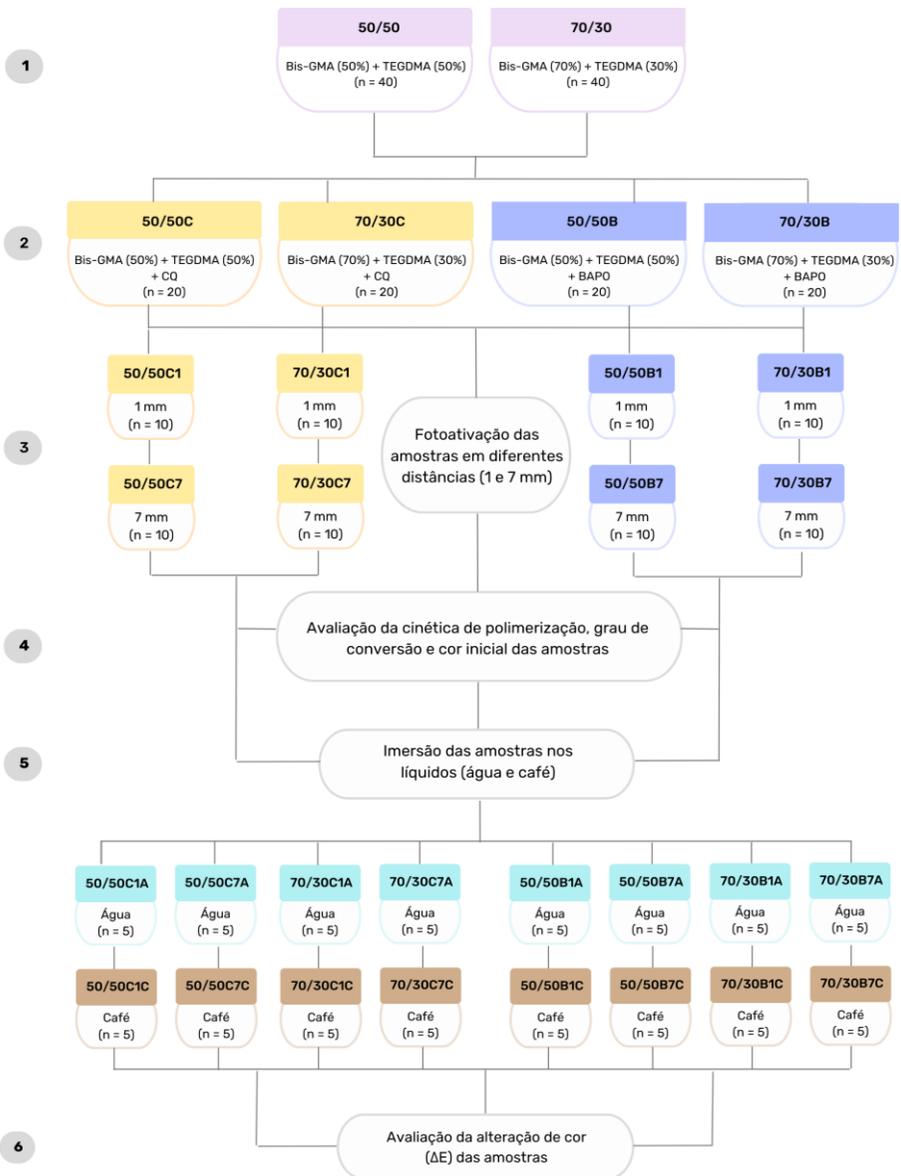


Figura 1 - Fluxograma com o delineamento experimental.

4.1 Materiais

Os corpos de prova foram fabricados a partir de resinas compostas experimentais. A matriz orgânica da resina foi constituída de Bisfenol A diglicidil dimetacrilato (Bis-GMA) misturado à um monômero secundário, trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA) (Sigma Aldrich, St. Louis, MO, EUA) em diferentes proporções, conforme mencionado acima.

Cada grupo experimental foi subdividido e recebeu diferentes fotoiniciadores, sendo canforoquinona (CQ) em uma concentração de 1% (mol) + co-iniciador de amina etil 4-dimetilaminobenzoato (EDAB) em uma concentração de 1% (mol) em peso, ou BAPO em uma concentração de 0,5% (mol) (Sigma Aldrich).

Após a mistura do sistema monômero e fotoiniciador, a carga inorgânica, composta por 25% em peso de 2,7 μm de bário-alumínio-silicato (Esstech), 70% em peso de 0,7 μm de bário-alumínio-silicato (Esstech) e 5% em peso de partículas de dióxido de silício de 40 nm (Evonik Industries AG, Hanau-Wolfgang, Alemanha), foi adicionada a todos os grupos, em uma proporção de 60% em peso na composição final da fórmula (40% de matriz orgânica para 60% de carga inorgânica) (ALBUQUERQUE *et al.*, 2015; FONSECA *et al.*, 2017), caracterizando assim, esta resina como nanohíbrida.

Todos os componentes foram misturados de forma homogênea em um misturador DAC 330-100 PRO (Speed Mixer, Flacktek, Landrum, SC, USA) por 30 segundos a 2500 rpm ao passo que cada componente foi adicionado (FONSECA *et al.*, 2017).

4.1.2 Fabricação dos corpos de prova (grau de conversão)

Os corpos de prova para avaliação do grau de conversão foram fabricados a partir de incrementos de resina composta experimental fotoativados com a unidade fotoativadora Bluephase N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) no modo High (1000 mW/cm²), por 40 s a diferentes distâncias (1 mm e 7 mm) sobre o equipamento de espectroscopia por infravermelho, em um molde de silicone com o diâmetro de 5 mm e espessura de 2 mm, enquanto foi realizada a avaliação da cinética de polimerização e grau de conversão (Figura 2).

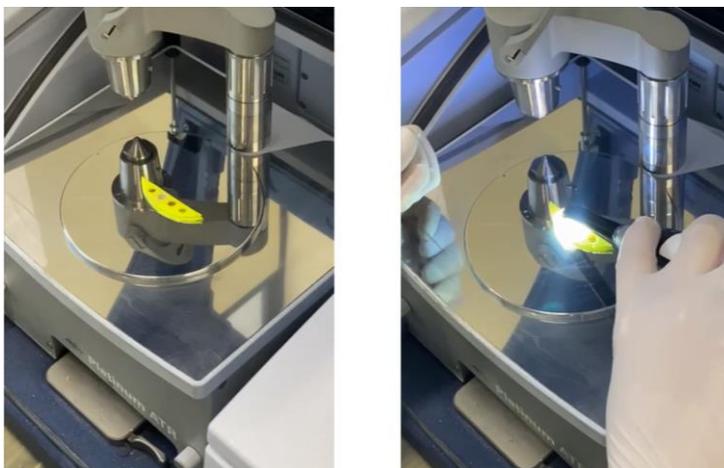


Figura 2 - Fabricação dos corpos de prova sobre o equipamento de espectroscopia por infravermelho.

4.1.3 Fabricação dos corpos de prova (microdureza e cor)

Para a avaliação de microdureza Vickers e cor, foram confeccionados novos corpos de prova com 8 mm de diâmetro e 1 mm de espessura confirmados por um paquímetro digital, a partir de moldes de silicone apoiados em uma placa de vidro, seguindo o mesmo

protocolo de fotoativação citado anteriormente, com a unidade fotoativadora Bluephase N (Ivoclar Vivadent) no modo High (1000 mW/cm²), por 40 s a diferentes distâncias (1 mm e 7 mm). A superfície da amostra que não entrou em contato com a placa de vidro passou pelo processo de polimento com uma sequência de lixas d'água (#240, #320, #3000) (3M, São Paulo, Brasil) (Figura 3). As amostras foram limpas em cuba sônica (Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) com água destilada por 5 minutos.

Posteriormente, os corpos de prova foram armazenados em temperatura ambiente e protegidos da luz.

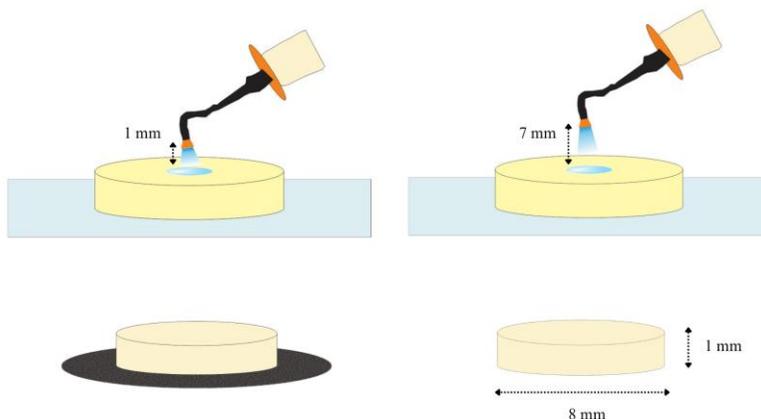


Figura 3 – Desenho esquemático da fabricação dos corpos de prova para avaliação de dureza e cor, representando a fotoativação a partir das duas distâncias experimentais (1 mm e 7mm), o polimento, e as dimensões do corpo de prova.

4.2 Métodos

4.2.1 Cinética de polimerização e grau de conversão

A cinética de polimerização e o grau de conversão dos materiais experimentais foram avaliados por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier em tempo real (VERTEX 70, Bruker Optics, Ettingen, Alemanha) equipado com um dispositivo de refletância total atenuada (ATR), composto por um cristal ZnSe horizontal, com ângulo de espelho de 45° (PIKE Technologies, Madison, WI, EUA).

As amostras foram fotoativadas com a unidade fotopolimerizadora Bluephase N (Ivoclar Vivadent) no modo High (1000 mW/cm²), por 40 s depositando uma densidade de energia de 40 J/cm² (1,0 W/cm² x 40 s) sobre o material. Um grupo de amostras recebeu essa irradiação à uma distância de 1 mm (n=40), e o outro, a uma distância de 7 mm (n=40).

Uma ponteira foi acoplada, permitindo padronizar essas distâncias entre a unidade fotoativadora e a amostra (Figura 4). A densidade de energia emitida pelo aparelho fotopolimerizador, foi mensurada por um radiômetro (Curing light meter 105, DMC, São Carlos, Brasil) em cada uma das distâncias de fotoativação.



Figura 4 - Ponteira acoplada na ponta da unidade fotoativadora com medida de 7 mm.

A cinética de polimerização foi monitorada em tempo real durante a fotoativação, sendo realizadas duas varreduras durante 180 segundos, gerando três espectros por segundo, em uma resolução de 4 cm⁻¹ (FUGOLIN *et al.*, 2019; FUGOLIN *et al.*, 2021).

O grau de conversão na região de MIR (região de infravermelho médio – de 400 a 2.000 cm⁻¹) foi determinado pela medição da variação da altura dos picos 1640 cm⁻¹ (C=C alifática) e 1610 cm⁻¹ (C=C aromática) entre as amostras polimerizadas e não polimerizadas. (IKEMURA *et al.*, 2008). A porcentagem de ligações C=C alifáticas não reagidas remanescentes durante a reação de polimerização foi obtida através da equação:

$$(\% C = C) = \frac{Abs(\text{alifático}) / Abs(\text{aromático})_{\text{polímero}}}{Abs(\text{alifático}) / Abs(\text{aromático})_{\text{monômero}}} \times 100$$

Onde *Abs* é a altura da banda de absorção (RUEGGEBERG *et al.*, 1990; COLLARES *et al.*, 2014).

Os corpos de prova foram testados sob condições controladas de temperatura e umidade.

4.2.2 Microdureza Vickers

O teste de microdureza Vickers foi realizado em dois momentos: T0 (antes das imersões) e T1 (ao final dos 60 dias), através de um microdurômetro (HSV – 10, Pantec, São Paulo, Brasil) (Figura 5) programado para depositar uma carga de 300 g (2.9421N) por 15 segundos a partir de um indentador em formato piramidal com ângulo entre as superfícies de 136° (ESPÍNDOLA-CASTRO *et al.*, 2020; de OLIVEIRA *et al.*, 2022).



Figura 5 - Microdurômetro (HSV-10, Pantec).

Foram realizadas três indentações centrais no topo de cada corpo de prova com uma distância de aproximadamente 3 mm entre elas (Figura 6). As indentações que ocorreram próximas a falhas do corpo de prova dificultando a medição foram desconsideradas e refeitas (Figura 7).

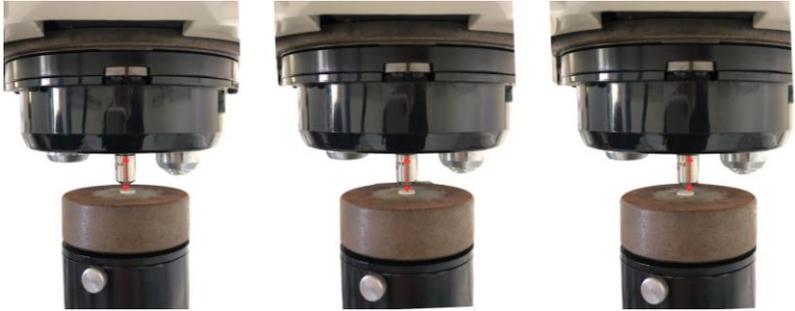


Figura 6 - Imagens obtidas durante a avaliação de microdureza Vickers mostrando as diferentes posições das indentações realizadas.

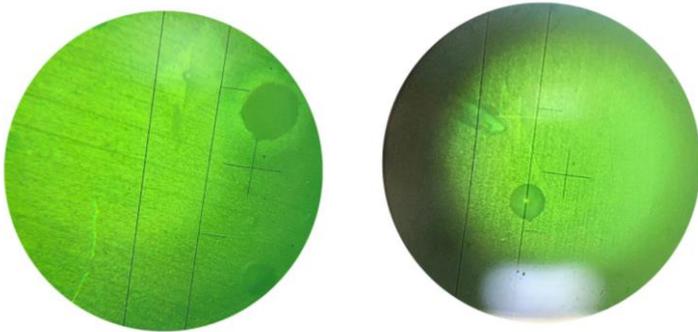


Figura 7 - Indentações próximas a falhas.

Foram mensuradas as diagonais do losango formado (Figura 8), obtendo-se o diâmetro (d) de cada indentação, e a dureza foi calculada pela seguinte fórmula:

$$HV = \frac{1.854 \times F}{d^2}$$

Onde F é a carga aplicada e d é o diâmetro da indentação.

Os valores de microdureza Vickers (HV) para cada grupo experimental foi obtido através da média dos valores das três indentações realizadas em cada corpo de prova.

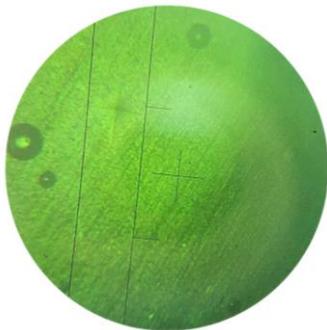


Figura 8 - Imagem obtida pelo microscópio do microdurômetro demonstrando as medidas das diagonais do losango formado pela indentação.

4.2.3 Estabilidade de cor

Os corpos de prova foram submetidos à imersão em água destilada (grupo controle) ou café, sendo mantidos em uma incubadora a 37°C por um período de 60 dias (Figuras 9 e 10). A solução de café foi produzida com 3,6 g de pó de café (Melitta Extra Forte, Melitta do Brasil, São Paulo, Brasil) dissolvidos em 300 ml de água destilada fervente. O líquido foi filtrado em papel filtro (Melitta do Brasil, São Paulo, Brasil) após 10 min de agitação (SALGADO *et al.*, 2014; SALGADO *et al.*, 2015). Os meios de imersão (água ou café) foram renovados semanalmente para prevenir contaminação microbológica e melhor simular as condições clínicas (PAOLONE *et al.*, 2022). A avaliação da cor foi realizada em dois momentos: T0 (antes das imersões) e T1 (ao final dos 60 dias).



Café

Água destilada

Figura 9 - Desenho esquemático da imersão das amostras.

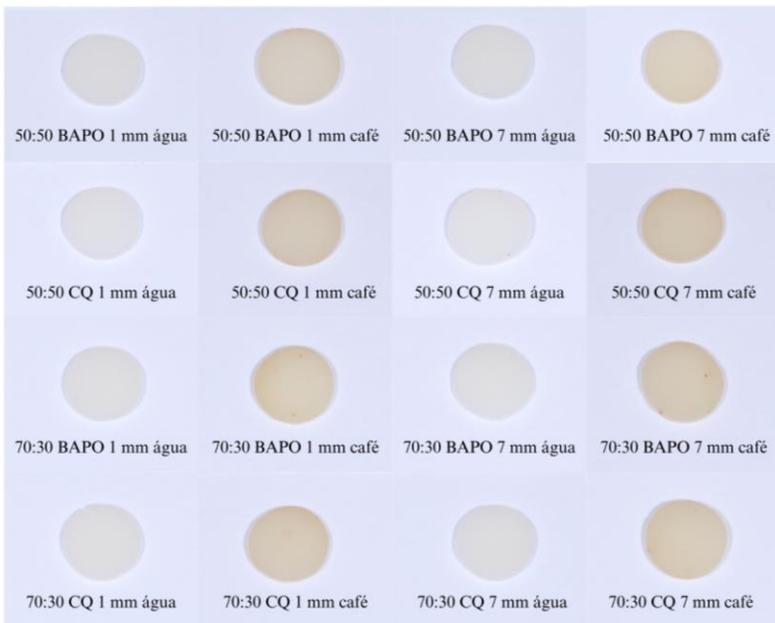


Figura 10 - Amostras após imersão em água destilada ou café por 60 dias.

Os parâmetros de cor (CIE L*a*b*) foram registrados por um espectrofotômetro (Ci7600, X-Rite, Grand Rapids, Michigan, Estados Unidos), no modo de reflexão, equipado com uma abertura de medição de 6 mm, com refletância especular e UV incluídos, e na faixa de comprimento de onda de 360 a 750 nm. As mensurações foram realizadas sob iluminação direta e constante com temperatura de cor de 6.500 K (D65-10), sobre fundo branco, com geometria óptica de 0/45° (Figuras 11 e 12). Todas as medidas foram realizadas por único operador treinado a utilizar o espectrofotômetro (VIDAL *et al.*, 2020).



Figura 11 - Corpo de prova posicionado sobre a abertura de medição do espectrofotômetro.

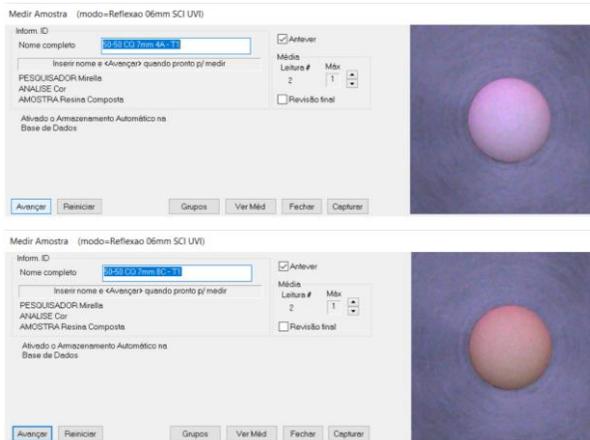


Figura 12 - Imagem obtida pelo software durante mensuração de cor de corpos de prova aleatórios do grupo 50-50 CQ 7 mm imersos em água (acima) e café (abaixo) por 60 dias.

Para avaliar as diferenças de cor, foi utilizada a fórmula CIEDE2000. Essa métrica é baseada no espaço de cor CIELab e foi criada com objetivo de superar certas limitações da fórmula anterior (CIELab), considerando as diferenças de luminosidade, cromaticidade e tonalidade (PARAVINA *et al.*, 2019). Para determinar o ΔE_{00} , foi utilizada a equação CIEDE2000 (ΔE_{00}) indicada pela Comissão Internacional de Iluminação (CIE):

$$\Delta E_{00} = \left[\left(\frac{\Delta L'}{K_L S_L} \right)^2 + \left(\frac{\Delta C'}{K_C S_C} \right)^2 + \left(\frac{\Delta H'}{K_H S_H} \right)^2 + R_T \left(\frac{\Delta C'}{K_C S_C} \right) \left(\frac{\Delta H'}{K_H S_H} \right) \right]^{1/2}$$

Onde $\Delta L'$, $\Delta C'$ e $\Delta H'$ são as diferenças de luminosidade, saturação (*chroma*) e matiz (*hue*) em um par de amostras ou dois momentos diferentes de avaliação, e R_T é uma função de rotação que representa a

interação entre as diferenças de saturação e matiz na região azul. Funções de ponderação (*weighting functions*), SL, SC, SH, ajustam a diferença de cor total para variação da localização do par de diferente cor nas coordenadas L', a', b' e os fatores paramétricos KL, KC, KH, são termos de correção para condições experimentais.

O software do espectrofotômetro mensura valores de L*, a*, b*, c*, h*, bem como ΔL , Δa^* , Δb^* , Δc^* , Δh^* , ΔE , ΔE_{00} , brilho, WI (índice de brancura) e YI (índice de amarelamento). Também é possível observar em gráficos os valores de Δb^* dos corpos de prova, que demonstram a tendência da alteração de cor dos mesmos (para amarela, ou azul) (Figura 13 e 14).

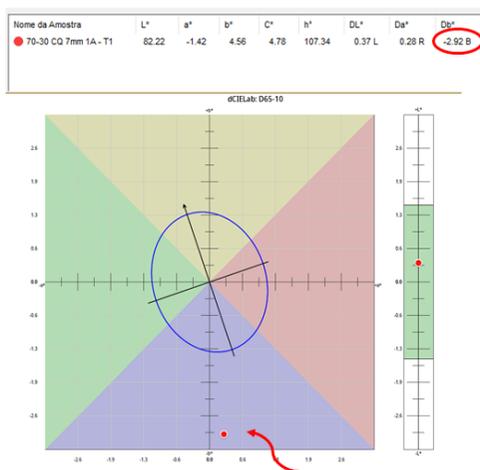


Figura 13 - Gráfico das coordenadas de cor (em evidência o Δb^*) obtido durante a avaliação de um corpo de prova aleatório do grupo 70-30 CQ 7 mm após imersão em água por 60 dias.

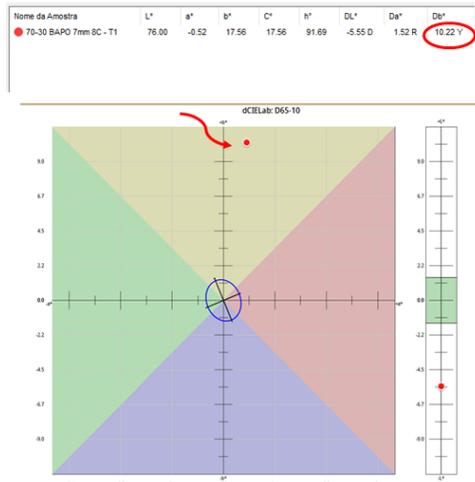


Figura 14 - Gráfico das coordenadas de cor (em evidência o Δb^*) obtido durante a avaliação de um corpo de prova aleatório do grupo 70-30 BAPO 7 mm após imersão em café por 60 dias.

Com base nos resultados de diferença de cor obtidos antes e após a imersão em água ou café, foi feita uma comparação com os valores de limiares de perceptibilidade 50:50% (PT) e aceitabilidade 50:50% (AT) para interpretar os resultados instrumentais com significância clínica. Os limiares considerados nessa pesquisa foram baseados no estudo de Paravina *et al.* (2015), sendo os valores de PT de 0,8 e AT de 1,8 para ΔE_{00} .

4.3 Análise dos dados

Os valores do grau de conversão foram submetidos ao teste de normalidade e homocedasticidade (testes de Anderson-Darling and Bartlett/Levene, respectivamente). Obedecidos os requisitos para análise

de variância (ANOVA), foi aplicada uma análise estatística ANOVA de dois fatores (composição monomérica, composição dos fotoiniciadores e distância). Em seguida, foi aplicado o teste de post-hoc de Tukey com um nível de significância de 5% ($\alpha= 0,05$). Essas análises foram realizadas em um software específico (SPSS).

Complementando a análise dos dados, os valores de ΔE serão avaliados levando em consideração os limites de perceptibilidade e aceitabilidade estabelecidos pela métrica CIEDE2000, sendo eles de 0,8 (PT) e 1,8 (AT) (PARAVINA *et al.*, 2015).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Grau de conversão e cinética de polimerização

Os valores médios de grau de conversão estão representados na Tabela 1.

Tabela 1 – Valores médios de grau de conversão (GC).

Grau de conversão (%)		
Grupos	1mm	7mm
50:50 BAPO	62,45 ±0,88 A,a	62,13 ±4,29 A,a
50:50 CQ	55,16 ±1,56 B,a	55,86 ±2,21 B,a
70:30 BAPO	56,22 ±2,68 B,a	51,56 ±1,38 C,b
70:30 CQ	55,41 ±2,96 B,a	51,23 ±0,89 C,b

* Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna representam diferença estatística ($p \leq 0,05$).

** Letras minúsculas diferentes na mesma linha representam diferença estatística ($p \leq 0,05$).

** O número escrito na cor verde representa o maior valor de GC.

*** O número escrito na cor vermelha representa o menor valor de GC.

Os resultados apresentados nas colunas, demonstram o comportamento dos grupos nas diferentes distâncias de fotoativação. Nos grupos experimentais em que os corpos de prova foram fotoativados a 1 mm de distância, 50:50 BAPO obteve a maior taxa de grau de conversão em comparação aos demais grupos. Já na distância de fotoativação de 7 mm, o grupo 50:50 BAPO atingiu o melhor desempenho, seguido do 50:50 CQ, e ambos, apresentaram taxas maiores que os grupos 70:30 BAPO e 70:30 CQ, que não apresentaram diferença estatística entre eles.

Esses resultados demonstram um desempenho superior do grupo 50:50 BAPO, indicando uma maior eficácia de polimerização em comparação aos demais. Da mesma forma, sugerem que a composição monomérica teve um impacto direto na taxa de conversão dos corpos de prova fotoativados a uma distância de 7 mm, onde grupos formulados com a concentração 70:30 apresentaram valores inferiores aos grupos formulados com a concentração 50:50.

Os resultados evidenciados nas linhas mostram o comportamento individual dos grupos experimentais nas diferentes distâncias de fotoativação. Nos grupos 50:50 BAPO e 50:50 CQ, não foi observada diferença estatística entre as distâncias de fotoativação (1 mm e 7 mm), o que significa que para essas condições experimentais, essa variável não foi significativa. No entanto, nos grupos 70:30 BAPO e 70:30 CQ, verificou-se diferença notável, demonstrando maiores valores na taxa de conversão na distância de 1 mm comparada a 7 mm, ressaltando a influência da composição monomérica nos resultados de grau de conversão nas diferentes distâncias.

O comportamento das resinas experimentais formuladas com BAPO, na cinética de polimerização está representado nas Figuras 15 e 16.

O gráfico apresentado na Figura 15 ilustra o grau de conversão (%) *versus* tempo (s), que representa a quantidade de monômeros convertidos em polímeros durante o processo de polimerização.

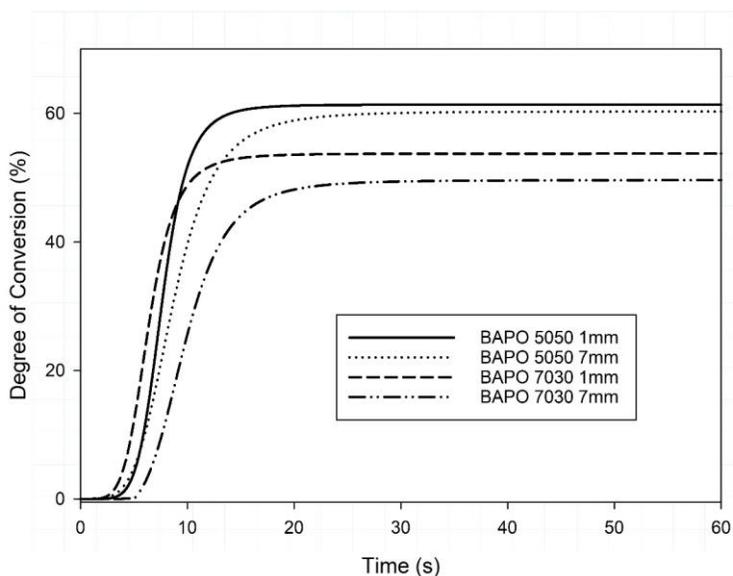


Figura 15 – Grau de conversão (%) *versus* tempo (s) dos grupos experimentais formulados com BAPO.

Percebe-se que o grupo 50:50 BAPO 1 mm alcançou a maior porcentagem de grau de conversão nos primeiros 10 segundos. O grupo 70:30 BAPO 1 mm também apresentou um bom desempenho nos primeiros segundos, mas não conseguiu atingir a mesma taxa de grau de conversão, com a curva se estabilizando e ficando abaixo do 50:50

BAPO 1 mm. Também é possível observar que os dois grupos de composição 70:30 apresentaram menores taxas de grau de conversão comparados aos grupos 50:50, independente da distância, o que ressalta o impacto significativo da composição da matriz monomérica no grau de conversão.

Considerando a taxa máxima de polimerização (s^{-1}) em função do tempo (s), que indica a velocidade com que a polimerização ocorre em seu pico (Figura 16), os grupos fotoativados a uma distância de 1 mm apresentaram uma maior taxa máxima de polimerização do que as amostras fotoativadas a 7 mm de distância.

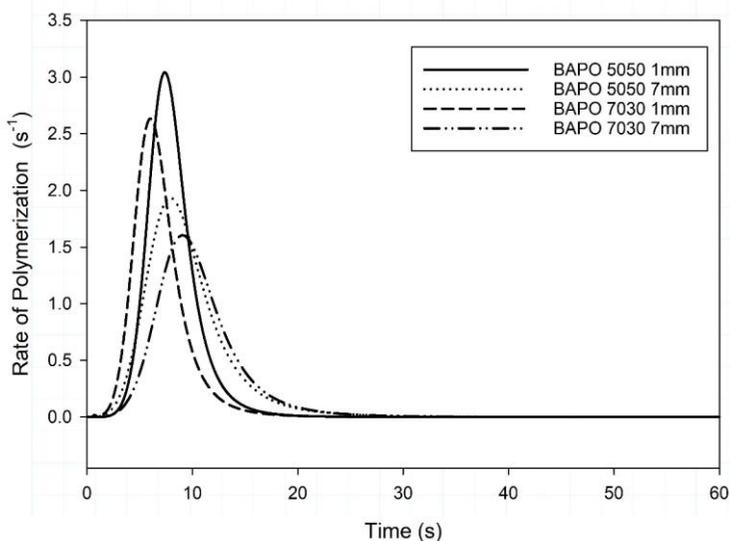


Figura 16 – Taxa máxima de polimerização (s^{-1}) versus tempo (s) dos grupos experimentais formulados com BAPO.

A cinética de polimerização das resinas experimentais contendo CQ está representado nas Figuras 17 e 18.

O gráfico que representa o grau de conversão (%) *versus* tempo (s) (Figura 17) mostra comportamentos semelhantes entre os grupos, exceto 70:30 CQ 7 mm, que apresenta uma curva mais sutil demonstrando uma menor taxa de polimerização.

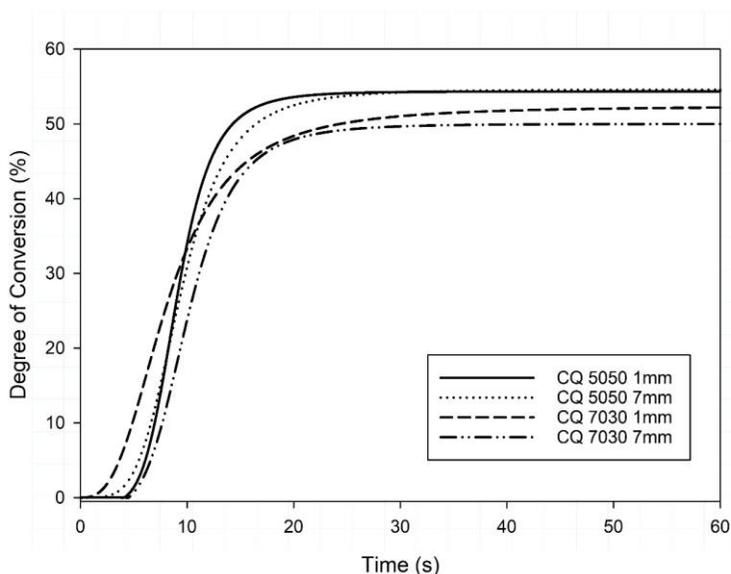


Figura 17 – Grau de conversão (%) *versus* tempo (s) dos grupos experimentais formulados com CQ.

A Figura 18 mostra a taxa máxima de polimerização (s^{-1}) *versus* tempo (s) das amostras de CQ. É possível observar que, em comparação ao BAPO, a velocidade de reação nos primeiros segundos é mais lenta nos grupos compostos por CQ. Apesar disso, o grupo 50:50 CQ 1 mm atingiu seu pico máximo de polimerização dentro dos primeiros 10

segundos, seguido de um acelerado declínio indicando uma polimerização mais rápida nessa condição experimental.

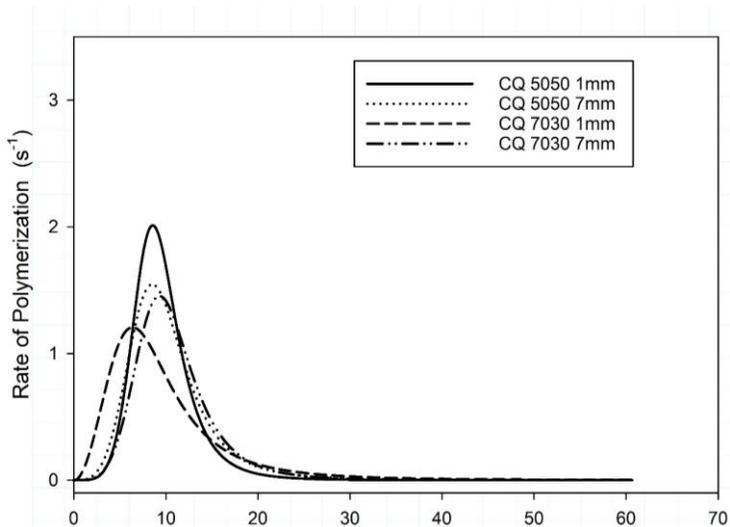


Figura 18 – Taxa máxima de polimerização (s^{-1}) versus tempo (s) dos grupos experimentais formulados com CQ.

5.2 Estabilidade de cor

Os valores médios de ΔE_{00} obtidos após envelhecimento dos corpos de prova em água e café estão representados na Tabela 2.

Os grupos experimentais envelhecidos em água não apresentaram diferença nos valores de ΔE_{00} , independente da distância de fotoativação, da matriz monomérica e do fotoiniciador manipulado.

Nos grupos envelhecidos em café, tanto na distância de 1 mm, quanto em 7 mm, o grupo 50:50 BAPO apresentou o menor valor de ΔE_{00} em comparação aos demais grupos. Os grupos 70:30 CQ e 50:50

CQ tiveram alterações semelhantes em cada uma das distancias (1 e 7 mm).

Contudo, quando os valores de ΔE_{00} são considerados com base nos limiares de perceptibilidade (0,8) e aceitabilidade (1,8), todos os grupos experimentais apresentaram alterações de cor perceptíveis e inaceitáveis após envelhecimento em água ou café por 60 dias.

Tabela 2 – Valores médios de ΔE_{00} .

Estabilidade de cor (ΔE_{00}) – 60 dias				
Grupos	1mm água	1mm café	7mm água	7mm café
50:50 BAPO	2,7 ± 1,0 A,a	2,9 ± 1,0 A,a	2,8 ± 0,2 A,a	3,2 ± 1,0 A,a
50:50 CQ	1,9 ± 0,6 A,a	5,3 ± 1,7 B,b	2,4 ± 0,5 A,a	6,6 ± 0,6 B,C,b
70:30 BAPO	2,6 ± 0,2 A,a	6,4 ± 1,0 B,b	2,5 ± 0,7 A,a	7,8 ± 1,1 C,b
70:30 CQ	2,9 ± 0,4 A,a	5,5 ± 1,0 B,b	2,6 ± 0,3 A,a	6,0 ± 0,8 B,b

* Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna representam diferença estatística ($p \leq 0,05$).

** Letras minúsculas diferentes na mesma linha representam diferença estatística ($p \leq 0,05$).

** O número escrito na cor verde representa o menor valor de ΔE_{00} nas amostras envelhecidas em café.

*** O número escrito na cor vermelha representa o maior valor de ΔE_{00} nas amostras envelhecidas em café.

A coordenada b*, refere-se ao eixo azul-amarelo da cor de um objeto ou material. Quanto maior o valor de b*, mais amarelo é o corpo

de prova. A Tabela 3 representa os valores iniciais de b^* obtidos antes do envelhecimento dos corpos de prova.

Tabela 3 – Valores médios de b^ obtidos em T0 (antes do envelhecimento das amostras por 60 dias).*

b^* (T0)		
Grupos	1mm	7mm
50:50 BAPO	9,18 \pm 0,99	9,81 \pm0,51
50:50 CQ	6,74 \pm1,43	6,99 \pm 0,75
70:30 BAPO	8,26 \pm 0,36	7,18 \pm 0,72
70:30 CQ	8,05 \pm 0,89	7,83 \pm 0,48

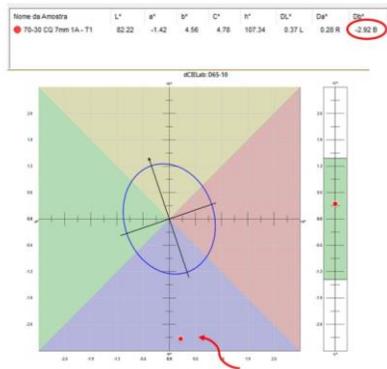
** O número escrito na cor verde representa o menor valor de b^*

*** O número escrito na cor vermelha representa o maior valor de b^*

Os corpos de prova envelhecidos em água, apresentaram valores negativos de Δb^* , sugerindo uma tendência a alteração de cor para a tonalidade azul (Tabela 4).

Tabela 4 – Valores médios de Δb^ (diferença da coordenada b^* após o envelhecimento das amostras em água por 60 dias).*

Δb^*		
Grupos	1mm água	7mm água
50:50 BAPO	-3,3 B \pm 0,1	-3,6 B \pm 0,2
50:50 CQ	-2,1 B \pm 1,0	-2,9 B \pm 0,7
70:30 BAPO	-3,4 B \pm 0,2	-3,1 B \pm 0,9
70:30 CQ	-3,6 B \pm 0,6	-3,3 B \pm 0,4



* A letra B representa “blue”

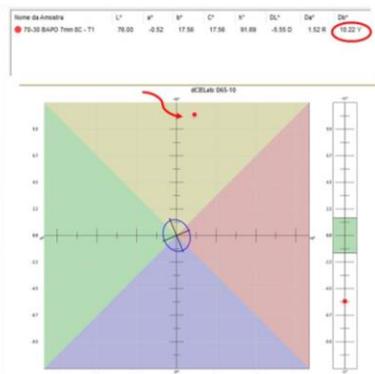
** O número escrito na cor verde representa o menor valor de Δb^*

*** O número escrito na cor vermelha representa o maior valor de Δb^*

Nos grupos experimentais envelhecidos em café, os corpos de prova apresentaram valores positivos de Δb^* , o que indica uma tendência ao amarelo (Tabela 5).

Tabela 5 – Valores médios de Δb^* (diferença da coordenada b^* após o envelhecimento das amostras em café por 60 dias).

Δb^*		
Grupos	1mm café	7mm café
50:50 BAPO	3,2 Y \pm 1,6	3,9 Y \pm 1,8
50:50 CQ	7,1 Y \pm 2,4	9,0 Y \pm 0,9
70:30 BAPO	7,7 Y \pm 1,6	9,6 Y \pm 1,2
70:30 CQ	7,0 Y \pm 1,5	7,6 Y \pm 0,9



* A letra Y representa “yellow”

**** O número escrito na cor verde representa o menor valor de Δb^***

***** O número escrito na cor vermelha representa o maior valor de Δb^***

Um dos sinalizadores da alteração de cor é o YI (índice de amarelecimento) representado na Tabela 6, onde se observa os valores obtidos após o envelhecimento dos corpos de prova em café e água por 60 dias.

Tabela 6 – Valores médios de YI (índice de amarelecimento).

YI				
Grupos	1mm água	1mm café	7mm água	7mm café
50:50 BAPO	10,64 ± 0,35	26,47 ± 1,51	11,56 ± 0,06	28,20 ± 2,23
50:50 CQ	8,81 ± 0,80	29,70 ± 2,52	8,58 ± 0,33	32,47 ± 0,99
70:30 BAPO	8,55 ± 0,32	31,94 ± 2,75	7,37 ± 0,65	34,10 ± 3,06
70:30 CQ	8,73 ± 0,46	29,62 ± 3,28	8,35 ± 0,39	31,31 ± 1,63

**** O número escrito na cor verde representa o menor valor de YI nas amostras envelhecidas em café***

***** O número escrito na cor vermelha representa o maior valor de YI nas amostras envelhecidas em café***

O entendimento sobre os fatores que causam a alteração de cor a longo prazo da resina composta ainda é limitado, sendo esse, motivo de investigação e estudo há algum tempo (HOSOYA, 1999; FONSECA *et al.*, 2017). Assim, o objetivo desse estudo foi avaliar a cinética de polimerização, o grau de conversão, a dureza e a estabilidade de cor de

resinas compostas experimentais formuladas com diferentes sistemas fotoiniciadores (CQ/amina e BAPO) e variações na composição monomérica (Bis-GMA e TEGDMA) a fim de compreender o efeito dos componentes da matriz orgânica na alteração de cor desse material.

A primeira hipótese do estudo foi parcialmente aceita, visto que a distância de fotoativação (1 mm e 7 mm) influenciou na cinética de polimerização e grau de conversão dos grupos experimentais de matriz monomérica 70:30 (BAPO e CQ), mas para grupos de composição monomérica 50:50, a distância de fotoativação não afetou de maneira significativa o grau de conversão.

Estudos anteriores que avaliam o aumento da distância de fotoativação em resinas compostas de marcas comerciais, mostraram uma redução nos valores de grau de conversão (FRÓES-SALGADO *et al.*, 2009; OH *et al.*, 2022). No estudo de Oh *et al.* (2022) foram utilizadas distâncias de fotoativação de 0 mm até 8 mm e observaram redução significativa no grau de conversão da resina de maior opacidade a uma distância de 8 mm, enquanto não encontraram diferença nas resinas mais translúcidas, o que pode também ter ocorrido no presente estudo, uma vez que foram formuladas resinas experimentais livres de pigmentos, reduzindo a opacidade das amostras favorecendo a difusão da luz do fotopolimerizador.

O presente estudo também mostrou que a viscosidade da matriz monomérica tem influência nos resultados de grau de conversão nas diferentes distâncias de fotoativação. A composição 70:30 apresentou menores taxas de conversão quando a distância da fotoativação foi aumentada, o que não fez diferença para as resinas dos grupos 50:50, independente dos fotoiniciadores empregados. A literatura reporta que a

alta viscosidade do Bis-GMA dificulta a adição de volumes adequados de carga inorgânica e também representa um desafio na difusão das moléculas co-iniciadoras, e na propagação de espécies radicalares na matriz orgânica. Sendo assim, quanto maior a proporção de Bis-GMA no compósito, menor o grau de conversão (ELIADES *et al.* 2005; SRIVASTAVA *et al.*, 2018), o que pode justificar alguns resultados do presente estudo.

Quando se avalia a cinética de polimerização dos fotoiniciadores, nas tabelas que mostram a taxa máxima de conversão, observamos que o grupo 50:50 BAPO 1 mm foi o que apresentou a maior taxa máxima de polimerização nos primeiros segundos de fotoativação, corroborando com estudos anteriores de que também encontraram esse resultado quando avaliaram o desempenho da CQ e do BAPO em resinas experimentais com a mesma matriz monomérica (50:50). Esse fato pode ser atribuído a alta reatividade do BAPO, que ao ser sensibilizado, passa por clivagem e é capaz de gerar 4 radicais livres por molécula (MEEREIS *et al.*, 2014; BERTOLO *et al.*, 2017) o que também pode explicar a reação de polimerização mais lenta observada nos grupos formulados com CQ (Figura 18), que por sua vez, tem seu processo de polimerização atribuído a ligação com um co-iniciador, normalmente uma amina terciária, para a formação de radicais livres (ASMUSEN *et al.*, 2009; PRATAP *et al.*, 2019).

É relevante destacar que as formulações avaliadas no presente estudo apresentaram uma taxa de conversão com valores esperados (50%-70%) para resina composta (MOLDOVAN *et al.*, 2019).

Em relação a estabilidade de cor das resinas compostas experimentais, avaliada antes e após envelhecimento (60 dias) em água e

café, é fundamental ressaltar que apesar das diferenças estatísticas dos valores de ΔE_{00} , todos os materiais apresentaram alterações de cor consideradas perceptíveis e inaceitáveis, confirmando a segunda hipótese do presente estudo. Isso, pode ser explicado pela formulação das resinas experimentais sem pigmentos, compostas apenas por monômeros, fotoiniciadores e partículas de carga, resultando em estruturas com baixa absorção luminosa, favorecendo maiores valores de ΔE_{00} após envelhecimento.

Os valores de ΔE_{00} não apresentaram diferença estatística para os grupos imersos em água para todas as condições experimentais. Quando envelhecidos em café, o grupo 50:50 BAPO apresentou o menor valor de ΔE_{00} entre todos os grupos experimentais.

No que diz respeito a influência da distância de fotoativação na estabilidade de cor, os grupos fotoativados a uma distância de 7 mm apresentaram maiores valores de ΔE_{00} , quando comparados aos grupos onde as amostras foram fotoativadas a 1 mm de distância, exceto no grupo 50:50 BAPO, onde a distância de fotoativação não impactou significativamente na alteração de cor do material, confirmando, mais uma vez, o desempenho positivo dessa formulação. Isso pode ser explicado pela alta taxa do grau de conversão desse grupo, já que existe uma correlação consistente entre a taxa do grau de conversão e a estabilidade de cor da resina composta, visto que, monômeros residuais não convertidos podem causar alteração de cor desse material ao longo do tempo (HOSOYA, 1999; FONSECA *et al.*, 2017; STRAZZI-SAHYON *et al.*, 2020), confirmando a terceira hipótese do presente estudo.

Se avaliarmos isoladamente o comportamento dos fotoiniciadores na estabilidade de cor das resinas experimentais, a quarta hipótese do presente estudo foi parcialmente aceita. Isso porque, nos grupos envelhecidos em café, o BAPO na composição 50:50 se mostrou melhor que aos demais grupos, indiferente à distância de fotopolimerização. Contudo, não houve diferença significativa quando os compósitos foram envelhecidos em água. Isso significa que, mais que os fotoiniciadores, a matriz monomérica teve importante efeito nos resultados obtidos dentro das diferentes condições experimentais desse estudo.

A coordenada de cor b^* , ou eixo de cor b , representa a quantidade de amarelo (+) e azul (-) presentes nas estruturas avaliadas. Sendo que quanto maior o valor da coordenada b^* , mais amarelo é o corpo de prova. Nesse caso, na avaliação inicial (T0) antes do envelhecimento, o grupo que apresentou o menor valor da coordenada b^* foi 50:50 CQ 1 mm ($6,74 \pm 1,43$) enquanto o maior valor se deu no grupo 50:50 BAPO 7 mm ($9,81 \pm 0,51$). Este resultado se assemelha ao encontrado por Bertolo *et al.*, (2017) que também encontraram maiores valores iniciais de b^* para grupos formulados com BAPO. Os autores sugerem que pode ser em função de um fotobranqueamento da canforoquinona pós cura, bem como pela rápida polimerização do BAPO que causa um aumento da temperatura da reação e pode causar formação de peróxidos “coloridos”.

Na avaliação após envelhecimento (T1-T0) especificamente em café, o grupo 50:50 BAPO 1 mm foi o que apresentou o menor valor de Δb^* ($3,2 Y \pm 1,2$), da mesma forma, apresentou o menor valor de YI (índice de amarelamento). Esse resultado pode ser justificado pelo alto grau de conversão nessa composição que também resultou em menor

valor de ΔE_{00} , o que é muito consistente com estudos prévios (HOSOYA, 1999; FONSECA *et al.*, 2017).

Novos estudos de metodologia semelhantes podem ser realizados utilizando monômeros e fotoiniciadores alternativos, e ainda, avaliando outras propriedades que podem estar relacionadas a estabilidade de cor da resina composta.

6. CONCLUSÕES

Considerando as condições experimentais, limitações e resultados deste estudo, conclui-se que:

- A variação na distância de fotoativação (1 mm e 7 mm) influencia na cinética de polimerização e grau de conversão dos grupos experimentais de matriz monomérica 70:30, enquanto para grupos de composição 50:50, a distância de fotoativação não tem impacto significativo nessas variáveis.
- O envelhecimento das resinas compostas experimentais em água ou café resulta em alteração perceptível ($\Delta E_{00} > 0,8$) e inaceitável ($\Delta E_{00} > 1,8$) de cor.
- O grau de conversão influencia na estabilidade de cor do material, sendo o grupo 50:50 BAPO o que apresenta o maior valor de grau de conversão e menor ΔE_{00} para as duas distâncias de fotoativação (1 mm e 7 mm).
- A composição monomérica, associada ao tipo de fotoiniciador, apresenta relevante influência na estabilidade de cor da resina composta, sendo a matriz formulada com a concentração 50:50 combinada ao BAPO a que resulta em maiores valores de grau de conversão e estabilidade de cor.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este estudo avaliou diferentes formulações de resina composta com variações nos monômeros e fotoiniciadores para entender o efeito dos componentes da matriz orgânica a estabilidade de cor da desse material. O grau de conversão teve efeito sobre o ΔE_{00} das resinas experimentais, e ambos são influenciados pela composição da matriz orgânica a depender da concentração monomérica e do fotoiniciador. Apesar das limitações de um estudo “in vitro”, esta pesquisa traz contribuições valiosas para o conhecimento na área e para o desenvolvimento de materiais restauradores com propriedades estéticas mais estáveis.

REFERÊNCIAS

ALBUQUERQUE, P. P.; MOREIRA, A. D.; MORAES, R. R.; CAVALCANTE, L. M. Color stability, conversion, water sorption and solubility of dental composites formulated with different photoinitiator systems. **J Dent**, v. 41, Suppl 3, p. e67-e62, ago. 2013. DOI: 10.1016/j.jdent.2012.11.020.

ALBUQUERQUE, P. P.; BERTOLO, M. L.; CAVALCANTE L, M.; PFEIFER, C. S. SCHNEIDER, L. F. Degree of conversion, depth of cure, and color stability of experimental dental composite formulated with camphorquinone and phenanthrenequinone photoinitiators. **J Esthet Restor Dent**, v. 27, Suppl 1, p. S49-S57, mar./abr. 2015. DOI: 10.1111/jerd.12131

AL-ODAYNI, A. B.; ALFOTAWI, R.; KHAN, R.; SHARAF, S. W.; AL-KAHTANI, A.; AOUAK, T.; ALRAHLAH, A. Synthesis of chemically modified BisGMA analog with low viscosity and potential physical and biological properties for dental resin composite. **Dent Mater**, v. 35, n. 11, p 1523-1544, nov. 2019. DOI: 10.1016/j.dental.2019.07.013.

AL-SHAMI, A. M.; ALSHAMI, M. A.; AL-KHOLANI, A. I.; AL-SAYAGHI, A. M. Color stability of nanohybrid and microhybrid composites after immersion in common coloring beverages at different times: a laboratory study. **BDJ Open**. [S.I.], v. 9, n. 1, p. 39, ago. 2023. DOI: 10.1038/s41405-023-00161-9. PMID: 37587114; PMCID: PMC10432500.

ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C.; RAWLS, H. R. Phillips materiais dentários. 12.ed. Rio de Janeiro: Elsevier, c2013.

ASMUSSEN, E.; PEUTZFELDT, A. Influence of UEDMA BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. **Dent Mater**, v.14, n. 1, p. 51-56, jan. 1998. DOI: 10.1016/s0109-5641(98)00009-8.

ASMUSEN, S.; ARENAS, G.; COOK, W. D.; VALLO, C. Photobleaching of camphorquinone during polymerization of dimethacrylate-based resins. **Dent Mater**, [S.L.], v. 25, n. 12, p. 1603-1611, dez. 2009. Elsevier BV. DOI: 10.1016/j.dental.2009.08.010.

ATAI, M; WATTS, D. A new kinetic model for the photopolymerization shrinkage-strain of dental composites and resin-monomers. **Dent Mater**, [S.L.], v. 22, n. 8, p. 785-791, ago. 2006. Elsevier BV. DOI: 10.1016/j.dental.2006.02.009.

BALBINOT, E. D. C. A.; PEREIRA, M. F. C. C.; SKUPIEN, J. A.; BALBINOT, C. E. A.; DA ROCHA, G.; VIEIRA, S. Analysis of

transmittance and degree of conversion of composite resins. **Microsc Res Tech**, [s. l.], v. 82, n. 11, p. 1953–1961, 2019. DOI: 10.1002/jemt.23364

BARACCO, B.; PERDIGÃO, J.; CABRERA, E.; GIRÁLDEZ, I.; CEBALLOS, L. Clinical evaluation of a low-shrinkage composite in posterior restorations: one-year results. **Oper Dent**. v. 37, n. 2, p. 117-29, 2012. DOI: 10.2341/11-179-C. PMID: 22313275.

BERTOLO, M. V.; MORAES, R. C.; PFEIFER, C.; SALGADO, V. E.; CORRER, A. R.; SCHNEIDER, L. F. Influence of Photoinitiator System on Physical-Chemical Properties of Experimental Self-Adhesive Composites. **Braz Dent J**, v. 28, n. 1, p. 35-39, jan./fev. 2017. DOI: 10.1590/0103-6440201700841.

BOARO, L. C.; GONÇALVES, F.; GUIMARÃES, T. C.; FERACANE, J. L.; VERSLUIS, A.; BRAGA, R. R. Polymerization stress, shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites. **Dent Mater**, v. 26, n.12, p. 1144-50, dez. 2010. DOI: 10.1016/j.dental.2010.08.003. PMID: 20832850.

BOULDEN, J. E.; CRAMER, N. B.; SCHRECK, K. M.; COUCH, C. L.; BRACHO-TROCONIS, C.; STANSBURY, J. W.; BOWMAN, C. N. Thiol-ene-methacrylate composites as dental restorative materials. **Dent Mater**, v. 27, n. 3, p. 267-72, mar. 2011. DOI: 10.1016/j.dental.2010.11.001. Epub 2010 Nov 30. PMID: 21122904; PMCID: PMC3034791.

CAMARGO, F. M.; DELLA BONA, A.; MORAES, R. R.; DE SOUZA, C. R. C.; SCHNEIDER, L. F. Influence of viscosity and amine content on C=C conversion and color stability of experimental composites. **Dent Mater**, v. 31, n.5, p. e109-115, mai 2015. DOI: 10.1016/j.dental.2015.01.009.

CATELAN, A.; DE ARAÚJO, L. S. N.; DA SILVEIRA, B. C. M.; KAWANO, Y.; AMBROSANO, G. M. B.; MARCHI, G. M.; AGUIAR, F. H. B. Impact of the distance of light curing on the degree of conversion and microhardness of a composite resin. **Acta Odontologica Scandinavica**, v. 73, n. 4, p. 298-301, 2015. DOI: 10.3109/00016357.2014.946965.

CHU S. J.; TRUSHKOWSKY R. D.; PARAVINA R. D. Dental color matching instruments and systems. Review of clinical and research aspects. **J Dent**. v. 38, Suppl 2, p. e2-16, ago. 2010. DOI: 10.1016/j.jdent.2010.07.001.

COLLARES, F. M.; PORTELLA, F. F.; LEITUNE, V. C.; SAMUEL, S. M. Discrepancies in degree of conversion measurements by FTIR. **Braz Oral Res**. v. 27, n. 6, p. 453-454. dez. 2013. DOI:10.1590/S1806-83242013000600002

DECKER, C; ZAHOUILY, K; DECKER, D; NGUYEN, T; VIET, Thi. Performance analysis of acylphosphine oxides in photoinitiated

polymerization. **Polymer**, [S.L.], v. 42, n. 18, p. 7551-7560, ago. 2001.
DOI: 10.1016/s0032-3861(01)00221-x.

DELLA BONA A. Color and Appearance in Dentistry. Springer Nature Switzerland AG. 2020. 142p

DEMARCO, F. F.; COLLARES, K.; COELHO-DE-SOUZA, F. H.; CORREA, M. B.; CENCI, M.S.; MORAES, R. R.; OPDAM, N. J. Anterior composite restorations: A systematic review on long-term survival and reasons for failure. **Dent Mater**. v. 31, n. 10, p. 1214-24, out. 2015. DOI: 10.1016/j.dental.2015.07.005.

DEMARCO, F. F.; COLLARES, K.; CORREA, M. B.; CENCI, M. S.; MORAES, R. R.; OPDAM, N. J. Should my composite restorations last forever? Why are they failing?. **Braz Oral Res**. v. 31, (suppl 1): e56. ago, 2017. DOI:10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0056

DEMARCO, F. F.; CENCI, M. S.; MONTAGNER, A. F.; DE LIMA, V. P.; CORREA, M. B.; MORAES, R. R.; OPDAM, N. J. M. Longevity of composite restorations is definitely not only about materials. **Dent Mater**, v. 39, n. 1, p. 1-12, 2023. DOI: 10.1016/j.dental.2022.11.009.

DE OLIVEIRA, N. G.; ESPÍNDOLA-CASTRO, L. F.; ROCHA, J. C.; ALBUQUERQUE, A. P. B; RÊGO, M. J. B. M; MONTEIRO, G. Q. M; CARVALHO, M, V. Influence of the self-adhering strategy on microhardness, sorption, solubility, color stability, and cytotoxicity compared to bulk-fill and conventional resin composites. **Clin Oral**

Investig., v. 26, n. 11, p. 6663–6670, 2022. DOI: 10.1007/s00784-022-04624-5.

ELIADES, G.; ELIADES T.; WATTS, D. C. Dental Hard Tissues and Bonding: Interfacial Phenomena and Related Properties. **Springer**, 2005.

ESPÍNDOLA-CASTRO, L. F; DURÃO M. A; PEREIRA, T. V; CORDEIRO, A. B; MONTEIRO, G. M. Evaluation of microhardness, sorption, solubility, and color stability of bulk fill resins: A comparative study. **J Clin Expl Dent**, v. 12, n. 11, p. e1033–e1038, 2020. DOI: 10.4317/jced.57599.

FERRACANE, J. L.; GREENER, E. H.; The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. **J Biomed Mater Res.** v. 20, n. 1, p. 121-131, jan. 1986. DOI: 10.1002/jbm.820200111. PMID: 3949822.

FIDAN, M.; YAĞCI, Ö. Effect of aging and fiber-reinforcement on color stability, translucency, and microhardness of single-shade resin composites versus multi-shade resin composite. **J Esthet Restor Dent.** v. 36, n. 4, p. 632–642, 2023. DOI: 10.1111/jerd.13125.

FLOYD, C. J.; DICKENS, S. H. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. **Dent Mater**, v. 22, n. 12, p. 1143-1149, dez. 2006. DOI: 10.1016/j.dental.2005.10.009. Epub 2006 Jan 10. PMID: 16376422.

FONSECA, A. S.; LABRUNA MOREIRA, A. D.; DE ALBUQUERQUE, P. P.; DE MENEZES, L. R.; PFEIFER, C. S.; SCHNEIDER, L. F. Effect of monomer type on the degree of conversion, water sorption and solubility, and color stability of model dental composites. **Dent Mater**, v. 33, n. 4, p. 394-401, abr. 2017. DOI: 10.1016/j.dental.2017.01.010.

FRÓES-SALGADO, N. R.; PFEIFER, C. S.; FRANCCI, C. E.; KAWANO, Y. Influence of photoactivation protocol and light guide distance on conversion and microleakage of composite restorations. **Oper Dent**, v. 34, n. 4, p. 408-414, jul/ago. 2009. DOI: 10.2341/08-104. PMID: 19678445.

FRÓES-SALGADO, N. R. G.; GAJEWSKI, V.; ORNAGHI, B. P.; PFEIFER, C. S. C.; MEIER, M. M.; XAVIER, T. A.; BRAGA, R. R. Influence of the base and diluent monomer on network characteristics and mechanical properties of neat resin and composite materials. **Odontology**, v. 103, n. 2, p. 160-168, 2015. DOI: 10.1007/s10266-014-0153-6.

FUGOLIN, A. P. P.; PFEIFER, C. S. New Resins for Dental Composites. **J Dent Res**, v. 96, n. 10, p. 1085-1091, set. 2017 DOI: 10.1177/0022034517720658. PMID: 28732183; PMCID: PMC5582688.

FUGOLIN, A. P.; DE PAULA, A. B.; DOBSON, A.; HUYNH, V.; CONSANI, R.; FERRACANE, J. L.; PFEIFER, C. S. Alternative

monomer for BisGMA-free resin composites formulations. **Dent Mater**, v. 36, n. 7, p. 884-892, jul. 2020. DOI: 10.1016/j.dental.2020.04.009

FURUSE, A. Y.; GORDON, K.; RODRIGUES, F. P.; SILIKAS, N.; WATTS, D. C. Colour-stability and gloss-retention of silorane and dimethacrylate composites with accelerated aging. **J Dent**, v. 36, n. 11, p. 945-52, nov. 2008 DOI: 10.1016/j.jdent.2008.08.001. Epub 2008 Sep 7. PMID: 18778884.

FURUSE, A. Y.; MONDELLI, J.; WATTS, D. C. Network structures of Bis-GMA/TEGDMA resins differ in DC, shrinkage-strain, hardness and optical properties as a function of reducing agent. **Dent Mater**, [S.L.], v. 27, n. 5, p. 497-506, mai 2011. Elsevier BV. DOI: 10.1016/j.dental.2011.02.007.

GAJEWSKI, V. E.; PFEIFER, C. S.; FRÓES-SALGADO, N. R.; BOARO, L. C.; BRAGA, R. R. Monomers used in resin composites: degree of conversion, mechanical properties and water sorption/solubility. **Braz Dent J**, v. 23, n. 5, p. 508-514, 2012. DOI: 10.1590/s0103-64402012000500007.

GÓMEZ-POLO, C.; PORTILLO MUÑOZ, M.; LORENZO LUENGO, M. C.; VICENTE, P.; GALINDO, P.; MARTÍN CASADO, A. M. Comparison of the CIELab and CIEDE2000 color difference formulas. **J Prosthet Dent**, v. 115, n. 1, p. 65-70, jan. 2016. DOI: 10.1016/j.prosdent.2015.07.001.

GONÇALVES, F.; KAWANO, Y.; PFEIFER, C.; STANSBURY, J. W.; BRAGA, R. R. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. **Eur J Oral Sci**, v. 117, n. 4, p. 442-446, ago. 2009. DOI: 10.1111/j.1600-0722.2009.00636.x

GONÇALVES, F.; PFEIFER, C. S.; STANSBURY, J. W.; NEWMAN, S. M.; BRAGA, R. R. Influence of matrix composition on polymerization stress development of experimental composites. **Dent Mater**, v. 26, n. 7, p. 697-703, jul. 2010. DOI: 10.1016/j.dental.2010.03.014.

HOSOYA, Y. Five-year color changes of light-cured resin composites: influence of light-curing times. **Dent Mater**, v. 15, n. 4, p. 268-74, jul. 1999. DOI: 10.1016/s0109-5641(99)00046-9. PMID: 10551095.

HUANG, W.; REN, L.; CHENG, Y.; XU, M.; LUO, W.; ZHAN, D.; SANO, H.; FU, J. Evaluation of the Color Stability, Water Sorption, and Solubility of Current Resin Composites. **Materials (Basel)**. [S.I], v. 15, n. 19, p. 6710, set. 2022. DOI: 10.3390/ma15196710. PMID: 36234048; PMCID: PMC9572228.

IKEMURA, K.; ICHIZAWA, K.; YOSHIDA, M.; ITO, S.; ENDO, T. UV-VIS spectra and photoinitiation behaviors of acylphosphine oxide and bisacylphosphine oxide derivatives in unfilled, light-cured dental resins. **Dent Mater**, v. 27, n. 6, p. 765-774, nov. 2008. DOI: 10.4012/dmj.27.765.

IKEMURA, K.; ENDO, T. A review of the development of radical photopolymerization initiators used for designing light-curing dental adhesives and resin composites. **Dent Mater**, v. 29, n. 5, p. 481-501, out. 2010. DOI: 10.4012/dmj.2009-137.

ISO/TR 28642. Dentistry – Guidance on color measurement. Int. Organ. Stand. Geneva, Switzerland. 2016.

KHASHAYAR, G.; BAIN, P. A.; SALARI, S.; DOZIC, A.; KLEVERLAAN, C. J.; FEILZER, A. J. Perceptibility and acceptability thresholds for colour differences in dentistry. **J Dent**, v. 42, n. 6, p. 637-644, jun. 2014. DOI: 10.1016/j.jdent.2013.11.017. Epub 2013 Dec 12. PMID: 24334221.

KHERAIF, A. A.; QASIM, S. S.; RAMAKRISHNAIAH, R.; IHTESHAM UR REHMAN. Effect of different beverages on the color stability and degree of conversion of nano and microhybrid composites. **Dent Mater J**, v. 32, n. 2, p. 326-331, 2013. DOI: 10.4012/dmj.2011-267. PMID: 23538770.

KOWALSKA, A.; SOKOŁOWSKI, J.; SZYMKOWSKA-JÓŹWIK, M. I.; GOZDEK, T.; KOPACZ, K.; BOCIONG, K. Can TPO as Photoinitiator Replace "Golden Mean" Camphorquinone and Tertiary Amines in Dental Composites? Testing Experimental Composites Containing Different Concentration of Diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphine Oxide. **Int J Mol Sci**, v. 23, n. 19, p. 11594,

set. 2022. DOI: 10.3390/ijms231911594. PMID: 36232894; PMCID: PMC9569800.

LEMON, M. T.; JONES, M. S.; STANSBURY, J. W. Hydrogen bonding interactions in methacrylate monomers and polymers. **J Biomed Mater Res A**, v. 83, n. 3, p. 734-746, dez. 2007. DOI: 10.1002/jbm.a.31448. PMID: 17559132.

LEPRINCE, J. G.; PALIN, W. M.; HADIS, M. A.; DEVAUX, J.; LELOUP, G. Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency. **Dent Mater**, [s. l.], v. 29, n. 2, p. 139–156, 2013. DOI: 10.1016/j.dental.2012.11.005.

LOVELL, L. G.; NEWMAN, S. M.; BOWMAN, C. N. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. **J Dent Res**. v. 78, n. 8, p. 1469-76, ago. 1999. DOI: 10.1177/00220345990780081301. PMID: 10439035.

LU, H.; CARIOSCIA, J. A.; STANSBURY, J. W.; BOWMAN, C. N. Investigations of step-growth thiol-ene polymerizations for novel dental restoratives. **Dent Mater**, v. 21, n. 12, p. 1129-36, dez. 2005 DOI: 10.1016/j.dental.2005.04.001. Epub 2005 Jul 25. PMID: 16046231.

MA X.; ZHANG, X.; HUANG, X.; LIU, F.; HE, J.; MAI, S. Performance of low shrinkage Bis-EFMA based bulk-fill dental resin

composites. **Dent Mater**, v. 40, n. 9, p. 1378-1389, 2024. DOI: 10.1016/j.dental.2024.06.025.

MACIEL, D. D. S. A.; CAIRES-FILHO, A. B.; FERNANDEZ-GARCIA, M.; ANAUATE-NETTO, C.; ALONSO, R. C. B. Effect of Camphorquinone Concentration in Physical-Mechanical Properties of Experimental Flowable Resin Composites. **Biomed Res Int**, 2018:7921247, 22 mai. 2018. DOI: 10.1155/2018/7921247. PMID: 29951545; PMCID: PMC5987321.

MANOJLOVIC, D.; DRAMIĆANIN, M. D.; LEZAJA, M.; PONGPRUEKSA, P.; VAN MEERBEEK, B.; MILETIC, V. Effect of resin and photoinitiator on color, translucency and color stability of conventional and low-shrinkage model composites. **Dent Mater**, [S.L.], v. 32, n. 2, p. 183-191, fev. 2016. Elsevier BV. DOI:10.1016/j.dental.2015.11.027.

MEEREIS, C. T.; LEAL, F. B.; LIMA, G. S.; DE CARVALHO, R. V.; PIVA, E.; OGLIARI, F. A. BAPO as an alternative photoinitiator for the radical polymerization of dental resins. **Dent Mater**, v. 30, n. 9, p. 945-953, set. 2014. DOI: 10.1016/j.dental.2014.05.020. Epub 2014 Jun 21. PMID: 24962989.

MOLDOVAN, M.; BALASZI, R.; SOANCA, A.; ROMAN, A.; SAROSI, C.; PRODAN, D.; VLASSA, M.; COJOCARU, I.; SACELANU, V.; CRISTESCU, I. Evaluation of the degree of conversion, residual monomers and mechanical properties of some light-

cured dental resin composites. **Materials**, [s. l.], v. 12, n. 13, p. 1–14, 2019. DOI: 10.3390/ma12132109

MORAES, L. G.; ROCHA, R. S.; MENEGAZZO, L. M.; DE ARAÚJO, E. B.; YUKIMITO, K.; MORAES, J. C. Infrared spectroscopy: a tool for determination of the degree of conversion in dental composites. **J Appl Oral Sci**, v. 16, n. 2, p. 145-149, mar./abr. 2008. DOI: 10.1590/s1678-77572008000200012. PMID: 19089207; PMCID: PMC4327635

ODIAN G. Princípios de polimerização. Nova York: Wiley Interscience; 2004.

OH, S; KIM, H. J.; KIM, H. J.; ANTONSON, S. A.; KIM, S. Y. Influence of irradiation distance on the mechanical performances of resin composites polymerized with high-irradiance light curing units. **Biomater Res**, v. 26, n. 1, p. 18, 2022. DOI: 10.1186/s40824-022-00267-5.

OLIVEIRA, D. C. de; ROCHA, M. G.; GATTI, A.; CORRER, A. B.; FERRACANE, J. L.; SINHORETI, M. A. Effect of different photoinitiators and reducing agents on cure efficiency and color stability of resin-based composites using different LED wavelengths. **J Dent**, v. 43, n. 12, p. 1565-1572, dez. 2015. DOI: 10.1016/j.jdent.2015.08.015.

PARAVINA, R. D. Critical appraisal. Color in dentistry: improving the odds of correct shade selection. **J Esthet Restor Dent**, v. 21, n. 3, p. 202-208, 2009. DOI: 10.1111/j.1708-8240.2009.00255.x. PMID: 19508265.

PARAVINA, R. D.; GHINEA, R.; HERRERA, L. J.; DELLA BONA, A.; IGIEL, C.; LINNINGER, M.; SAKAI, M.; TAKAHASHI, H.; TASHKANDI, E.; PEREZ, M. M. D. M. Color difference thresholds in dentistry. **J Esthet Restor Dent**, v. 27, Suppl 1, p. S1-S9, mar./abr. 2015. DOI: 10.1111/jerd.12149. Epub 2015 Apr 17. PMID: 25886208.

PARAVINA, R. D.; PÉREZ, M. M.; GHINEA, R. Acceptability and perceptibility thresholds in dentistry: A comprehensive review of clinical and research applications. **J Esthet Restor Dent**, v. 31, n. 2, p. 103-112, mar. 2019. DOI: 10.1111/jerd.12465. Epub 2019 Mar 20. PMID: 30891913.

PAOLONE, G.; FORMIGA, S.; DE PALMA, F.; ABBRUZZESE, L.; CHIRICO, L.; SCOLAVINO, S.; GORACCI, C.; CANTATORE, G.; VICHI, A. Color stability of resin-based composites: Staining procedures with liquids-A narrative review. **J Esthet Restor Dent**, [S.I.], v. 34, n. 6, p. 865-887, set. 2022. DOI: 10.1111/jerd.12912. Epub 2022 Apr 9. PMID: 35396818.

PECHO, O. E.; ALESSANDRETTI, R.; PÉREZ, M. M.; DELLA BONA, A. Visual and instrumental shade matching using CIELAB and CIEDE2000 color difference formulas. **Dent Mater**. v. 32, n. 1, p. 82-92, jan. 2016. DOI: 10.1016/j.dental.2015.10.015.

PEREZ, M. M.; GHINEA, R.; UGARTE-ÁLVAN, L. I.; PULGAR, R.; PARAVINA, R. D. Color and translucency in silorane-based resin

composite compared to universal and nanofilled composites. **J Dent. Suppl** 2:e p. 110-6, 2010. DOI: 10.1016/j.jdent.2010.06.003. Epub 2010 Jun 18. PMID: 20600552.

PEREZ, M. M. D. M.; GHINEA, R.; HERRERA, L. J.; IONESCU, A. M.; POMARES, H.; PULGAR, R.; PARAVINA, R. D. Dental ceramics: a CIEDE2000 acceptability thresholds for lightness, chroma and hue differences. **J Dent**, v. 39, Suppl 3, p. e37-e44, dez. 2011. DOI: 10.1016/j.jdent.2011.09.007. Epub 2011 Oct 1. PMID: 21986320.

PEUTZFELDT, A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. **Eur J Oral Sci**. v. 105, n. 2, p. 97-116, abr. 1997. DOI: 10.1111/j.1600-0722.1997.tb00188.x. PMID: 9151062.

PEUTZFELDT, A.; ASMUSSEM, E. Resin composite properties and energy density of light cure. **J of Dent Res**. v. 84, n. 7, p. 659-662, 2005. DOI: 10.1177/154405910508400715

PRATAP, B.; GUPTA, R. K.; BHARDWAJ, B.; NAG, M. Resin based restorative dental materials: characteristics and future perspectives. **Jpn Dent Sci Rev**, v. 55, n. 1, p. 126-138, nov. 2019. DOI: 10.1016/j.jdsr.2019.09.004. Epub 2019 Oct 21. PMID: 31687052; PMCID: PMC6819877.

REIS, Alessandra. *Materiais Dentários Diretos - Dos Fundamentos à Aplicação Clínica*. Rio de Janeiro: Guanabara Grupo GEN, 2021. E-book. ISBN 9788527737470. Disponível em:

<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788527737470/>.

Acesso em: 25 jun. 2023.

RESENDE, L. F. M. de; CATELAN, A.; BAROUDI, K.; PALIALOL, A. R. M.; RESENDE, A. M. de; ANDREUCCI, A. C.; ZANATTA, R. F.; LIPORONI, P. C. S. Mechanical Properties of Experimental Composites with Different Photoinitiator. **Eur J Dent**, v. 16, n. 1, p. 167-172, fev. 2022. DOI: 10.1055/s-0041-1731929.

RIBEIRO, B. C.; BOAVENTURA, J. M.; BRITO-GONÇALVES, J. D; RASTELLI, A. N.; BAGNATO, V. S.; SAAD, J. R. Degree of conversion of nanofilled and microhybrid composite resins photo-activated by different generations of LEDs. **J of App Oral Sci**, [s. l.], v. 20, n. 2, p. 212–217, 2012. DOI: 10.1590/s1678-77572012000200015.

PRICE, R. B.; SULLIVAN, B. Effect of indenter load on Vickers microhardness and indentation depth of one resin composite. **Materials (Basel)**, v. 17, n. 24, p. 6156, 2024. DOI: 10.3390/ma17246156.

RIZZANTE, F. A. P.; DUQUE, J. A.; DUARTE, M. A. H.; MONDELLI, R. F. L.; MENDONÇA, G.; ISHIKIRIAMA, S, K. Polymerization shrinkage, microhardness and depth of cure of bulk fill resin composites. **Dent Mater J**, v. 38, n. 3, p. 403-410, 2019. DOI: 10.4012/dmj.2018-063.

RUEGGERBERG, F. A.; HASHINGER, D. T.; FAIRHURST, C. W. Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin

composites. **Dent Mater**, v. 6, n. 4, p. 241-249, out. 1990. DOI: 10.1016/S0109-5641(05)80005-3. PMID: 2150824.

SALGADO, V. E.; ALBUQUERQUE, P. P.; CAVALCANTE, L. M.; PFEIFER, C. S.; MORAES, R. R.; SCHNEIDER, L. F. Influence of photoinitiator system and nanofiller size on the optical properties and cure efficiency of model composites. **Dent Mater**, v. 30, n. 10, p. e264-e271, out. 2014. DOI: 10.1016/j.dental.2014.05.019. Epub 2014 Jun 28. PMID: 24985934.

SALGADO, V. E.; BORBA, M. M.; CAVALCANTE, L. M.; MORAES, R. R.; SCHNEIDER, L. F. Effect of photoinitiator combinations on hardness, depth of cure, and color of model resin composites. **J Esthet Restor Dent**, v. 27, Suppl 1, p. S41-S48, mar./abr. 2015. DOI: 10.1111/jerd.12146. PMID: 25913451.

SCHNEIDER, L. F.; CAVALCANTE, L. M.; PRAHL, S. A.; PFEIFER, C. S.; FERRACANE, J. L. Curing efficiency of dental resin composites formulated with camphorquinone or trimethylbenzoyl-diphenylphosphine oxide. **Dent Mater**, v. 28, n. 4, p. 392-397, abr. 2012. DOI: 10.1016/j.dental.2011.11.014. Epub 2011 Dec 19. PMID: 22188970.

SIDERIDOU, I. D.; KARABELA, M. M.; BIKIARIS, D. N. Aging studies of light cured dimethacrylate-based dental resins and a resin composite in water or ethanol/water. **Dent Mater**, v. 23, n. 9, p. 1142-1149, set. 2007. DOI: 10.1016/j.dental.2006.06.049. Epub 2006 Nov 21. PMID: 17118438.

SILVA, E. D. M.; POSKUS, L. T.; GUIMARÃES, J. G. Influence of light-polymerization modes on the degree of conversion and mechanical properties of resin composites: A comparative analysis between a hybrid and a nanofilled composite. **Oper Dent**, [s. l.], v. 33, n. 3, p. 287–293, 2008. DOI: 10.2341/07-81

SRIVASTAVA, R.; LIU, J.; HE, C.; SUN, Y. BisGMA analogues as monomers and diluents for dental restorative composite materials. **Mater Sci Eng C Mater Biol Appl**, v. 88, p. 25-31, jul. 2018. DOI: 10.1016/j.msec.2018.01.011. Epub 2018 Feb 1. PMID: 29636135.

STANSBURY, J. W. Curing dental resins and composites by photopolymerization. **J Esthet Dent**, v. 12, n. 6, p. 300-308, 2000. DOI: 10.1111/j.1708-8240.2000.tb00239.x. PMID: 14743525.

STRAZZI-SAHYON, H. B.; ROCHA, E. P.; ASSUNÇÃO, W.G.; DOS SANTOS, P.H. Influence of Light-Curing Intensity on Color Stability and Microhardness of Composite Resins. **Int J Periodontics Restorative Dent**, v. 40, n. 1, p. 129-134, jan. 2020 DOI: 10.11607/prd.4437. PMID: 31815983.

STRINI, B. S.; MARQUES, J. F. L.; PEREIRA, R.; SOBRAL-SOUZA, D. F.; PECORARI, V. G. A.; LIPORONI, P. C. S.; AGUIAR, F. H. B. Comparative evaluation of bulk-fill composite resins: Knoop microhardness, diametral tensile strength and degree of conversion.

Clin, Cosmet Investig Dent, v. 14, p. 225-233, 2022. DOI: 10.2147/CCIDE.S376195.

SULAIMAN, T. A.; RODGERS, B.; SULIMAN, A. A.; JOHNSTON, W. M. Color and translucency stability of contemporary resin-based restorative materials. **J Esthet Restor Dent**, [S.I], v. 33, n. 6, p. 899-905, set. 2021. DOI: 10.1111/jerd.12640. Epub 2020 Aug 14. PMID: 32797672.

TAIRA, M.; URABE, H.; HIROSE, T.; WAKASA, K.; YAMAKI, M. Analysis of photo-initiators in visible-light-cured dental composite resins. **J Dent Res**, v. 67, n. 1, p. 24-28, jan. 1988. DOI: 10.1177/00220345880670010401. PMID: 11039039.

TEJADA-CASADO, M.; PÉREZ, M. M.; DELLA BONA, A.; LÜBBE, H.; GHINEA, R.; HERRERA, L. J. Chroma-dependence of CIEDE2000 acceptability thresholds for dentistry. **J Esthet Restor Dent**, v. 36, n.3, p. 469-476, out. 2023. DOI: 10.1111/jerd.13153. PMID: 37861306.

VARGAS, R. P.; MACHADO, A. C.; DA SILVA, G. R.; MIRANDA, A. S.; CAMPOLINA, M. G.; FILHO, P. C. F. S.; MENEZES, M. S. Influence of different finishing, aging with coffee, and repolishing protocols on the properties of nanoparticle composite resins. **J Clin Exp Dent**, v. 16, n. 6, p. e724-e732, 2024. DOI: 10.4317/jced.61653.

VIDAL, M. L.; PECHO, O. E.; XAVIER, J.; DELLA BONA A. Influence of the photoactivation distance on the color and whiteness

stability of resin-based composite after bleaching and aging. **J Dent.** 2020. 99:103408. DOI: 10.1016/j.jdent.2020.103408.

XU, T.; LI, X.; WANG, H.; ZHENG, G.; YU, G.; WANG, H.; ZHU, S. Polymerization shrinkage kinetics and degree of conversion of resin composites. **J of Oral Sci**, [s. l.], v. 62, n. 3, p. 275–280, 2020. DOI: 10.2334/josnusd.19-0157.

APÊNDICES

APÊNDICE 1 – Análise de variância do efeito sobre a incidência e severidade de .

ARTIGO SUBMETIDO

TÍTULO DO ARTIGO²

Resumo:

Palavras-chave:

Abstract:

Key words:

Texto do artigo

² Identificação do autor