

AILLA CARLA ROCHA ACOSTA LANCELOTTI
Cirurgiã-Dentista

**INFLUÊNCIA DE MODOS DE ATIVAÇÃO NA DUREZA, SORÇÃO E
SOLUBILIDADE DE CIMENTO AUTO-ADESIVO**

Dissertação apresentada à Faculdade
de Odontologia de Piracicaba, da
Universidade Estadual de Campinas,
para obtenção do Título de Mestre em
Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Simonides Consani

PIRACICABA

2009

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA

BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

Bibliotecária: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

L222i

Lancellotti, Ailla Carla Rocha Acosta.

Influência de modos de ativação na dureza, sorção e solubilidade de cimento auto-adesivo. / Ailla Carla Rocha Acosta Lancellotti. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2009.

Orientador: Simonides Consani.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Cimentos de resina. 3. Propriedades mecânicas. I. Consani, Simonides. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

(mg/fop)

Título em Inglês: Influence of activation modes on hardness, sorption and solubility of self-adhesive cement

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dental materials. 2. Resin cements. 3.

Mechanical properties

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Simonides Consani, Estevão Tomomitsu Kimpara, Lourenço Correr Sobrinho

Data da Defesa: 04-02-2009

Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 04 de Fevereiro de 2009, considerou a candidata AILLA CARLA ROCH ACOSTA LANCELLOTTI aprovada.

Handwritten signature of Prof. Dr. Simonides Consani in blue ink.

PROF. DR. SIMONIDES CONSANI

Handwritten signature of Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara in blue ink.

PROF. DR. ESTEVÃO TOMOMITSU KIMPARA

Handwritten signature of Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho in blue ink.

PROF. DR. LOURENÇO CORRER SOBRINHO •

DEDICO ESTE TRABALHO

À **DEUS**, pelo dom da vida e por me guiar nos momentos mais difíceis dessa caminhada, por me mostrar que está sempre presente em todos os momentos. Muito Obrigada!

Aos meus pais **Santiago** e **Maria Helena** pelo amor, apoio e confiança. Pelo esforço e dedicação para que eu estudasse e conseguisse chegar até aqui. Por me ensinarem através de seus exemplos a ser uma pessoa de caráter e sempre me esforçar para alcançar meus objetivos. Amo muito vocês, muito obrigada!

À minhas irmãs **Aline** e **Alice**, pela união e amizade, por estarem sempre presentes em minha vida!! Amo vocês!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Simonides Consani**, pelo conhecimento transmitido, pela confiança depositada em mim e pela atenção demonstrada ao longo deste trabalho, um exemplo a ser seguido. Obrigada por sua dedicação e paciência, pois me trouxeram até aqui. Meus sinceros agradecimentos!!

Ao **Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara**, pela oportunidade de fazer iniciação científica, pela atenção e dedicação durante minha graduação, pelas conversas e até pelas “broncas”. Eu tenho o senhor como um amigo, uma pessoa de caráter, bom senso e honestidade, que levo como exemplo para toda a vida. Serei sempre grata por tudo o que o senhor me proporcionou. Muito obrigada!

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual de Campinas, nas pessoas do Magnífico Reitor ***Prof. Dr. José Tadeu Jorge*** e vice-reitor ***Prof. Dr. Fernando Ferreira Costa***,

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do seu Diretor ***Prof. Dr. Francisco Haiter Neto*** e Diretor Associado ***Prof. Dr. Marcelo de Castro Meneghini***.

Ao ***Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti***, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Universidade Estadual de Campinas, pelos ensinamentos e contribuição em minha formação.

Ao ***Prof. Dr. Mario Fernando de Góes***, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas, pelos conhecimentos transmitidos e dedicação à nossa formação.

Ao ***Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho***, Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, por todo o conhecimento transmitido, conselhos, amizade e por sempre me ajudar durante a jornada, tanto na vida pessoal como na vida acadêmica.

À ***Prof^a. Dr^a. Regina Maria Puppim Rontani***, Titular da Área Odontopediatria, Departamento de Odontologia Infantil, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, Coordenadora do Programa de Pós-graduação em Materiais Dentários, pela dedicação à nossa formação científica.

Aos **Profs. Drs. Marcela Rocha de Oliveira Carrilho e Marcelo Giannini** professores do Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, pela contribuição na minha formação.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento Profissional de Nível Superior** (CAPES) pela concessão da bolsa de estudos.

Aos funcionários do laboratório de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, **Marcos Blanco Cangiani e Selma Aparecida Barbosa Segalla**, pela amizade, convivência e dedicação.

Aos amigos de mestrado e de doutorado, pelo convívio revelaram-se grandes amigos, obrigado pelos bons momentos compartilhados ao longo do curso, as lembranças permanecerão para sempre.

Às amigas **Ana Rosa, Carla Arita, Karlinha e Vanessa**. Muito obrigada por tudo, por serem minha família em Piracicaba, pelas conversas, pelas risadas, pela grande amizade.

Ao amigo **Rafael Vitti**, por estar sempre disposto a ajudar, por nunca reclamar quando ia me buscar toda vez que eu pedia carona, muito obrigada Vitti!

Aos amigos **Adriano e Maria**, alunos de mestrado da área de Dentística, pela amizade, por sempre me receberem bem em seu departamento e pela ajuda prestada para que eu conseguisse concluir esse trabalho.

A todos que direta ou indiretamente me ajudaram a realizar esse trabalho, a todas as pessoas que participaram e contribuíram de alguma forma com a minha formação, muito obrigada.

“Aquele que se tenha erguido acima do cesto das esmolas e não se tenha contentado em viver ociosamente das sobras de opiniões suplicadas, que pôs a funcionar os seus próprios pensamentos para encontrar e seguir a verdade, não deixará de sentir a satisfação do caçador; cada momento da sua busca recompensará os seus dissabores com algum prazer; e terá razões para pensar que o seu tempo não foi mal gasto, mesmo quando não se puder gabar de nenhuma aquisição especial.”

John Locke

RESUMO

O objetivo neste estudo foi investigar a influência do modo de ativação sobre propriedades físicas e mecânicas de cimento resinoso auto-adesivo de ativação dupla, de acordo com o tempo de armazenagem. As cápsulas de RelyX Unicem foram manipuladas de acordo com as recomendações do fabricante e o cimento foi depositado em molde metálico (diâmetro maior 4,25mm; diâmetro menor 4,20mm e altura 1mm) e fotoativado por 60 segundos, de forma indireta, através de disco cerâmico (Empres Esthetic – Ivoclar, Vivadent) com 2mm de espessura; diretamente, sem interposição do disco, ou não recebeu fotoativação, sendo ativado de modo químico somente. A dureza Knoop (n=10) foi determinada em microdurômetro, com carga de 50g por 10 segundos, 1 hora, 24, 48 e 72 horas depois da confecção das amostras. A sorção de água e a solubilidade (n=8) foram avaliadas por meio da alteração de peso das amostras após imersão em água destilada por sete dias, nos tempos de 1 hora, 24, 48 e 72 horas após manipulação do cimento. Os dados foram submetidos à Análise de Variância, e as médias comparadas pelo teste de Tukey ($\alpha = 0,05$) para dureza e Bonferroni ($\alpha = 0,05$) para sorção e solubilidade. Foi verificado que o cimento resinoso de ativação dupla obteve os melhores resultados quando fotoativado. Médias para dureza (KHN) variaram entre 15,61 (grupo não fotoativado, no tempo de 1 hora) e 36,62 (grupo fotoativado diretamente, no tempo de 72 horas), sendo que no grupo não fotoativado ocorreu aumento gradual da dureza. Gradual diminuição na sorção de água ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) foi verificada nos grupos, de acordo com o tempo de armazenagem, com médias variando de 40,70 (grupo não fotoativado, no tempo de 1 hora) a 29,71 (grupo com fotoativação direta, no tempo de 72 horas), com diferença significativa entre os grupos fotoativados e não fotoativado. Nos valores de solubilidade não foi observada diferença significativa entre os grupos, exceto para o grupo que não recebeu fotoativação no tempo de 1 hora. Os achados do presente estudo mostram que o modo de ativação do cimento resinoso de ativação dupla e auto-adesivo RelyX Unicem influenciou as propriedades

avaliadas. A fotoativação através da cerâmica não demonstrou efeito significativo nas propriedades testadas.

Palavras-Chave: cimento resinoso, sorção de água, solubilidade, dureza.

ABSTRACT

The aim of this study was to investigate the influence of activation modes on physical and mechanical properties of dual-curing resin cement self-adhesive, for different storage periods. RelyX Unicem Applicap capsules were prepared according to manufacturer specifications and the cement were inserted into metallic molds (largest diameter 4,25mm; smallest diameter 4,20mm and 1mm thick) and light-cured for 60s, in indirect mode, through 2mm thickness ceramic disc (Empres Esthetic – Ivoclar, Vivadent); directly, without ceramic disc; or without photo-activation, relying only with the chemical activation. Knoop hardness (n=10) evaluation was carried out through an indenter, with a load of 50g for 10s, 1 hour, 24, 48 and 72 hours after samples were prepared. Water sorption and solubility (n=8) were assessed by weight of the samples after storage in distilled water for seven days, in the periods of 1 hour, 24, 48 and 72 hours after preparation of the samples. Data were submitted to Analysis of Variance (ANOVA two-way), and means analyzed to Tukey's test ($\alpha = 0.05$) for microhardness and Bonferroni test ($\alpha = 0.05$) for sorption and solubility. The present findings show that dual-cure resin cement had best results when light-cured. Hardness means (KHN) varied among 15.61 (non light-cured group, in 1 hour period) and 36.62 (direct light-cured group, in 72 hours period), with gradual increasing hardness in the group without photo-activation. A gradual decrease in water sorption ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) was detected in the groups, following the waiting storage time (from 1 hour to 72 hours) after samples preparation, means varied between 40.70 (non light-cured group, in 1 hour period) and 29.71 (direct light-cured group, in 72 hours period), with significant differences detected among groups light-cured and non light-cured. Solubility values showed no significant difference among most groups, except the 1 hour non light-cured group. According to the results, could be concluded that the activation mode of dual resin cement and self-adhesive RelyX Unicem influenced the evaluated properties. Photo-activation through ceramic presented no significant interference in the tested properties.

Key words: resin cement, water sorption, solubility, hardness.

SUMÁRIO

1- INTRODUÇÃO - - - - -	1
2- REVISÃO DE LITERATURA - - - - -	5
3- PROPOSIÇÃO - - - - -	42
4- MATERIAIS E MÉTODOS- - - - -	43
4.1- Confecção das amostras- - - - -	44
4.2- Ensaio de dureza Knoop- - - - -	46
4.3- Teste de sorção/solubilidade- - - - -	47
4.4- Análise estatística- - - - -	49
5- RESULTADOS- - - - -	50
5.1- Sorção e Solubilidade- - - - -	50
5.2- Dureza- - - - -	53
6- DISCUSSÃO- - - - -	55
7- CONCLUSÃO- - - - -	62
REFERÊNCIAS- - - - -	63

1. INTRODUÇÃO

O compósito odontológico é um dos materiais mais utilizados na Odontologia restauradora. Desde o desenvolvimento do Bis-GMA, por Bowen, no início da década de 1960, os compósitos evoluíram bastante, no que diz respeito ao conteúdo de carga, modo de fotoativação, manipulação, características estéticas e potencial união às estruturas dentais, sempre objetivando melhorar as propriedades físicas e mecânicas (Rosenstiel *et al.*, 1998, Rueggeberg 2002, Moraes, 2007).

Atualmente, a maioria dos pacientes procura atendimento odontológico buscando restaurações estéticas, tanto anteriores como posteriores. O uso do compósito associado aos sistemas adesivos propiciou grande demanda pelas restaurações estéticas em dentes posteriores, tanto diretas como indiretas. Diante disto, o material para cimentação deve unir tecidos dentais e restauração, seja ela confeccionada com resina composta ou cerâmica (Kramer *et al.*, 2000, Vaz, 2008). Dentre os materiais restauradores disponíveis no mercado, as resinas compostas para cimentação apresentam propriedades mecânicas superiores e melhoras na capacidade retentiva, quando comparadas ao cimento de fosfato de zinco e ao cimento de ionômero de vidro (Attar *et al.*, 2003). Segundo Burke (2005), esse material chamado cimento resinoso é constituído essencialmente por resina composta para restauração direta com menor quantidade de carga, devendo possuir excelente resistência à compressão e à tração, baixa solubilidade aos fluidos bucais, biocompatibilidade, além de possibilitar a união entre esmalte, dentina e restauração indireta. Os cimentos resinosos devem promover união durável entre estrutura dentária e restauração indireta, alcançar dureza adequada logo após ativação, apresentar baixa sorção de água e solubilidade e manter a integridade marginal, com o propósito de atender os requerimentos necessários para a longevidade das restaurações (Kumbuloglu *et al.*, 2004, Gerdolle *et al.*, 2008, Knobloch *et al.*, 2000).

De acordo com o modo de ativação, os cimentos resinosos podem ser classificados como quimicamente ativados, fotoativados e por ativação dupla (*dual*). Os cimentos quimicamente ativados apresentam como desvantagem tempo de trabalho reduzido e tempo de presa longo, dificultando o trabalho clínico (Rueggeberg & Caughman, 1993.). Os cimentos fotopolimerizados apresentam indicação restrita para facetas laminadas nos dentes anteriores, pois redução de polimerização é observada em áreas com transmissão atenuada de luz, principalmente através de restaurações com alta opacidade ou com espessura além de 2,0 mm (el-Badrawy & el-Mowafy, 1995., Braga *et al.*, 2002).

Nas situações clínicas em que a fotoativação do cimento resinoso é parcial ou impossível ou em que os cimentos quimicamente ativados não apresentem propriedades mecânicas satisfatórias (el-Badrawy & el-Mowafy, 1995), podem ser usados produtos que apresentam associação de polimerização química e ativada por luz. Os cimentos resinosos de ativação dupla são constituídos de mistura de monômeros e iniciadores e formulados para não depender exclusivamente da polimerização ativados por luz, além de combinar as propriedades desejáveis dos materiais foto e quimicamente ativados. Dessa forma, promove adequado grau de conversão através das restaurações e controle sobre o tempo de trabalho e de presa (Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2007, Arrais *et al.*, 2008).

É importante que o cimento de ativação dupla seja formulado para alcançar dureza suficiente, para assegurar polimerização adequada mesmo em áreas de difícil acesso à luz (El-Mowafy & Rubo, 2000.). A polimerização do cimento resinoso depende da absorção e dispersão da luz dentro do cimento, da cor, do tipo e conteúdo da carga, da concentração do fotoiniciador, da irradiância do aparelho fotoativador e do tempo de fotoativação (Hofmann *et al.*, 2001, Kramer *et al.*, 2000). A polimerização ineficiente é associada ao baixo grau de conversão monomérica do cimento resinoso, que influencia nas propriedades mecânicas e físicas como, por exemplo, resistência ao desgaste, dureza, sorção de água e degradação, causando descoloração do cimento (Linden *et al.*, 1991, Peutzfeldt, 1995, Meng *et al.*, 2008). O valor de dureza pode ser relacionado com o grau de

conversão, sendo usado para comparar o comportamento dos cimentos resinosos de dupla ativação, sob diferentes métodos de ativação (Braga *et al.*, 2002, Ferracane, 1985).

Os cimentos resinosos usados para cimentação de *inlays*, *onlays*, coroas, pinos e facetas são dependentes da técnica adotada e necessitam de maior número de passos clínicos, pois a união à estrutura dentária é feita com adesivos tradicionais ou autocondicionantes, envolvendo complexidade técnica que requer cuidados do profissional para alcançar sucesso clínico (Rosenstiel *et al.*, 1998, Attar *et al.*, 2003).

Visando a eliminar o pré-tratamento da estrutura dentária e da restauração, cimento resinoso de ativação dupla RelyX Unicem (3M ESPE) foi introduzido no mercado odontológico, em 2002. Esse cimento, denominado auto-adesivo, combina adesivo e cimento em aplicação única. As propriedades adesivas são baseadas em monômeros ácidos que desmineralizam e infiltram-se no substrato dentário, resultando em retenção mecânica, além de reações de quelação com íons cálcio, produzindo adesão química com a hidroxiapatita (Perfil técnico do produto RelyX Unicem, 3M ESPE, 2002; De Munck *et al.*, 2004; Gerth *et al.*, 2006). A reação de presa do cimento ocorre pela polimerização de radicais livres, que pode ser iniciada pela ação da luz visível ou por oxi-redução (Antunes, 2007). RelyX Unicem é indicado para cimentação de coroas metálicas e cerâmicas, *inlays*, *onlays* e pinos intra-radiculares, podendo ser usado com ou sem ativação por luz (3M ESPE, 2002, Burke, 2005).

O cimento auto-adesivo Rely X Unicem mostrou-se dependente da ativação por luz, apresentando baixos valores do grau de conversão, quando ativado quimicamente pelo sistema de oxi-redução (Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2007) e pode apresentar interação com esmalte e dentina apenas superficialmente (De Munck *et al.*, 2004).

Apesar de a utilização estar se difundido cada vez mais, dúvidas permanecem quanto à efetividade de polimerização de cimentos resinosos ativados de diferentes modos. Portanto, a observação do comportamento desses

materiais *in vitro* pode ser considerada importante, já que pode fornecer informações relevantes e prever o comportamento clínico resultando na melhora do desempenho e longevidade das restaurações indiretas.

2. REVISÃO DA LITERATURA

Fan *et al.*, 1985, estudaram interpretações alternativas dos valores de sorção de água de compósitos resinosos, com os valores obtidos com um, sete ou trinta dias após imersão em 10ml de água destilada. Solubilidade após trinta dias de imersão foi calculada pela pesagem da amostra secada em sílica gel até se obter peso constante, e o conteúdo inorgânico foi mensurado gravimetricamente com queima até peso constante a 500°C. Os valores de sorção de água foram calculados em mg/cm², como % de peso da amostra, e mg/g de conteúdo de matriz orgânica. Os resultados mostraram que os valores de sorção de água, tanto das resinas com carga, como das resinas sem carga, foram mais parecidos no período de 30 dias, quando expressos em mg/g de conteúdo de matriz orgânica. Essa interpretação é indicativa das características de sorção de água da matriz resinosa, e os valores foram mais significativos quando a solubilidade foi levada em consideração. Os autores sugerem que outros fatores podem também influenciar a interpretação dos valores de sorção de água, incluindo a área de superfície das partículas e as partículas propriamente ditas.

Ferracane, em 1985, estudou o grau de conversão e dureza de três resinas restauradoras sem carga na tentativa de estabelecer correlação entre as duas propriedades. O grau de conversão durante reação de polimerização foi determinado pela aquisição de espectro nos intervalos de 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20 e 30 minutos. O grau de conversão foi também avaliado a 1, 2, 6 e 24 horas. A dureza foi avaliada aos 5, 10, 20 e 30 minutos e também a 1, 2, 6 e 24 horas. A reação de polimerização inicial ocorreu de forma rápida, em cerca de 2 horas para todos os materiais. Tanto o grau de conversão como a dureza, aumentou após esse período. Quando se realizou a análise de regressão entre grau de conversão e dureza, com o tempo para cada uma das resinas, observou-se uma forte correlação ($r > 0,936$ para todas as resinas). Contudo, quando os dados foram tabulados em uma mesma análise, essa correlação foi fraca ($r = 0,498$). Assim

sendo, o autor sugeriu que a utilização de métodos indiretos, como o de avaliação da dureza, é válida para prever o grau de conversão relativo de uma resina sob diferentes condições de teste.

Em 1988, Rueggeberg & Craig correlacionaram parâmetros utilizados para se estimar o grau de conversão de compósitos fotoativados. Foram realizados testes de sorção de água, solubilidade da resina, dureza Knoop e espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR), para verificar a habilidade de se distinguir diferenças entre as amostras de resina fotoativadas através de diferentes espessuras de restaurações do tipo overlay em resina composta. A espectroscopia FTIR e a dureza Knoop apresentaram igual sensibilidade às diferenças de polimerização das amostras, seguidos do teste de solubilidade, enquanto o teste de sorção alcançou os piores resultados. A capacidade desses parâmetros de se prever o grau de conversão monomérica foi mensurada pela espectroscopia FTIR. A dureza Knoop provou ser o melhor método para prever a conversão, seguida pela solubilidade da resina, e a sorção de água provou ser o pior método, pois seus valores não variaram com as mudanças na conversão das amostras.

Pearson & Longman, em 1989, observaram a sorção de água e a solubilidade de compósitos após fotoativação inadequada. O efeito da polimerização por tempo inferior ao recomendado pelo fabricante interferiu seriamente na sorção de água e na solubilidade dos materiais testados, tendo relação também com as características de composição dos mesmos. Os resultados deste estudo mostram a importância das características de sorção de água e solubilidade dos materiais à base de resina para a longevidade clínica das restaurações.

Chan & Boyer, em 1989, analisaram a dureza do compósito Durafill Flow utilizado como agente de cimentação sob espessuras da cerâmica variando de

0,5mm a 3mm com intervalos de 0,5mm, nas cores B2 e C4, 30 minutos e 24 horas após fotoativação. Além disso, avaliaram a intensidade de luz, no comprimento de onda entre 450 e 500nm, que atravessava estas amostras cerâmicas. A fotoativação foi realizada com aparelho de lâmpada halógena e o tempo de fotoativação variou entre 20, 40, 80 e 120 segundos. Os valores de dureza mostraram ser dependentes da cor e espessura da cerâmica, bem como do tempo de exposição. Quanto maior o tempo de exposição, maior a dureza e quanto mais escuro e espesso o material, maior o tempo de fotoativação necessário para atingir valores de dureza mais elevados. A intensidade de luz transmitida através da cerâmica também diminuiu com a cor mais escura e com o aumento da espessura.

Blackman *et al.*, em 1990, avaliaram a influencia da espessura da cerâmica na polimerização de cimentos resinosos. Neste trabalho foram utilizados os cimentos Porcelite e Dicor e as cerâmicas Vita VMK68 e Dicor, com espessuras de 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 e 4,0mm. O grau de polimerização foi mensurado indiretamente através do teste de dureza Knoop. Ambos os cimentos apresentaram melhor grau de polimerização sob a cerâmica vítrea Dicor, mas nenhum dos cimentos alcançou valor máximo de polimerização sob interposição das porcelanas.

Em 1990, Warren investigou a microdureza de compósitos ativados por luz, quando fotoativados por 40 ou 60 segundos através de diferentes espessuras de cerâmica. Depois de polimerizados, os espécimes foram submetidos ao teste de dureza Vickers, sendo que os compósitos fotoativados diretamente foram considerados como grupo controle. Os resultados mostraram diminuição estatisticamente significativa da dureza dos compósitos com o aumento da espessura da porcelana. O aumento da dureza Vickers com o aumento do tempo de fotoativação também foi significativa e essa significância, sendo maior quando

os discos cerâmicos tinham espessuras de 1,0 e 2,0mm, ou quando nenhum disco foi utilizado (controle).

Linden *et al.*, em 1991, estudaram o efeito da opacidade da porcelana, a ativação puramente química e o tempo de exposição à luz na polimerização de cimentos resinosos de ativação dupla. Os espécimes foram feitos com ou sem a pasta catalisadora, ou seja, os espécimes foram polimerizados apenas pela ativação química ou de maneira dupla, sendo estes últimos expostos à luz visível por diferentes tempos e através de discos de porcelana de diferentes opacidades. O teste de dureza Knoop foi usado para comparar o grau de conversão para cada material nos diferentes tempos de exposição à luz. Os resultados mostraram que a opacidade da porcelana não afeta a dureza, mas a presença da pasta catalisadora, ou seja, que a polimerização dupla e tempos prolongados de exposição à luz são essenciais para o sucesso clínico desses cimentos testados.

Hasegawa *et al.*, em 1991, avaliaram a dureza dos cimentos de ativação dupla Dual Cement, Duo Cement e Dicor quando fotoativados diretamente por períodos de 0, 5, 10, 20, 40 e 120 segundos. Observou-se aumento significativo dos valores de dureza em função do aumento do tempo de irradiação. Além disso, simularam a condição de cimentação de *inlay* em compósito P-50, utilizando os mesmos cimentos e verificaram que mesmo com tempo de exposição de 40 segundos por lingual e 40 segundos por vestibular não foi possível atingir os mesmos valores de dureza obtidos com a fotoativação direta utilizando o tempo recomendado pelos fabricantes.

Em 1993, Cardash *et al.* estudaram o efeito da cor da porcelana na dureza de cimento resinoso, com discos de porcelana com 10mm de diâmetro e 2mm de espessura confeccionados de acordo com as instruções do fabricante. Foram utilizadas 8 cores (A1, A4, B1, B4, C1, C4, D2 e D4) da escala Vita Lumin. O cimento resinoso Mirage na cor A4 foi colocado no molde e ativado dos seguintes

modos: 1- ativação dupla; 2- somente fotoativação ; 3- diretamente sob lamina de vidro de microscópio; e 4- através de cada um dos discos de porcelana. Dois espécimes de cada modo de ativação (dupla ou somente fotoativação) foram expostos por 48, 72 e 120 segundos. Os espécimes foram armazenados a 37°C e 100% de umidade por 24 horas. O grau de polimerização foi determinado de maneira indireta através da dureza Knoop, com carga de 10g por 10 segundos. Três penetrações foram feitas na superfície de cada espécime e os resultados foram submetidos à análise de variância. Os autores encontraram elevados valores de dureza para o cimento resinoso no modo de ativação dupla. A dureza Knoop do compósito fotoativado foi dependente da transmissão de luz através da cerâmica. Na espessura de 2mm, a cor da cerâmica afetou a microdureza do cimento resinoso subjacente. O cimento resinoso somente fotoativado com irradiação através da cerâmica, mesmo com tempo elevado de exposição à luz, não alcançou valores de dureza similares àqueles apresentados pelo cimento resinoso de ativação dupla.

Rueggeberg & Caughman, em 1993, mostraram a influencia da exposição à luz na polimerização de cimentos resinosos de dupla ativação, através de espectroscopia infravermelha. Os produtos foram submetidos a vários tratamentos: sem exposição à luz, 60 segundos de exposição à luz através de uma tira de poliéster, e também exposição à luz por 20 ou 60 segundos através de um disco de compósito (Heliomolar – cor universal) de 1,5mm de espessura. O grau de conversão foi determinado pelo espectro infravermelho dos espécimes registrado em tempos específicos. Os resultados mostraram que os espécimes que sofreram apenas ativação química apresentaram sempre valores inferiores aos espécimes que receberam exposição à luz. Não foram encontradas evidencias de que a ativação química dos cimentos resinosos continuasse a acontecer depois de 24 horas da manipulação ou que a polimerização induzida quimicamente ocorresse depois de completada a exposição à luz.

Em 1994, Uctasli *et al.* analisaram a influência da espessura (0,5, 1,0 e 2,0mm) e da opacidade de uma cerâmica feldspática na dureza Vickers da superfície e da base dos cimentos resinosos Dual-Cement Radiopaque, Porcelite Dual-Cure e Porcelite Light Cure. A fotoativação foi realizada por 40 segundos com luz de lâmpada halógena e os testes realizados após 5 minutos, 1 hora e 24 horas. A interposição de camadas mais espessas de cerâmica resultou em valores de dureza mais baixos em todas as condições de teste. Esses valores ainda mostraram-se dependentes da composição do cimento, bem como da opacidade da cerâmica. Além disso, a superfície dos cimentos apresentou maiores valores de dureza que a região de base.

Em 1994, Rueggeberg *et al.* avaliaram o efeito da intensidade de luz e do tempo de fotoativação no grau de conversão dos compósitos P50 e Silux Plus, ambos em duas cores diferentes, em diferentes profundidades de polimerização. Foram utilizados os tempos de 20, 40, 60 e 80 segundos de fotoativação com intensidades de 800, 578, 400 e 233mW/cm², estas três últimas obtidas pela interposição de filtros. Amostras finas da superfície, com 1, 2 e 3mm de profundidade foram removidas e submetidas à análise em espectroscopia de infravermelho transformada por Fourier (FTIR). Foi verificado que, para a superfície, apenas o fator tempo de exposição influenciou nos dados de grau de conversão. A partir de 1mm de profundidade houve influência do fator intensidade de luz. A fotoativação com intensidade de 233mW/cm² mostrou-se ineficaz para a polimerização dos compósitos, pois originou amostras com valores de grau de conversão estatisticamente inferiores às amostras obtidas com intensidade de 400mW/cm². Já com esta intensidade obtiveram-se amostras com valores de grau de conversão similares aos obtidos com 578mW/cm². Os autores propuseram a utilização de incrementos com no máximo 2mm e a utilização de fontes fotoativadoras com intensidade mínima de 400mW/cm².

Em 1995, Darr & Jacobsen estudaram a eficiência e a taxa de polimerização de cimentos resinosos quando ativados de acordo com as recomendações dos fabricantes e sob ausência da luz e pela ativação química exclusivamente. Dois grupos de amostras foram preparados: grupo 1 ativação dupla e grupo 2 ativação química, para o teste de dureza Vickers, com carga de 300g por 15 segundos. Após 30 minutos do preparo das amostras, os testes foram feitos; porém só o grupo 1 foi testado, pois as amostras do grupo 2 ainda estavam amolecidas. Apesar da conversão demonstrada pelos valores de dureza, o trabalho mostrou que os cimentos precisaram de 24 horas para conseguir polimerização máxima. A fotoativação é marcadamente efetiva nos 30 minutos iniciais, mas após esse período ambos os grupos alcançaram dureza similar. Os resultados mostraram que a ativação dupla foi mais efetiva que a química sozinha.

Peutzfeldt, em 1995, avaliou diversas propriedades de 8 diferentes cimentos resinosos duais e dentre estas propriedades verificou o grau de conversão por espectroscopia de FTIR. Observou-se que o grau de conversão desses cimentos quando não fotoativados (25% a 56% de duplas ligações remanescentes), permitindo desta forma que a polimerização ocorresse em função da ativação química, são significativamente menores que dos cimentos fotoativados (19% a 38% de duplas ligações remanescentes).

Em 1995, el-Badrawy & el-Mowafy, estudaram cimentos resinosos de ativação dupla, visto que clinicamente algumas vezes esses cimentos não têm acesso à fonte de luz. Os autores compararam a dureza do cimento resinoso quando polimerizado somente por ativação química e quando polimerizado de modo duplo, e ainda o efeito da espessura da cerâmica na dureza do cimento. Foram testados sete cimentos disponíveis comercialmente, sendo preparadas oito amostras de cada um. Para cada material, metade das amostras era polimerizada de modo duplo e a outra metade somente pela ativação química. A dureza Knoop foi mensurada em intervalos de 1 hora, 1 dia e 1 semana. Outras amostras foram

feitas de cada um dos cimentos e fotoativadas através de variadas espessuras de cerâmica ou resina composta (de 1 a 6mm), e posterior mensuração da dureza Knoop. Os resultados mostraram diferenças significantes na dureza entre as amostras polimerizadas quimicamente e as de polimerização dupla, além de diferenças na dureza das amostras polimerizadas através da cerâmica ou resina composta com espessuras entre 2 e 3mm ou mais. Somente a polimerização química dos cimentos resinosos duplos não é suficiente para alcançar valores máximos de dureza, e que a dureza dos cimentos foi reduzida significativamente quando a espessura da restauração foi maior que 2mm.

Burrow *et al.*, em 1996, avaliaram a resistência de união à tração de três cimentos resinosos comerciais (um de ativação dupla e dois de ativação química) à dentina bovina, em duas condições (temperatura ambiente – 23°C, 50% UR-meio oral – 30°C, 80% UR). A resistência de união foi registrada em 10 minutos, 1 hora e 1 dia após o procedimento de união ser feito. Os autores concluem neste estudo que a resistência de união foi inicialmente fraca para os cimentos de ativação química e que todos os materiais apresentaram aumento significativo nos valores de resistência após 24 horas, mostrando que a condição em que os procedimentos de união foram feitos teve pouca influência.

Na revisão de literatura realizada em 1998, Rosenstiel *et al.* fornecem informações sobre os agentes de cimentação, avaliando a biocompatibilidade, inibição de placa e de cárie, microinfiltração, adesão, tensão de polimerização, resistência ao desgaste estabilidade de cor, radiopacidade, viscosidade, espessura de película, tempo de trabalho e presa, resistência e outras propriedades mecânicas. O estudo mostra que a sorção de água pode afetar as propriedades mecânicas dos materiais, a solubilidade pode estar relacionada também com a manipulação do material. Os novos materiais tendem a ser mais sensíveis à técnica e o uso destes materiais com passos adicionais pode

promover diferença entre desempenho em condições ideais e desempenho na prática clínica diária.

Diaz-Arnold *et al.*, em 1999, realizaram revisão de literatura a respeito dos materiais existentes para cimentação de restaurações protéticas percorrendo sobre a composição e características de cada material citado. Dentre os materiais, citaram o cimento de fosfato de zinco como material que vem sendo utilizado por mais de 90 anos, mas que apresenta como deficiência, a falta de adesão à estrutura dental, o que limita sua utilização em algumas condições. O cimento de ionômero de vidro veio para superar esta deficiência, o que somado à capacidade de liberação de flúor por esse material, tem indicado sua utilização nos mesmos casos do cimento de fosfato de zinco. Os cimentos resinosos são uma terceira alternativa para a cimentação de peças protéticas, visto que apresentam baixa solubilidade em ambiente bucal quando comparados aos cimentos de fosfato de zinco e de ionômero de vidro e, além disso, uma vasta gama de cores que favorece a obtenção de estética mais favorável e união a diversos substratos em função de apresentarem moléculas bifuncionais.

Em 1999, El-Mowafy *et al.* avaliaram a dureza Knoop de 8 cimentos resinosos de ativação dupla no modo duplo fotoativado e também somente ativado pelo modo químico. Além disso, os mesmos cimentos foram fotoativados através de espessuras de cerâmica Cerec Vita Blocks, cor A2C, entre 1 e 6 mm com intervalos de 1 mm. Quando o cimento foi ativado somente pelo modo químico, a dureza mostrou ser menor que no modo duplo quando fotoativado e quando comparados os grupos fotoativados, as amostras sob 2 mm ou mais de cerâmica, apresentaram valores de dureza significativamente menores que as amostras ativadas diretamente ou sob 1 mm de cerâmica.

Kramer *et al.*, em 2000, descreveram o potencial dos procedimentos de cimentação adesiva no que diz respeito às características e classificação dos

materiais, espessura de película, adesão à estrutura dentária, desgaste e desempenho clínico, através de uma revisão de literatura dos estudos mais relevantes sobre cimentações adesivas de restaurações indiretas. Neste estudo, os autores mostram que os cimentos à base de resina são os materiais de escolha para cimentação, devido às propriedades superiores em relação aos outros materiais disponíveis para cimentação. Além de promover melhor controle durante a manipulação, a união a restaurações cerâmicas mostrou-se efetiva, e a união ao esmalte e dentina clinicamente aceitável, quando realizada com sistemas de passos múltiplos. A viscosidade e o conteúdo de carga desses materiais não influenciaram as características de desgaste na margem da restauração, sendo a cimentação adesiva um método bem aceito para a confecção de restaurações estéticas com boa expectativa de longevidade.

Frankenberger *et al.*, 2000, avaliaram a resistência de união à dentina e adaptação marginal de restaurações em resinas compostas diretas confeccionadas de acordo com as instruções dos fabricantes e com aplicação simulada de erros. Virtualmente todos os dados publicados sobre união à dentina têm sido reportados com a manipulação dos materiais de acordo com as instruções dos fabricantes, entretanto na prática diária, erros ou variações no protocolo de aplicação podem ocorrer frequentemente. Os materiais utilizados foram uma resina composta e sistemas adesivos de terceira (primer auto-condicionante), quarta (condicionamento total) e quinta (adesivo de frasco único) gerações. Os erros simulados foram: condicionamento ácido prolongado, secagem excessiva após condicionamento, secagem do primer imediatamente após a aplicação, e secagem excessiva do primer. Após 21 dias de armazenamento em água destilada a 37°C e 24 horas de termociclagem (1150 ciclos - 5°C e 55°C), réplicas foram feitas para análise da adaptação marginal por microscopia eletrônica de varredura, e o teste de push-out foi realizado. Comparado com os valores dos grupos controle, a aplicação de erros resultou em diminuição dramática da resistência de união e redução na porcentagem de margens livres de

fenda para todos os produtos testados. Secagem excessiva após condicionamento mostrou ser menos significativa para o adesivo de terceira geração do que para os produtos que necessitam de condicionamento total/ união úmida.

Em 2000, el-Mowafi & Rubo avaliaram o da espessura de restaurações do tipo inlay/onlay em resina composta , na dureza de oito cimentos à base de resina de ativação dupla: Adherence, Choice, Duolink, Enforce, Lute-It, Nexus, Resinomer e Variolink. Quatorze amostras foram feitas de cada material, sendo duas fotoativadas diretamente, e as restantes fotoativadas através de restaurações de compósito com espessuras variando de 1 a 6mm de espessura. A polimerização das amostras fotoativadas através das restaurações resultou na diminuição da dureza Knoop, para alguns cimentos a dureza reduziu 50% ou mais quando o anteparo tinha 4mm ou mais de espessura, mesmo quando as mensurações foram feitas uma semana após a polimerização do cimento de ativação dupla. Os autores concluem que baixos valores de dureza indicam que o mecanismo de polimerização químico não foi efetivo, comprometendo a qualidade do cimento em áreas onde a luz não é acessível.

Em 2001, Hoffmann *et al.* investigaram a eficiência da ativação química de cimentos resinosos de ativação dupla comparado à polimerização por luz e dupla. A polimerização foi realizada através de (1) mistura da pasta base + pasta catalisadora sem subsequente fotoativação, (2) mistura das pastas base + catalisadora com irradiação direta (3) irradiação através de disco cerâmico de 2,5mm de espessura, (4) usando somente a pasta base com irradiação direta ou (5) irradiação através da cerâmica. As amostras foram preparadas e testadas após 24 horas para resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza de superfície (Vickers). Para todos os materiais testados e para todos os parâmetros, a ativação dupla produziu maior valor que a fotoativação, mesmo quando a fotoativação foi realizada através da cerâmica. A fotoativação através da cerâmica reduziu os valores de todos os parâmetros e materiais, quando comparada com a

fotoativação direta. A dupla ativação compensou a irradiação através da cerâmica para a maioria dos materiais e testes realizados.

Braga *et al.*, em 2002, investigaram propriedades mecânicas de cimentos resinosos com diferentes modos de ativação. Os materiais testados foram: Enforce e Variolink II (autopolimerizado, fotoativado e dual), RelyX ARC (autopolimerizado e dual) e C&B (autopolimerizado). A fotoativação dos espécimes foi realizada, através de um espaçador de compósito (Z250, A3) com 2mm de espessura, com aparelho de lâmpada halógena por 60 segundos. Os espécimes foram fraturados no teste de resistência à flexão de três-pontos. Cargas pré-fratura correspondendo à velocidade de deslocamento específico foram usadas para calcular o módulo de flexão. A dureza Knoop foi mensurada nos fragmentos do teste de flexão, com carga de 25g por 15 segundos. Os testes foram realizados após 24 horas de armazenamento a 37°C. O cimento resinoso RelyX ARC no modo de ativação dupla apresentou os maiores valores de resistência à flexão. RelyX ARC e Variolink II mostraram dependentes da fotoativação para alcançar maiores valores de dureza. Enforce apresentou valores similares de dureza para os modos ativação dupla e química. Os autores não encontraram correlação entre resistência à flexão e dureza, indicando que outros fatores além do grau de conversão (conteúdo de carga e tipo de monômero) afetam a resistência à flexão dos compósitos. Nenhuma diferença estatística foi detectada no módulo de flexão entre os diferentes grupos. Os autores concluíram que para selecionar o cimento resinoso, alguns fatores devem ser levados em consideração como características de manipulação, demanda estética do trabalho e nível de tensão ao qual a zona de união será submetida.

Em 2002, Knobloch *et al.* compararam a sorção de água durante 7 dias de armazenamento, e solubilidade em água e solubilidade em ácido láctico de 3 cimentos resinosos e 3 cimentos de ionômero de vidro modificado por resina. Espécimes em forma de disco medindo 15mm X 0,5mm foram preparados de

acordo com as instruções de cada fabricante e dessecados por 24h a $37 \pm 2^\circ\text{C}$. Os espécimes foram transferidos para um segundo dessecador a $23^\circ \pm 2^\circ\text{C}$ por uma hora e pesados em balança analítica até obter uma massa inicial constante (m_1), ou seja, quando a perda de massa não foi maior que 0,2mg em 24 horas. Os espécimes foram imersos em água destilada a $37^\circ \pm 2^\circ\text{C}$ por 7 dias e após esse período foram removidos, lavados em água destilada e secados com jato de ar por 15 segundos. Os espécimes foram pesados novamente um minuto após terem sido retirados da água (m_2). Os discos foram colocados novamente dessecados a 37°C seguidos por 23°C , pelos mesmos períodos descritos anteriormente para essas duas temperaturas e pesados até obter massa constante (m_3). A solubilidade em ácido láctico também foi mensurada por imersão em 0,01M com pH=4,0 seguindo recomendações de estudos prévios. A análise de variância de um fator, seguida pelo Ryan-Einot-Gabriel-Welsch (REGW) foram realizados em todos os dados. Significativas diferenças foram encontradas entre os cimentos testados para cada propriedade investigada. Devido à natureza hidrófoba, todos os cimentos de ionômero de vidro mostraram valores significativamente maiores de sorção de água, quando comparado aos cimentos resinosos.

Rueggeberg, em 2002, escreveu um histórico sobre o desenvolvimento dos materiais restauradores à base de resina, a evolução desses materiais, a variedade e as técnicas de ativação disponíveis na ocasião. O autor descreve também o desenvolvimento da molécula de Bis-GMA, a inclusão e os tipos de carga e os modos de ativação.

Hofmann *et al.*, em 2002, determinaram a liberação de componentes por lixiviação de cinco resinas compostas após fotoativação com arco de plasma, soft-star e polimerização padrão com aparelho de lâmpada halógena. Depois de fotoativadas de diversas maneiras, as amostras foram pesadas (m_1) e então deixadas por 24 horas em água desmineralizada a 37°C ao abrigo de luz e agitação constante. Retiradas da água as amostras foram pesadas (m_2) e

colocados num dessecador até obter massa constante (m_3). Os resultados mostraram que a redução na intensidade de irradiação compromete a sorção e a solubilidade de todos os materiais testados, mas os protocolos de soft-start mantêm os baixos valores de sorção e solubilidade observados para irradiação padrão. A eficiência do arco de plasma variou dentre as resinas compostas estudadas, dependendo do comprimento de onda necessário para ativar o fotoiniciador presente nas mesmas.

Toledano *et al.*, em 2003, mensuraram a sorção de água e a solubilidade de diferentes materiais restauradores à base de resina, incluindo duas resinas compostas, quatro resinas compostas modificadas por poliácidos, e dois cimentos de ionômero de vidro modificados por resina. As resinas modificadas por poliácidos apresentaram os menores valores de sorção de água e solubilidade, enquanto os cimentos de ionômero de vidro apresentaram os maiores valores. As resinas compostas apresentaram valores intermediários de sorção de água e solubilidade, podendo ter ocorrido pela incorporação de bolhas de ar durante a manipulação. Os autores sugerem que sorção de água e solubilidade são influenciadas pelo tipo de material, de acordo com a composição da matriz.

Martin *et al.*, 2003, quantificaram a mudança dimensional (%vol), peso ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) e solubilidade ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) de materiais restauradores à base de resina após 64 dias de imersão em água deionizada ou saliva artificial. Os espécimes (20 de cada material) foram fotoativados e mantidos em ambiente seco a 37°C por 48 horas, para garantir completa polimerização. Metade dos espécimes foi colocada em água deionizada e a outra metade em saliva artificial. A maioria dos materiais à base de polímeros absorve água, através de processo de difusão controlada e alguns também absorvem água como resultado da reação de presa, como é o caso das resinas modificadas por poliácidos. Mas os compósitos convencionais dependem inteiramente da reação de polimerização, mostrando que outros fatores determinam o processo de difusão como: tipo de resina, quantidade de carga, tipo

de carga, presença de silano como agente de união. Neste estudo, os meios de imersão mostraram diferença significativa na mudança de peso e solubilidade dos materiais testados.

Attar *et al.*, em 2003, analisaram propriedades físicas e mecânicas de agentes de cimentação contemporâneos, devido a grande variedade. Neste estudo foram utilizados cimento de fosfato de zinco, cimento de ionômero de vidro convencional e modificado por resina, dois cimentos resinosos duplos (na condição dupla e de autopolimerização) e um cimento resinoso de polimerização química. Os testes realizados nas amostras de cada cimento foram: resistência à flexão, módulo de elasticidade, radiopacidade e de pH durante a polimerização. Os grupos de cimento resinoso de polimerização dual mostraram a melhor combinação de propriedades físicas e mecânicas, além do maior pH durante a polimerização. Boas propriedades mecânicas associada à capacidade adesiva tornam esse grupo de material essencial nas situações clínicas, mas ambos os cimentos resinosos duplos testados mostraram diminuição significativa na resistência à flexão quando não foram fotoativados, ou seja, esses materiais apresentam redução nas propriedades mecânicas em condições clínicas quando a luz não pôde ativar.

Em 2004, Kumbuloglu *et al.* avaliaram a microdureza superficial, resistência à compressão e à flexão de cinco cimentos e comparou o grau de conversão dos modos de ativação dupla e química de quatro cimentos resinosos. Para Panavia F, Variolink2, e RelyX ARC, quantidades iguais de pasta base e catalisadora foram misturadas e para o RelyX Unicem as cápsulas Applicap, de acordo com as recomendações do fabricante. Espécimes foram inseridos em moldes apropriados, seguidos por 40 segundos de fotoativação. Espécimes de cimento convencional Durelon foram utilizados como grupo controle. Todos os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 1 semana e submetidos aos testes de flexão de três pontos, compressão e dureza Vickers. Os cimentos

resinosos foram avaliados com as técnicas dupla ativação e química sob Espectroscopia infravermelho transformada de Fourier (FTIR) para mensurar a porcentagem do grau de conversão. As propriedades das resinas compostas são influenciadas pela natureza da matriz, pelo tipo de carga, volume de carga, interface de união matriz-carga e modo de polimerização. RelyX Unicem exibiu maior resistência à compressão entre todos os materiais testados, e também os maiores valores de microdureza, mas apresentou os menores valores de grau de conversão tanto no modo de ativação dupla como química. Dureza superficial caracteriza as propriedades da superfície externa do material e é importante para determinar a capacidade de polimento e a taxa de desgaste. A água que entra no polímero através da sorção pode hidrolisar as ligações covalentes na matriz resinosa, na interface matriz-resina ou na carga. Os efeitos da hidrólise podem incluir perda de massa, desunião da carga, e degradação das propriedades mecânicas como resistência à flexão e módulo de elasticidade. Existem diferenças nas propriedades físicas dos diferentes cimentos resinosos com características químicas similares, e o método de polimerização influenciou no grau de conversão dos cimentos resinosos de ativação dupla.

Mortier *et al*, em 2004, mostraram por meio de testes baseados nos requerimentos da ISO 4049, características de sorção e solubilidade de materiais a base de resina, sendo eles 1 cimento de ionômero de vidro modificado por resina (CIVMR), um cerômero, uma resina composta modificada por poliácidos, 2 resinas compostas e agentes de união (adesivos). Os resultados mostraram que o comportamento dos materiais à base na água varia de acordo com as características de composição. Os compósitos apresentaram os menores valores de sorção de água, seguidos pelo cerômero, resina composta modificada por poliácidos, e pelo cimento de ionômero de vidro modificado por resina. A menor solubilidade foi encontrada no cerômero, seguido pelos dois compósitos, e o CIVMR. A ausência, ou baixa quantidade de carga e a alta quantidade de monômeros hidrófilos nos agentes de união provoca grande sorção de água e

solubilidade, mostrando que eles contribuem para maior extensão dos danos na interface dente restauração.

Em 2004, Rasetto *et al.* verificaram a influência do tipo de cerâmica na passagem de luz através da amostra, medindo a intensidade de luz com radiômetro. Foram utilizadas três unidades fotoativadoras: um arco de plasma, um aparelho convencional de lâmpada halógena, e um aparelho de lâmpada halógena de alta-intensidade. A fotoativação foi realizada através da cerâmica Procera de 0,25 mm, 0,40 mm e 0,60 mm sem aplicação de cerâmica de cobertura e das cerâmicas IPS Empress, Vita Alpha, Ceramco II e Procera nas mesmas espessuras citadas anteriormente, porém com aplicação de cerâmica de cobertura Procera All-Ceram, totalizando a espessura de 1 mm, utilizada também para as demais cerâmicas. Observou-se redução significativa da intensidade de luz pela interposição de estruturas confeccionadas em Procera. A intensidade de luz que atravessa a cerâmica depende do tipo de cerâmica, bem como da espessura e do aparelho fotoativador utilizado.

De Munck *et al.*, em 2004, estudaram o desempenho do cimento resinoso duplo auto-adesivo RelyX Unicem na união com o esmalte e a dentina, por meio do teste de resistência de união à micro-tração e avaliar a interação do material com a dentina através de microscopia eletrônica de alta-resolução. O teste de micro-tração do RelyX Unicem foi realizado com e sem pré-condicionamento do esmalte e da dentina após 24 horas de armazenamento em água, e comparado com efetividade de união do cimento Panavia F como grupo controle. A interface de união dos cimentos Rely X Unicem e Panavia F com a dentina foi cortada com disco diamantado para observação por microscopia eletrônica de varredura (Fe-SEM) e microscopia eletrônica de transmissão (TEM). O cimento RelyX Unicem apresentou valores significativamente mais baixos de resistência de união à micro-tração ao esmalte quando comparado ao grupo controle, entretanto não houve diferença entre os cimentos quando a união foi a dentina. O pré-condicionamento

do esmalte elevou os valores de resistência de união do RelyX Unicem ao mesmo nível do cimento controle. Os dados da microscopia revelaram interação superficial do RelyX Unicem com esmalte e dentina. A aplicação de RelyX Unicem deve sempre ser feita com alguma pressão para garantir adaptação íntima do cimento com as paredes do preparo e que melhor efetividade na união do cimento auto-adesivo foi obtida com condicionamento ácido seletivo do esmalte antes da cimentação.

Burke, em 2005, escreveu sobre materiais para cimentação, classificando-os como ativos ou passivos. Materiais ativos se unem à estrutura dentaria e à restauração, promovendo retenção das restaurações, e materiais passivos simplesmente preenchem o espaço entre a restauração e o dente. O cimento de fosfato de zinco, cimento de policarboxilato de zinco, cimento de ionômero de vidro convencional e modificado por resina são classificados como materiais de cimentação passivos, tendo como função essencial promover retenção por imbricamento nas irregularidades da superfície da restauração e na superfície dentaria preparada. Os agentes de cimentação ativos têm a vantagem de poderem ser usados em restaurações onde a retenção é limitada, sendo eles os materiais à base de resina. Essencialmente o cimento resinoso é uma resina composta para restauração com baixa viscosidade, com características como baixa solubilidade nos fluidos bucais, biocompatibilidade, tenacidade à fratura, além da variedade de cor, possibilitando seu uso em restaurações estéticas. O autor mostra que em estudos recentes a cimentação adesiva promoveu o dobro dos valores de retenção quando comparado ao cimento de fosfato de zinco, fornecendo dados para a indicação de uso dos cimentos resinosos.

Mortier *et al.*, em 2005, estudaram características de sorção de água e o comportamento de solubilidade de polímeros restauradores, visto que essas condições podem resultar na formação de fendas na interface da restauração, sensibilidade pós-operatória, manchamento marginal ou carie recorrente. Foram

usados um cerômero, uma resina composta modificada por poliácidos, um cimento de ionômero de vidro modificado por resina, e dois compósitos resinosos, de acordo com a ISO 4049, e também sem o ciclo inicial de dessecação. Para o grupo A, após a polimerização com aparelho de lâmpada halógena, os cinco discos de cada material foram colocados no dessecador com sílica gel, até massa constante ser obtida ($m1$). O volume dos espécimes foi calculado pela mensuração do diâmetro e da espessura de cada um. Os espécimes após ficarem armazenados em água destilada a 37°C durante 7 dias foram pesados, obtendo assim a massa $m2$. Os discos foram novamente acondicionados, até obter massa constante ($m3$), permitindo a mensuração da perda de massa de cada espécime. Para o grupo B, todos os espécimes de cada um dos cimentos passaram pelo mesmo modo de confecção e pelos mesmos ciclos de sorção e dessecação. A diferença é que no grupo B os espécimes não passaram pela dessecação inicial, sendo avaliados com sua umidade intrínseca inicial, como nas condições clínicas, os espécimes foram pesados logo após serem confeccionados. Para os dois protocolos a sorção de água e a solubilidade foram maiores para o cimento de ionômero de vidro modificado por resina, e o cerômero mostrou a menor perda de massa. Os resultados mostraram que sem a dessecação inicial todos os materiais absorveram menos água e a solubilidade foi 1,5 a 8 vezes maior que no experimento padrão, porém os polímeros usados nas restaurações não são dessecados antes de entrarem em contato com os fluidos bucais, devendo esse resultado ser o esperado nas situações clínicas.

Tango, em 2005, estudou a dureza Knoop do cimento resinoso Enforce, ativado pelo modo duplo ou físico, fotoativado diretamente sob 1,5 mm de cerâmica HeraCeram ou compósito Artglass, usando diferentes aparelhos fotoativadores. Para fotoativação foram utilizados os seguintes tempos: luz halógena convencional (XL2500) - HL, por 40 segundos; luz emitida por diodo (Ultrablue Is) - LED, por 40 segundos; e luz emitida por arco de plasma de xenônio (Apollo 95E) - PAC, por 3 segundos. Incisivos bovinos tiveram suas faces

vestibulares planificadas e submetidas à técnica de hibridização. Sobre a área de dentina hibridizada foi assentada uma matriz de borracha, dentro da qual foi depositado o cimento devidamente espatulado. O disco de um dos materiais para prótese foi assentado sobre este conjunto, procedendo-se então a fotoativação. Após armazenagem por 24 horas a 37°C, as amostras foram seccionadas para mensuração da dureza (KHN) em 3 regiões distintas: próximo ao material restaurador, próximo à dentina e ao centro. As leituras de dureza foram realizadas em um microdurômetro após aplicação de carga de 50 gf por 15 segundos. Verificou-se de modo geral, que o cimento no modo duplo apresentou maiores valores de dureza do que no modo físico, exceto para as condições HL sem material para faceta e com Artglass e LED com HeraCeram. Sob Artglass e HeraCeram, não foi possível determinar os valores de dureza do cimento fotoativado com PAC. A interposição de HeraCeram mostrou influenciar negativamente a ativação com HL. Para o LED esse comportamento foi verificado sob Artglass. O autor conclui que de dureza Knoop dos cimentos foi influenciada pelos aparelhos fotoativadores, material para faceta indireta e também do modo de ativação frente aos valores.

Meng *et al.*, em 2006, investigaram a dureza Knoop de três cimentos resinosos de ativação dupla irradiados através de diferentes espessuras (1, 2, 3, 4 ou 5mm) de cerâmica ou diretamente através de uma lamina de vidro (grupo controle). Os cimentos foram irradiados com unidade de luz halógena com intensidade de 800 mW/cm², por 40 segundos. Para medir a transmissão de luz através da cerâmica, 10 discos de cerâmica com espessuras de 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 5,0; 6,0mm foram utilizados, e a intensidade de luz foi medida com radiômetro. Análise de regressão linear foi aplicada para estudar a correlação entre intensidade luz e espessura da cerâmica. No teste de dureza Knoop foram feitas 5 penetrações em cada espécime imediatamente após a irradiação e depois de 0,5; 1; 2; 4; 8; 24; 48; 72 e 120 horas. Foi observado que o aumento na dureza foi maior em 0,5 hora, seguida de um aumento lento até a dureza máxima ser

atingida. A espessura da cerâmica teve influência significativa na dureza dos cimentos resinosos de ativação dupla, especialmente quando espessuras maiores que 4mm foram utilizadas, fazendo com que os materiais apresentassem características semelhantes aos materiais ativados quimicamente.

Gerth *et al.*, em 2006, fizeram análise das propriedades físicas e químicas dos cimentos resinosos de ativação dupla Bifix e RelyX Unicem relacionando as composições, morfologia de superfície e reação de polimerização. A união de ambos os materiais com a hidroxiapatita (HAp) também foi estudada. Os componentes principais foram analisados por Espectroscopia fotoeletrônica de raio-x (XPS) e análise por Energia Dispersiva de Raio-x (EDX). Os outros componentes foram identificados por ICP-OES. A morfologia foi examinada por microscopia eletrônica de varredura (SEM) e os produtos da polimerização foram investigados pela análise de cromatografia de permeação de gel (GPC). XPS também foi utilizado para estudar a união com a hidroxiapatita. Cada componente de ambos os produtos tem função especializada explicando as propriedades mecânicas e biológicas. A adição do hidróxido de cálcio (antimicrobiano) ao RelyX Unicem contribui para a biocompatibilidade do produto, comparado ao Bifix RelyX Unicem, mostrando maior interação química com o cálcio da hidroxiapatita.

Soares *et al.*, em 2006, estudaram a influência da espessura e da cor de uma cerâmica feldspática na microdureza de um cimento resinosos dual. O cimento resinoso RelyX ARC foi manipulado segundo as recomendações do fabricante e fotoativado através de restaurações cerâmicas (Noritake Ex 3) de 1, 2 e 4mm, nas cores A1, A2, A3, A3,5 e A4, durante 40 segundos com aparelho de lâmpada halógena (600mW/cm^2). Para o grupo controle a fotoativação do cimento foi realizada diretamente (0 mm) e a distâncias de 1, 2 e 4 mm sem anteparo. O teste de dureza Vickers foi realizado com carga de 50g por 30 segundos, sendo 5 endentações por amostra. Os resultados deste estudo mostram que a dureza do cimento resinoso de ativação dupla após a fotoativação depende da interação

entre espessura e cor da restauração cerâmica. As restaurações cerâmicas de 1 e 2mm de espessura não interferiram na dureza do cimento, independentemente da cor da restauração, mas na restauração mais espessa nas cores A3,5 e A4 os valores de dureza foram inferiores, mostrando assim que a polimerização química não compensou a atenuação de luz.

Ferracane, em 2006, faz revisão de literatura, onde mostra os fatores associados aos efeitos higroscópicos e hidrolíticos nos polímeros odontológicos. Neste trabalho, o autor discute, através de artigos publicados, a evidência de que a sorção de solventes do meio pela rede polimérica ocorre, afetando o polímero física e quimicamente, ou a perda de moléculas para o solvente. Este estudo mostra que os polímeros dentários são suscetíveis aos efeitos higroscópicos e hidrolíticos com extensão variada, dependendo de características químicas e estruturais, podendo influenciar propriedades mecânicas, estabilidade dimensional e biocompatibilidade.

Em 2006, Jung *et al.* avaliaram a eficiência da polimerização de diferentes unidades de fotoativação através de discos de cerâmica, abordando a importância da adequada polimerização de cimentos resinosos sob restaurações cerâmicas. No estudo foram utilizados 360 espécimes cerâmicos IPS-Empress 2 (Ivoclar Vivadent) com 4mm de diâmetro por 2 ou 1mm de altura. O cimento resinoso foi aplicado no topo dos espécimes com ou sem pasta catalisadora (Variolink II), formando grupos de estudo: 180 espécimes cerâmicos com 1mm (90 espécimes com e 90 sem pasta catalisadora) e 180 espécimes cerâmicos com 2mm de espessura (90 espécimes com pasta com e 90 sem pasta catalisadora). As terminações do molde foram cobertas com tira de poliéster e com placa metálica para que o excesso de material escoasse, de acordo com a recomendação ISO 4049. O molde foi invertido e o cimento resinoso foi exposto à fotoativação, de acordo com as recomendações do fabricante, com várias fontes de luz (lâmpada halógena, LED, PAC), variados tempos de exposição, e com a ponta encostada no

disco de cerâmica. As superfícies foram cobertas com uma placa de metal após a exposição para prevenir posterior exposição à luz. Imediatamente após a irradiação foi determinada a profundidade de polimerização (ISO 4049). Os espécimes foram retirados do molde metálico e os materiais não polimerizados foram descartados. A profundidade de polimerização foi determinada subtraindo-se da espessura da cerâmica o valor pré-determinado (altura do cilindro). Os espécimes foram armazenados e posteriormente polidos chegando a 1,2mm de espessura de cimento para o teste de dureza, realizado com penetrômetro Vickers com carga de 2N por 15 segundos. O procedimento de polimento foi novamente realizado até atingir a espessura de 0,5mm de cimento e a dureza Vickers novamente mensurada. A média de profundidade de polimerização dos espécimes sob cerâmicas de 1mm foi de 2,4mm tanto para os que receberam ou não a pasta catalisadora, em todos os modos de ativação. O aumento da espessura dos espécimes cerâmicos teve efeito negativo na profundidade de polimerização e dureza para todos os modos de ativação e que a inclusão da pasta catalisadora ativada quimicamente sempre produziu valores iguais ou maiores de dureza e de profundidade de polimerização.

Asmussen & Peutzfeld, em 2006, determinaram a resistência de união de cimentos resinosos duais à dentina tratada com os sistemas adesivos correspondentes, o efeito da resistência de união dos cimentos não fotoativados e investigaram se a aplicação de uma solução de sódio sulfonado ou ácido ascórbico aumentaria a resistência de união nos casos onde a aplicação do sistema adesivo juntamente com o cimento resinoso não fotoativado resultou em baixos valores de resistência de união. Os cimentos foram polimerizados química e fisicamente ou só quimicamente e os sistemas adesivos foram usados de acordo com as recomendações dos fabricantes. O sódio sulfonado e o ácido ascórbico foram aplicados como uma solução de etanol a 1%. A resistência de união ao cisalhamento foi mensurada após o armazenamento dos espécimes por 24 horas a 37°C em água. Os cimentos quando ativados quimicamente e por luz

apresentaram os maiores valores de resistência de união, o pré-tratamento com sódio sulfonado e ácido ascórbico foi efetivo para aumentar a resistência de união do cimento ativado quimicamente, mas dependendo do sistema adesivo utilizado. Os profissionais devem considerar a possibilidade de o cimento resinoso não ser totalmente fotoativado, o que poderia causar valores inferiores de resistência de união como mostrados neste estudo. Alguns sistemas adesivos podem perder a eficiência, mesmo quando a pasta catalisadora do cimento foi utilizada.

Em 2007, David *et al.* conduziram um estudo avaliando a dureza do topo e da base de dois compósitos (Z250 e Charisma) ativados por três aparelhos LED e um de lâmpada halógena (QTH) sob diferentes tempos de exposição (20, 40 e 60 segundos). Uma matriz com 5mm de diâmetro por 2mm de profundidade foi feita para obter 5 espécimes em forma de discos para cada grupo experimental. Os espécimes foram fotoativados com uma das quatro fontes de luz por 20, 40 ou 60 segundos. Imediatamente após a fotoativação os espécimes foram removidos da matriz, a base foi marcada com caneta, e armazenados em água destilada ao abrigo da luz, a 37°C por 24 horas. Oito penetrações foram feitas em cada superfície dos espécimes, e os valores médios de dureza Vickers do topo e da base de cada um foram calculados. Os valores de dureza Vickers para Z250 foram maiores que os valores do Charisma, mesmo sob condições experimentais similares. A dureza tem mostrado ser um bom indicador de conversão de ligações duplas, portanto os autores a utilizaram como mensuração indireta da conversão. Embora existam pequenas diferenças na dureza obtida pelas fontes de luz, as quatro unidades mostraram desempenho similar com o tempo de 40 segundos de exposição. Na superfície do topo, mesmo com pequeno tempo de exposição, todas as unidades da fonte de luz forneceram energia suficiente para fotoativar o compósito, devido a não atenuação de luz. O tempo de exposição de 40 segundos foi necessário para proporcionar compósitos com valores de dureza maiores quando os LEDs foram empregados.

Em 2007, Janda *et al.* avaliaram a sorção de água e a solubilidade de materiais de preenchimento à base de resina, com três hipóteses: (a) todos os materiais investigados estariam de acordo com a ISO 4049, (b) quanto maior o conteúdo de carga, menor a sorção de água e a solubilidade, e (c) compômeros têm significativamente maior sorção de água e solubilidade que microhíbridos e condensáveis (compactáveis). A preparação dos espécimes foi feita de acordo com a ISO 4049. Foram feitos 10 discos de cada material, sendo 4 resinas microhíbridas, 3 compactáveis, 2 compômeros, 1 resina de baixa viscosidade, e 2 compósitos microhíbridos. Os discos foram irradiados em ambas as bases por 360s e armazenados por 22 horas a 37°C em dessecador a vácuo seguido de 2 horas de armazenagem até obter massa constante (m_1). Os espécimes foram armazenados por 7 dias a 37±1°C. Após esse período foram secados até não se observar água na superfície, e pesados para obter a massa m_2 . Em seguida, os espécimes foram armazenados em dessecador a 37±1°C e pesados a cada 24 horas até obter massa constante (m_3). A análise estatística revelou correlação negativa significativa entre sorção de água e conteúdo de carga, mas não houve correlação entre solubilidade e conteúdo de carga. Diferentes classes de materiais de preenchimento à base de resina (híbridos, compactáveis, cerômeros, compômeros, e fluidos) foram selecionadas para a mensuração da sorção de água e solubilidade. Essas propriedades têm impacto significativo na resistência e desgaste e, portanto, no comportamento clínico destes materiais. O presente estudo também confirmou a significativa relação entre sorção de água e conteúdo de carga bem como a influência da matriz resinosa. Os autores reportaram que as moléculas menores foram extraídas em quantidades consideravelmente maiores que as moléculas maiores, e mostraram que o TEGDMA, sendo a menor molécula da matriz resinosa, foi a mais lixiviada. Entretanto, devido ao longo tempo de fotoativação, a alta conversão do TEGDMA resultou em menor lixiviamento quando comparado com outros trabalhos. Sorção de água e solubilidade dependem mais da composição individual de cada um dos materiais testados. Apesar da influência da matriz resinosa na sorção de água, a correlação com o

conteúdo de carga foi altamente significativa. Nenhuma correlação foi encontrada entre conteúdo de carga e solubilidade. Os menores valores de solubilidade, próximos de zero, foram obtidos pelos compósitos compactáveis. Nenhuma dependência entre conteúdo de carga, matriz resinosa e solubilidade pôde ser claramente detectada. Os autores concluíram que o conteúdo de carga está significativamente relacionado com a sorção de água, mas não com a solubilidade, e a matriz resinosa também influencia nessas propriedades. A hipótese (a) foi aceita, a hipótese (b) foi aceita para sorção de água mas não para solubilidade e a hipótese (c) foi totalmente rejeitada.

Em 2007, Tango *et al.* avaliaram a dureza Knoop do cimento resinoso Enforce ativado de modo químico/físico ou somente físico; fotoativado diretamente ou através de um disco cerâmico de 1,5mm de espessura (HeraCeram) de cor DD2. A fotoativação foi realizada usando aparelho convencional de lâmpada halógena (QTH) por 40segundos, LED também por 40segundos e um arco de plasma de Xenônio (PAC) por 3segundos. 120 incisivos bovinos tiveram a superfície vestibular planificada e hibridizada. Um molde foi assentado nessas superfícies e preenchido com o cimento. Um disco cerâmico condicionado com ácido e silanizado foi colocado sobre o cimento, que foi então fotoativado. Após o armazenamento a seco por 24 horas a 37°C, os espécimes (n=10) foram seccionados longitudinalmente e submetidos ao teste de dureza. Cinco endentações foram realizadas em três profundidades diferentes, a partir do topo do espécime, com carga de 50g por 15 segundos. De cada espécime o valor médio de dureza foi obtido das 15 mensurações, e os dados foram submetidos à análise estatística. Os maiores valores de dureza Knoop foram obtidos com LED, tanto para o modo de ativação dupla como para o fotoativado. Os menores valores obtidos foram para os grupos fotoativados com o arco de plasma de Xenônio. A fotoativação com QTH resultou em valores de dureza similares ao PAC nos grupos de ativação dupla. Os autores concluíram que o cimento resinoso e o coeficiente de transmissão de luz da cerâmica, podem influenciar o grau de

conversão de materiais fotoativados, portanto a fotoativação através da cerâmica resulta em baixos valores de dureza do cimento resinoso.

Yoshida *et al.*, em 2007, avaliaram propriedades mecânicas de dois cimentos resinosos de ativação dupla (Clearfil Esthetic Cement e Variolink II) irradiados através de da cerâmica à base de leucita com espessuras de 1,0; 2,0 e 3,0mm ou irradiados diretamente (grupo controle), com aparelho de lâmpada halógena com potência de 800mW/cm^2 por 40 segundos. Para o teste de dureza foram realizadas cinco penetrações em cada espécime, 24 horas após a fotoativação, com carga de 50g por 30segundos. O trabalho mostra que ocorreu diminuição das propriedades mecânicas dos materiais com o aumento da espessura da cerâmica.

Kuybulu *et al.*, em 2007, avaliaram a erosão ácida de sete agentes de cimentação, através da imersão das amostras em solução aquosa de 0,1M de ácido láctico tamponado (pH=4,0) e lactato de sódio (pH=2,74). Foram usados 1 cimento de fosfato de zinco, 2 cimentos de ionômero de vidro de mistura manual, 1 cimento de ionômero de vidro em cápsula, 1 cimento de ionômero de vidro modificado por resina, 1 cimento resinoso e 1 cimento resinoso com alto conteúdo de carga. O cimento de fosfato de zinco apresentou a maior perda de massa, seguido pelos cimentos de ionômero de vidro, resinoso e resinoso com alto conteúdo de carga apresentando a menor perda. Os resultados mostram relação linear para erosão e tempo para os 4 cimentos à base de água. Os cimentos a base de água apresentaram os maiores valores de erosão em ambos os meios de armazenamento, enquanto os cimentos à base de resina não mostraram grande perda, em vez disso expandiram devido à sorção de Peixoto *et al.*, em 2007, estudaram o efeito da cor e da espessura da cerâmica na transmissão de luz, utilizando discos de espessuras variadas (1,5; 2,0; 3,0; 4,0) e cores variadas (A₁, A₄, B₁, B₄, C₁, C₄, D₂, D₄). A transmissão de luz através de cada cerâmica foi feita com aparelhos de luz halógena e a mensuração foi realizada com radiômetro

digital. Não houve diferença significativa no coeficiente de transmissão de luz entre as unidades fotoativadoras. Levando em consideração a influência da cor e a espessura da cerâmica, verificou-se que a porcentagem de luz transmitida foi consideravelmente baixa para todas as espessuras e cores. A análise de variância revelou influência significativa da espessura da porcelana e cor, mas os resultados mostraram que o bloqueio da luz está mais associado à magnitude da espessura do que com a cor da cerâmica nas amostras mais espessas. As cores mais escuras apresentaram os maiores coeficientes de absorção, indicando que essas amostras eram menos translúcidas.

Tezvergil-Mutluay *et al.*, em 2007, investigaram o grau de conversão de quatro cimentos resinosos duais irradiados através de vários materiais restauradores e da dentina. RelyX ARC, RelyX Unicem, Variolink II e Panavia F 2,0 foram manipulados de acordo com as recomendações de cada fabricante, e então foram colocados em moldes metálicos sobre a superfície de cristal da unidade de refletância total atenuada (ATR) para o monitoramento do grau de conversão pelo Espectroscópio infravermelho com transformação de Fourier (FT-IR). Para simular a polimerização durante o processo de cimentação de restauração indireta, discos (1,5mm de espessura) representando restauração metálica, restauração de resina (Sinfony), restauração de resina reforçada por fibra (Everstick na base e Sinfony na superfície), ou polimerização através da dentina, foram usados para cobrir a superfície das amostras e leve pressão contra o ATR foi feita para garantir bom contato. A fotoativação foi feita com aparelho de lâmpada halógena com irradiância de 800mW/cm^2 por 40 segundos. A fotoativação direta do cimento resinoso dual foi usada como controle. Os resultados mostraram diferenças significantes no grau de conversão entre os cimentos testados e as diferentes restaurações. RelyX ARC mostrou o maior grau de conversão 15 minutos após o início da polimerização, enquanto Panavia e RelyX Unicem apresentaram os menores valores, concluindo que os cimentos

duais apresentam diferentes características de polimerização, dependendo de sua composição e do tipo de restauração.

Moraes, em 2007, investigou a influência da adição de Bis-EMA sobre propriedades físicas e mecânicas de cimentos resinosos experimentais à base de Bis-GMA/TEGDMA. A partir da mistura de Bis-GMA e TEGDMA na proporção de 50:50 em peso (R01), o monômero Bis-EMA foi gradualmente incorporado à mistura, 10% em peso por vez, definindo onze formulações adicionais com as seguintes proporções entre Bis-GMA/TEGDMA/Bis-EMA: 50/40/10 (R02), 50/30/20 (R03), 50/20/30 (R04), 50/10/40 (R05), 50/0/50 (R06), 40/10/50 (R07), 30/10/60 (R08), 20/10/70 (R09), 10/10/80 (R10), 0/10/90 (R11) e 0/0/100 (R12). Canforoquinona (0,4%), N,N-dimetil-p-toluidina (0,8%) e hidroquinona (0,2%) foram dissolvidas em cada mistura, às quais foram adicionados 60% em peso de partículas de vidro silanizadas. Foi avaliado o grau de conversão, além da resistência à flexão, módulo de elasticidade, espessura de película, dureza Knoop, com carga de 50 g por 15 segundos. A sorção de água e a solubilidade foram avaliadas por meio de alteração de peso das amostras após imersão em água destilada por sete dias. A substituição de TEGDMA por Bis-EMA aumentou a conversão de ligações duplas, enquanto a substituição de Bis-GMA por Bis-EMA não apresentou influência significativa. Médias para dureza (kg/mm²) variaram entre 35,5 (R01) e 47,9 (R05), com a substituição de TEGDMA por Bis-EMA aumentando gradualmente a dureza, exceto para R06, enquanto a substituição de Bis-GMA por Bis-EMA não apresentou efeito significativo. Uma gradual diminuição na sorção de água foi verificada à medida que TEGDMA e Bis-GMA foram sendo substituídos por Bis-EMA, com médias (µg/mm³) variando entre 48,96 (R01) e 15,68 (R12). Médias para solubilidade variaram entre 4,55 (R04) e 9,77 (R02), sem diferença significativa observada entre os grupos. Em geral, os achados do presente estudo mostraram que, dependendo da quantidade de Bis-EMA substituindo Bis-GMA e/ou TEGDMA, maior conversão de monômeros ou menor módulo de elasticidade foram detectados. A substituição de TEGDMA por Bis-

EMA aumentou a dureza e diminuiu a sorção de água, embora um aumento da espessura de película tenha sido detectado para algumas misturas. A substituição de Bis-GMA por Bis-EMA apresentou influência significativa na diminuição da sorção de água.

Sinhoreti *et al.*, em 2007 avaliaram, por meio do teste de dureza Knoop, a profundidade de polimerização do cimento resinoso dual (Rely-X) ativado quimicamente (grupo controle) ou química/fisicamente (dual), fotoativado através de uma faceta de cerâmica com 1,5mm de espessura (HeraCeram). Incisivos bovinos tiveram sua face vestibular planificada e hibridizada. Sobre esta superfície, uma matriz de borracha (5mm de diâmetro e 1mm de altura) foi preenchida com cimento. Uma tira de poliéster ou um disco de material de faceta foi assentado sobre essa matriz. No grupo dual, a fotoativação foi realizada com aparelho de lâmpada halógena convencional (XL2500), por 40s (QTH); luz emitida por diodos (Ultrablue Is), por 40s (LED); ou por luz emitida por arco de plasma de Xenônio (Apollo 95E), por 3s (PAC). No grupo controle, a presa do cimento ocorreu somente por ativação química. Após armazenamento em ambiente seco e escuro (24h/37°C), as amostras (n=5) foram seccionadas para mensuração dos valores de dureza (KHN) em três diferentes profundidades, obtidos em um aparelho microdurômetro (50gf/15s). Os dados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ($\alpha=0,05$). O cimento Rely-X apresentou maiores valores de dureza Knoop após fotoativação com QTH e LED, comparados ao grupo controle e PAC. A fotoativação com PAC resultou em valores de dureza inferiores ao grupo controle. A dureza do cimento foi menor em regiões mais profundas.

Antunes, em 2007, avaliou o efeito de diferentes tratamentos na superfície de resina composta utilizada para restaurações indiretas e do armazenamento em água na resistência de união com cimento auto-adesivo. Quarenta blocos cilíndricos de compósito MZ100 foram cimentados dois a dois com o cimento

RelyX Unicem. Vinte corpos-de-prova foram divididos em cinco grupos de acordo com o tratamento de superfície. G1 - Sem tratamento (controle); G2- Jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3); G3- Aplicação do condicionador de metal; G4- Jateamento com partículas de óxido de alumínio seguido da aplicação do condicionador de metal; G5- Jateamento com partículas de óxido de alumínio e aplicação do silano. Vinte e quatro horas após a cimentação, os conjuntos foram seccionados produzindo espécimes em forma de palito para o ensaio de tração, executado em máquina de ensaio universal (Instron) sob velocidade de 0,5mm/min em dois períodos de tempo: 48 horas e 40 dias após a cimentação. Os resultados mostraram que o armazenamento de quarenta dias produziu redução estatisticamente significativa na resistência de união para o G4, e para os demais grupos não apresentaram diferenças estatisticamente significante ($p>0,05$).

Archegas *et al.*, em 2008, avaliaram o efeito da fotoativação na sorção de água e na solubilidade dos compósitos híbridos Herculite XRV, Tetric Ceram, Filtek Z250. Sessenta espécimes em forma de disco foram confeccionados de cada material, sendo que metade dos espécimes foi irradiada com unidade fotoativadora QTH e a outra metade com LED. As irradiações foram feitas no centro do disco e em 4 pontos periféricos por 20 segundos cada, num total de 100 segundos de irradiação, nas superfícies de topo e base de cada espécime. Os espécimes foram colocados em dessecador com sílica gel e mantido a 37°C por 22 horas e transferidos para outro dessecador a 23°C por 2 horas. Após esse período, os espécimes foram pesados até obter massa constante (m_1). O volume dos espécimes foi calculado medindo o diâmetro em 2 pontos opostos e a espessura no centro e em quatro pontos eqüidistantes com micrômetro. Os espécimes foram divididos em grupos ($n=10$) e armazenados individualmente em água deionizada em estufa a 37°C por 24 horas, 7 e 28 dias, com troca semanal da água deionizada. Após cada tempo de armazenagem, os espécimes eram removidos da água e secados com papel absorvente e um leve jato de ar por 15 segundos. Então eram pesados novamente para obter (m_2), recondicionados no

dessecador por 22 horas a 37°C e em seguida por 2 horas a 23°C, até alcançar massa constante (m3). Os autores encontraram interações entre o compósito e a fonte de luz, bem como entre o compósito e o período de armazenamento para a variável de sorção. Os resultados apresentaram interações entre o compósito e tempo de armazenamento para solubilidade. Não houve diferença estatisticamente significativa entre as fontes de luz para sorção e solubilidade. Todos os materiais testados tiveram aumento na sorção de água como resultado do aumento de tempo de armazenamento, com diferenças estatisticamente significantes entre eles, e o compósito Filtek Z250 apresentou maior valor de sorção de água após 28 dias de armazenamento. As diferenças detectadas nos resultados tanto para sorção de água quanto para solubilidade estão provavelmente relacionadas com a composição dos materiais estudados. Os compósitos apresentam similaridade quanto ao volume de carga, entretanto diferem no tipo de carga e de monômeros da matriz. Por conter Bis-EMA, monômero menos hidrofílico que Bis-GMA, esperava-se que o compósito Filtek Z250 apresentasse valores mais favoráveis de sorção de água, o que não foi observado. Isso sugere que a proporção de cada monômero na matriz deve ser levada em consideração mais do que a composição da matriz sozinha. Os componentes inorgânicos podem contribuir para diferentes graus de sorção de água. Diferenças observadas na sorção de água podem ser atribuídas à natureza das partículas de carga e a efetividade da silanização. Os compósitos Herculite e Tetric Ceram têm na composição partículas de vidro, enquanto Filtek Z250 contém partículas de sílica-zircônia, o que pode ser responsável por uma silanização crítica. O comportamento de Filtek Z250 foi o principal fator para a detecção da interação entre os compósitos individualmente, as fontes de luz e os tempos de armazenamento. Os autores concluíram que a fonte de luz não afetou a sorção de água e a solubilidade dos compósitos; a sorção de água dos compósitos aumentou com o tempo de armazenamento; diferentes tempos de armazenamento não afetaram a solubilidade dos compósitos, com exceção do Filtek Z250.

Arrais *et al.*, em 2008, avaliaram o efeito de diferentes condições de ativação no grau de conversão de sistemas de cimentação de ativação dupla (combinando sistema adesivo e cimento resinoso) usando espectroscopia infravermelha. Quatro produtos de quarta geração (Scotchbond Multipurpose Plus/RelyX; Optibond/Nexus2; All Bond2/Duolink; Bond It!/Lute It!) e três produtos de quinta geração (Bond1/Lute it!; Prime&Bond NT Dual-Cure/Calibra; Optibond Solo Dual Cure/ Nexus2) foram aplicados à superfície horizontal da unidade de refletância total atenuada (ATR), e polimerizados usando uma das quatro condições: ativação química, exposição direta à luz através de uma lâmina de vidro, e exposição à luz através de discos de resina pré-polimerizados (Z250, cores A2 e A4, com 2mm de espessura). O espectro infravermelho dos sistemas de cimentação não polimerizados foi registrado imediatamente após a aplicação ao ATR, após o sistema ser fotoativado ou se autopolimerizar, e espectros foram obtidos 5 e 10 minutos depois. O grau de conversão foi calculado usando a técnica padrão de observação na mudança de proporção de picos alifáticos-para-aromáticos antes e após polimerização. Os autores observaram que não houve diferença significativa no grau de conversão entre os grupos fotoativados com os discos de resina em três dos quatro sistemas de cimentação de quarta geração. Os grupos ativados quimicamente exibiram menor grau de conversão que os grupos fotoativados diretamente, para todos os produtos tanto após 5 ou 10 minutos. Os autores concluíram que a presença de restaurações indiretas pode diminuir o grau de conversão de alguns sistemas de cimentação e os sistemas de ativação química mostraram valores de grau de conversão menores que os fotoativados.

Gerdolle *et al.*, em 2008, avaliaram a sorção de água e a solubilidade de 4 cimentos à base de resina: 2 resinosos (Panavia F e Variolink II), uma resina composta modificada por poliácidos (Resinomer) e um ionômero de vidro modificado por resina (Fuji Plus), de acordo com as especificações da ISO 4049. Para cada material foram confeccionados 5 discos (15X1mm) de acordo com as

instruções do fabricante. Primeiramente os espécimes foram dessecados até se obter massa constante, depois foram imersos 7 dias em água destilada e imediatamente pesados após esse período. Os discos foram dessecados mais uma vez e pesados diariamente por 35 dias. A sorção e a solubilidade de cada espécime foram calculadas de acordo com a mudança de peso após os períodos de imersão e dessecação. O ionômero de vidro modificado por resina apresentou maior valor de sorção de água e solubilidade entre todos os materiais. Dos 3 cimentos resinosos, o Resinomer demonstrou o maior valor de sorção de água e solubilidade, enquanto Variolink II e Panavia F obtiveram os menores valores e não foram estatisticamente diferentes. A natureza hidrófoba dos monômeros constituintes destes materiais foi relatada como fator principal. Os autores concluíram que o comportamento dos materiais à base de resina em água varia com as características da composição. Em particular, a porção hidrófila e as características da carga proporcionam valores elevados de sorção e solubilidade. Portanto, os cimentos resinosos são os mais indicados quando comparados à resina composta modificado por poliácidos e ao cimento de ionômero de vidro modificado por resina.

Pazin *et al.*, em 2008, estudaram a influencia da espessura da cerâmica e da unidade de fotoativação na transmissão de luz através de material reforçado por leucita e na polimerização de cimento resinoso de ativação dupla. Discos de Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent) com espessuras de 0,7, 1,4 e 2mm foram preparados. Variolink II (Ivoclar Vivadent) foi colocado em molde cilíndrico com 1mm de espessura e fotoativado através da cerâmica por 40 segundos, usando unidades QTH ou LED. As amostras foram divididas em ativação dupla, fotoativadas e quimicamente ativadas (grupo controle). As mensurações de dureza foram realizadas no topo e na base de cada amostra. Os dados foram submetidos à análise de variância de três fatores e ao teste de Tukey ($p < 0,05$). O espectro de luz transmitido através da cerâmica foi obtido por espectrômetro. Os autores encontraram os menores valores de dureza para os grupos fotoativados através

dos discos de 1,4 e 2mm, com exceção do grupo controle de ativação química. Não foi encontrada diferença significativa da dureza entre as unidades de fotoativação ou entre o topo e a base das amostras e não foi observada alteração significativa no perfil do espectro de luz para ambas as unidades de fotoativação, independentemente da espessura da cerâmica.

Em 2008, Meng *et al.* investigaram a influência da espessura da cerâmica nas propriedades mecânicas e na estrutura polimérica (grau de conversão e densidade de ligação cruzada) de 3 cimentos resinosos de ativação dupla: Linkmax HV (GC), Nexus 2 (Kerr) e Variolink IIHV (Ivoclar-Vivadent). Os espécimes foram confeccionados em forma de barra para o teste de flexão de três pontos, para determinar a resistência à flexão (FS) e o módulo de elasticidade (EM), após armazenagem a seco por 24 horas a 37°C. Para o teste de dureza, a resina foi colocada em molde cilíndrico de acrílico não transparente e coberto com uma lâmina de vidro para se obter superfície plana. Os espécimes foram irradiados de cinco modos: (a) irradiação direta, (b) através da cerâmica (1, 2 e 3mm de espessura) e (c) sem irradiação. O centro da amostra foi irradiado e em seguida as duas bases foram irradiadas com aparelho de lâmpada halógena, com 800mW/cm² de irradiância, sendo que cada exposição era de 40 segundos. Os espécimes foram armazenados sem contato com umidade a 37°C por 24 horas. A penetração foi aplicada com carga de 25g por 30 segundos (KHN1). Subsequentemente, os espécimes foram armazenados em solução de etanol a 100% a 37°C por 24 horas e o KHN foi mensurado novamente para encontrar a densidade de ligação cruzada (KHN2). Foram feitos 5 espécimes para cada grupo, e em cada espécime foram feitas cinco leituras para formar um único valor. Os autores relataram que a resistência à flexão diminuiu de acordo com o aumento da espessura da cerâmica para os três cimentos. Para todos os cimentos, os espécimes irradiados diretamente apresentaram os maiores valores de módulo de elasticidade e os espécimes sem irradiação os menores valores. Espécimes irradiados através das cerâmicas de 1-3mm de espessura apresentaram valores

intermediários de módulo de elasticidade. Todos os cimentos mostraram diminuição significativa no KHN1 e KHN2 com aumento da espessura de cerâmica, e para todos os cimentos, os espécimes irradiados diretamente apresentaram os maiores valores de KHN2. Nos 3 cimentos, os espécimes que não receberam irradiação produziram valores demasiado elevados, similares àqueles com irradiação direta, e isso pode ser devido ao fato que a rápida fotoativação inibiria a ativação química total dos cimentos de ativação dupla. O estudo mostra que o KHN2 (densidade de ligação cruzada) tem uma relação linear positiva com o KHN1 (Grau de conversão - DC) para os 3 cimentos de ativação dupla, o que indica relação entre grau de conversão e densidade de ligação cruzada. Quando sem irradiação, a ativação química dos cimentos de dupla ativação tem baixa taxa de iniciação, gerando menos radicais por unidade de área e menos terminações por radicais de terminação, o que poderia favorecer a formação de cadeias poliméricas estendidas e menor número de ligações cruzadas. Neste estudo os valores de dureza absolutos não poderiam ser usados para comparar DC e densidade de ligação cruzada entre os 3 cimentos, devido à variação na composição dos monômeros, conteúdo de carga e tipo. Os autores concluíram que a ativação química dos cimentos resinosos de ativação dupla não produz compensação significativa para as propriedades estudadas, a irradiação direta produziu os melhores resultados e na estrutura polimérica, sugerindo que melhorias nas condições de irradiação, períodos maiores e multidirecionais ainda se fazem necessário na clínica, para compensar a espessura da cerâmica.

Vaz, em 2008, avaliou *in vitro* a resistência e a morfologia da interface da união entre cimentos resinosos e dentina humana. A superfície oclusal de 20 terceiros molares foi removida e a dentina média preparada com lixa 600 de SiC. As restaurações de resina composta indireta (Sinfony) foram confeccionadas em formato circular com 2 mm de espessura, jateadas com óxido de alumínio e silanizadas. Os dentes foram divididos em cinco grupos de acordo com a técnica de cimentação: Grupo I – Rely X Unicem/com fotoativação, Grupo II – Rely X

ARC/Single Bond 2/com fotoativação, Grupo III – C&B Cement/All Bond 2, Grupo IV – Rely X ARC/Single Bond 2/sem fotoativação e o Grupo V – Rely X Unicem/sem fotoativação. Após a cimentação os conjuntos dente-restauração foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas e seccionados em formato de palitos para o ensaio de tração nos tempos de 24 horas e 30 dias utilizando uma máquina de ensaios universal. O tipo de fratura foi observado e classificado em microscopia eletrônica de varredura. Os resultados revelaram que os grupos III, IV e V apresentaram aumento nos valores da resistência da união estatisticamente significantes no período de armazenamento de 30 dias. Os resultados da resistência da união em relação aos modos de polimerização nos tempos de armazenamento de 24 horas e 30 dias revelaram maiores valores na técnica de fotoativação.

3. PROPOSIÇÃO

Visando a conhecer melhor as características do cimento de ativação dupla auto-adesivo RelyX Unicem, o objetivo deste estudo foi avaliar a dureza de superfície e verificar o grau de sorção de água e solubilidade, durante os períodos de 1 hora, 24, 48 e 72 horas, sob diferentes modos de ativação.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais permanentes e de consumo utilizados neste estudo estão listados no Quadro 1.

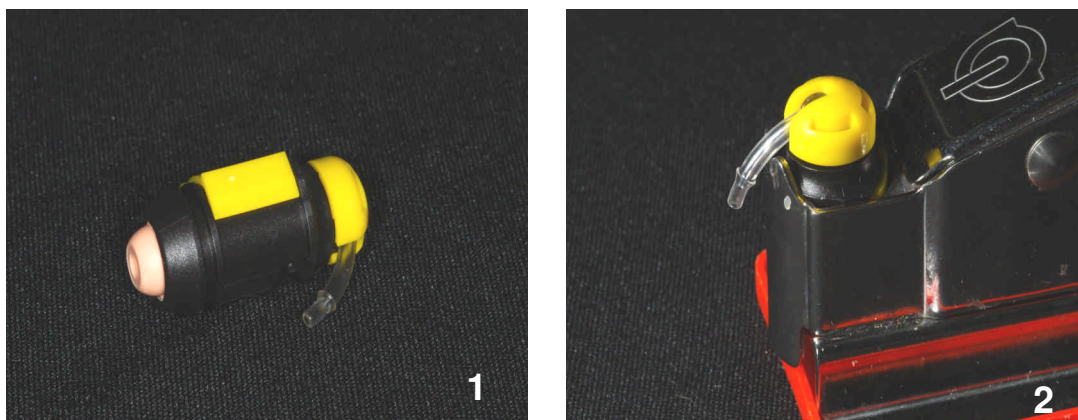
Quadro1: Materiais utilizados no estudo.

Material	Descrição	Fabricante	Lote
RelyX Unicem	Pó: Partícula de vidro flúor-alumíniosilicato, Sílica silanizada, Hidróxido de cálcio, Iniciadores para auto-reação (Sulfonato tolueno de sódio, Acetato de cobre), Dióxido de Titânio, Pigmentos. Líquido: Éster do ácido fosfórico, metacrilato, Dimetacrilatos, Iniciadores de auto-reação (Derivados do ácido barbitúrico, Sulfato de peróxido de sódio), Canforoquinona. Cor A2	3M/ESPE Seefeld, Alemanha	307690
IPS Empress Esthetic	Cerâmica vítrea reforçada por leucita de distribuição altamente homogênea. Cor ETC2 (A3)	Ivoclar Vivadent Schaan Liechtenstein	JM0552
Aparelho XL2500	Aparelho fotoativador de lâmpada halógena	3M/ESPE St. Paul, MN, USA	-
Ultramat 2	Triturador mecânico para cápsulas com frequência de 60 Hz	Southern Dental Industries LTD. Victoria, Austrália	-
Analytical Plus	Balança analítica	Ohaus® Corporation. Florham Park, Switzerland	-
Shimadzu HMV2	Durômetro digital com identador Knoop	Shimadzu Corporation, Tokyo, Japan	-

4.1 Confeção das amostras

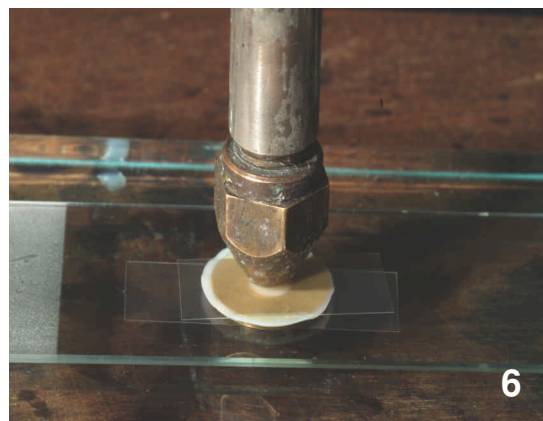
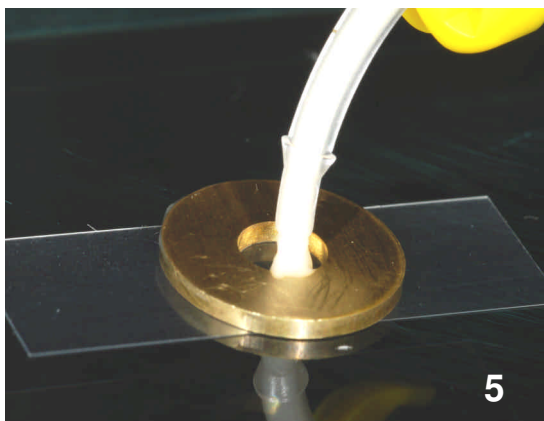
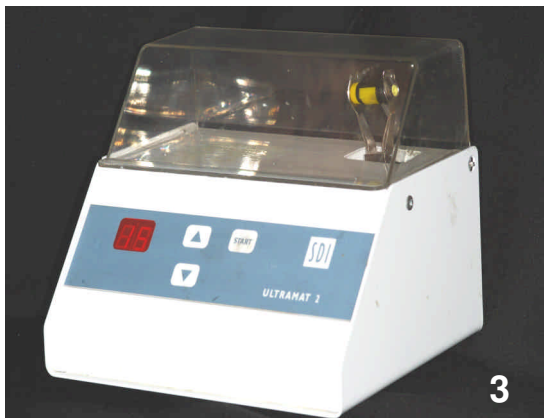
Para confecção das amostras foram utilizadas matrizes metálicas circulares, com paredes internas sem retenção, nas seguintes dimensões: base maior 4,25mm, base menor 4,20mm e altura 1mm. Nessa espessura existiria menor diferença de dureza entre base e topo da amostra (Sinhoreti *et al.*, 2007).

Para manipulação do cimento resinoso RelyX UNICEM (3M ESPE) seguiu-se as recomendações do fabricante. A cápsula (Figura1) foi posicionada no dispositivo Maxicap[®] por 2 segundos, para rompimento da membrana que separa o pó do líquido (Figura 2).



Figuras: 1- Cápsula do cimento resinoso RelyX Unicem. 2- Cápsula de RelyX Unicem posicionada no ativador Maxicap[®].

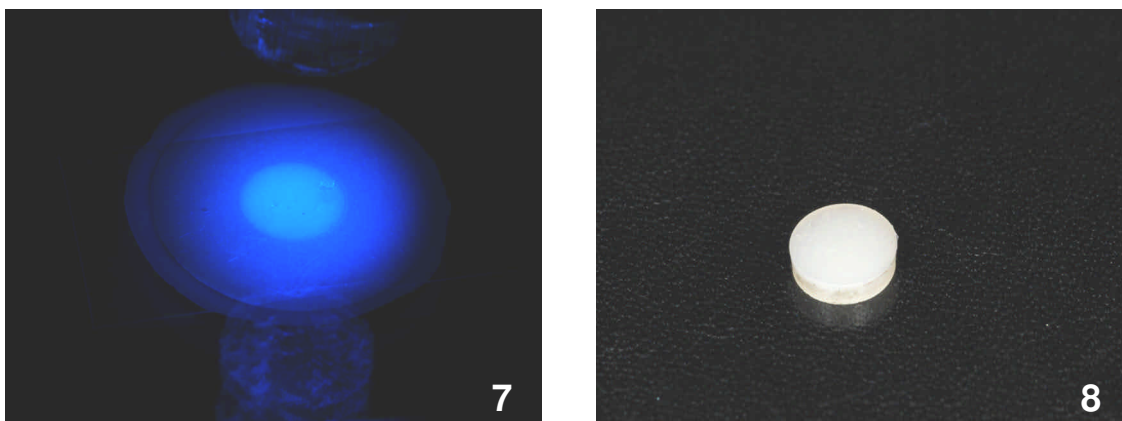
A seguir, a cápsula foi colocada no amalgamador mecânico (Ultramat2 SDI) e agitada por 15 segundos (Figura 3), e então, posicionada no dispensador (Aplicap[®]) para preenchimento da matriz, que estava sobre uma placa de vidro (Figuras 4 e 5), interposta por uma tira de poliéster. Depois de inserido, outra tira de poliéster foi colocada sobre o cimento resinoso e sobre esta uma lâmina de vidro. O conjunto foi posicionado num dispositivo sob pressão constante de 0,2 kgf exercida sobre a amostra (Figura 6), durante 2 minutos, para melhorar o escoamento do material e reduzir a formação de bolhas na superfície da amostra.



Figuras: 3- Câpsula do RelyX Unicem posicionada no amalgamador mecânico. 4- Matriz metálica posicionada. 5- Aplicação de RelyX Unicem na matriz. 6- Pressão exercida sobre amostra.

Em seguida, as amostras foram submetidas aos seguintes modos de fotoativação:

- Grupo 1 (Controle) – Somente ativação química.
- Grupo 2 – Fotoativação realizada diretamente sobre o cimento por 60 segundos.
- Grupo 3 – Fotoativação por 60 segundos através de um disco de cerâmica IPS Empress Esthetic, cor ETC2, com 2mm de espessura por 7mm diâmetro (Pazin *et al.*, 2008).



Figuras: 7- Fotoativação da amostra. **8-** Aparência final da amostra.

As amostras do Grupo 1 não foram removidas da matriz metálica, pois a remoção não era possível devido à consistência do material não polimerizado completamente. Para o teste de dureza, o conjunto matriz-amostra foi armazenado em estufa imerso em água a 37°C e para o teste de sorção e solubilidade a armazenagem foi nas mesmas condições, porém, a seco.

A fotoativação das amostras (Figura 7) dos demais grupos foi realizada com aparelho de lâmpada halógena XL2500 (3M ESPE). A mensuração da irradiância foi realizada com medidor de potência (Ophir Optronics Ltda., Jerusalém, Israel), com valor de 935mW/cm² para o grupo 2 e de 510,42mW/cm² para o grupo 3. Após a fotoativação, as amostras permaneceram por 7 minutos nas matrizes, totalizando 10 minutos desde o início da manipulação (Figura 8).

4.2 Ensaio de dureza Knoop:

Depois da remoção da matriz, as amostras (n=10, Quadro 2) foram armazenadas individualmente em frascos Eppendorf contendo 1,5 ml de água destilada e mantidos em estufa a 37°C por 50 minutos. Depois da armazenagem, as amostras foram levadas ao durômetro Shimadzu (modelo HMV-2, Japão), nas quais foram realizadas cinco penetrações Knoop com carga de 50 gramas por 10 segundos, uma no centro da amostra e as demais próximas da borda, em pontos

diametralmente opostos (Figura 9). As amostras foram levadas de volta à estufa sob as mesmas condições de armazenagem, até serem novamente submetidas ao teste de dureza, nos períodos de 24, 48 e 72 horas.

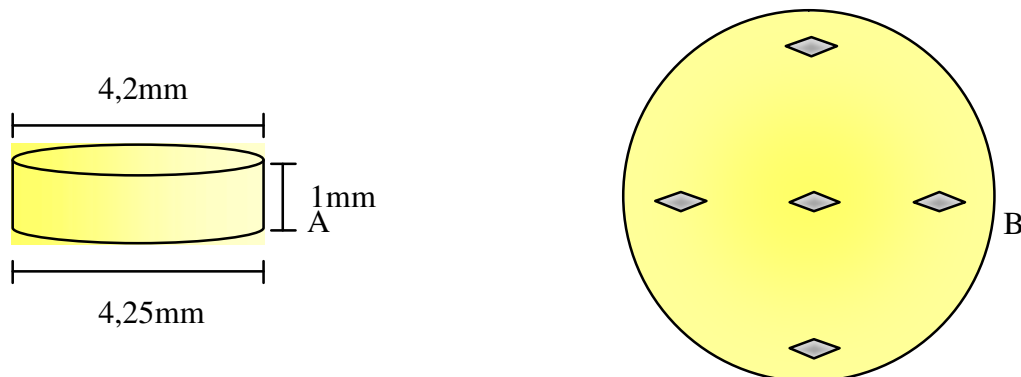


Figura 9- **A:** Dimensões da amostra; **B:** Ilustração esquemática dos locais das penetrações.

4.3 Teste de sorção/solubilidade

Para obtenção dos valores de sorção e solubilidade ($n=8$, Quadro 3), as amostras foram separadas de acordo com o modo de ativação e o tempo de armazenagem. Enquanto aguardava a pesagem inicial, as amostras foram armazenadas em frascos Eppendorf, em estufa a 37°C por 1 hora, 24, 48 ou 72 horas.

Todas as pesagens foram realizadas em balança analítica Analytical Plus (Ohaus® Corporation, Florham Park, Suíça), com precisão de um centésimo de milésimo de grama. Após a pesagem inicial ($m1$), as amostras foram imersas em 1,5ml de água destilada e armazenadas em estufa a 37°C por 7 dias. Após esse período, as amostras foram pesadas novamente ($m2$), para estabelecer a sorção de água. Para isso, depois de retiradas da água, o excesso de água foi removido com papel absorvente e o peso anotado. Depois da pesagem, as amostras foram levadas ao dessecador contendo sílica gel, em estufa a 37°C durante 7 dias, para eliminação da água absorvida. Decorridos 7 dias as amostras foram pesadas diariamente até se obter massa constante ($m3$). Os diâmetros maior e menor e a

espessura das amostras foram mensurados em quatro pontos usando paquímetro digital (Mitutoyo Corp., Tóquio, Japão), sendo esses valores utilizados para se obter o volume (V) de cada amostra em mm^3 e calcular as taxas de sorção (S_o) e solubilidade (S_{ol}), na seguinte fórmula:

$$S_o = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

$$S_{ol} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

onde m_1 é a massa da amostra em μg antes da imersão em água destilada, m_2 é a massa da amostra em μg após a imersão em água destilada durante 7 dias, m_3 é a massa da amostra em μg após ser condicionada em dessecador com sílica gel por 7 dias e V o volume das amostras em mm^3 (Archegas *et al.*, 2008).

Quadro 2: Grupos para ensaio de Dureza.

Dureza		
Direta (n=10)	Indireta (n=10)	Sem luz (n=10)
1 hora	1 hora	1 hora
24 horas	24 horas	24 horas
48 horas	48 horas	48 horas
72 horas	72 horas	72 horas

Quadro 3: Grupos para teste de sorção e solubilidade.

Sorção/Solubilidade		
Direta	Indireta	Sem luz
1 hora (n=8)	1 hora (n=8)	1 hora (n=8)
24 horas (n=8)	24 horas (n=8)	24 horas (n=8)
48 horas (n=8)	48 horas (n=8)	48 horas (n=8)
72 horas (n=8)	72 horas (n=8)	72 horas (n=8)

4.4 Análise estatística

Os dados foram submetidos à análise de variância de dois fatores e as médias analisadas pelo teste de Tukey para dureza e de Bonferroni para sorção e solubilidade, ambos com significância de 5%. Os fatores considerados foram modos de ativação e tempo de armazenagem após fotoativação.

5. RESULTADOS

5.1 Sorção e Solubilidade

De acordo com a análise de variância (Tabela1), no teste de sorção o fator tempo não apresentou diferença significativa ($p=0,181$). O fator tipo de ativação apresentou diferença estatisticamente significativa ($p=0,000$) e a interação entre eles também foi significativa ($p=0,019$).

Tabela 1: Análise de Variância de dois fatores para sorção.

Variação	GL	SQ	QM	F	P
Ativação	1041,135	2	520,568	32,759	,000
Tempo	79,279	3	26,426	1,663	,181
Ativação*Tempo	257,705	6	42,951	2,703	,019
Resíduo	1318,932	83	15,891		
Total	113827,010	95			

O teste de Bonferroni foi aplicado com nível de significância de 5% e os valores médios e desvios-padrão de sorção e solubilidade estão apresentados nas Tabelas 2 e 4 e ilustrados nas Figuras 10 e 11, respectivamente.

Conforme os resultados de sorção de água, a Tabela 2 e a Figura 10 mostram que os grupos com fotoativação indireta (através da cerâmica) e direta não apresentaram diferença estatisticamente significativa, em todos os tempos. Os grupos sem ativação por luz apresentaram os maiores valores de sorção de água, sendo estatisticamente diferentes dos grupos fotoativados, com exceção do período de 48 horas. Na comparação entre tempos, os valores para todos os grupos não apresentaram diferença estatística, com exceção do período de 48 horas, para o grupo sem a presença de luz.

Tabela 2: Valores médios de sorção de água ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) do cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem submetido a diferentes tipos de ativação, considerando o fator tempo.

Tipo de ativação	Tempo			
	1h	24h	48h	72 h
Cerâmica	30,38 (1,93) aA	30,17 (1,17) aA	32,64 (1,14) aA	31,99 (1,43) aA
Direta	33,96 (1,05) aA	32,59 (2,18) aA	33,04 (0,45) aA	29,71 (1,19) aA
Sem luz	40,70 (2,87) aB	40,32 (4,94) aB	35,08 (6,57) bA	38,12 (9,85) aB

Médias seguidas por letras minúsculas iguais em linha e maiúsculas iguais em cada coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Bonferroni (5%).

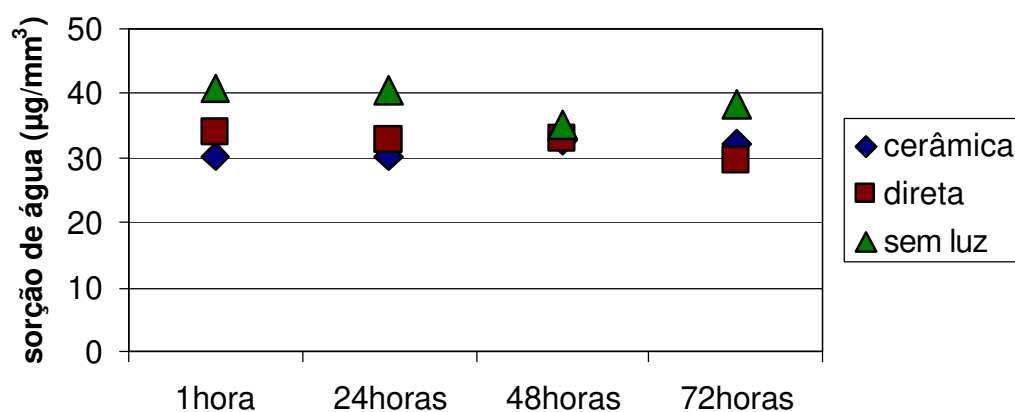


Figura 10: Ilustração gráfica dos valores médios de sorção de água do cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem submetido a diferentes tipos de ativação, considerando o fator tempo.

No teste de solubilidade, de acordo com a análise de variância (Tabela 3), pode-se observar que os fatores ativação e tempo não apresentaram diferença estatisticamente significativa ($p=0,8$ e $p=0,88$, respectivamente). Já a interação entre estes dois fatores, demonstrou diferença estatística de acordo com o teste realizado ($p=0,003$).

Tabela 3: Análise de Variância de dois fatores para solubilidade.

Variação	GL	SQ	QM	F	P
Ativação	43,329	2	21,664	2,605	,080
Tempo	56,366	3	18,789	2,259	,088
Ativação*Tempo	179,084	6	29,847	3,589	,003
Resíduo	640,356	77	8,316		
Total	953,030	89			

A Tabela 4 e a Figura 11 mostram valores de solubilidade sem diferença estatística significativa quando os tipos de ativação foram comparados, exceto para o grupo com ativação química no tempo de 1 hora, com maior valor. Para a comparação entre tempos, os valores para os grupos de fotoativação indireta e direta não diferiram estatisticamente. No grupo com ativação química, a diferença estatística ocorreu entre 1 hora e os períodos de 48 e 72 horas, ambos com os menores valores.

Tabela 4: Valores médios de solubilidade ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) do cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem submetido a diferentes tipos de ativação considerando o fator tempo.

Tipo de ativação	Tempo			
	1h	24h	48h	72 h
Cerâmica	-1,29 (2,02) aA	-1,75 (2,20) aA	-0,23 (1,15) aA	-3,12 (1,98) aA
Direta	-1,14 (1,66) aA	-0,66 (1,04) aA	-1,62 (1,65) aA	-0,79 (1,64) aA
Sem luz	4,14 (3,97) aB	0,78 (5,98) abA	-2,94 (4,11) bA	-0,71 (3,36) bA

Médias seguidas por letras minúsculas iguais em linha e maiúsculas iguais na em cada coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Bonferroni (5%).

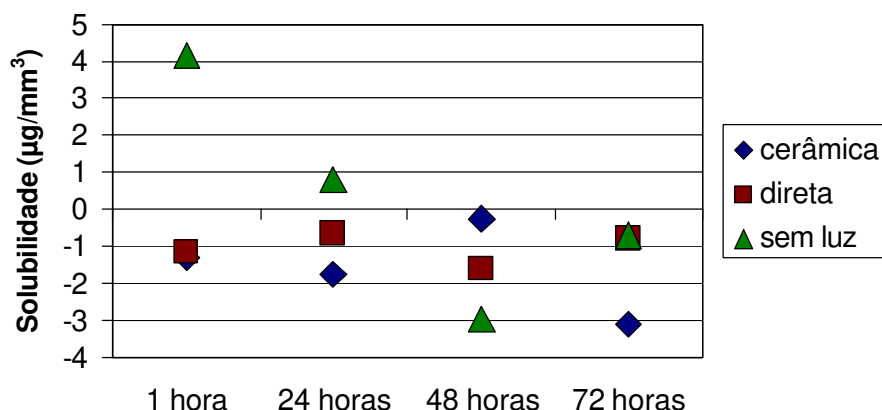


Figura 11: Ilustração gráfica dos valores médios de solubilidade do cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem submetido a diferentes tipos de ativação considerando o fator tempo.

5.2 Dureza

Tabela 5: Análise de Variância de dois fatores (medidas repetidas) para dureza.

Variação	GL	SQ	QM	F	P
Ativação	2	6609,331	3304,666	80,147	<0,001
Tempo	3	296,609	98,870	23,391	<0,001
Ativação*Tempo	6	130,205	21,701	4,565	<0,001
Resíduo	54	256,698	4,754		
Total	119	8421,664	70,770		

Os valores obtidos no teste de dureza foram submetidos à análise de dois fatores de medidas repetidas (Tabela 5) e ao teste de Tukey ($p < 0,05$). De acordo com a análise de variância os fatores tempo e ativação, bem como a interação entre eles foram estatisticamente significantes ($p < 0,05$). Considerando o fator ativação, o grupo quimicamente ativado apresentou os menores valores de dureza, quando comparado aos grupos com ativação direta e indireta, os quais apresentaram valores superiores e estatisticamente semelhantes entre si, respectivamente, para todos os períodos de armazenagem (Tabela 6).

Analisando o fator tempo, para o grupo com fotoativação direta os valores não apresentaram diferença estatisticamente significativa. No grupo de ativação através da cerâmica, apenas no tempo de 1 hora foi observado valor menor de dureza, seguido de valores maiores e estatisticamente similares nos demais períodos. Porém foi possível observar que à medida que o tempo de armazenagem aumentou, os valores de dureza também aumentaram, mostrando que a polimerização se processou até o período de 72 horas. As médias bem como as diferenças entre elas estão expressas na Tabela 6 e Figura 12.

Tabela 6: Valores médios e desvio-padrão da dureza Knoop (KHN) do cimento resinoso RelyX Unicem nos diferentes tipos de ativação em relação ao tempo de armazenamento.

Tipo de ativação	Tempo			
	1h	24h	48h	72 h
Cerâmica	29,58 (3,0) bA	35,33 (4,0) aA	35,34 (3,9) aA	36,62 (4,7) aA
Direta	32,46 (4,8) aA	34,14 (4,4) aA	33,76 (3,8) aA	33,07 (3,5) aA
Sem luz	15,61 (2,6) cB	17,56 (2,4) bcB	19,01 (2,1) abB	20,08 (2,3) aB

Médias seguidas por letras diferentes, maiúsculas na coluna e minúsculas na linha, indicam diferenças significativas pelo teste de Tukey (5%).

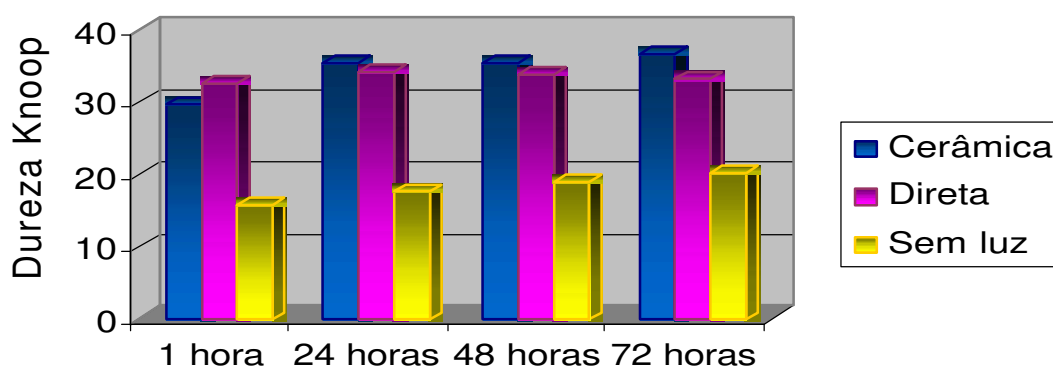


Figura 12: Ilustração gráfica dos valores médios da dureza Knoop (KHN) para os tempos de armazenagem de 1 hora, 24, 48 e 72 horas em cada condição de ativação.

6. DISCUSSÃO

A qualidade e a longevidade das restaurações indiretas estão relacionadas à técnica de condicionamento do substrato dentário, ao cimento escolhido, à técnica de cimentação e ao modo de polimerização do cimento resinoso (Burrow *et al.*, 1996, Asmussen & Peutzfeld, 2006).

As restaurações cerâmicas e em resina são cimentadas por meio da associação de adesivos e cimento resinoso. A taxa de polimerização influencia diretamente na qualidade do polímero formado e isso pode ser verificado por meio da análise das propriedades dos materiais, como dureza, grau de conversão, sorção e solubilidade (Ferracane, 1985, Rueggeberg & Craig, 1988). Assim, este estudo avaliou a influência do modo de ativação sobre a dureza, sorção e solubilidade do cimento auto-adesivo RelyX Unicem.

A sorção de água e a solubilidade têm impacto significativo no comportamento clínico dos materiais poliméricos (Janda *et al.*, 2007). A armazenagem em água pode resultar em degradação hidrolítica dos componentes químicos dos cimentos. Em geral, a penetração da água pode ocorrer devido a dois motivos: pela teoria volumétrica livre (*free volumetric theory*), na qual a água se difunde através de microbolhas, sem nenhuma relação com as moléculas polares do material; ou pela teoria da interação (*interaction theory*), na qual a água se difunde pelo material se ligando aos grupos hidrófilos (Gerdolle *et al.*, 2008; Mortier *et al.*, 2004).

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

Neste estudo não houve diferença nos valores de sorção entre os grupos fotoativados, em todos os períodos de armazenagem. O fabricante informa no perfil técnico (3M-ESPE, 2002) que depois da manipulação, o cimento apresenta característica hidrófila e automaticamente muda da característica hidrófila para hidrófoba com o desenvolvimento da polimerização. Esse comportamento não foi observado no presente estudo, considerando que a sorção de água nos diferentes tempos de armazenagem não diferiu entre si, nem mesmo entre os tempos de 1 hora e 72 horas após a manipulação.

Na comparação entre os diferentes modos de ativação, quando a luz foi aplicada diretamente ou através de um disco de cerâmica, o cimento apresentou menores valores de sorção de água, quando comparado aos grupos ativados quimicamente, exceto o grupo de 48 horas. Isso mostra que mesmo com a ativação química adicional, a luz ainda desempenha papel importante na polimerização do cimento. A atenuação da luz causada pelo disco de cerâmica na ativação indireta não influenciou os valores de sorção da água pelo cimento RelyX Unicem. A atenuação da luz foi mencionada em outro estudo relacionado com a dureza (Soares *et al.*, 2006); entretanto, poucas avaliações foram feitas sobre a influência da ativação por luz através de materiais restauradores indiretos sobre a sorção de água pelos cimentos resinosos. Por analogia, os resultados deste estudo concordam com dados da literatura, nos quais a sorção de água não sofre influência da espessura da resina composta (Rueggeberg & Craig, 1988).

A recomendação ISO 4049 estabelece que as amostras sejam secas até alcançar massa constante dentro de um período aproximado de duas a três semanas, antes de ser imersa em água. Entretanto, o lixiviamento resultante pouco tempo depois da irradiação das amostras parece ser relevante sob condições clínicas, uma vez que a armazenagem das amostras a 37°C por apenas uma hora poderia reduzir significativamente a liberação de monômeros (Hofmann *et al.*, 2002).

No grupo ativado quimicamente, apenas as amostras imersas 48 horas depois da confecção apresentaram menor valor de sorção de água. Esse

resultado pode ter ocorrido em função da condição de polimerização em que se encontravam as amostras. Possivelmente, a água presente no cimento durante a reação e responsável pela ionização do monômero pode não ter sido totalmente eliminada antes de a reação terminar, evitando que maior quantidade de água da armazenagem penetrasse no cimento. Quando as amostras foram imersas 72 horas após a manipulação (tempo que a 3M/ESPE sugere como suficiente para completar a reação), elas estavam em melhores condições de polimerização, o que, provavelmente acarretou maior absorção de água devido a menor quantidade de componentes que poderia ser lixiviada antes da absorção de água.

O tempo de armazenagem influenciou significativamente os resultados de solubilidade nos grupos com ativação química apenas nos períodos de 1 hora e 24 horas (Tabela 3). Isso possivelmente ocorreu devido ao processamento da polimerização. O fator principal na solubilidade dos materiais à base de resina parece ser a taxa de conversão monomérica. O monômero residual se solubiliza mais facilmente no meio quando a taxa de polimerização é mais baixa (Gerdolle *et al.*, 2008). Nos grupos ativados quimicamente, nos tempos de 48 e 72 horas, o cimento resinoso mostrou significativa diminuição da solubilidade, alcançando valores negativos. No estágio mais avançado da polimerização, provavelmente ocorreu redução na lixiviação dos componentes, tais como monômeros residuais e fotoiniciador não reagido (Ferracane, 2006), havendo absorção de componentes do meio (Martin *et al.*, 2003).

Estudos mostrados na literatura também apresentaram valores negativos de solubilidade durante a armazenagem em água (Archegas *et al.*, 2008; Martin *et al.*, 2003). Esses estudos justificam o ganho de massa em função do tipo de carga presente no compósito ou impurezas presentes no meio. Já nos grupos que receberam fotoativação, a solubilidade não diferiu estatisticamente entre todos os tempos, também com valores negativos. O maior grau de conversão inicial do cimento devido à fotoativação pode ter contribuído de forma relevante para a obtenção de valores negativos de solubilidade nos grupos fotoativados, principalmente 1 hora depois da manipulação.

Quando o modo de ativação foi comparado, observa-se diferença estatisticamente significativa somente no tempo de 1 hora, sendo que o grupo ativado quimicamente apresentou maior valor de solubilidade, e os demais grupos não diferiram estatisticamente. Possivelmente, devido o tempo insuficiente para a completa polimerização pela ativação química, grande perda de massa foi verificada quando comparada com os demais grupos fotoativados, em qualquer tempo. A incompleta polimerização resulta no aumento da solubilidade devido a menor conversão de monômeros em polímeros, pois o baixo grau de conversão resultaria em maior quantidade de monômeros residuais, disponíveis à lixiviação (Toledano *et al.*, 2003; Pearson & Longman 1989).

Vários estudos sobre sorção e solubilidade de materiais à base de resina têm sido publicados (Fan *et al.*, 1985, Mortier *et al.*, 2004, Gerdolle *et al.*, 2008); entretanto, é difícil correlacionar esses resultados, pois geralmente ocorrem diferenças metodológicas, como tamanho das amostras, material utilizado e períodos de armazenagem (Toledano *et al.*, 2003).

Estudos prévios afirmam que a dureza pode ser utilizada como parâmetro para determinar o grau de conversão de compósitos odontológicos (Ferracane, 1985, Rueggeberg & Craig, 1988, Braga *et al.*, 2002). Assim, este estudo verificou a influência do tipo de ativação sobre a dureza do cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem, em diferentes tempos após ativação. Para o grupo submetido à fotoativação através do disco cerâmico, o valor médio de dureza após uma hora do início da manipulação foi inferior aos demais tempos, diferindo estatisticamente (Tabela 4). Esses resultados estão de acordo com estudos que mostram que o agente de cimentação necessita de um período de 24 horas para alcançar a máxima polimerização (Darr & Jacobsen, 1995). Foi observado aumento nos valores de dureza em função do tempo após fotoativação e esse aumento gradual da dureza reflete suficiente polimerização da matriz resinosa, devido à continuada formação de ligações cruzadas e ligações covalentes entre os grupamentos metacrilatos após a fotoativação inicial (Meng *et al.*, 2006).

No grupo com fotoativação direta, observa-se que os valores de dureza Knoop não diferiram estatisticamente entre os tempos. Possivelmente a exposição à luz causou rápido aumento na conversão do cimento, resultando em cimento altamente rígido. Esse rápido aumento na consistência impediria a migração dos radicais responsáveis pela indução da polimerização química tardia (Rueggeberg & Caughman, 1993.; Meng *et al.*, 2008.).

No grupo ativado quimicamente, as mensurações de 1 hora e 24 horas apresentaram menores valores de dureza. Em 72 horas, as amostras alcançaram maior valor de dureza, apresentando diferença estatística com àquelas de 1 hora e 24 horas depois da manipulação. Esse aumento nos valores de dureza foi ocasionado pela evolução da reação química que, neste estudo, mostrou-se de forma contínua, em todos os tempos avaliados.

O cimento resinoso RelyX Unicem possui procedimento de aplicação simplificado, quando comparado aos demais cimentos resinosos, apresentando também duas formas de ativação. A polimerização por radicais livres é iniciada pela exposição à luz visível ou por mecanismo de oxi-redução (3M ESPE, 2002). Quando o RelyX Unicem foi ativado quimicamente, o valor médio de dureza foi inferior e estatisticamente diferente em relação aos demais grupos, independente dos tempos de mensuração da dureza (Tabela 4).

Trabalhos anteriores têm mostrado que a associação das ativações química e por luz melhora os valores de dureza dos cimentos resinosos, provavelmente, devido o aumento da taxa de conversão monomérica (Linden *et al.*, 1991, Kramer *et al.*, 2000, Braga *et al.*, 2002). Os cimentos de ativação dupla podem ter importante vantagem considerando que os iniciadores químicos complementariam a fotoativação deficiente do cimento resinoso em regiões com ausência de luz (Kramer *et al.*, 2000). Baseado em relatos de estudos anteriores, nos quais a fotoativação do cimento por ativação dupla produziu maiores valores no grau de conversão em comparação com o mesmo cimento somente ativado pelo modo químico (Rueggeberg & Caughman, 1993; Peutzfeldt, 1995; el-Mowafy *et al.*,

1999), pode-se afirmar que a fotoativação do cimento de ativação dupla deveria sempre ser recomendada.

Hasegawa *et al.* (1991) afirmaram que a transmissão de luz através das restaurações indiretas é um fator limitador da ativação do cimento resinoso. Apesar da interposição do disco cerâmico com 2,0mm de espessura ter diminuído a intensidade de luz que chega ao cimento, este estudo mostra que não houve influência estatisticamente significativa pela interposição do disco cerâmico, quando os grupos fotoativados foram considerados. Este resultado está de acordo com trabalho anterior, no qual não foi verificada influência significativa na dureza do cimento quando fotoativado através de discos cerâmicos de 2mm (Soares *et al.*, 2006). Segundo outros autores, este fato pode ser devido à composição da cerâmica (Uctasli *et al.*, 1994, Rasetto *et al.*, 2004), da cor e espessura do disco cerâmico (Chan & Boyer, 1989, Cardash *et al.*, 1993), condições que no presente estudo não foram suficientes para promover atenuação significativa na transmissão de luz.

A norma ISO 4049 para materiais poliméricos não indica intensidade mínima para fotoativação e recomenda que sejam seguidas as instruções do fabricante do material. Neste trabalho, a intensidade de luz emitida pelo aparelho foi superior ao valor mínimo de 400mW/cm^2 recomendado por estudo anterior (Rueggeberg *et al.*, 1994). Para a fotoativação indireta é sugerido utilizar aparelhos com alta intensidade, aumentado o tempo de exposição recomendado pelo fabricante do aparelho com o propósito de atingir valores de dureza similares àqueles obtidos com a fotoativação direta (Warren, 1990). Entretanto, diferentemente dos resultados encontrados na literatura, neste estudo os grupos fotoativados não diferiram estatisticamente, mesmo sendo fotoativados por igual tempo.

Segundo a literatura, o método de análise por espectroscopia FTIR (Espectroscopia Infravermelha Transformada por Fourier) demonstra que o cimento RelyX Unicem, quando polimerizado apenas pelo modo químico, apresentava redução do grau de conversão quando comparado à fotoativação

(Tezvergil-Mutluay *et al.*, 2007). Com base nessa informação, é possível explicar os baixos valores de dureza do RelyX Unicem no presente estudo. Apesar de o valor médio de dureza ser estatisticamente inferior aos grupos fotoativados, o cimento resinoso ativado quimicamente mostrou aumento no valor de dureza com o aumento do tempo de armazenamento. Essa diferença estatisticamente significativa demonstrou que a ativação química foi, em parte, efetiva porque apesar de não se equiparar aos valores de dureza obtidos pela fotoativação, promoveu aumento da dureza.

Os resultados deste estudo mostram que o cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem não apresenta valores satisfatórios de dureza, sorção e solubilidade, em diferentes modos de ativação, o que, por analogia, poderia comprometer o uso em algumas situações na prática clínica.

7. CONCLUSÃO

Com base nos resultados analisados e discutidos as seguintes conclusões podem ser emitidas:

1. A interposição da fotoativação por um disco cerâmico de 2mm de espessura não influenciou negativamente a sorção, solubilidade e dureza do cimento resinoso RelyX Unicem.

2. Os valores de sorção de água dos grupos fotoativados foram estatisticamente menores que os obtidos nos grupos com ativação química, exceto no tempo de 48 horas.

3. Quando a solubilidade foi analisada, o grupo com ativação química no tempo de 1 hora obteve maior valor que os demais grupos, em todos os tempos e modos de ativação.

4. A ativação química foi insuficiente para que o cimento alcançasse valores de dureza, sorção e solubilidade similares ao da fotoativação.

REFERENCIAS

1. Antunes, ANG. Efeito do tratamento de superfície e armazenamento na resistência de união entre resina composta indireta e cimento auto-adesivo. [dissertação]. Piracicaba: UNICAMP/FOP; 2007.
2. Archegas LR, Caldas DB, Rached RN, Vieira S, Souza EM (2008). Sorption and solubility of composites cured with quartz-tungsten halogen and light emitting diode light-curing units. *J Contemp Dent Pract* 9(2):73-80.
3. Arrais CA, Rueggeberg FA, Waller JL, de Goes MF, Giannini M (2008). Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems. *J Dent* 36(6):418-26.
4. Attar N, Tam LE, McComb D (2003). Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. *J Prosthet Dent* 89(2):127-34.
5. Blackman R, Barghi N, Duke E (1990). Influence of ceramic thickness on the polymerization of light-cured resin cement. *J Prosthet Dent* 63(3):295-300.
6. Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC (2002). Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *J Oral Rehabil* 29(3):257-62.
7. Burke FJ (2005). Trends in indirect dentistry: 3. Luting materials. *Dent Update* 32(5):251-4, 257-8, 260.
8. Burrow MF, Nikaido T, Satoh M, Tagami J (1996). Early bonding of resin cements to dentin--effect of bonding environment. *Oper Dent* 21(5):196-202.

9. Cardash HS, Baharav H, Pilo R, Ben-Amar A (1993). The effect of porcelain color on the hardness of luting composite resin cement. *J Prosthet Dent* 69(6):620-3.
10. Chan KC, Boyer DB (1989). Curing light-activated composite cement through porcelain. *J Dent Res* 68(3):476-80.
11. Darr AH, Jacobsen PH (1995). Conversion of dual cure luting cements. *J Oral Rehabil* 22(1):43-7.
12. De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2004). Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater* 20(10):963-71.
13. Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR (1999). Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 81(2):135-41.
14. el-Badrawy WA, el-Mowafy OM (1995). Chemical versus dual curing of resin inlay cements. *J Prosthet Dent* 73(6):515-24.
15. el-Mowafy OM, Rubo MH, el-Badrawy WA (1999). Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent* 24(1):38-44.
16. El-Mowafy OM, Rubo MH (2000). Influence of composite inlay/onlay thickness on hardening of dual-cured resin cements. *J Can Dent Assoc* 66(3):147.
17. Fan PL, Edahl A, Leung RL, Stanford JW (1985). Alternative interpretations of water sorption values of composite resins. *J Dent Res* 64(1):78-80.

- 18.Ferracane JL (1985). Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1(1):11-4.
- 19.Ferracane JL (2006). Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 22(3):211-22.
- 20.Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A (2000). Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 25(4):324-30.
- 21.Gerdolle DA, Mortier E, Jacquot B, Panighi MM (2008). Water sorption and water solubility of current luting cements: an in vitro study. *Quintessence Int* 39(3):e107-14.
- 22.Gerth HU, Dammaschke T, Zuchner H, Schafer E (2006). Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites--a comparative study. *Dent Mater* 22(10):934-41.
- 23.Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B (2001). Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil* 28(11):1022-8.
- 24.Hofmann N, Renner J, Hugo B, Klaiber B (2002). Elution of leachable components from resin composites after plasma arc vs standard or soft-start halogen light irradiation. *J Dent* 30(5-6):223-32.
- 25.ISO 4049-3: 2000. Dentistry - Polymer-based filling, restorative and luting materials.

- 26.Janda R, Roulet JF, Latta M, Ruttermann S (2007). Water sorption and solubility of contemporary resin-based filling materials. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 82(2):545-51.
- 27.Jung H, Friedl KH, Hiller KA, Furch H, Bernhart S, Schmalz G (2006). Polymerization efficiency of different photocuring units through ceramic discs. *Oper Dent* 31(1):68-77.
- 28.Knobloch LA, Kerby RE, McMillen K, Clelland N (2000). Solubility and sorption of resin-based luting cements. *Oper Dent* 25(5):434-40.
- 29.Kramer N, Lohbauer U, Frankenberger R (2000). Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent* 13(Spec No):60D-76D.
- 30.Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK (2004). A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. *Int J Prosthodont* 17(3):357-63.
- 31.Kuybulu FI, Gemalmaz D, Pameijer CH, Yarat A, Alcan T (2007). Erosion of luting cements exposed to acidic buffer solutions. *Int J Prosthodont* 20(5):494-5.
- 32.Linden JJ, Swift EJ, Jr., Boyer DB, Davis BK (1991). Photo-activation of resin cements through porcelain veneers. *J Dent Res* 70(2):154-7.
- 33.Martin N, Jedynakiewicz NM, Fisher AC (2003). Hygroscopic expansion and solubility of composite restorative. *Dent Mat* 19: 77-86.

34. Meng X, Yoshida K, Atsuta M (2006). Hardness development of dual-cured resin cements through different thicknesses of ceramics. *Dent Mater J* 25(1):132-7.
35. Meng X, Yoshida K, Atsuta M (2008). Influence of ceramic thickness on mechanical properties and polymer structure of dual-cured resin luting agents. *Dent Mater* 24(5):594-9.
36. Moraes RR. Influência da adição de Bis-EMA sobre propriedades físicas e mecânicas de cimentos resinosos experimentais baseados em Bis-GMA e TEGDMA. [dissertação]. Piracicaba: UNICAMP/FOP; 2007.
37. Mortier E, Gerdolle DA, Jacquot B, Panighi MM (2004). Importance of water sorption and solubility studies for couple bonding agent--resin-based filling material. *Oper Dent* 29(6):669-76.
38. Mortier E, Gerdolle DA, Dahoun A, Panighi MM (2005). Influence of initial water content on the subsequent water sorption and solubility behavior in restorative polymers. *Am J Dent* 18(3):177-81.
39. Pearson GJ, Longman CM (1989). Water sorption and solubility of resin-based materials following inadequate polymerization by a visible-light curing system. *J Oral Rehabil* 16(1):57-61.
40. Peutzfeldt A (1995). Dual-cure resin cements: in vitro wear and effect of quantity of remaining double bonds, filler volume, and light curing. *Acta Odontol Scand* 53(1):29-34.

41. Rasetto FH, Driscoll CF, Prestipino V, Masri R, von Fraunhofer JA (2004). Light transmission through all-ceramic dental materials: a pilot study. *J Prosthet Dent* 91(5):441-6.
42. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ (1998). Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent* 80(3):280-301.
43. Rueggeberg FA, Craig RG (1988). Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res* 67(6):932-7.
44. Rueggeberg FA, Caughman WF (1993). The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. *Oper Dent* 18(2):48-55.
45. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW, Jr. (1994). Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent* 19(1):26-32.
46. Rueggeberg FA (2002). From vulcanite to vinyl, a history of resins in restorative dentistry. *J Prosthet Dent* 87(4):364-79.
47. Sinhoreti MAC, Manetta IP, Tango RN, Iriyama NT, Consani RLX, Correr-Sobrinho L (2007). Effect of light-curing methods on resin cement Knoop hardness at different depths. *Braz Dent J* 18(4):305-308.
48. Soares CJ, da Silva NR, Fonseca RB (2006). Influence of the feldspathic ceramic thickness and shade on the microhardness of dual resin cement. *Oper Dent* 31(3):384-9.

49. Tango RN. Efeito dos métodos de fotoativação e dos materiais para facetas indiretas na dureza knoop de cimentos resinosos [dissertação]. Piracicaba: UNICAMP/FOP 2005.
50. Tango RN, Sinhorette MA, Correr AB, Correr-Sobrinho L, Henriques GE (2007). Effect of light-curing method and cement activation mode on resin cement knoop hardness. *J Prosthodont* 16(6):480-4.
51. Tezvergil-Mutluay A, Lassila LV, Vallittu PK (2007). Degree of conversion of dual-cure luting resins light-polymerized through various materials. *Acta Odontol Scand* 65(4):201-5.
52. Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, Garcia-Godoy F (2003). Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials. *J Dent* 31(1):43-50.
53. Uctasli S, Hasanreisoglu U, Wilson HJ (1994). The attenuation of radiation by porcelain and its effect on polymerization of resin cements. *J Oral Rehabil* 21(5):565-75.
54. Vaz, RR. Resistência e morfologia da união de cimentos resinosos dual, auto polimerizável e auto-adesivo à dentina. [tese]. Piracicaba: UNICAMP/FOP; 2008.
55. Warren K (1990). An investigation into the microhardness of a light cured composite when cured through varying thicknesses of porcelain. *J Oral Rehabil* 17(4):327-34.

56. Yoshida K, Tsuo Y, Meng X, Atsuta M (2007). Mechanical properties of dual-cured resin luting agents for ceramic restoration. *J Prosthodont* 16(5):370-6.