

Caroline Freitas Rafael

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO LABORATORIAL COM
LÍQUIDOS DE PIGMENTAÇÃO E FLUORESCÊNCIA E DO
ENVELHECIMENTO ACELERADO NAS PROPRIEDADES
ÓPTICAS DE UMA ZIRCÔNIA ODONTOLÓGICA.**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em
Odontologia da Universidade Federal de Santa
Catarina como um dos requisitos para a obtenção do
Grau de Doutor em Odontologia - Implantodontia
Orientadora: Profa. Dra. Cláudia Ângela Maziero
Volpato

Florianópolis
2016

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Rafael, Caroline Freitas

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO LABORATORIAL COM LÍQUIDOS DE
PIGMENTAÇÃO E FLUORESCÊNCIA E DO ENVELHECIMENTO ACELERADO
NAS PROPRIEDADES ÓPTICAS DE UMA ZIRCÔNIA ODONTOLÓGICA /
Caroline Freitas Rafael ; orientadora, Cláudia Ângela
Maziero Volpato - Florianópolis, SC, 2016.

87 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós
Graduação em Odontologia.

Inclui referências

1. Odontologia. 2. Zircônia. 3. Envelhecimento. 4.
Materiais biocompatíveis. I. Volpato, Cláudia Ângela
Maziero. II. Universidade Federal de Santa Catarina.
Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

Dedico esse trabalho a minha mãe, que não mediu esforços para nos educar e que tornou possível a realização de todos os nossos sonhos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a **Deus**, que durante o doutorado me surpreendeu e tocou ainda mais o meu coração, me ensinando a aceitar o momento Dele, ao invés do meu, a aguentar a distância de todos, a aprender a lidar com a minha própria companhia e a ter sabedoria para enfrentar as dificuldades. Foi Ele quem me guiou e me conduziu por caminhos que Ele já sabia que eram os melhores para mim.

À minha mãe, **Stela N F Rafael**, por ter me apresentado a profissão que eu me apaixonei, por ser o nosso modelo pessoal e profissional, por ser o nosso apoio diário e por ter lutado com muita garra para que pudéssemos concluir os nossos estudos. Por todo seu amor, muito obrigada mãe! Ao meu pai, **Carlos Roberto Rafael**, por seu apoio, conselhos e amor dedicado a nós. Aos meus avós, **Maria M M de Freitas**, obrigada vó, por dividir com nossos pais a difícil tarefa de nos criar e por garantir um sorriso, um carinho e muito amor sempre que precisamos, **Rafaela Rafael** e **José Rafael** por torcerem por nós e vibrarem com as nossas conquistas.

Aos meus irmãos, **Julianny F Rafael** e **Raphael F Rafael**, vocês são os maiores presentes da minha vida. Meus companheiros e aqueles que conto em todos os momentos. Tenho orgulho de dividir uma família com vocês, a quem tanto respeito e admiro.

Aos meus orientadores, **Cláudia Ângela Maziero Volpato**, por me acompanhar desde o início sem medir esforços e por tornar esse trabalho possível; **Paulo Francisco César**, por se colocar a disposição para me ensinar e por abrir o laboratório da USP para que pudéssemos trabalhar em parceria e **Anja Liebermann**, *Thanks to be available always when I needed and to made of this a productive and easier year, even in a different country and language.*

Aos meus amigos e funcionários do CEPID, não tenho palavras para agradecer a vocês. Vocês me mostraram como somos melhores quando trabalhamos juntos. Levarei todos vocês comigo para o resto da minha vida. As amigas **Cintia Schiochett**, por ser minha amiga, irmã e mãe. Você me ensinou o verdadeiro valor de uma amizade; a **Carolina S Morsch**, por dividir comigo todas as etapas do doutorado, por ser minha dupla, meu exemplo e minha amiga; a **Isis Encarnação**, por me ensinar a atravessar todas as dificuldades com paciência e um sorriso; aos amigos **Patrícia M Araújo**, **Gabriel Magrin**, **Bernardo Passoni**, **Artur Wanderley**, **Débora**, **Bruna Oliveira**, pelos momentos

profissionais e pessoais que vivemos juntos, por aguentar os momentos difíceis comigo e comemorarmos juntos todas as nossas conquistas.

Aos professores do CEPID, **Ricardo Magini**, por ter colocado em mim a vontade de fazer o doutorado através da admiração que tenho pelo seu trabalho e por contribuir para tornar isso possível, **César Benfatti, Marco A Bianchini e Antônio Carlos Cardoso**, por não medirem esforços para nos ensinar uma Odontologia de excelência.

As amigas de Florianópolis, **Caroline Riella, Fernanda Boing, Raquel Correia, Joana Laura, Nathalie Cunha e Jovana Biasotto** que se tornaram a minha família, que secaram as lágrimas e somaram sorrisos. Obrigada pela companhia e cuidado. Estar longe é difícil, mas vocês facilitam.

As amigas que a faculdade me deu e que são eternas, **Biatriz Altoé Ribeiro, Caroline Milanezi e Karla Mafra**. São 15 anos de cumplicidade, amizade, cuidado e aprendizado. Mesmo longe vocês sempre se mantiveram perto, muito obrigada.

À **Ana Elisa Colle Kauling**, por contribuir para a realização do meu sonho de fazer o doutorado sanduíche e pela amizade durante esse um ano.

Ao meu namorado, **Remi Blommers**, *thanks to be my partner. To be my family and my friend during this year. To help me with my english, and to share with me all bad and good moments. You helped me to have an easier year far from home.*

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pelo suporte financeiro.

A todos vocês, que fazem parte da minha vida, me faltam palavras para expressar a minha gratidão e o meu amor. Todas as dificuldades do doutorado seriam impossíveis de serem superadas sem vocês na minha vida. Meu amor por vocês é enorme!

“If I have seen
further than others, it is by standing upon the
shoulders of giants.”

(Isaac Newton)

RESUMO

Zircônia tradicional apresenta coloração branca e não possui fluorescência, limitando a mimetização da cor natural em próteses dentárias. Procedimentos laboratoriais tais como imersão em líquidos de pigmentação e/ou fluorescente podem ser utilizados para contornar tais limitações. Porém, pouca informação sobre o efeito do uso desses líquidos, assim como do envelhecimento, nas propriedades ópticas da zircônia estão descritos na literatura.

Objetivo – Avaliar as diferenças de cor e o grau de fluorescência de zircônia tratada com líquidos de pigmentação e fluorescente previamente e após protocolo de envelhecimento acelerado.

Material e métodos – Quarenta espécimes de zircônia tetragonal policristalina (3Y-TZP, Prettau Zirconia, Zirkonzahn, Itália) foram fabricados (12mm diâmetro e 2.0mm espessura). Dez discos não receberam nenhum tratamento (controle); 10 foram tratados com líquido de pigmentação (A2); 10 com líquido fluorescente (fluorescente); e 10 com ambos, líquido de pigmentação e fluorescente (A2 fluorescente). As coordenadas $L^*a^*b^*$ foram obtidas por um espectrofotômetro antes do envelhecimento (T_0) e o grau de fluorescência foi medido com um equipamento de medição de fluorescência. Os discos foram submetidos a um protocolo de envelhecimento acelerado durante 1 hora (T_1) e 5 horas (T_2). Novas mensurações foram feitas após cada tempo de envelhecimento. Os graus de fluorescência foram obtidos em porcentagem e analisados com o teste ANOVA a um critério. Diferenças de cor (ΔE_{00}) foram calculadas por meio da fórmula de diferenças de cor CIEDE2000, e estatisticamente analisados com ANOVA a um critério, assim como as diferenças em luminosidade (ΔL^*), croma (ΔC^*) e matiz (ΔH^*), que foram analisados estatisticamente com ANOVA multivariável. Comparações múltiplas foram realizadas teste de Tukey ($\alpha=0.05$).

Resultados – Diferenças de cor foram observadas quando discos de 3Y-TZP foram tratados com líquido de pigmentação ($\Delta E_{00}=7.91$) e fluorescente ($\Delta E_{00}=5.81$), assim como com ambos os líquidos ($\Delta E_{00}=5.52$). O envelhecimento acelerado resultou em diferenças de cor no grupo A2 T_2 ($\Delta E_{00}=6.74$), e em ambos os tempos analisados no grupo fluorescente ($T_1 - \Delta E_{00}=8.59$ e $T_2 - \Delta E_{00}=8.47$) e no grupo A2 fluorescente ($T_1 - \Delta E_{00}=7.78$ e $T_2 - \Delta E_{00}=8.74$), entretanto não influenciou significativamente os graus de fluorescência (Grupo controle: $T_0=0\%$, $T_1=1.94\%$, $T_2=1.0\%$; A2: $T_0=0\%$, $T_1=0.59\%$, $T_2=0\%$;

fluorescente: $T_0=20\%$, $T_1=14.51\%$, $T_2=13.25\%$; e A2 fluorescente: $T_0=3.0\%$, $T_1=2.0\%$, $T_2=1.0\%$).

Conclusões – Diferenças estatísticas para cor, luminosidade, croma e matiz foram observadas em todos os grupos testados, antes e depois do envelhecimento. Diferenças estatísticas no grau de fluorescência foram observadas somente no grupo fluorescente ($p<0.001$) e a fluorescência não foi influenciada pelo envelhecimento acelerado ($p=0.05$).

Implicações clínicas – Conhecimento sobre o uso dos líquidos de pigmentação e fluorescente é necessário para o uso da 3Y-TZP como um material restaurador. Adicionalmente, é necessário compreender o efeito do envelhecimento nas propriedades ópticas da zircônia pigmentada e fluorescente para o seu uso clínico.

Palavras-chave: Propriedades ópticas; Restaurações cerâmicas; Zircônia; Estética.

ABSTRACT

State of Problem – Traditional zirconia presents an opaque white color and no fluorescence, limiting the color match of dental prostheses. Laboratorial procedures as immersion in colour and fluorescence liquids can be used to contour these limitations. However, little information about the effect of these liquids, as well as of the aging, on the optical properties of zirconia is described in the literature.

Purpose – Evaluate the color differences and fluorescence degree of zirconia treated with colour and fluorescence liquids before and after accelerated aging protocol.

Material and methods – Forty disk-shaped specimens of zirconia tetragonal polycrystalline (Prettau Zirconia, Zirkozahn, Italy) were fabricated (12mm diameter and 2.0mm thickness). Ten disks did not receive any treatment (control); 10 were treated with colour liquid (A2); ten with fluorescence liquid (fluorescent); and 10 with both, fluorescent and colour liquid (A2 fluorescent). The $L^*a^*b^*$ coordinates before aging (T_0) were obtained with a spectrophotometer and the fluorescence degree with a fluorescence equipment. The disks were subjected to accelerate aging protocol during 1 hour (T_1) and 5 hours (T_2). Measurements were made before and after each aging time. Color differences (ΔE_{00}) were calculated by CIEDE2000 color difference formula, and statistically analyzed by one-way ANOVA, as well as lightness ($\Delta L'$), chroma ($\Delta C'$) and hue differences ($\Delta H'$), however, statistically analyzed by multivariate ANOVA. Fluorescence degrees were obtained as percentage and analyzed by one-way ANOVA. Multiple comparisons were performed by Tukey's test ($\alpha=0.05$).

Results – Color differences were observed when 3Y-TZP disks were treated with colour ($\Delta E_{00}=7.91$) and fluorescent ($\Delta E_{00}=5.81$) liquid, as well as both liquids combined ($\Delta E_{00}=5.52$). Accelerated aging resulted in color differences in T_2 A2 group ($\Delta E_{00}=6.74$), and in both times evaluated in fluorescent ($T_1 - \Delta E_{00}=8.59$ and $T_2 - \Delta E_{00}=8.47$) and A2 fluorescent group ($T_1 - \Delta E_{00}=7.78$ and $T_2 - \Delta E_{00}=8.74$) however does not influenced significantly in fluorescence degrees (Control group: $T_0=0\%$, $T_1=1.94\%$, $T_2=1.0\%$; A2: $T_0=0\%$, $T_1=0.59\%$, $T_2=0\%$; fluorescent: $T_0=20\%$, $T_1=14.51\%$, $T_2=13.25\%$; and A2 fluorescent: $T_0=3.0\%$, $T_1=2.0\%$, $T_2=1.0\%$. Use of fluorescence liquid influenced in fluorescence degree of fluorescent group ($T_0=20\%$).

Conclusions – Statistical color, lightness, chroma and hue difference were achieved in all tested groups, before and after aging ($p<0.001$).

Fluorescence degrees were statistically different only in fluorescent group ($p < 0.001$) and were not influenced by accelerated aging ($p = 0.05$). Clinical Implications - Knowledge about the use of colour and fluorescence liquids are necessary to use 3Y-TZP as restorative material. Moreover, it is necessary to understand the effect of low degradation on the optical properties of colored and fluorescent zirconia.

Keywords: Optical properties. All-ceramic. Zirconia. Esthetic

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Amostras de zircônia confeccionadas manualmente para definição do tempo de imersão dos líquidos e treinamento do operador.

Figura 2 – (A) Mensuração inicial feita com especímetro, previamente à sinterização, com o objetivo de conferir a espessura após contração de 19% relatada pelo fabricante. (B) Amostras confeccionadas com 3.5mm e reduzidas a 3mm após a sinterização. A medida final foi confirmada com o uso de um micrômetro.

Figura 3 – Líquido utilizado para obtenção da fluorescência (Fluoreszenz, Zirkonzahn, Itália).

Figura 4 – Imersão das amostras em líquido fluorescente. O grupo I foi imerso por 5 segundos e o grupo II por 10 segundos com o objetivo de observar se existia diferença entre os tempos utilizados e definir a metodologia da fase experimental.

Figura 5 – (A) Manutenção das amostras já imersas sob lâmpada de secagem durante 60 minutos. (B) Inclusão das amostras sob placa cerâmica no interior do forno para sinterização.

Figura 6 – Forno utilizado para a sinterização das amostras do teste piloto e da fase experimental.

Figura 7 – Imagem obtida fotograficamente sob luz ultravioleta (UV). Na imagem é possível observar que as amostras de zircônia passaram da coloração preta/invisível em ambiente escuro, para azulada, demonstrando a presença de fluorescência. É possível observar que a amostra A (10seg.) se apresenta menos visível e azulada que a amostra B (5 seg.).

Figura 8 – Sistema de fluorescência (Biopdi, São Paulo) utilizado para mensurar a fluorescência obtida na etapa piloto, assim como na fase experimental.

Figura 9 – Espectrofotômetro utilizado para as mensurações de cor - sistema CIELAB.

Figura 10 – Autoclave utilizada para o envelhecimento acelerado das amostras.

Figura 11 – Dois blocos de zircônia (Zirkonzahn, Itália) foram utilizados para a confecção de 19 amostras com 14mm de diâmetro e 9mm de espessura.

Figura 12 – Desenho CAD feito no computador após os cálculos para obtenção do diâmetro e espessura adequados das amostras. O equipamento de usinagem segue o desenho feito no software para usinar o bloco.

Figura 13 – Imagem dos discos sendo preparados no equipamento de usinagem (Modela MDX-40 Milling Machine - Roland, Japão).

Figura 14 – Cada um dos 19 discos foi mensurado com o auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo, Japão) na altura de 4.5mm de espessura e cortado com o auxílio de um disco diamantado (KG Sorensen, Cotia, São Paulo) acoplado a uma peça de mão. Após essa etapa os discos foram lixados com lixas de papel (até 2000) até obter a espessura de 2.5mm e polimento em ambos os lados.

Figura 15 – Imagem feita no equipamento fluorescente de um dente natural e um bloco de resina nano-cerâmica (Lava Ultimate, 3M ESPE, EUA).

Figura 16 – Amostras colocadas em um vidro com água destilada, separadas por grupo, cobertas com gaze e o recipiente selado com fita adesiva. Posteriormente, as amostras foram mantidas na autoclave a 137°C, 2 bars de pressão, por uma hora. Todas as amostras envelhecidas por uma hora foram denominadas no presente trabalho como T₁.

Figura 17 - As amostras foram colocadas em um vidro com água destilada, separadas por grupo e cobertas com gaze. O vidro foi selado com fita adesiva. Posteriormente as amostras foram mantidas na autoclave a 137°C, 2 bars de pressão, por quatro horas. Todas as amostras envelhecidas por cinco horas foram denominadas no presente trabalho como T₂.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Valores L^* , a^* e b^* das amostras sob fundo branco.

Tabela 2 - Valores das diferenças de cor, luminosidade, croma e matiz para os grupos testados.

Tabela 3 - Composição e propriedades dos discos de zircônia utilizados. Fonte: Zirkozahn, Itália.

Tabela 4 - Divisão dos grupos experimentais e tratamento realizado. Um total de 40 amostras foram divididas em 10 amostras por grupo.

Tabela 5 - Média e desvio padrão das coordenadas L^* , a^* e b^* para a medida padrão (grupo controle) e para os grupos testados (A2, fluorescente, e A2 fluorescente).

Tabela 6 - Estatística descritiva com média e desvio padrão das diferenças de cor (ΔE_{00}), luminosidade (ΔL^*), croma (ΔC^*) e matiz (ΔH^*) entre a média-padrão (grupo controle) e os grupos testados. As letras a-d representam diferenças estatísticas de ΔE , ΔL^* , ΔC^* e ΔH^* entre os grupos.

Tabela 7 - Estatística descritiva com as médias dos valores de grau de fluorescência entre todos os grupos testados. As letras a-d representam diferenças estatísticas entre os grupos.

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Resultados obtidos para a fluorescência das amostras piloto. Um maior grau de fluorescência foi observado no grupo imerso por 5 segundos, porém sem significância estatística ($p=0.30$). Ambos os grupos aumentaram a fluorescência em relação ao grupo controle.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	25
2 OBJETIVOS	33
2.1 OBJETIVO GERAL.....	33
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	33
3 VERSÃO DO ARTIGO EM INGLÊS.....	35
4 CONCLUSÕES	58
5 REFERÊNCIAS	59
6 METODOLOGIA APLICADA	65

1 INTRODUÇÃO

Alcançar resultados estéticos e naturais em Odontologia é um constante desafio para cirurgiões-dentistas e técnicos de laboratório (Chang et al., 2011). A busca pelo mimetismo com os dentes naturais tem levado ao uso crescente de restaurações totalmente cerâmicas em relação às tradicionais coroas metalocerâmicas, que representaram, por muitos anos, o “padrão ouro” da Odontologia Restauradora (Walton, 1999; Wettstein et al.; 2008). Isso se deve ao fato de que, restaurações metalocerâmicas apresentam uma infraestrutura metálica que necessita ser mascarada por cerâmicas de revestimento mais opacas. Porém, tanto o metal acinzentado, quanto a cerâmica opaca, são fatores limitantes para uma adequada reprodução das características ópticas dos dentes naturais (Walton, 1999; Wettstein et al.; 2008).

Na Implantodontia, pilares a base de titânio também têm sido considerados “padrão-ouro” em função de sua excelente estabilidade e integração biológica (Abrahamsson et al.; 1998). Porém, a cor metálica desses pilares pode comprometer a estética, especialmente em pacientes com “sorriso gengival”, linha alta de sorriso e biótipo gengival fino (Yildirim et al., 2000; Glauser et al., 2004; Holst et al., 2005), podendo resultar em uma área acinzentada sob o tecido mole e, conseqüentemente, uma aparência estética não natural (Levin et al.; 2005). Essa limitação pode ser explicada pelo fato de que, restaurações que apresentam infraestrutura metálica somente absorvem ou refletem a luz, enquanto que os dentes naturais permitem que a luz passe por eles, em função do seu maior grau de translucidez (Raptis, Michalakis e Hirayama; 2006).

Com o objetivo de contornar tais limitações ópticas, sistemas cerâmicos têm sido amplamente indicados e utilizados em próteses convencionais e sobre implantes (Raigrodski et al., 2006; Miyazaki et al., 2013; Matsuzuki et al., 2015). Isso se deve às inúmeras vantagens inerentes aos materiais cerâmicos, tais como: estética adequada; estabilidade cromática; biocompatibilidade; baixa retenção de placa bacteriana e absorção de fluidos; dureza; resistência ao desgaste; baixa condução térmica e inércia química (Zarone, Russo e Sorrentino, 2011; Vichi et al., 2015). Em Implantodontia, o uso de pilares cerâmicos alia boas propriedades mecânicas e biológicas a uma adequada estética (Conrad et al., 2007). Tais pilares apresentam resultados estéticos superiores tanto para a confecção da futura coroa, como para os tecidos moles adjacentes (Happe et al., 2013).

Os primeiros pilares cerâmicos introduzidos no mercado odontológico foram confeccionados em alumina e apresentavam propriedades ópticas satisfatórias. Porém, devido às propriedades mecânicas insatisfatórias, novos desenhos e materiais para pilares cerâmicos passaram a ser investigados (Ralf-J Kohal; 2008). Atualmente, o material cerâmico mais utilizado para a confecção de pilares é a zircônia, pois, além de biocompatibilidade e bioinércia, ela apresenta boas propriedades mecânicas (Raigrodski et al., 2012). Associado a isso, o conhecimento adquirido em relação à sua composição química e cristalografia, culminou no desenvolvimento de zircônias avançadas, que têm sido amplamente empregadas em aplicações dentárias, com resultados cada vez mais promissores (Vogkopoulou et al., 2009).

Com a mesma composição, a zircônia pura pode apresentar diferentes estados cristalinos, representados por três formas cristalográficas com diferentes temperaturas: cúbica (c) – de 2680°C a 2370°C; tetragonal (t) – de 2370°C a 1170°C e monoclinica – de 1170°C até a temperatura ambiente (Lughi e Sergo; 2010). Durante o resfriamento, a fase tetragonal se transforma em monoclinica (transformação $t \rightarrow m$). Essa transformação é acompanhada por uma variação de volume (cerca de 3 a 5%), que é capaz de fraturar um corpo sinterizado e conduzir ao aparecimento de trincas, resultando na fratura do mesmo (Yoshimura et al., 1987). Desta forma é importante estabilizar a zircônia na fase tetragonal e/ou cúbica com adição de óxidos de terras raras (óxido de cálcio: CaO_2 , óxido de magnésio: MgO , óxido de cério: CeO_2 ou óxido de ítrio: Y_2O_3) (Miyazaki et al., 2013). Materiais à base de zircônia estabilizados por Y_2O_3 podem ser encontrados em diferentes apresentações, sendo as principais: zircônia totalmente estabilizada (FSZ), zircônia parcialmente estabilizada (PSZ) e zirconia tetragonal policristalina (Y-TZP). A FSZ contém de 6 a 10mol% de óxido de ítrio (Y_2O_3). O seu uso é limitado na Odontologia por apresentar resistência mecânica reduzida e baixa resistência a choques térmicos. PSZ contém 4 a 5mol% de Y_2O_3 e consiste em uma mistura de fases tetragonal e cúbica (Yoshimura et al., 2008 e Lughi e Sergo, 2010). A Y-TZP contém 2 a 3mol% de Y_2O_3 , tem uma estrutura tetragonal e apresenta boa resistência mecânica (resistência flexural de 900-1200Mpa e resistência à fratura de 9 a 10 MPa.m^{1/2}) (Raigrodski et al., 2012).

A zircônia mais utilizada na Odontologia é a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (3Y-TZP) (Vogkopoulou et al., 2009). O óxido de ítrio, empregado como agente estabilizador é regulamentado pela norma ISO (ISO standard 13356.2008) para uso

biomédico. Embora esse tipo de zircônia apresente alta resistência flexural, boa resistência ao desgaste, assim como boa dureza, essas cerâmicas podem apresentar degradação catastrófica em atmosferas úmidas devido à desestabilização da fase tetragonal (Yoshimura et al., 2008). Esse fenômeno, conhecido como envelhecimento ou degradação em baixa temperatura (LTD), é resultado de uma transformação espontânea e progressiva da fase tetragonal em monoclinica (t-m) quando a Y-TZP entra em contato com a água ou vapor, o que pode levar a danos em sua superfície (Sato e Shimada, 1985). Os efeitos conhecidos do envelhecimento são a redução da resistência, tenacidade e densidade e um aumento da fase monoclinica (Swab, 1991). O nível de degradação varia entre as cerâmicas Y-TZP, pois o envelhecimento está relacionado com as diferenças nos parâmetros micro-estruturais; tais como a concentração e a distribuição de ítria; o tamanho do grão; a duração da exposição ao meio e os processos de fabricação (Vogkopoulou, 2009).

Para simular o envelhecimento em baixa temperatura, em 1999, Chevalier, Calès e Drouin sugeriram um protocolo de envelhecimento acelerado com o uso de uma autoclave. Estudos correlacionaram o envelhecimento artificial acelerado com o envelhecimento em temperatura ambiente da seguinte forma: uma hora em autoclave (130-140C 2-3bars) corresponderia a três-quatro anos de envelhecimento “in vivo” da zircônia, e 5 horas corresponderiam a 15-20 anos (Chevalier, Calès e Drouin, 1999; Deville, Gremillard, Chevalier e Fantozzi, 2005; Deville, Chevalier e Grémillard, 2006 e Shah, Holloway e Denry, 2008).

Outra limitação da 3Y-TZP está relacionada às suas propriedades ópticas. Apesar de apresentar características ópticas superiores ao metal, a 3Y-TZP, em sua apresentação tradicional, apresenta alta opacidade e coloração branca, o que limita a reprodução das propriedades dos dentes naturais (Boulouz et al., 1998). Zircônias de alta translucidez foram desenvolvidas para melhorar tais limitações ópticas, porém não têm sido indicadas para a confecção de pilares sobre implantes devido à redução das propriedades mecânicas e aumento da susceptibilidade de degradação em baixa temperatura, causada pela diminuição da quantidade de alumina e aumento no tamanho dos grãos na composição desse tipo de material (Nakamura et al., 2016; Vichi et al., 2016). Restaurações bilaminares de zircônia serão recobertos por cerâmica translúcida e pigmentada. Porém, a cor da infraestrutura influencia a cor final da restauração protética. Estudos recentes sugerem que resultados estéticos superiores podem ser obtidos utilizando-se zircônias

pigmentadas, permitindo assim, uma aparência mais natural (Denry e Kelly, 200; Chang, 2011). Com o objetivo de minimizar essa desvantagem, alguns fabricantes já disponibilizam produtos para pigmentação da zircônia. Duas abordagens têm sido utilizadas: óxidos metálicos que podem ser misturados com o pó de 3Y-TZP antes da sinterização, ou a imersão em soluções de cloreto com elementos de terras raras para obter cores variadas. Estudos demonstram que a concentração do cloreto influencia na coloração final, porém, o tempo de imersão não influencia no grau de pigmentação (Shah, Holloway, Denry, 2008). Ainda assim, infraestruturas de zircônia pigmentadas necessitam de estratificações corretivas de cerâmica de cobertura para alcançar a cor final requerida (Aboushelib, Dozic, 2010).

Para identificar e quantificar as diferenças de cor entre amostras convencionais e condições experimentais, fórmulas matemáticas têm sido aplicadas. O sistema colorimétrico mais utilizado em Odontologia é o sistema CIELAB, porém esse espaço de cor apresenta inconsistências em relação às diferenças de cor (ΔE^*_{ab}) computadas e percebidas. Os valores de ΔE^* clinicamente aceitáveis variam, porém a maioria da literatura cita que valores abaixo de 3.7 podem ser considerados como similaridade na cor (Jhonston e Kao, 1989). Demais estudos citaram que esse valor de aceitabilidade é diferente quando relacionado a ΔE^*_{ab} (1.1 ΔE para variações no eixo vermelho e 2.1 ΔE para variações no amarelo), o que demonstrou que os valores de diferenças de cor aceitáveis e perceptíveis são dependentes do croma (Douglas e Brewer, 1998; Lee e Powers, 2005). Sendo assim, uma fórmula de diferenças de cor que incluía as funções matiz e croma tornou-se necessária para uma diferenciação mais acurada da cor (Lee e Powers, 2005). Como alternativa para corrigir essas inconsistências, a Comissão Internacional de Iluminação (CIE, 2004) recomendou o uso do sistema colorimétrico CIEDE2000 (Lee e Powers, 2005; Perez, et al. 2011). Esse sistema emprega uma fórmula para quantificação das diferenças de cor (ΔE_{00}) que utiliza os conceitos de croma e matiz, reforçando a importância do sistema desenvolvido por Munsell (Sharma, Wu e Dalal, 2005). Estudos demonstram que o sistema CIEDE2000 provê um melhor resultado em relação às pequenas diferenças de cor do que o sistema CIELAB, podendo ser seguramente aplicado para a avaliação das diferenças de cor de materiais cerâmicos odontológicos (Lee e Powers, 2005; Pérez et al., 2011). Para relacionar os dados obtidos através da análise instrumental com as diferenças de cor aceitáveis clinicamente, índices de aceitabilidade e perceptibilidade estão descritos na literatura. Novos índices descritos por Ghinea e colaboradores para materiais cerâmicos,

2010, são descritos como $\Delta E_{00}=2.23$ para perceptibilidade e $\Delta E_{00}=1.25$ para aceitabilidade. Além disso, em outro estudo, para esses mesmos materiais, Perez e colaboradores, 2011, definem os índices de aceitabilidade das diferenças de luminosidade (ΔL^*), croma (ΔC^*) e matiz (ΔH^*), como sendo $\Delta L^*=2.92$, $\Delta C^*=2.52$ e $\Delta H^*=1.90$.

Adicionalmente a coloração da zircônia, a ausência de fluorescência também tem sido descrita como uma limitação óptica desse material. Fluorescência é a propriedade óptica responsável pela percepção da “vitalidade dental” (Lu H et al., 2006 e Gamborena e Blatz, 2011). Esse fenômeno se apresenta quando a luz, com comprimento de onda curto (invisível ao olho humano), é absorvida pelo material e posteriormente refletida com um comprimento de onda maior, dentro do espectro de luz visível (Catelan et al., 2015). Desta forma, a fluorescência pode ser definida como a interação da luz com os átomos presentes na superfície do material e esse fenômeno também resulta em uma cor distinta quando o objeto é exposto à luz ultravioleta (UV) Lu et al., 2006. A dentina humana é três vezes mais fluorescente que o esmalte e é a principal responsável pela fluorescência observada no dente humano (Lu et al., 2006). Quando o dente natural é exposto à luz UV, ele emite uma fluorescência branco-azulada, enquanto aparece amarelo-azulado sob luz natural (Heffernan, 2002a e Heffernan, 2002b).

Para resultar em uma aparência mais natural da restauração, sob diferentes condições de luz, um material estético restaurador também deve apresentar fluorescência suficiente, quando comparado ao dente natural (Anusavice e Philips, 2003; Gamborena e Blatz, 2011). Uma cerâmica que apresenta fluorescência é capaz não só de simular a naturalidade dental, como também iluminar a área gengival onde a restauração ou implante está localizado, reduzindo a presença da típica linha acinzentada ao redor de próteses metalocerâmicas e pilares de titânio (Anusavice e Philips, 2003; Gamborena e Blatz, 2011).

Para que a fluorescência possa ser medida laboratorialmente, diversos métodos têm sido utilizados. O mais utilizado atualmente é a fotografia dos materiais sob luz ultravioleta (UV), resultando em um resultado qualitativo. Esse método é subjetivo e depende de vários fatores como o tipo da câmera; tipo do flash; intensidade da luz e também do observador (Lu et al., 2006; Gamborena e Blatz, 2011). Outros métodos, como o uso de fluorímetros ou espectrofluorímetros, também podem ser utilizados, resultando em uma mensuração quantitativa, mais confiável do que a avaliação fotográfica subjetiva (Gamborena e Blatz, 2011).

Modificadores de fluorescência têm sido desenvolvidos para aplicação em peças de zircônia antes da sinterização, com o objetivo de minimizar

a ausência de fluorescência da zircônia. O protocolo recomendado pelos fabricantes e descrito na literatura é a imersão das peças em um líquido fluorescente antes da sinterização, por 5 a 10 segundos. Após isso, a peça deve ser seca para remover os excessos do líquido, e colocada sob uma lâmpada de secagem para evitar danos ao forno de sinterização. Nesse processo, líquidos de pigmentação também podem ser aplicados e a peça é submetida à sinterização final (Gambonera e Blatz, 2011). Porém, a fluorescência só pode ser incorporada à zircônia até certo grau e, ainda é difícil alcançar uma fluorescência adequada em cores escuras como C3 e C4, pois os pigmentos escuros podem mascarar as propriedades fluorescentes do líquido (Gambonera e Blatz, 2011).

Estudos prévios avaliaram a influência do uso de pilares cerâmicos na estética e as diferenças de cor e de fluorescência de materiais cerâmicos à base de zircônia. Jung et al. (2008) citaram que tanto a utilização de próteses cerâmicas, quanto de coroas metalocerâmicas resultaram em diferenças de cor perceptíveis em relação aos dentes vizinhos. Porém,, quando próteses cerâmicas sobre pilares de óxido de alumínio foram utilizadas, foi possível obter uma cor mais similar aos dentes vizinhos, do que quando utilizadas próteses metalocerâmicas. Bressan et al. (2011) não encontraram relação entre a espessura do tecido e diferenças de cor e concluíram que a cor do tecido mole peri-implantar parece ser diferente da cor do tecido mole ao redor do dente natural, não importando qual o tipo de material que foi empregado. Quando o pilar de titânio foi utilizado, maiores diferenças foram encontradas do que com pilares de zircônia ou ouro, e a espessura do tecido mole peri-implantar não pareceu ser um fator crucial no impacto da percepção da cor dos tecidos moles. Pecho et al. (2012) citaram que em relação à translucidez, os sistemas de zircônia estudados podem substituir satisfatoriamente a dentina humana, porém, em relação à uma reprodução clínica aceitável da cor, ainda é necessário ajustar cuidadosamente a cor desses sistemas. Happe et al. (2013) citaram que a utilização de pilares de zircônia fluorescentes resulta na iluminação do tecido mole peri-implantar, que aparece muito mais similar à condição natural. Em um estudo posterior, no mesmo ano, esses autores concluíram que o uso do líquido fluorescente levou a uma aparência natural da zircônia, não induzindo alterações de cor visíveis em mucosas com espessura de 1,5mm. Desta forma, os autores sugeriram que o uso do líquido fluorescente leva a obtenção de um material cerâmico que imita as propriedades ópticas dos dentes naturais e não induz a alterações de cor visíveis em mucosas finas. Em relação aos aspectos colorimétricos decorrentes do envelhecimento da zirconia,

Shah, Holloway e Denry (2008) estudaram o efeito da pigmentação com vários óxidos metálicos na microestrutura, cor e resistência flexural da 3Y-TZP, assim como investigaram, o efeito das soluções de sais corantes (cério e bismuto) na resistência ao envelhecimento da zircônia. Os autores concluíram que pigmentar a 3Y-TZP com soluções de acetato de cério, até 5% em peso, produziu uma coloração favorável, e não afetou significativamente suas propriedades mecânicas. Maiores concentrações levaram a uma diminuição significativa na resistência à flexão, sem qualquer alteração significativa nos valores de ΔE . Pigmentar com bismuto foi possível, desde que em concentrações baixas, como 1% ou menos. Em relação à influência da pigmentação na resistência à degradação em baixa temperatura, os autores não encontraram resultados significantes frente a nenhuma das soluções corantes testadas.

Entretanto, estudos que avaliem as diferenças de cor resultantes da utilização de líquido de pigmentação e/ou fluorescente e a influência da degradação em baixa temperatura nas propriedades ópticas da zircônia são limitados. Volpato, Cesar e Bottino (2016) realizaram um estudo com objetivo de avaliar a influência de diferentes tempos de envelhecimento na estabilidade de cor de zircônia revestida ou não por cerâmica de cobertura. Os autores concluíram que quando a 3Y-TZP sem revestimento, assim como a revestida por cerâmica de 1.0mm de espessura, foi submetida ao envelhecimento acelerado, foi possível observar discretas diferenças de cor, principalmente no parâmetro croma (após 4 h de envelhecimento, $\Delta C'=0.44$). No grupo em que a zircônia foi revestida com cerâmica de cobertura com 1.5mm de espessura, apenas diferenças de cor abaixo do perceptível a olho nu foram encontradas ($\Delta E_{00}=0.48$), indicando que o protocolo de envelhecimento acelerado não influenciou nas propriedades ópticas desse grupo. Adicionalmente, uma metodologia para a utilização do líquido fluorescente com zircônias odontológicas não foi encontrada na literatura. Desta forma, este estudo teve como objetivo avaliar as diferenças de cor e o grau de fluorescência de uma zircônia odontológica após o tratamento laboratorial com líquidos de pigmentação e fluorescente em diferentes tempos de imersão.

A primeira hipótese nula testada foi que não há diferenças de cor (ΔE_{00}), luminosidade (ΔL), croma (ΔC) e matiz (Δh) após a imersão de amostras de 3Y-TZP em líquido de pigmentação (cor A2) e/ou fluorescente. A segunda hipótese nula testada foi que o tratamento com líquido de pigmentação e/ou fluorescente não influencia o grau de fluorescência da zircônia. A terceira hipótese nula testada foi que o

envelhecimento acelerado não influencia as propriedades ópticas de discos de 3Y-TZP.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O presente trabalho teve como objetivo avaliar as diferenças de cor e o grau de fluorescência de uma zircônia odontológica após o tratamento laboratorial com líquidos de pigmentação e fluorescente em diferentes tempos de imersão.

2.2 Objetivos Específicos

- Avaliar possíveis diferenças de cor, luminosidade, croma e matiz (ΔE_{00} , ΔL , ΔC e Δh) decorrentes da imersão dos discos em líquidos de pigmentação e fluorescente;
- Avaliar o grau de fluorescência obtido nas amostras tratadas;
- Observar o comportamento óptico das amostras após o protocolo de envelhecimento acelerado.

3 VERSÃO DO ARTIGO EM INGLÊS

Revista: Journal of Prosthetic Dentistry

Impact of laboratorial treatment with coloring and fluorescence liquids on the optical properties of zirconia before and after accelerated aging

Rafael, CF^{1,2}; Cesar, PF³; Fredel, M⁴; Magini, R¹; Anja Liebermann²; Volpato, CAM¹.

¹Department of Dentistry, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Brazil

²Department of Prosthodontics, Dental School, Ludwig-Maximilians University, Munich, Germany

³Department of Biomaterials, University of Sao Paulo, Sao Paulo, Brazil

⁴Department of Engineering, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Brazil

Acknowledgement: The authors express their gratitude to CAPES - Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel, which supports the first author.

Correspondence author:

Caroline Freitas Rafael

Alda Siqueira Motta, 129 – Vila Velha/Brazil

carolfreitasrafael@hotmail.com

+55 (27) 997475867

ABSTRACT

State of Problem – Traditional zirconia presents an opaque white color and no fluorescence, limiting the color match of dental prostheses. Laboratorial procedures as immersion in colour and fluorescence liquids can be used to contour these limitations. However, little information about the effect of these liquids, as well as of the aging, on the optical properties of zirconia is described in the literature.

Purpose – Evaluate the color differences and fluorescence degree of zirconia treated with colour and fluorescence liquids before and after accelerated aging protocol.

Material and methods – Forty disk-shaped specimens of zirconia tetragonal polycrystalline (Prettau Zirconia, Zirkonzahn, Italy) were fabricated (12mm diameter and 2.0mm thickness). Ten disks did not receive any treatment (control); 10 were treated with colour liquid (A2); ten with fluorescence liquid (fluorescent); and 10 with both, fluorescent and colour liquid (A2 fluorescent). The $L^*a^*b^*$ coordinates before aging (T_0) were obtained with a spectrophotometer and the fluorescence degree with a fluorescence equipment. The disks were subjected to accelerate aging protocol during 1 hour (T_1) and 5 hours (T_2). Measurements were made before and after each aging time. Color differences (ΔE_{00}) were calculated by CIEDE2000 color difference formula, and statistically analyzed by one-way ANOVA, as well as lightness ($\Delta L'$), chroma ($\Delta C'$) and hue differences ($\Delta H'$), however, statistically analyzed by multivariate ANOVA. Fluorescence degrees were obtained as percentage and analyzed by one-way ANOVA. Multiple comparisons were performed by Tukey's test ($\alpha=0.05$).

Results – Color differences were observed when 3Y-TZP disks were treated with colour ($\Delta E_{00}=7.91$) and fluorescent ($\Delta E_{00}=5.81$) liquid, as well as both liquids combined ($\Delta E_{00}=5.52$). Accelerated aging resulted in color differences in T_2 A2 group ($\Delta E_{00}=6.74$), and in both times evaluated in fluorescent ($T_1 - \Delta E_{00}=8.59$ and $T_2 - \Delta E_{00}=8.47$) and A2 fluorescent group ($T_1 - \Delta E_{00}=7.78$ and $T_2 - \Delta E_{00}=8.74$) however does not influenced significantly in fluorescence degrees (Control group: $T_0=0\%$, $T_1=1.94\%$, $T_2=1.0\%$; A2: $T_0=0\%$, $T_1=0.59\%$, $T_2=0\%$; fluorescent: $T_0=20\%$, $T_1=14.51\%$, $T_2=13.25\%$; and A2 fluorescent: $T_0=3.0\%$, $T_1=2.0\%$, $T_2=1.0\%$). Use of fluorescence liquid influenced in fluorescence degree of fluorescent group ($T_0=20\%$).

Conclusions – Statistical color, lightness, chroma and hue difference were achieved in all tested groups, before and after aging ($p<0.001$).

Fluorescence degrees were statistically different only in fluorescent group ($p < 0.001$) and were not influenced by accelerated aging ($p = 0.05$).
Clinical Implications - Knowledge about the use of colour and fluorescence liquids are necessary to use 3Y-TZP as restorative material. Moreover, it is necessary to understand the effect of low degradation on the optical properties of colored and fluorescent zirconia.

1. INTRODUCTION

Ceramic materials are frequently used in esthetic dentistry due to their superior esthetic properties, high color stability, and high biocompatibility. Currently, various ceramics systems are commercially available.¹⁻⁶ Tetragonal zirconia polycrystal (TZP) stabilized with 3mol% of yttria (3Y-TZP), is one of the ceramic systems available for the fabrication of monolithic crowns, FDPs and dental implant abutments due their superior mechanical properties in relation to other dental ceramics (flexural strength of 900 to 1200 MPa and fracture toughness of around 7 MPa·m^{1/2}).⁷⁻⁹ Although 3Y-TZP has been largely used in the dental field, the literature reports significant limitations regarding its optical and mechanical properties.^{10,11}

3Y-TZP is a whitish material, which represents an important advantage in relation to metals, however, the range of color variation in zirconia restorations is much narrower in comparison to other colored ceramics such as dental porcelains, which present a wide variation of shades that can be obtained in the final restoration to represent the color variations existing in the dental tissues.⁵⁻⁷ 3Y-TZP also has an increased crystalline content that reflects in high mechanical strength and low translucency. The polycrystalline nature of zirconia microstructure results in significant light scattering at the grain boundaries; as a result, the material will present a relatively opaque appearance.⁵⁻⁷ Since zirconia is used in varied clinical situations in prosthetic dentistry, from fixed prosthodontics frameworks to monolithic crowns, it is important to understand the optical behavior of this material in order to maximize the final aesthetic result, even considering that, in some situations, a more translucent veneering ceramic will be applied over the Y-TZP⁵. In fact, it has been shown that the shade of the framework significantly affects the final color of the restoration⁶ and therefore, better aesthetic results are achieved when shaded zirconia frameworks are used in different clinical situations.^{6,21}

Zirconia restorations with varied shades can be obtained by means of two different approaches. One possibility is to add metal oxides to the starting Y-TZP powder before high temperature sintering. Another way is to add chloride solutions of rare-earth elements to the pre-sintered block to generate shade variations (infiltration technique).^{21,22} In this last case, the infiltration time and the porosity level of the pre-sintered block will affect the final color achieved.^{23,8}

Another problem related to the optical behavior of 3Y-TZP is the lack of fluorescence. This property is often regarded as being responsible for the vitality aspect of the material over different light conditions.²⁴⁻²⁶

Fluorescence also makes teeth appear whiter when exposed to ultraviolet (UV) light.²⁴ Dental ceramics need to have the same fluorescence level as that observed in natural teeth in order to give good esthetic outcomes.²⁵ Fluorescence also needs to be present in implant abutments to provide natural lightening of the surrounding soft tissue.²⁶ To achieve fluorescence in 3Y-TZP, compounds like europium, terbium, cerium, and ytterbium can be added.²⁴ These color modifiers are applied to zirconia pieces before final sintering and finishing process.²⁶

With respect to mechanical properties, zirconia can be affected by the low temperature degradation (LTD) phenomenon, also known as “aging”.^{13,14} Aging occurs when 3Y-TZP is submitted to hydrothermal degradation at temperatures varying from 65 to 500°C, leading to a destabilization the tetragonal that is transformed to monoclinic (*t-m* transformation),¹⁵⁻¹⁹ resulting in micro cracking and reduction of strength.¹⁵⁻¹⁹ To simulate the LTD, Chevalier¹⁵ firstly suggested the use of autoclave with distilled water. Aging zirconia for one hour in an autoclave corresponds to 3-4 years of *in vivo* degradation and 5 hours of *in vitro* aging corresponds to at 15-20 years *in vivo*, therefore, aging in autoclave provides very valuable perspectives on the long-term behavior of zirconia restorations.¹⁶

The literature regarding the impact of adding color and/or fluorescence to zirconia restorations by means of immersion of presintered blocks in coloring liquids is very limited. Also, there is lack of information regarding the influence of the accelerated aging protocol the final optical properties of the restoration. One recent study found that zirconia disks without the veneering layer submitted to accelerate aging showed significant chroma differences, after aging for 4 hours ($\Delta C^*=0.44$). When the zirconia cores were veneered by porcelain, color differences were also observed depending on the thickness of the veneering ceramic ($\Delta E_{00}=0.93$ for thickness of 1.0mm and $\Delta E_{00}=0.48$ for thickness of 1.5mm).²⁷ Therefore, the first null hypothesis of this study was that no color (ΔE_{00}), luminosity (ΔL^*), chroma (ΔC^*) or hue (Δh^*) differences would be achieved after immersion of 3Y-TZP disks in coloring (shade A2) and/or fluorescence liquids. The second null hypothesis was that treatment with coloring and/or fluorescence liquids would not influence the fluorescence degree of zirconia. The third null hypothesis tested was that the accelerated aging would not affect the optical behavior of 3Y-TZP disks.

2. MATERIAL AND METHODS

Fabrication of zirconia disks

The specification of the tested materials such as color, compositions, lot numbers and manufacturers are listed in Table 1.

Forty disks were fabricated of white and non-pigmented 3Y-TZP with initial thickness of 2.5 mm and 14 mm in diameter. All disks were machined (LabCut1010, Extec Corp, USA) out of two CAD/CAM blanks (Zr Prettau, Zirkozahn, Italy) and mechanically polished (Abramin, Struers, Germany) on both sides using a series of grinding papers up to SiC P2000. After polishing, the final disks had thickness of 2.5 mm and diameter of 14 mm. Final thickness was determined with digital micrometer (Mitutoyo IP65, Mitutoyo, Kawasaki, Japan). Ten disks did not receive any laboratorial treatment (control group); ten were immersed in coloring liquid (Colour Liquid Prettau, Color A2, Zirkozahn, Italy) for 5 seconds (A2); ten were immersed in fluorescence liquid (Colour Liquid Fluoreszenz, Zirkozahn, Italy) for 5 seconds (Fluorescent); and ten were immersed in both liquids, first in the coloring liquid (Colour Liquid Fluoreszenz, Zirkozahn, Italy) for 5 seconds, followed by fluorescence liquid (Colour Liquid Fluoreszenz, Zirkozahn, Italy) for 5 seconds (A2 Fluorescent). Immersions were performed using one tweeze to hold the disk and a glass container with the corresponding liquid. After the immersion in the fluorescence liquid, the disks were positioned under a red light for 60 minutes to dry the liquid before placing the specimens inside the furnace. The standard measurements to allow the calculation of color (ΔE_{00}), luminosity (ΔL^*), chromaticity (ΔC^*) and hue (ΔH^*) differences were made in the control group. The disks were sintered over zirconia spheres. The furnace time recommended by the manufacturer was used in this study for both liquids. All disks were sintered at 1600°C (N.5 Program, Zirkozahn, Italy). Consequently, the disks presented the final thickness of 12mm and diameter of 2.0mm due to 19% sintering contraction of material.

Before submitting the disks to the accelerated aging protocol, the spectrophotometry analyses were performed and the fluorescence degree was measured. The measurements obtained from these disks, without aging, were considered as T_0 . The measurements of $L^*a^*b^*$ coordinates (CIELAB color space) were performed with a spectrophotometer (Minolta CM 3700d, Minolta, Japan) and the measurements of fluorescence degree were performed with a fluorescence equipment for solids (Fluorescence System, Biopdi, São Paulo, Brazil).

Accelerated aging protocol

After the initial measurements, all disks were artificially aged in an autoclave using the same protocol.¹⁵ The disks were positioned into glass

containers with distilled water and placed inside the autoclave (Vitale Class 12 Liters, Cristófoli Biossegurança, São Paulo, Brazil) for controlled times at 134°C and 2 bars pressure. The disks were firstly maintained for 1 hour to simulate 3-4 years of aging at room temperature^{15,16}, considered as T₁. Afterwards, they were submitted to additional 4 hours, totalizing 5 hours, in order to simulate 15 to 20 years of in vivo aging,^{15,16} namely T₂. After each aging time, the disks were taken to the spectrophotometer to achieve the L*a*b* coordinates, and also to the fluorescence equipment, to achieve the fluorescence degree.

Spectrophotometric measurements

Color measurements were made according to the CIELAB Color System²⁸ with a spectrophotometer (Minolta CM 3700d, Minolta, Japan) containing an integrating sphere in reflection mode. Three measurements were randomly performed on the center of each disk with d/8° measurement geometry, 2° standard colorimetric observer and wavelength of 360-740nm (interval of 10 nm) including ultraviolet (UV) and illumination/measurement areas in *Small Area View* – SAV (5 x 7 mm illumination / 3 x 5 mm measurement) and a window observation of 2 mm. The illuminant D65 (daylight illuminant)²⁸ and the specular component excluded (SCE) were considered in this study. Measurements were made with the disks positioned over a white background (L*=93.22, a*=1.53, b*=3.82). Between the disks and this background, a polyethylene glycol (LabSynth, São Paulo, Brazil) with a refractive index of 1.47 was used to reduce the possibility of edge-loss and ensure the optical continuity.²⁹ The standard measurement to calculate the color (ΔE_{00}), luminosity (ΔL^*), chroma (ΔC^*), and hue (ΔH^*) differences was determined by the evaluation of 10 disks of conventional zirconia (L*= 79.37 a*= 0.16 b*=6.63). All tested groups were compared among themselves and in relation to the standard average.

Fluorescence degree measurements

To determine fluorescence degree, an fluorescence equipment for solids (Fluorescence System, Biopdi, São Paulo, Brazil) was used with a wavelength of 405 nm ± 15 nm. All specimens were positioned on the base of the fluorescence equipment and photographs of all samples were performed using a LED and a green filter, allowing only emission of UV-light.

Calculation of color, lightness, chroma and hue differences

In this study, the calculation of color differences (ΔE_{00}), was performed comparing standard-average values (L*= 79.37 a*= 0.16 b*=6.63) with coordinates L*a*b* obtained for the different groups (A2, fluorescent

and A2 fluorescent) and times (T₀, T₁, T₂) tested. The measurements were registered and the color difference was calculated by CIEDE2000 (ΔE_{00}) formula, as follow:²⁸

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

In this formula, $\Delta L'$ are the differences in lightness, ΔC in chroma and ΔH in hue, between the standard measurement of control group and the tested groups. S_L , S_C , and S_H are the weighing function for lightness, chroma and hue components, respectively. K_L , K_C , and K_H are the parametric factors to be adjusted according to different viewing parameters. In the present study K_L , K_C , and K_H were set at 1, according to previous literature.³⁰ Therefore, the values in this study are presented as ΔE_{00} (color difference), ΔL^* (lightness difference), ΔC^* (chroma difference), Δh^* (hue difference).

Calculation of fluorescence degree

The obtained images were analyzed with a software (Fluorescence System, Biopdi, São Paulo, Brazil) and the fluorescence degree was determined and calculated using a fluorescence standard (resin nano-ceramic, Lava Ultimate, 3M ESPE) that was considered as 100% fluorescence due its high degree of fluorescence. The block of resin nano-ceramic (A2, Lava Ultimate, 3M ESPE) was used as reference due to present values of fluorescence closer to natural teeth (Figure 1), considered as 100% of fluorescence. Afterwards, the fluorescence of each group, before and after aging, was determined in terms of percentage in relation to that of the standard and compared between them.

Statistical analysis

Descriptive statistics including mean and standard deviations (SD) of coordinates L^* a^* b^* in all groups are described in Table 2. The color differences (ΔE_{00}) were statistically analyzed by one-way ANOVA. Lightness (ΔL^*), chromaticity (ΔC^*) and hue differences (ΔH) were statistically analyzed by multivariate ANOVA ($p < 0.001$) and multiple comparisons by Tukey's honest significance test ($p < 0.05$). The results of fluorescence degree were registered as percentage and analyzed by one-way ANOVA, followed by Tukey's Test. Data were analyzed with SPSS Version 22.0 (IBM; Armonk, USA) and analysis results with p-values smaller than 0.05 were interpreted as statistically significant.

3. RESULTS

Color, lightness, chroma and hue differences

Mean values and standard deviations of color (ΔE_{00}), lightness (ΔL^*), chroma (ΔC^*), and hue differences (ΔH^*) of the tested groups in comparison with the standard average (control group) are listed in Table 2. The groups are identified by the name of the laboratorial procedure performed (A2, Fluorescent and A2/Fluorescent) and by the time of accelerated aging (T_0 = no aging, T_1 = 1h-aging, and T_2 = 5h-aging).

Color differences (ΔE_{00})

The highest values of color differences ($p < 0.001$) were achieved for groups A2/Fluorescent T_1 ($\Delta E_{00}=7.78$) and T_2 ($\Delta E_{00}=8.74$), Fluorescent T_1 ($\Delta E_{00}=8.59$) and T_2 ($\Delta E_{00}=8.47$) and A2 T_0 ($\Delta E_{00}=7.91$) and T_1 ($\Delta E_{00}=7.63$), and all of these values were statistically similar among them. The lowest values of color differences ($p > 0.999$) were achieved for conventional zirconia submitted to accelerated aging ($\Delta E_{00}=2.12$ for T_1 , and $\Delta E_{00}=2.05$ for T_2), and these values were statistically similar ($p=0.952$) to that obtained for the control group (conventional zirconia before aging).

Lightness differences (ΔL^)*

Lightness differences were observed ($p < 0.001$) among the groups treated with coloring and fluorescent liquid. Accelerated aging also significantly influenced lightness for all groups ($p < 0.001$). The lowest differences in lightness were achieved in A2 Fluorescent T_0 ($\Delta L^*=-0.96$) and Fluorescent T_0 ($\Delta L^*=-1.25$) groups, and these values were not significantly different ($p=0.626$) from that obtained for the conventional zirconia (control group). The highest lightness differences were achieved for A2 T_0 ($\Delta L^*=-6.38$), T_1 ($\Delta L^*=-5.80$) and T_2 ($\Delta L^*=-5.06$) groups.

Chroma (ΔC^) and hue differences (ΔH^*)*

Regarding variations in chroma, the highest values ($p=0.980$) of chroma differences were achieved by A2 Fluorescent T_1 and T_2 ($\Delta C^*=10.39$ and 10.93 , respectively) groups, followed by Fluorescent T_1 (10.57) and T_2 (10.0), A2 T_1 (9.70) and T_2 (9.63) and A2 Fluorescent T_0 (7.66). The lowest values of chroma differences (ΔC^*) were achieved by conventional zirconia T_0 (control group $\Delta C^*=0.06$), T_1 ($\Delta C^*=1.28$) and T_2 ($\Delta C^*=0.53$), and these values were statistically similar ($p=0.490$).

With respect to differences in hue (ΔH^*), the lowest values were achieved for conventional zirconia ($T_0=-0.07$, $T_1=-0.17$; $T_2=0.30$), group A2 ($T_0=-0.09$, $T_1=-0.57$; $T_2=-0.18$) and A2 Fluorescent T_0 group (-0.99), and these values were statistically similar. The sign before the values of ΔC^* and ΔH^* (either positive or negative) is not relevant. What really matters is how far from zero this value is.

Fluorescence degree

There were statistical differences among the fluorescence values obtained for the different tested groups ($p < 0.001$). Samples submitted to a laboratorial procedure with fluorescent liquid resulted in the highest values ($p < 0.001$) of fluorescence ($T_0=20\%$, $T_1=14.52\%$ and $T_2=13.25\%$). No statistical differences were achieved for the other groups in relation to control group ($p=0.05$). All tested groups resulted in lower fluorescence compared with the standard (resin nano-ceramic, Lava Ultimate), which was considered as having 100% fluorescence (Graph 1) (Table 4).

4. DISCUSSION

The importance of colored frameworks in order to achieve good color match of the FDPs (conventional or implant/prostheses) in relation to the natural teeth has already been established in literature.^{22,31,32} Although zirconia has become a very popular dental ceramic nowadays due to its superior mechanical resistance, it is essential to be able to construct the final framework with a large range of shades in order to improve the optical properties and consequently the final esthetical outcomes of the treatment.^{22,31,32}

The knowledge about the effect of the coloring 3Y-TZP on its optical properties, as well as the effect of adding a fluorescent liquid is necessary in order to ensure that the final results of the prostheses will have good esthetic and a natural aspect. It is also important to comprehend whether these properties will be maintained over the years, or if they will be affected by LDT, as already described in the literature.²⁷ Therefore, this study evaluated the influence of the color liquid on the color difference and if the use of a fluorescence liquid would result in a higher fluorescence degree. The effect of accelerated aging on the optical properties of the tested zirconia was also assessed.

To calculate color difference, different formulas can be used, such as: CIELAB ΔE^*_{ab} , CIE⁹⁴ ΔE_{94} or CIEDE2000 ΔE_{00} . In the present study, the formula CIEDE2000 was used to determine color (ΔE_{00}), luminosity (ΔL), chromaticity (ΔC) and hue (ΔH) differences. This formula was proved to better match the observer responses.^{29,32,33} With regard to the color difference (ΔE_{00}), the zirconia tested was affected by the treatment with colour liquid, as well as with fluorescent liquid. The influence of the colour liquid on the final color has also been shown in previous studies.^{22,31,32} In relation to the influence of fluorescence liquid, however, no studies were found in the current literature until the moment. The ΔE_{00} values after the laboratorial treatments were greater than the thresholds of ceramic materials proposed by Guinea and

colleagues³⁴, which are $\Delta E_{00}=2.23$ for perceptibility and $\Delta E_{00}=1.25$ for acceptability.³⁴ Therefore, the laboratorial treatments performed resulted in a color difference that can be clinically detectable. A2 group showed the highest color difference ($\Delta E_{00}= 7.91$) in comparison with the conventional zirconia. However, when only fluorescent liquid was used, high color differences were also observed ($\Delta E_{00}= 5.81$). This result indicates that clinicians should be aware of the fact that using this liquid makes the zirconia “darker”, regardless of which colour liquid was used. When the liquids were combined, minor color differences were observed ($\Delta E_{00}=5.52$). This indicates that the use of a fluorescent liquid probably interfered with the amount of the absorption of the colour liquid. This is probably the reason why manufactures indicate this liquid to be used only when light colors need to be achieved (A1, A2 and C2). No studies analyzing the effect of laboratorial treatments on parameters ΔL^* , ΔC^* and ΔH^* were found in the current literature. In the present research, the influence of each parameter on the color difference was determined. Significant differences in ΔL^* values were obtained for A2 group ($\Delta L^*=-6.38$), indicating that the use of a color liquid alone decreased significantly the amount of lightness of the zirconia. In both groups in which the fluorescent liquid was used (fluorescent and A2 fluorescent), small values of ΔL^* were observed ($\Delta L^*=-1.25$ and -0.96 respectively). It may be assumed that although the coloring liquid decreased the lightness, the use of fluorescence liquid increased it. Results of ΔC^* and ΔH^* showed that higher color differences were associated to chroma differences (ΔC^*). One study described the acceptability values for lightness, chroma and hue differences as $\Delta L^*=2.92$, $\Delta C^*=2.52$ and $\Delta H^*=1.90$.³⁶ All groups showed differences higher than 2.52 ($\Delta C^*= 9.70$ for A2 group; 7.17 for fluorescent group and 7.66 for A2 fluorescent group), indicating that the differences in chroma are higher than the acceptable. Differences in hue (ΔH^*) were smaller than 1.90 for all groups, except for the fluorescent group ($\Delta H^*=-0.09$ in A2 group, -2.21 in fluorescent group and -0.99 in A2 fluorescent group). The fluorescent group showed the highest hue differences compared to that observed for conventional zirconia. These results allowed for rejection of the first null hypothesis, i.e., that no color (ΔE_{00}), luminosity (ΔL), chroma (ΔC) and hue (Δh) differences would be achieved after the immersion of 3Y-TZP disks in coloring (shade A2) and/or in fluorescent liquid.

Different methods can be used to evaluate the degree of fluorescence of dental materials, such as the use of photography and measurements performed with a fluorimeter or spectrofluorimeter.²⁶ However, the

photography method is subjective to the examiner and the results may vary according to environmental conditions. In this study, an innovative method using an fluorescence equipment was used to measure the degree of fluorescence. This system makes possible a quantitative determination of the degree of fluorescence in relation to a standard. As standard specimen, a natural teeth or a material with fluorescence similar to natural teeth can be used. In this study, a block of resin nano-composite (Lava Ultimate) was used for reproducibility purposes. Using natural tooth would result in higher variability for the standard and consequently lower reproducibility.

Fluorescence results showed that the use of fluorescent liquid alone influenced the fluorescence degree in comparison with conventional zirconia (Fluorescent group - 20% fluorescence and control group – 0%). However, the use of a colour liquid associated to the fluorescent liquid decreased significantly the amount of fluorescence (A2 Fluorescent group=3%). Therefore, the second null hypothesis stating that the treatment with fluorescence and/or colour liquid would not influence in fluorescence degree of zirconia was rejected. It is important to consider that the use of a coloring liquid before application of the fluorescence liquid can reduce the obtained degree of fluorescence. This may have happened due to the saturation of the zirconia pores with the first liquid used.

To simulate aging of dental materials, diverse methods can be used.¹⁶ However, the main features of the so-called LDT are: transformation proceeds most rapidly at temperatures of 200-300°C, its time dependent and water or water vapor enhances the transformation.¹⁵ The temperature and the presence of water or water vapor can be simulated in an autoclave, which probably justifies the use of this method to simulate accelerated aging in zirconia in most of the studies.^{15-19, 27} With regard to the influence of aging on the optical properties of the conventional as well as treated zirconia, ΔE_{00} values showed that the aging of the disks, for 1 or 5 hours, affected the color difference of treated zirconia, and these results were clinically detectable for zirconia treated with fluorescent liquid (fluorescent and A2 fluorescent group). In A2 group, the color difference value was significantly reduced only after 5 hours of aging ($\Delta E_{00}=6.74$), indicating that probably after this time, zirconia treated with coloring may have lost coloring pigments. In the control group, a significant color difference was also observed after aging for 1 and 5 hours ($\Delta E_{00}=2.05$ and 2.12), but these values were not statistically different in comparison to that obtained by conventional zirconia before aging.

With regards to lightness, the values decreased significantly after aging for 1 and 5 hours (ΔL^* Fluorescent $T_0=-1.25$; $T_1=-3.02$; $T_2=-3.55$ and A2 Fluorescent $T_0=-0.96$; $T_1=-3.02$; $T_2=-4.46$) in groups treated with fluorescent liquid (fluorescent and A2 fluorescent). Significant differences were not observed for the group treated only with colour liquid (A2 group). For the control group, the lightness increased significantly after aging during 1 and 5 hours.

All groups treated with fluorescent liquid showed significant color (ΔE_{00}) and lightness differences (ΔL^*), which indicates the importance for the clinician to be aware of the use of fluorescent liquids and its correlation with aging. In fact, after aging the color difference between them and the conventional group increased, and lightness was reduced in comparison with conventional zirconia and with the same groups before aging.

As for ΔC^* of the fluorescent group, aging significantly affected the values after 1 and 5 hours, increasing the chroma differences. After 5 hours of aging, significant differences were also observed for A2 group. However, the chroma differences were reduced after aging. The aging process did not significantly affect the hue differences (ΔH^*). These results partially rejected the third null hypothesis which stated that the accelerated aging would not influence the optical behavior of 3Y-TZP disks treated with color e/or fluorescent liquids.

Although some articles compared the mechanical properties of the conventional and pigmented zirconia after aging, the studies evaluating the optical properties are very limited. A recent one performed by Volpato and colleagues²⁷ evaluated the influence of different aging times on the color stability of zirconia veneered or not by another ceramic. The authors observed that when the 3Y-TZP without veneering was subjected to aging, a discrete color difference was present in all groups. They concluded that zirconia maintain its colorimetric properties after aging process. However, only white (not fluorescent and/or colored) zirconia was tested. Considering that colored and fluorescent zirconia are indicated in Esthetic Dentistry, the authors highlighted the importance of testing the same optical parameters for zirconia after these treatments.²⁷ The present study agreed with their results of discrete color differences in zirconia without veneering, however the color differences on zirconia treated with fluorescent and/or colour liquid were greater than the results presented by them.

Though the accelerated aging protocol influenced the fluorescence degree in all groups, the observed differences were no statistically significant. For the fluorescent group, the degree of fluorescence

decreased after 1 and 5 hours of aging. These results are not clinically relevant, once the amount of fluorescence was not significantly decreased after aging.

CONCLUSIONS

Within the limitations of the present study, it was possible to conclude that:

1. The use of a coloring liquid, as well as a fluorescent liquid, separately or combined, in 3Y-TZP resulted in high color differences.
2. Accelerated aging resulted in significant color differences, especially for the groups treated with colour and/or fluorescent liquids.
3. Treatment with coloring liquid (A2) resulted in high decrease of lightness.
4. Fluorescence degree was higher in the group treated with fluorescence liquid alone, in comparison with conventional and colored zirconia.
5. Accelerate aging did not influence significantly the fluorescence degrees.

REFERENCES

1. Yildirim M, Edelhoff D, Hanisch O, Spiekermann H. Ceramic abutments – a new era in achieving optimal esthetics in implant dentistry. *Int J Periodontics Restorative Dent* 2000; 20:81–91.
2. Glauser R, Sailer I, Wohlwend A, Studer S, Schibli M, Schärer P. Experimental zirconia abutments for implant-supported single-tooth restorations in esthetically demanding regions: 4-year results of a prospective clinical study. *Int J Prosthodont* 2004;17(3):285-90
3. Holst S, Blatz MB, Hegenbarth E, Wichmann M, Eitner S. Prosthodontic considerations for predictable single-implant esthetics in the anterior maxilla. *J Oral Maxillofac Surg* 2005;63:89–96.
4. Raigrodski AJ, Chiche GJ, Potiket N, Hochstedler JL, et al. The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic

- fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. *J Prosthet Dent* 2006;96(4):237-44
5. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res* 2013;57(4):236-61
 6. Matsuzaki F, Sekine H, Honma S, Takanashi T, Furuya K, Yajima Y, Yoshinari M. Translucency and flexural strength of monolithic translucent zirconia and porcelain-layered zirconia. *Dent Mater J* 2015;34(6):910-7
 7. Vichi A, Louca C, Corciolani G, Ferrari M. Color related to ceramic and zirconia restorations: a review. *Dent Mater* 2011;27:97-108
 8. Kvam K, Karlsson S. Solubility and strength of zirconia-based dental materials after artificial aging. *J Prosthet Dent* 2013;110(4):281-7
 9. Ardlin, B.I. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent. Mater* 2002;18, 590–595.
 10. Almeida AA Jr, Longhini D, Domingues NB, Santos C, Adabo GL. Clinical fractures of veneered zirconia single crowns. *Gen Dent* 2013;61:17-21
 11. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008;24:299-307
 12. Hannink RHJ, Kelly PM, Muddle BC, Transformation toughening in zirconia-containing ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.* 83. 2000:461–87.
 13. Yoshimura HN, Cesar PF, Soki FN, Gonzaga CC. Stress intensity factor threshold in dental porcelains. *J Mater Sci Mater Med* 2008;19(5):1945-51
 14. Swab JJ. Low temperature degradation of Y-TZP materials. *Journal of Materials Science* 1991;26:6706–14.
 15. Chevalier J, Calès B, Drouin JM. Low-temperature degradation of Y-TZP. *J Am Ceram Soc* 1999;82:2150-4
 16. Deville S, Gremillard L, Chevalier J, Fantozzi G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia ceramics. *Biomed Mater Res B: Appl Biomater* 2005;72:239-45

17. Nakamura K, Harada A, Ono M, et al. Effect of low-temperature degradation on the mechanical and microstructural properties of tooth-colored 3Y-TZP ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater* 2016;53:301-11
18. Mota YA, Cetes C, Carvalho F et al. Monoclinic phase transformation and mechanical durability of zirconia ceramic after fatigue and autoclave aging. *J Biomed Mater Res Part B* 2016;82:1-8
19. Lughì V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mater* 2010;26(8):807-20.
20. Chang YY. Maximizing esthetic results on zirconia-based restorations. *Gen Dent* 2011;59(6):440-5
21. Kuroda S, Shinya A, Yokoyama D, Gomi H, Shinya A. Effects of coloring agents applied during sintering on bending strength and hardness of zirconia ceramics. *Dent Mater J* 2013;32(5):793-800
22. Shah K, Holloway JA, Denry IL. Effect of coloring with various metal oxides on the microstructure, color, and flexural strength of 3Y-TZP. *J Biomed Mater Res Part B:Appl Biomater*;2008:329-37
23. Shiraishi T, Wood DJ, Shinozaki N, van Noort R. Optical properties of base dentin ceramics for all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2011;27(2):165-72
24. Monteiro P, Brito P, Pereira J, Alves R. The importance of the optical properties in dental silica-based ceramics. *Dental Ceramics* 2012;40:477-481
25. Lu H, Lee YK, Villalta P, Powers JM, Garcia-Godoy F. Influence of the amount of UV component in daylight simulator on the color of dental composite resins. *J Prosthet Dent* 2006;96(5):322-7
26. Gamborena I, Blatz MB. Fluorescence - Mimicking Nature for Ultimate Esthetics in Implant Dentistry. *Quintessence Int* 2011;7-23.
27. Volpato CAM, Cesar, PF, Bottino MA. Influence of Accelerated Aging on the Color Stability of Dental Zirconia. *J Esthet Restor Dent* 2016;28:304-12.
28. CIE (Comission Internationale de l'Eclairage). Colorimetr: official recommendations of the International Commission on

- Illumination. CIE Pub. No15 (3rd edition). Vienna: Bureau Central de la CIE 2004.
29. Ragain JC Jr, Johnston WM. Accuracy of Kubelka-Munk reflectance theory applied to human dentin and enamel. *J Dent Res* 2001;80:449–52. [11] [SEP]
 30. Lee YK. Comparison of CIELAB ΔE^* and CIEDE2000 color-differences after polymerization and thermocycling of resin composites. *Dent Materials* 2005;21:678-82
 31. Jiang L, Wang CY, Zheng SN, et al. Effect of Fe_2O_3 on Optical Properties of Zirconia Dental Ceramic. *Chin J Dent Res* 2015;18:35-40
 32. Chang JY, Chen WC, Huang TK, et al. Evaluating the accuracy of tooth color measurement by combining the Munsell color system and dental colorimeter. *Kaohsiung J Med Sci* 2012;28:490-4
 33. Sharma G, Wu W, Dalal EN. The CIEDE2000 color-difference formula: implemetation notes, supplementary test data, and mathematical observations. *Color Res and appl* 2005;30:21-30
 34. Ghinea R, Perez MM, Herrera LJ, et al. Color difference thresholds in dental ceramics. *J Dent* 2010;38:e57–64. [11] [SEP]
 35. Jankar AS, Kale Y, Pustake S, Bijjaragi S, Pustake B. Spectrophotometric study of the effect of luting agents on the resultant shade of ceramic veneers: an in vitro study. *J Clin Diagn Res* 2015;9:56-60
 36. Perez MM, Ghinea R, Herrera LJ, et all. Dental ceramics: a CIEDE2000 acceptability thresholds for lightness, chroma and hue differences. *J Dent* 2011;39:e37–44.

Tables and Figures

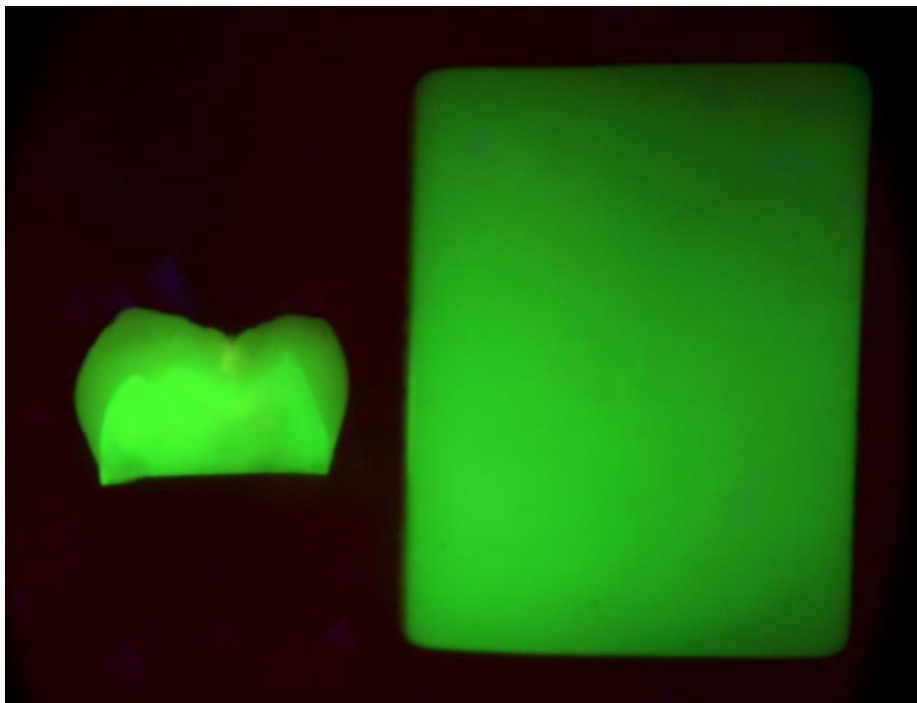


Figure 1. Image of a natural tooth and of one block of Lava Ultimate (3M) made in the fluorescence equipment.

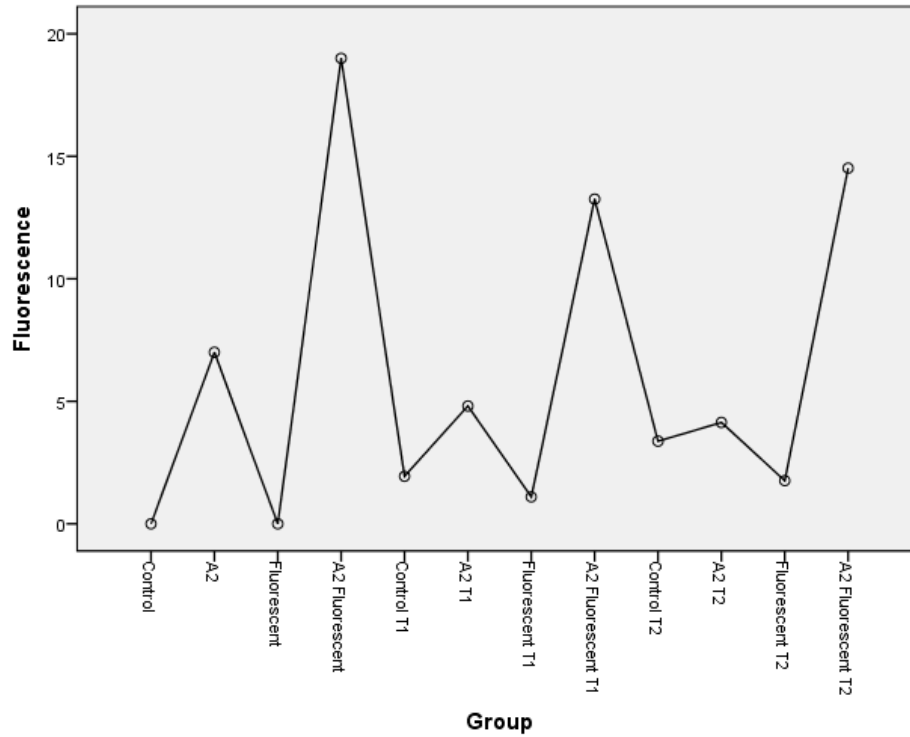
Material	Lot Number	Composition	Manufacturer
Zirkonzahn Prettau	ZH40711	Zirconia partially stabilized with 3% mol yttrium and enriched with aluminium<1% Water>80%, polyethylene glycols<15%, iron nitrate<15%, chrome nitrate<15%, manganese nitrate<15%	Zirkonzahn, Italy
Fluorescence liquid	CB3236	Crystal phase - Fe ₂ O ₃ , O - 73.7%, Cl - 19%, Fe - 5.3%, Cr - 0.5%, Er - 0.8%, Al - 0.6%	Zirkonzahn, Italy
Colour liquid A2	CB4286	Evaporated residue ≤10 mg/L, SiO ₂ ≤0.1mg/L, Fe ≤0.2mg/L, Cd ≤0.005mg/L, Pb ≤0.05mg/L, chloride ≤2mg/L, phosphates ≤0.5mg/L, pH 5-7.5	Zirkonzahn, Italy
Distilled water	L8413		Cristófoli Biossegurança, Brazil

Table 1. Material, lot number, color, composition, and manufacturer of all tested materials

Standard average: L*=-79.37 a*=-0.160 b=*6.63

	T0				T1				T2			
	ΔE	ΔL^*	ΔC^*	ΔH^*	ΔE	ΔL^*	ΔC^*	ΔH^*	ΔE	ΔL^*	ΔC^*	ΔH^*
C	1.41 ^a ±0.63	0.0 ^c ±0.92	0.0 ^a ±1.4	-0.0 ^b ±0.9	2.0 ^a ±0.6	1.0 ^d ±1.0	1.2 ^a ±1.8	-0.1 ^b ±1.1	2.1 ^a ±0.4	2.0 ^d ±0.7	0.5 ^a ±1.6	0.3 ^b ±1.0
A2	7.91 ^c ±1.13	-6.38 ^a ±1.19	9.7 ^c ±1.8	-0.0 ^b ±0.6	7.6 ^c ±1.4	-5.8 ^{a,b} ±1.3	9.6 ^c ±2.2	-0.5 ^b ±0.6	6.7 ^b ±1.3	-5. ^{a,b} ±1.3	8.4 ^b ±1.9	-0.1 ^b ±0.5
F	5.81 ^b ±1.65	-1.25 ^c ±1.59	7.1 ^b ±1.8	-2.2 ^{a,b} ±2.7	8.5 ^c ±0.5	-3.0 ^b ±0.7	10.5 ^c ±0.5	-4.0 ^{a,b} ±3.4	8.4 ^c ±0.5	-3.5 ^b ±0.5	10 ^c ±0.7	-4.2 ^a ±3.3
A2/F	5.52 ^b ±0.50	-0.96 ^c ±0.54	7.6 ^c ±0.4	-0.9 ^b ±1.7	7.7 ^c ±1.3	-3.0 ^b ±1.2	10.3 ^c ±1.8	-2.7 ^{a,b} ±2.4	8.7 ^c ±0.6	-4.4 ^b ±0.5	10.9 ^c ±0.8	-3.6 ^{a,b} ±2.7

Table 2. Descriptive statistics with mean and standard deviation of color (ΔE), lightness (ΔL^*), chromaticity (ΔC^*), and hue (ΔH^*) differences of the tested groups in comparison with the standard average (control group). The letters a-d represents statistical similarity of ΔE , ΔL^* ΔC^* and ΔH^* between the groups.



Graph 1. Diagram of fluorescent degree values (%) of all groups.

	Control group			A2			Fluorescent			A2 Fluorescen		
Fluorescence%	T ₀	T ₁	T ₂	T ₀	T ₁	T ₂	T ₀	T ₁	T ₂	T ₀	T ₁	T ₂
	0 ^a	1.9 ^a	1 ^a	0 ^a	0.6 ^a	0 ^a	20 ^b	14.5 ^b	13.2 ^b	3 ^a	2 ^a	1 ^a
	±0	±0.3	±0.3	±1.5	±1.1	±0.4	±1.2	±0.9	±0	±3.1	±3.2	±2.1

Table 3. Descriptive statistics with mean of fluorescence degree values between all tested groups. The letters a,b,c,d represents statistical differences between the groups.

4 CONCLUSÕES

Considerando as limitações do presente estudo, foi possível concluir que:

1. O uso do líquido de pigmentação assim como o uso do líquido fluorescente, separadamente ou combinados, resultou em grandes diferenças de cor na 3Y-TZP.
2. O envelhecimento acelerado resultou em diferenças de cor significantes, principalmente nos grupos tratados com líquido de pigmentação e/ou fluorescente.
3. As amostras imersas em líquido de pigmentação (A2) reduziram significativamente a luminosidade.
4. O grau de fluorescência encontrado foi maior no grupo tratado com líquido fluorescente somente, em comparação com a zircônia convencional e a pigmentada.
5. O envelhecimento acelerado não influenciou significativamente no grau de fluorescência.

5 REFERÊNCIAS

- Aboushelib MN, Dozic A, Liem JK. Influence of framework color and layering technique on the final color of zirconia veneered restorations. *Quintessence Int* 2010;41:e84–9.
- Abrahamsson I, Berglundh T, Glantz PO, Lindhe J. The mucosal attachment at different abutments: An experimental study in dogs. *J Clin Periodontol* 1998;25:721–727.
- Anusavice, k.J. & Phillips - *Materiais Dentários*, 11a Ed; Elsevier LTDA, 2005.
- Boulouz M, Boulouz A, Giani A, Boyer A. Influence of substrate temperature and target composition on the properties of yttria-stabilized zirconia thin films grown by r.f. reactive magnetron sputtering. *Thin Solid Films* 1998;232:85–92.
- Bressan, E., Paniz, G., Lops, D., Corazza, B., Romeo, E. & Favero, G. Influence of abutment material on the gingival color of implant-supported all-ceramic restorations: a prospective multicenter study. *Clin Oral Imp Res* 2011;22: 631–637.
- Catelan A, Guedes AP, Suzuki TY, Takahashi MK, Souza EM, Briso AL, Santos PH. Fluorescence intensity of composite layering combined with surface sealant submitted to staining solutions. *J Esthet Restor Dent* 2015;27:33-40
- Chang YY. Maximizing esthetic results on zirconia-based restorations. *Gen Dent* 2011;59(6):440-5
- Chevalier J, Calès B, Drouin JM. Low-temperature degradation of Y-TZP. *J Am Ceram Soc* 1999;82:2150-4
- CIE (Comission Internationale de l'Eclairage). *Colorimetr: official recommendations of the International Commission on Illumination*. CIE Pub. No15 (3rd edition). Vienna: Bureau Central de la CIE 2004.
- Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *Journal of Prosthetic Dentistry* 2007;98:389–404.
- Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008;24:299-307
- Deville S, Chevalier J, Gremillard L. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials* 2006;27(10):2186-92
- Deville S, Gremillard L, Chevalier J, Fantozzi G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia ceramics. *Biomed Mater Res B: Appl Biomater* 2005;72:239-45

Douglas RD, Brewer JD. Acceptability of shade differences in metal ceramic crowns. *J Prosthet Dent* 1998;79(3):245-60

Gamborena I, Blatz MB. Fluorescence - Mimicking Nature for Ultimate Esthetics in Implant Dentistry. *Quintessence Int* 2011:7-23.

Ghinea R, Perez MM, Herrera LJ, et al. Color difference thresholds in dental ceramics. *J Dent* 2010;38:e57-64.

Glauser R, Sailer I, Wohlwend A, Studer S, Schibli M, Schäfer P. Experimental zirconia abutments for implant-supported single-tooth restorations in esthetically demanding regions: 4-year results of a prospective clinical study. *Int J Prosthodont* 2004; 17: 285-290.

Happe A, Schulte-Mattler V, Fickl S, Naumann M, Zoller JE, Rothamel D. Spectrophotometric assessment of peri-implant mucosa after restoration with zirconia abutments veneered with fluorescent ceramic: a controlled, retrospective clinical study. *Clin Oral Impl. Res.* 2013: 28-33.

Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stamford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. I. Core materials. *J Prosthet Dent* 2002;88:4-9

Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stamford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials. *Core materials. J Prosthet Dent* 2002;88:4-9

Holst S, Blatz MB, Hegenbarth E, Wichmann M, Eitner S. Prosthodontic considerations for predictable single-implant esthetics in the anterior maxilla. *J Oral Maxillofac Surg* 2005; 63: 89-96.

Johnston WM, Kao EC. Assessment of appearance match by visual observation and clinical colorimetry. *J Dent Res* 1989;68(5):819-22

Jung, R.E., Holderegger, C., Sailer, I., Khraisat, A., Suter, A. & Hämmerle, C.H.F. The effect of all-ceramic and porcelain-fused-to-metal restorations on marginal peri-implant soft tissue color: a randomized controlled clinical trial. *Int J of Perio & Rest Dent* 2008;28: 357-365.

Kohal RJ, Att W, Bächle M, Butz F. Ceramic abutments and ceramic oral implants. An update. *Periodontol* 2000 2008;47:224-43

Lee YK, Powers JM. Color difference of four esthetic restorative materials by the illuminant. *Am J Dent* 2005;18(5):359-63

Levin L, Pathael S, Dolev E, Schwartz-Arad D. Aesthetic versus surgical success of single dental implants: 1- to 9-year follow-up. *Pract Proced Aesthet Dent* 2005; 17: 533-538; quiz 540, 566.

Lu H, Lee YK, Villalta P, Powers JM, Garcia-Godoy F. Influence of the amount of UV component in daylight simulator on the color of dental composite resins. *J Prosthet Dent* 2006;96(5):322-7

Lughi V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dent Mater.* 2010 Aug;26(8):807-20.

Matsuzaki F, Sekine H, Honma S, Takanashi T, Furuya K, Yajima Y, Yoshinari M. Translucency and flexural strength of monolithic translucent zirconia and porcelain-layered zirconia. *Dent Mater J* 2015;34(6):910-7

Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res* 2013;57(4):236-61

Nakamura K, Harada A, Ono M, et al. Effect of low-temperature degradation on the mechanical and microstructural properties of tooth-colored 3Y-TZP ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater* 2016;53:301-11

Pecho OE, Ghinea R, Lonescu AM, Cardona JC, Paravina RD, Perez MM. Color and translucency of zirconia ceramics human dentine and bovine dentine. *Journal of Dentistry* 2012;40(Suppl. 2):e34-40.

Perez MM, Ghinea R, Herrera LJ, et al. Dental ceramics: a CIEDE2000 acceptability thresholds for lightness, chroma and hue differences. *J Dent* 2011;39:e37-44.

Perez MM, Ghinea R, Herrera LJ, et al. Dental ceramics: a CIEDE2000 acceptability thresholds for lightness, chroma and hue differences. *J Dent* 2011;39:e37-44.

Raigrodski AJ, Chiche GJ, Potiket N, Hochstedler JL, et al. The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. *J Prosthet Dent* 2006;96(4):237-44

Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung KH. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent* 2012;107(3):170-7

Raptis NV, Michalakakis KX e Hirayama H. Optical Behavior of Current Ceramic Systems. *The International Journal of Periodontics e Restorative Dentistry.* 2006;6(1):31-41.

Sato T, Shimada M. Transformation of yttria-doped tetragonal ZrO₂ polycrystals by annealing in water. *J Am Ceram Soc* 1985;68:356-9.

Shah K, Holloway JA, Denry IL. Effect of coloring with various metal oxides on the microstructure, color, and flexural strength of 3Y-TZP. *J Biomed Mater Res Part B:Appl Biomater*;2008:329-37

- Sharma G, Wu W, Dalal EN. The CIEDE2000 color-difference formula: implementation notes, supplementary test data, and mathematical observations. *Color Res and appl* 2005;30:21-30
- Swab JJ. Low temperature degradation of Y-TZP materials. *Journal of Materials Science* 1991;26:6706–14.
- Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009 Summer;4(2):130-51.
- Vichi A, Sedda M, Bonadeo G, Bosco M, Barbiera A, Tsintsadze N, Carrabba M, Ferrari M. Effect of repeated firings on flexural strength of veneered zirconia. *Dent Mater* 2015;31(8):e151-6
- Vichi A, Sedda M, Fabian Fonzar R, Carrabba M, Ferrari M. Comparison of Contrast Ratio, Translucency Parameter, and Flexural Strength of Traditional and "Augmented Translucency" Zirconia for CEREC CAD/CAM System. *J Esthet Restor Dent* 2016;28:32-9
- Volpato CAM, Cesar, PF, Bottino MA. Influence of Accelerated Aging on the Color Stability of Dental Zirconia. *J Esthet Restor Dent* 2016;28:304-12.
- Walton TR. A 10-year longitudinal study of fixed prosthodontics: clinical characteristics and outcome of single-unit metal-ceramic crowns. *Int J Prosthodont* 1999;12(6):519-26
- Wettstein F, Sailer I, Roos M, Hämmerle CH. Clinical study of the internal gaps of zirconia and metal frameworks for fixed partial dentures. *Eur J Oral Sci* 2008;116(3):272-9
- Yildirim M, Edelhoff D, Hanisch O, Spiekermann H. Ceramic abutments – a new era in achieving optimal esthetics in implant dentistry. *Int J Periodontics Restorative Dent* 2000; 20: 81–91.
- Yoshimura HN, Cesar PF, Soki FN, Gonzaga CC. Stress intensity factor threshold in dental porcelains. *J Mater Sci Mater Med* 2008;19(5):1945-51
- Yoshimura M, Noma T, Kawabata K, Somiya S. Role of H₂O on the degradation process of Y-TZP. *J Mater Sci Lett* 1987;6:465–467.
- Zarone F, Russo S, Sorrentino R. From porcelain-fused-to-metal to zirconia: clinical and experimental considerations. *Dent Mater* 2011;27(1):83-96

6 METODOLOGIA APLICADA

ILUSTRAÇÃO DA METODOLOGIA APLICADA

PROJETO PILOTO

CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS

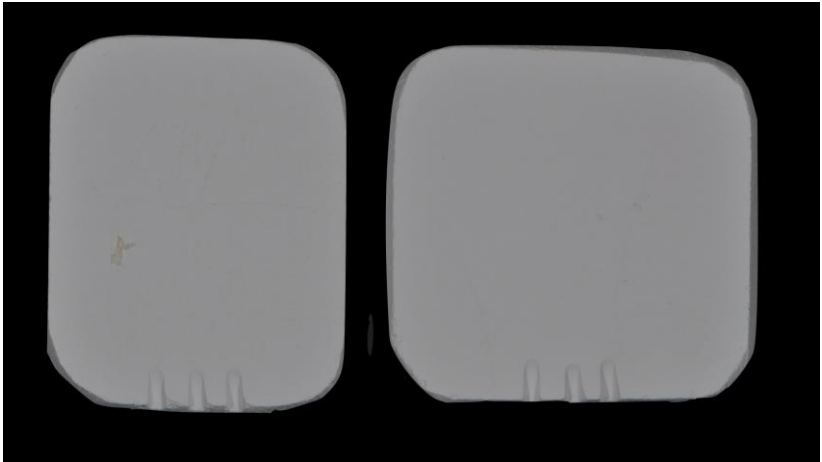


Fig. 1. Amostras de zircônia confeccionadas manualmente para definição do tempo de imersão dos líquidos e treinamento do operador.



Fig. 2. (A) Mensuração inicial feita com especímetro, previamente à sinterização, com o objetivo de conferir a espessura após contração de 19% relatada pelo fabricante. (B) Amostras confeccionadas com 3.5mm e reduzidas a 3mm após a sinterização. A medida final foi confirmada com o uso de um micrômetro.

IMERSÃO EM LÍQUIDO FLUORESCENTE



Fig. 3. Líquido utilizado para obtenção da fluorescência (Fluoreszenz, Zirkonzahn, Itália).

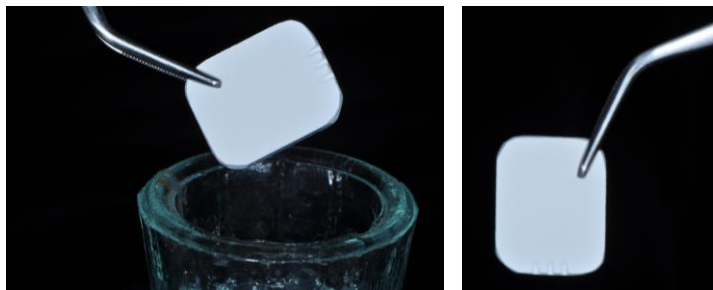


Fig. 4. Imersão das amostras em líquido fluorescente. O grupo I foi imerso por 5 segundos e o grupo II por 10 segundos com o objetivo de observar se existia diferença entre os tempos utilizados e definir a metodologia da fase experimental.

SECAGEM E SINTERIZAÇÃO

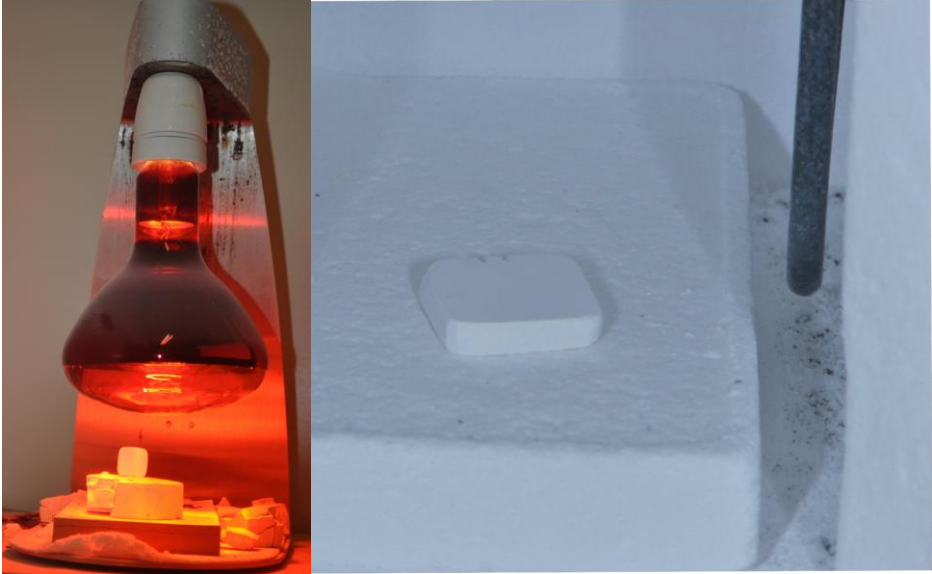


Fig. 5. (A) Manutenção das amostras já imersas sob lâmpada de secagem durante 60 minutos. (B) Inclusão das amostras sob placa cerâmica no interior do forno para sinterização.



Fig. 6. Forno utilizado para a sinterização das amostras do teste piloto e da fase experimental (N5 Zirkonzahn).

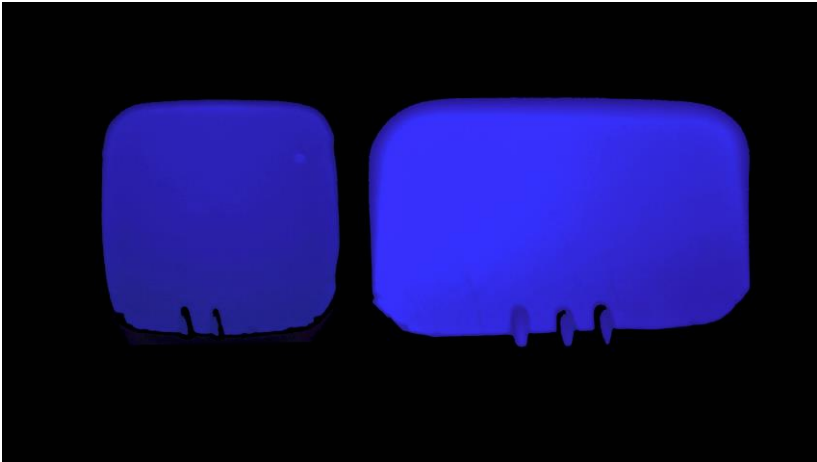


Fig. 7. Imagem obtida fotograficamente sob luz ultravioleta (UV). Na imagem é possível observar que as amostras de zircônia passaram da coloração preta/invisível em ambiente escuro, para azulada, demonstrando a presença de fluorescência. É possível observar que a amostra A (10seg.) se apresenta menos visível e azulada que a amostra B (5 seg.).

MENSURAÇÃO DE FLUORESCÊNCIA E ANÁLISE DOS RESULTADOS PRELIMINARES

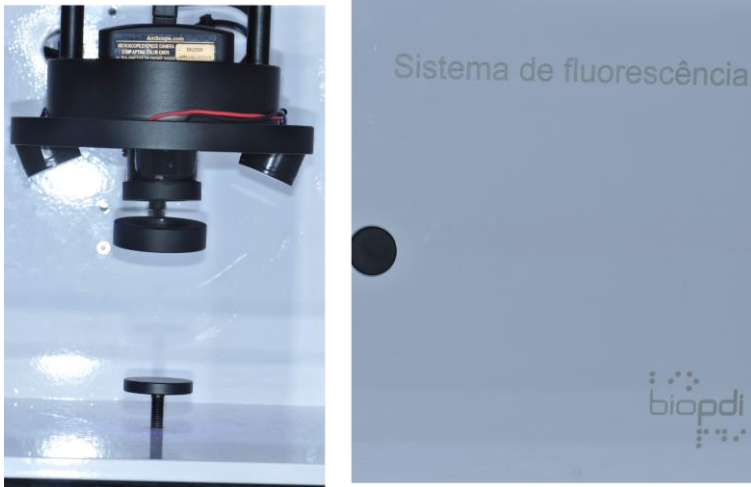


Fig. 8. Sistema de fluorescência (Biopdi, São Paulo) utilizado para mensurar a fluorescência obtida na etapa piloto, assim como na fase experimental.

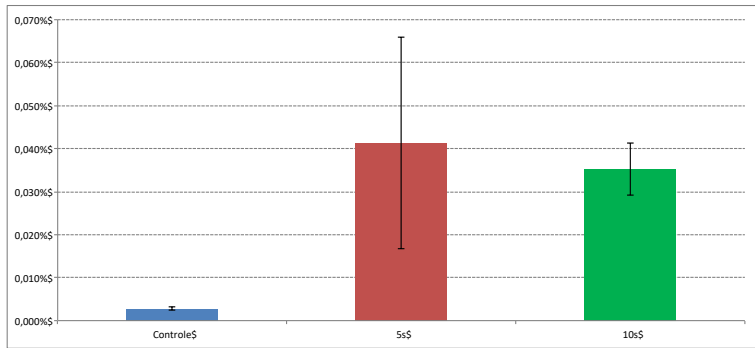


Gráfico 1. Resultados obtidos para a fluorescência das amostras piloto. Um maior grau de fluorescência foi observado no grupo imerso por 5 segundos, porém sem significância estatística ($p=0.30$). Ambos os grupos aumentaram a fluorescência em relação ao grupo controle.

AVALIAÇÃO DAS DIFERENÇAS DE COR E ANÁLISE DOS RESULTADOS PRELIMINARES



Fig.9. Espectrofotômetro utilizado para as mensurações de cor - sistema CIELAB.

<i>Grupos</i>	L^*	a^*	b^*
G1(sem tratamento)	80,46	-0,61	4,98
G2 (tratamento 5 segundos)	76,1	5,46	13,21
G3 (tratamento 10 segundos)	75,4	5,58	13,23

Tabela 1. Valores L^* , a^* e b^* das amostras sob fundo branco.

<i>Comparações entre os grupos</i>	ΔE	ΔL^*	ΔC^*	ΔH^*
G1x G2	9,69	-4,36	10,43	-6,31
G1x G3	9,95	-5,06	10,54	-6,41
G2 x G3	0,52	0,70	0,10	0,13

Tabela 2. Valores das diferenças de cor, luminosidade, croma e matiz para os grupos testados.



Fig.10. Autoclave utilizada para o envelhecimento acelerado das amostras (Cristófoli, São Paulo).

TESTE EXPERIMENTAL



Fig.11. Dois blocos de zircônia (Zirkonzahn, Itália) foram utilizados para a confecção de 19 amostras com 14mm de diâmetro e 9mm de espessura.

ZrO ₂	Especificações
Y ₂ O ₃	4-6%
Al ₂ O ₃	<1%
SiO ₂	max. 0.02%
Fe ₂ O ₃	max. 0.01%
Na ₂ O	max. 0.04%
Densidade (g/cm ³)	~6,0 g/cm ³
Resistência flexural	1000-1200 MPa
Dureza (HV10)	1250 HV10
Módulo de Weibull	~15
CET (coeficiente de expansão térmica)	~10,0*10 ⁻⁶ K ⁻¹

Tabela 3. Composição e propriedades dos discos de zircônia utilizados. Fonte: Zirkonzahn, Itália.

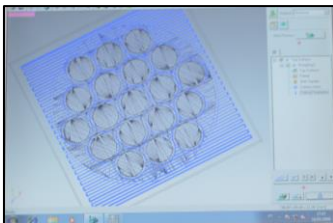


Fig.12. Desenho CAD feito no computador após os cálculos para obtenção do diâmetro e espessura adequados das amostras. O equipamento de usinagem segue o desenho feito no software para usinar o bloco.



Fig.13. Imagem dos discos sendo preparados no equipamento de usinagem (Modelo MDX-40 Milling Machine - Roland, Japão).



Fig.14. Cada um dos 19 discos foi mensurado com o auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo, Japão) na altura de 4.5mm de espessura e cortado com o auxílio de um disco diamantado (KG Sorensen, Cotia, São Paulo) acoplado a uma peça de mão. Após essa etapa os discos foram lixados com lixas de papel (até 2000) até obter a espessura de 2.5mm e polimento foi feito em ambos os lados.

Grupo (n=10/grupo)	Tratamento Realizado
Controle	Nenhum
Fluorescente	Imersão em líquido fluorescente durante 5 segundos e secagem em lâmpada de secagem por 60 minutos
A2 Pigmentado	Imersão em líquido de pigmentação (A2) durante 5 segundos e secagem em lâmpada de secagem por 60 minutos
Fluorescente A2 Pigmentado	Imersão em líquido fluorescente durante 5 segundos, secagem durante 10 segundos, seguido de imersão em líquido de pigmentação (A2) durante 5 segundos e secagem em lâmpada de secagem por 60 minutos

Tabela 4. Divisão dos grupos experimentais e tratamento realizado.

O processo de imersão em ambos os líquidos, secagem e sinterização, assim como as análises de cor e fluorescência foram feitos como demonstrado no “Projeto Piloto”.

Todas as amostras imersas, assim como o grupo controle, foram submetidas a análises de cor e fluorescência. Para calcular as diferenças de cor, uma medida-padrão foi obtida a partir da média L^* , a^* e b^* de dez discos do grupo controle ($L^*= 79.37$ $a^*= 0.16$ $b^*=6.63$). Todos os demais grupos foram comparados em relação a essa média-padrão.

Para a mensuração do grau de fluorescência, um bloco de resina nano-cerâmica (Lava Ultimate, 3M ESPE) foi utilizado como referência de 100%, por apresentar fluorescência semelhante ao dente natural.

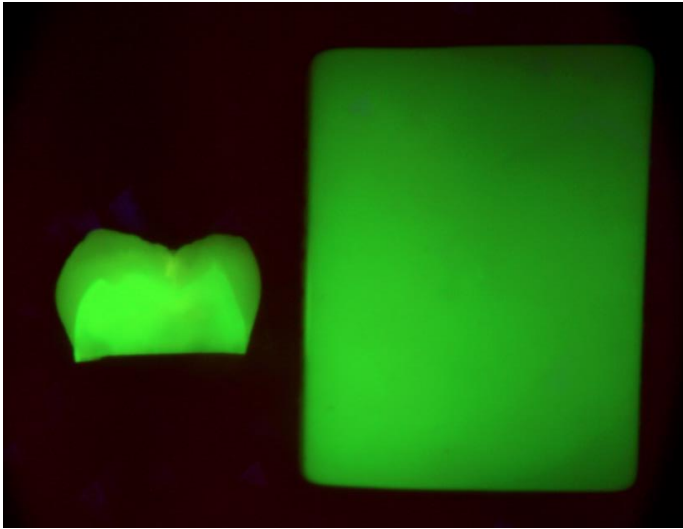


Fig. 15. Imagem feita no equipamento fluorescente de um dente natural e um bloco de resina nano-cerâmica (Lava Ultimate, 3M ESPE, EUA).

As amostras não submetidas ao envelhecimento acelerado foram denominadas como T_0 .

ENVELHECIMENTO ACELERADO POR 1 HORA

Após as primeiras mensurações, todas as amostras foram submetidas ao envelhecimento acelerado em autoclave por um período de uma hora (Chevalier et al., 1999).



Fig. 16. Amostras colocadas em um vidro com água destilada, separadas por grupo, cobertas com gaze e o recipiente selado com fita adesiva. Posteriormente, as amostras foram mantidas na autoclave a 137°C, 2 bars de pressão, por uma hora. Todas as amostras envelhecidas por uma hora foram denominadas no presente trabalho como T₁.

AVALIAÇÃO DAS DIFERENÇAS DE COR E DO GRAU DE FLUORESCÊNCIA

As amostras foram novamente avaliadas em espectrofotômetro e sistema de fluorescência de acordo com o citado acima. Os dados foram armazenados para as comparações posteriores.

ENVELHECIMENTO ACELERADO POR 4 HORAS, TOTALIZANDO 5 HORAS



Fig. 17. As amostras foram colocadas em um vidro com água destilada, separadas por grupo e cobertas com gaze. O vidro foi selado com fita adesiva. Posteriormente as amostras foram mantidas na autoclave a 137°C, 2 bars de pressão, por quatro horas. Todas as amostras envelhecidas por cinco horas foram denominadas no presente trabalho como T₂.

CÁLCULO DAS DIFERENÇAS DE COR

Os resultados descritos no artigo foram baseados na fórmula CIEDE2000, que é descrita a seguir:

$$\Delta E_{00} = \left\{ \left[\frac{\Delta L'}{k_L S_L} \right]^2 + \left[\frac{\Delta C'}{k_C S_C} \right]^2 + \left[\frac{\Delta H'}{k_H S_H} \right]^2 + R_T \left[\frac{\Delta C'}{k_C S_C} \right] \right. \\ \left. \times \left[\frac{\Delta H'}{k_C S_C} \right] \right\}^{1/2}$$

Onde $\Delta L'$ se refere as diferenças em luminosidade, $\Delta C'$ em croma e $\Delta H'$ em matiz, entre a medida-padrão do grupo controle e os grupos testados. S_L , S_C , e S_H são as funções de ponderação para luminosidade, croma e componentes do matiz, respectivamente. K_L , K_C , e K_H são os fatores paramétricos a serem ajustados de acordo com diferentes padrões de

visualização. No presente estudo, K_L , K_C , e K_H foram definidos como 1, de acordo com literatura prévia (Sharma G, Wu W, Dalal E, 2005).

TABELAS DE RESULTADOS DO ARTIGO (EM PORTUGUÊS)

	T0			T1			T2		
	L	a*	b*	L	a*	b*	L	a*	b*
Controle	79.	0.1	6.6	80.4	0.58	7.80	81.4	-	7.10
	38	6	4	3	±0.	±1.	5	0.17	±1.
	±0.	±0.	±1.	±1.	84	79	±0.	±0.	65
	92	63	52	03			70	64	
A2	72.	0.4	16.	73.5	1.18	16.1	74.3	0.59	15.0
	99	9	30	8	±0.	7	2	±0.	1
	±1.	±0.	±1.	±1.	49	±2.	±1.	56	±1.
	19	65	79	30		21	34		90
Fluorescente	78.	3.3	12.	76.3	5.88	14.8	75.8	5.82	14.2
	13	6	78	6	±0.	6	3	±0.	6
	±1.	±1.	±1.	±0.	59	±0.	±0.	36	±0.
	59	52	24	77		65	50		66
A2 Fluorescente	78.	2.0	13.	76.3	4.19	15.8	74.9	5.24	15.7
	41	5	92	5	±1.	5	1	±0.	9
	±0.	±0.	±0.	±1.	05	±1.	±0.	67	±0.
	54	89	33	21		46	50		61

Tabela 5. Média e desvio padrão das coordenadas L*, a* e b* para a medida padrão (grupo controle) e para os grupos testados (A2, fluorescente, e A2 fluorescente).

	T₀				T₁				T₂			
Média-padrão: L*=79.37 a*=0.160 b*=6.63												
	ΔE₀₀	ΔL*	ΔC*	ΔH*	ΔE₀₀	ΔL*	ΔC*	ΔH*	ΔE₀₀	ΔL*	ΔC*	ΔH*
Controle	1.41 ^a ±0.63	0.0 ^c ±0.92	0.06 ^a ±1.49	-0.07 ^b ±0.97	2.05 ^a ±0.68	1.05 ^d ±1.03	1.28 ^a ±1.87	-0.17 ^b ±1.17	2.12 ^a ±0.47	2.07 ^d ±0.70	0.53 ^a ±1.60	0.30 ^b ±1.09
A2	7.91 ^c ±1.13	-6.38 ^a ±1.19	9.70 ^c ±1.80	-0.09 ^b ±0.60	7.63 ^c ±1.45	- 5.80 ^{a,b} ±1.30	9.63 ^c ±2.23	-0.57 ^b ±0.66	6.74 ^b ±1.32	- 5.06 ^{a,b} ±1.34	8.41 ^b ±1.90	-0.18 ^b ±0.57
Fluorescent e	5.81 ^b ±1.65	-1.25 ^c ±1.59	7.17 ^b ±1.84	- 2.21 ^{a,b} ±2.71	8.59 ^c ±0.51	-3.02 ^b ±0.77	10.57 ^c ±0.57	- 4.04 ^{a,b} ±3.48	8.47 ^c ±0.50	-3.55 ^b ±0.50	10.0 ^c ±0.79	-4.22 ^a ±3.31
A2 Fluorescent e	5.52 ^b ±0.50	-0.96 ^c ±0.54	7.66 ^c ±0.48	-0.99 ^b ±1.73	7.78 ^c ±1.35	-3.02 ^b ±1.21	10.39 ^c ±1.8.	- 2.77 ^{a,b} ±2.42	8.74 ^c ±0.67	-4.46 ^b ±0.50	10.93 ^c ±0.85	- 3.64 ^{a,b} ±2.77

Tabela 6. Estatística descritiva com média e desvio padrão das diferenças de cor (ΔE_{00}), luminosidade (ΔL^*), croma (ΔC^*) e matiz (ΔH^*) entre a média-padrão (grupo controle) e os grupos testados. As letras a-d representam diferenças estatísticas de ΔE , ΔL^* , ΔC^* e ΔH^* entre os grupos.

	Grupo controle			A2			Fluorescente			A2 Fluorescente		
Fluorescente %	T ₀	T ₁	T ₂	T ₀	T ₁	T ₂	T ₀	T ₁	T ₂	T ₀	T ₁	T ₂
	0% ^a ±0.00	1.94 ±0.1	1.0% ^a ±0.34	0% ^{a±1}	0.59 ^c ±1.1	0% ^a ±0.40	20% ^l ±1.2	14.5 ^c ±0.4	13.2% ^b ±0.0	3% ^a ±3.1 ^c	2% ^a ±3.2	1% ^a ±2.1

Tabela 7. Estatística descritiva com as médias dos valores de grau de fluorescência entre todos os grupos testados. As letras a-d representam diferenças estatísticas entre os grupos.

