



FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS



MARINA DI FRANCESCANTONIO
Cirurgiã-dentista

**EFEITO DA VISCOSIDADE E MODO DE ATIVAÇÃO NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA, GRAU DE CONVERSÃO E
RESISTÊNCIA FLEXURAL BIAxIAL DE CIMENTOS
RESINOSOS DUAIS**

Dissertação apresentada à Faculdade Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título de Mestre em Clínica Odontológica - Área de Concentração em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Giannini

Piracicaba
2009

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**
Bibliotecária: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

D568e	<p>Di Francescantonio, Marina. Efeito da viscosidade e modo de ativação na resistência de união à dentina, grau de conversão e resistência flexural biaxial de cimentos resinosos duais. / Marina Di Francescantonio. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2009.</p> <p>Orientador: Marcelo Giannini. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p>1. Cimentos de resina. 2. Cimentação. 3. Materiais dentários. I. Giannini, Marcelo. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.</p> <p>(mg/fop)</p>
-------	--

Título em Inglês: Effect of viscosity and activation mode on the bond strength to dentin, conversion degree and biaxial flexure strength and modulus of dual resin cements

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

Área de Concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca Examinadora: Marcelo Giannini, Roberto Ruggiero Braga, Mário Alexandre Coelho

Sinhoreti

Data da Defesa: 17-02-2009

Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica



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 17 de Fevereiro de 2009, considerou a candidata MARINA DI FRANCESCANTONIO aprovada.



PROF. DR. MARCELO GIANNINI



PROF. DR. ROBERTO RUGGIERO BRAGA



PROF. DR. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

DEDICATÓRIA

Todo este trabalho não teria sentido e não seria concluído se eu não tivesse o carinho, apoio e compreensão de pessoas muito especiais que comigo conviveram durante todos estes anos. Dedico esse passo importante na minha carreira aos meu queridos pais e minha irmã, a toda minha família, aos meu amigos, e ao amor da minha vida.

Obrigada por tudo!

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por me dar uma vida cheia de saúde e privilégios, assim como uma carreira com tantas oportunidades.

Agradeço ao meu pai Luigi e à minha mãe Neusa por toda a educação, compreensão e amor depositados em mim. Tudo o que fiz até hoje em minha vida, todo estudo e dedicação, desde a escola até a pós-graduação, foi uma tentativa de trazer o orgulho de vocês pela minha pessoa. Tenham certeza de que sempre tentei, com minhas atitudes pessoais e profissionais, agradecer a vida maravilhosa que vocês me deram. Obrigada pela paciência, pelo carinho, dedicação e tudo mais...

Agradeço a minha irmã Julia que sempre me incentivou. Ter irmãos é saber dividir... Este momento de conquista e alegria eu quero dividir também com você... Saiba que esta irmã admira muito você. Obrigada!!!

Agradeço em especial ao Caio pela paciência nos momentos de “stress”, pela ajuda e palavras de conforto nos momentos de desânimo e todo amor e carinho dados a mim. O incentivo de alguém tão amado é imprescindível para qualquer trabalho. A certeza da sua compreensão e do seu companheirismo é uma benção que Deus me deu. Colocar no meu caminho alguém tão extraordinário como você é o melhor presente que Ele poderia me dar... Obrigada por existir e por estar sempre ao meu lado!

Agradeço muito ao meu orientador Prof. Dr. Marcelo Giannini... Que em nesse nosso tempo de convívio foi muito fácil aprender a lhe admirar e lhe respeitar. Obrigada pela paciência e principalmente por todo crescimento que você me proporcionou. Foi uma experiência muito valiosa tê-lo como orientador. Espero sempre poder contar com você! Obrigada por tudo!

As minhas amigas Giulliana, Lucinha e Thaiane. Vocês sabem o quanto foram importantes para mim! Tenho muita sorte por ter à minha volta tanta amizade sincera. Obrigada amigas! E agora juntas e prontas para muito mais...

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, da Universidade Estadual de Campinas, nas pessoas do diretor Prof. Dr. Francisco Haiter Neto e do diretor associado Prof. Dr. Marcelo de Castro Meneghim.

Ao Prof. Dr. Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior, coordenador dos cursos de Pós-graduação, e à Profa. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia, coordenadora do curso de Pós-graduação em Clínica Odontológica.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão de Bolsa no início do curso.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da Bolsa meu curso de mestrado, sendo de importância fundamental para a minha manutenção em Piracicaba durante este período.

Ao Prof. Dr. Celso Davanzo, do Instituto de Química – UNICAMP e a Téc. Márcia Antonella por disponibilizar as instalações do laboratório de Espectroscopia, onde foi realizado parte desta dissertação, e por todos os conhecimentos transmitidos.

Aos professores Dr. Dr. Simonides Consani, Dr. Cesar Augusto Galvão Arrais e Dr. José Augusto Rodrigues pela participação no meu Exame de Qualificação e pelo enriquecimento deste trabalho.

Ao meu amigo Marcelo Tavares de Oliveira, por toda ajuda que sempre me deu, por colaborar e muito no início da minha vida acadêmica e na pesquisa. Aprendi muito com você! Obrigada!

Ao ex-colega e Dentística, e agora Prof. Dr. César Augusto Galvão Arrais pela grande ajuda para a execução deste trabalho e sua colaboração intelectual.

Aos professores da área de Dentística, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, Prof. Dr. Luís Alexandre M. S. Paulillo, Profa. Dra. Gisele M. Marchi Baron, Prof. Dr. Prof. Dr. Luís Roberto Marcondes Martins e Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, pelos ensinamentos durante o curso de mestrado;

Aos amigos e colegas do curso de mestrado em Dentística, Cíntia, Maria, Adriano, e aos demais colegas da área de Dentística, incluindo os que por aqui passaram, Vanessa Cavalli, Marcelo Santista, Cristiane, André Reis, César, Paulo Vermelho, Wladimir, Danielson, Rosana, Cláudia, Fernanda, Thiago, Leonardo, Vanessa Ruiva, Andréa, Larissa Fragoso, Paulo César, Paulo Vinícius, André Silva, Murilo dentre outros, pela convivência, pelos momentos de descontração e ajuda nos momentos mais difíceis;

Aos funcionários da Área de Dentística, Mônica e Pedro Justino, pela atenção dispensada, disponibilidade em ajudar e pelos bons momentos de convivência.

Um agradecimento especial também àqueles que não estão aqui citados, mas que foram importantes para realização do meu trabalho e dos meus bons momentos em Piracicaba. Muito obrigada!

RESUMO

As propriedades mecânicas dos cimentos resinosos são influenciadas pelo tipo e composição da matriz resinosa, tipo e tamanho das partículas de carga, modo e grau de conversão dos monômeros em polímeros, e a viscosidade é uma propriedade que está intimamente ligada a esses fatores. Os objetivos deste estudo foram avaliar a influência da viscosidade (alta e baixa) e modo de polimerização (polimerização dual e autopolimerizado) de cimentos resinosos duais (Nexus 2/ Kerr, Corp e Variolink II/ Ivoclar-Vivadent): na resistência de união da restauração à dentina (RU), no grau de conversão (GC) e na resistência flexural biaxial (RFB). Para o teste de RU, substratos dentinários de cinquenta e seis terceiros molares humanos foram utilizados para o ensaio de microtração através da cimentação de uma peça protética do material de resina composta indireta e estes foram foto-ativados ou não segundo cada grupo experimental. Após 24 horas, os dentes foram seccionados para obter espécimes em forma de palitos (de área de secção transversal de 1.0 mm²), que foram testados em tração a uma velocidade de 0,5 mm/ min (4411/Instron). Os resultados foram analisados por ANOVA 3 fatores e teste Tukey (p=0,05). Para a análise do GC, os cimentos foram aplicados na superfície da unidade de reflectância total atenuada acoplada ao espectrômetro infravermelho (Nicolet Instrument Corp, Madison, Wisconsin, EUA) sendo foto-ativados ou não. Espectros foram obtidos após 5 minutos e 24 horas. O cálculo do grau de conversão foi realizado através da análise da mudança na proporção entre as alturas dos picos das ligações duplas de carbono alifática e aromática. Os dados foram submetidos a ANOVA 3 fatores e teste de Tukey (p=0,05). Para o ensaio de RFB, noventa e seis discos de cimentos resinosos (0,5mm de espessura/ 6mm de diâmetro) foram preparados utilizando moldes de silicone de adição (n=12) e foram foto-ativados ou não segundo os grupos experimentais. Após 5 dias, os discos foram testados em dispositivos de ensaio de flexão biaxial em máquina de ensaio universal (1,27 mm/min, Instron 5844) e os dados analisados estatisticamente por ANOVA 3 fatores e teste Tukey

($p=0,05$). Para a RU, a polimerização dual (foto + autopolimerização) aumentou significativamente os valores médios para os cimentos resinosos em baixa viscosidade para ambos os cimentos resinosos duais utilizados no estudo. Em relação o GC, a foto-ativação e quando o GC foi mensurado após 24 horas, aumentaram significativamente o GC para ambos os cimentos resinosos. A versão em baixa viscosidade apresentou maior GC que os em alta viscosidade, para as duas formas de polimerização. No teste RFB, a foto-ativação aumentou significativamente a resistência e módulo de flexão. A versão em alta viscosidade quando foto-ativada mostrou maior resistência flexural que em baixa viscosidade, enquanto a viscosidade não alterou os valores médios de módulo flexural. Pode-se concluir que a foto-ativação é necessária durante a cimentação de restaurações indiretas, para garantir adequadas propriedades físico-químicas, e a utilização de cimentos resinosos em diferentes viscosidades pode modificar os valores médios de RFB, GC e RU à dentina.

Palavra chave: Cimentos Resinosos, Viscosidade, Resistência de União, Grau de Conversão, Resistência à Flexão, Módulo de Flexão

ABSTRACT

The mechanical properties of resin cements may be influenced by the type and monomer composition, type and filler size, mode, and degree of conversion, which are all associated with resin viscosities. The aim of this study was to evaluate the influence of resin cement viscosity (high and low) (Nexus 2/ Kerr, Corp and Variolink II/ Ivoclar-Vivadent) and the curing mode (dual and chemical activation) on the bond strength to dentin, on the degree of conversion and biaxial flexural strength. For microtensile bond strength test, two bonding agents and their respective resin cement, occlusal dentin surfaces of fifty-six human third molars were used for the testing and the resin cements were applied to pre-cured resin composite discs, which were fixed to dentin surfaces, simulating an indirect restoration. The restored teeth were either light-activated or allowed to self-cure, according to experimental groups. After 24 hs, the teeth were sectioned to obtain bonded beams specimens (1.0 mm²). Each specimen was tested in tension at a crosshead speed of 0.5 mm/min (4411/Instron). Data (MPa) was analyzed by 3-way ANOVA and Tukey's Tukey's test (p=0.05). To evaluate the degree of conversion, the resin cements were applied to surface of a horizontal attenuated-total-reflectance unit (Nicolet Instrument Corp, Madison, Wisconsin, EUA) and were polymerized using one of two conditions: self-cure (SC) or direct light exposure (600 mW/cm², XL3000/3M ESPE) and infrared spectra were obtained after 5 minutes and 24 hours. The degree of conversion was calculated using standard techniques of observing changes in aliphatic-to-aromatic peak ratios pre- and post-curing. Data were analyzed by 3-way repeated measure ANOVA and Tukey's test (p=0.05). For the biaxial flexural strength, forty-eight resin cement discs of each product (0.5 mm thick and 6.0 mm in diameter) were created using silicon impression material molds (n=12) and were either light activated or not, according to experimental groups. After 5 days, the specimens were subjected to the biaxial flexure test in a universal testing machine (1.27 mm/min, Instron 5844) and the data were statistically analyzed by 3-way ANOVA and Tukey's post-hoc test

($p=0.05$). For bond strength testing, the dual curing mode increased the bond strength for the low viscosity resin cements for both dual resin cement used in this study. For the degree of conversion, the light activation, after 24h, significantly increased the degree of conversion for both resin cements, and the low viscosity version from dual cure or self-cured groups exhibited higher degree of conversion than high viscosity version. Regarding biaxial flexural strength, the light-activation significantly increased flexural strength and modulus, and the high viscosity versions of dual cure groups exhibited higher flexural strength than their low viscosity versions, while the viscosity of resin cements did not influence the modulus. In conclusion, the light-activation of dual resin cements is required in indirect restorations, to provide proper mechanical and chemical properties, and the use of resin cements with different viscosities may change the bonding biomechanical characteristics of indirect restorations.

KEYWORDS: Resin Cement, Viscosity, Bond Strength, Degree of conversion, Biaxial Flexure Testing

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DA LITERATURA.	4
2.1 Cimentos Odontológicos – Considerações Gerais	4
2.2 Cimentos Resinosos	5
2.3 Propriedades físico-químicas e considerações clínicas de cimentos resinosos duais	8
2.4 Metodologia para estudo das propriedades físico-químicas de cimentos resinoso	13
2.4.1 Metodologia de resistência de união – Ensaio de microtração	14
2.4.2 Metodologia de grau de conversão	15
2.4.3 Metodologia de resistência flexural biaxial	18
3. PROPOSIÇÃO	21
4. MATERIAIS E MÉTODOS	22
4.1 Delineamento e grupos experimentais	22
4.2 Resistência flexural biaxial	25
4.2.1 Confeção dos espécimes e teste de resistência flexural biaxial	25
4.2.2 Forma de análise dos resultados	27
4.3 Grau de conversão	27
4.3.1 Forma de obtenção dos dados de grau de conversão	27
4.3.2 Forma de análise dos resultados	30
4.4 Teste de microtração	31
4.4.1 Obtenção e preparo dos espécimes para o teste de microtração	31
4.4.2 Cimentação das restaurações indiretas	31
4.4.3 Forma de análise dos resultados	35
4.4.4 Análise do padrão de fratura em microscopia eletrônica de varredura	35
5. RESULTADOS	37
5.1 Teste de resistência de união pelo teste de microtração	37
5.2 Análise do padrão de fratura	38

5.3 Análise do grau de conversão	47
5.4 Teste de resistência flexural biaxial	51
6. DISCUSSÃO	53
7. CONCLUSÃO	62
REFERÊNCIAS	63
ANEXOS	78

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento da resina composta associado à técnica de condicionamento ácido para unir os materiais restauradores aos substratos dentais propiciou o surgimento dos cimentos resinosos e das restaurações indiretas estéticas puras em cerâmica ou resina composta. O aumento na indicação de restaurações indiretas livres de metal é devido ao melhor desempenho clínico apresentado pelas restaurações estéticas. Os cimentos resinosos são fundamentais nos procedimentos de fixação dessas restaurações e apresentam propriedades diferentes dos cimentos convencionais (White *et al.*, 1994; Rosenstiel *et al.*, 1998; Hikita *et al.*, 2007).

As propriedades mecânicas dos cimentos resinosos são determinadas pela composição da matriz orgânica, pelo tipo, distribuição e conteúdo das partículas inorgânicas, e também sofrem influência do grau de conversão dos monômeros em polímeros (Hofmann *et al.*, 2001; Kawano *et al.*, 2001; de Góes, 1998).

Diante de diversas situações clínicas, os cimentos resinosos têm sido modificados e atualmente apresentam características de polimerização dual ou de dupla presa (tanto química como pela luz) e diferentes viscosidades. A intensidade de luz do fotopolimerizador pode ser atenuada diante de algumas situações clínicas, como no interior de condutos radiculares, regiões profundas interproximais e restaurações espessas e opacas (Rueggeberg *et al.*, 1993; Braga *et al.*, 2002; Hofmann *et al.*, 2001; Darr & Jacobsen, 1995). O baixo grau de conversão do cimento resinoso pode levar à sensibilidade pulpar e até a perda precoce da peça protética. A inadequada polimerização prejudica o selamento marginal, que acelera o processo de infiltração marginal (de Góes, 1998; El-Mowafy *et al.*, 1999), de degradação e de descoloração do cimento (Uctasli *et al.*, 1994).

Modificações na viscosidade dos cimentos resinosos possibilitaram maior abrangência da sua indicação e maior segurança em seu uso por parte dos cirurgiões-dentistas. A opção por um cimento resinoso de menor viscosidade trouxe benefícios, como uma menor espessura de película formada, que facilita a

assentamento das peças protéticas, como das facetas laminadas. Menores espessuras de películas geram menor contração de polimerização, reduzindo a formação de fendas e possíveis infiltrações marginais prematuras (Kunzelmann *et al.*, 1991; Lutz *et al.*, 1991).

Modificações na matriz resinosa e no conteúdo de carga podem aumentar a viscosidade dos cimentos resinosos. Essas modificações produzem materiais com melhores propriedades, quando se avaliam as características da contração de polimerização e formação da rede polimérica (Ferracane, 1985). Devido ao menor conteúdo de carga e de monômeros menos viscosos na composição, como uretano dimetacrilato (UDMA), pode ocorrer um aumento do grau de ligações cruzadas durante a reação de polimerização (Asmussen & Peutzfeldt, 1998). É de senso comum que compósitos com maior grau de conversão apresentam melhores propriedades mecânicas. Entretanto, os cimentos resinosos de alta viscosidade devem ser utilizados com cuidado, uma vez que produzem linha de cimentação mais espessa que os cimentos de baixa viscosidade, assim, os fabricantes indicam esse tipo de cimento para peças protéticas que não apresentam uma adequada adaptação nas margens do preparo e interna antes da cimentação.

Os problemas na cimentação (adesivo e cimento resinoso) são os principais causas de falha ou insucesso das restaurações estéticas adesivas indiretas. (Mak *et al.*, 2002). Algumas reações não desejadas entre componentes dos sistemas adesivos e dos cimentos resinosos têm sido identificadas (Tay *et al.*; 2001). A mais comum é entre adesivos chamados de simplificados com monômeros mais ácidos e os materiais resinosos fotopolimerizáveis, autopolimerizáveis e de dupla ativação (duais) (Sanarens *et al.*, 2001; Tay *et al.*, 2001).

O material restaurador deve alcançar alto grau de conversão para apresentar as melhores qualidades clínicas, além de reduzir as possibilidades de insucesso. Para os cimentos resinosos da dupla presa (dual), a parte química da reação de polimerização deve assegurar alto grau de conversão, principalmente nas áreas cervicais proximais, nos canais radiculares e nas áreas profundas e

internas dos preparos cavitários (Blackman *et al.*, 1990; El-Mowafy *et al.*, 1999, Hofmann *et al.*, 2001). Diversas metodologias são utilizadas para a análise do grau de conversão de um material resinoso, sendo o mais utilizado a Espectroscopia Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).

Outra característica importante dos cimentos resinosos é a tenacidade, fundamental para que a maioria das cerâmicas suporte o carregamento oclusal e não sofra deformação (Kamposiora *et al.*, 1994; Anusavice, 1998; Li & White, 1999). A análise da resistência flexural biaxial pode trazer informações sobre as propriedades de módulo de elasticidade, resistência à fratura dos materiais resinosos, assim como, o grau de conversão e o ensaio de resistência de união podem mostrar a qualidade da reação de polimerização e da união formada nos substratos dentais, respectivamente. (Rosenstiel *et al.*, 1998; Blackman *et al.*, 1990).

Os materiais cimentantes amplamente utilizados na clínica odontológica precisam ser avaliados quanto às suas propriedades mecânicas, as quais são essenciais para assegurar alta durabilidade clínica das restaurações adesivas indiretas. Neste estudo foram realizados ensaios de resistência de união (dentina-compósito indireto), do grau de conversão e de resistência flexural biaxial de versões de alta e baixa viscosidade de dois cimentos resinosos de dupla presa, ou duais, os quais foram testados na forma de polimerização dual (foto-ativação e autopolimerização) e somente autopolimerizável.

1. REVISÃO DE LITERATURA:

2.1. Cimentos Odontológicos – Considerações Gerais:

Os cimentos odontológicos são materiais que promovem a fixação de restaurações indiretas suportadas em estrutura dental preparada, e base de restaurações diretas (Nakabayashi & Pashley, 1998; Rosenstiel *et al.*, 1998). Ele promove o selamento dos espaços microscópicos existentes entre as superfícies do material restaurador e o preparo da estrutura dental, impedindo assim a infiltração de fluidos orais e invasão bacteriana, que irá proporcionar a união e retenção dos substratos.

Para a escolha de um material de cimentação, deve-se levar em consideração a situação clínica, juntamente com as propriedades físico-química e sua técnica de uso. Com isso, os cimentos odontológicos devem possuir características como proporcionar a ótima adesão entre o material restaurador e o dente, combinado a altos valores de dureza, resistência à tensão e compressão, módulo de elasticidade, evitando assim, o deslocamento da peça protética (Attar *et al.*, 2003; Walker *et al.*, 2003). Adicionalmente devem ser biocompatíveis, apresentar uma adequada viscosidade, baixa sorção e solubilidade, e tempo de trabalho e presa adequados. No caso dos cimentos resinosos, devem apresentar um alto grau de conversão (de Góes, 1998; Kumbuloglu *et al.*, 2004; Rosenstiel *et al.*, 1998). Atualmente, com o aumento de indicações de restaurações indiretas estéticas em resina composta e cerâmica, em dentes anteriores e posteriores, propriedades estéticas como a opção por diferentes cores e opacidades são importantes no momento da seleção do agente para cimentação (Rosenstiel *et al.*, 1998).

O cimento de fosfato de zinco foi o material mais popularmente utilizado, devido a sua simplificação de manipulação, bom escoamento e baixo custo. Porém atualmente, já são bem documentadas suas desvantagens, como ausência de adesão, alta solubilidade e não opção de cores (Diaz-Arnold *et al.*, 1999;

Hersek *et al.*, 1996; Heydecke *et al.*, 2002; Rosenstiel *et al.*, 1998). Ele é também altamente ácido nas primeiras horas após a cimentação, podendo dissolver a smear layer, e desmineralizar a dentina intacta subjacente, promovendo a degradação das fibrilas colágenas expostas ao longo do tempo (Ferrari *et al.*, 2004; Nakabayashi & Pashley, 1998).

Levando em consideração as desvantagens do cimento de fosfato de zinco, diversas alternativas de material para cimentação foram introduzidas no mercado odontológico, como o cimento de ionômero de vidro, cimento de ionômero de vidro modificado por resina e os cimentos resinosos (Rosenstiel *et al.*, 1998).

Os cimentos de ionômero de vidro convencionais ou modificados por resina que se tornaram popular principalmente sua liberação de flúor e prevenção de cárie secundária, e suas características adesivas produzidas pela reação de quelação dos grupos carboxílicos presentes no ácido com os íons cálcio e fosfato do dente. (Yoshida *et al.*, 2000). Porém, como o cimento de fosfato de zinco, os cimentos de ionômero de vidro apresentam desvantagens, como maior solubilidade e baixa resistência coesiva (Anusavice, 1998).

Assim, os cimentos resinosos são considerados uma alternativa viável, pois apresentam características como baixa solubilidade nos fluidos orais, boas propriedades mecânicas, sendo utilizados juntamente com sistemas adesivos. Estes promovem boa adesão em esmalte e dentina, além de reduzirem substancialmente a infiltração coronal (Ferrari *et al.*, 2004).

2.2. Cimentos resinosos:

Os cimentos resinosos existem desde os anos 50 e são um dos materiais que mais evoluíram desde a última década (Garone, 1998). A constituição química assemelha-se à das resinas compostas restauradoras (de Góes, 1998)

A base é o sistema monomérico Bis-GMA (Bisfenol-A metacrilato de glicidila) em combinação com monômeros de baixa viscosidade, além de cargas inorgânicas (vidros com carga metálica, SiO₂) tratadas com silano (Anusavice,

1998). As partículas inorgânicas se apresentam nas formas angulares, esféricas ou arredondadas, com conteúdo em peso variando entre 36 a 77% e diâmetro médio variando entre 10 a 15µm, porém, a proporção em volume é significativamente menor, que confere baixa viscosidade, escoamento e fluidez necessárias para a técnica de cimentação (de Góes, 1998).

O Bis-GMA é uma molécula longa de alto peso molecular, que apresenta relativa rigidez devido aos anéis aromáticos presentes no centro da molécula, alta reatividade devido a longa separação entre os grupamentos vinílicos e ligações duplas de carbono reativas em suas extremidades (Peutzfeld *et al.*, 1995). Devido à alta viscosidade do Bis-GMA, monômeros diluentes com menor peso molecular são adicionados ao compósito para melhorar sua manipulação, sendo o TEGDMA (Trietilenoglicol-dimetacrilato) o mais utilizado. Ele é uma molécula mais flexível, que apresenta em suas extremidades ligações insaturadas de carbono, atuando como agente de ligações cruzadas, aumentando assim o grau de polimerização do compósito. (Peutzfeld *et al.*, 1995; Sideridou *et al.*, 2002).

A mudança da composição orgânica do cimento resinoso em relação às resinas compostas deu-se com a adição de grupos funcionais hidrófilos, nos quais estão incluídos os sistemas organofosfonatos, HEMA (hidroxietil metacrilato), 4-META (4-metacriloxietiltrimelitano anidro) e 10-MDP (10-metacrililoiloxidecildihidrogenofosfato), que proporcionou a união com o substrato dentinário, ligas metálicas, resinas compostas e porcelanas utilizadas em restaurações indiretas (de Góes, 1998; Garone, 1998).

Quanto à polimerização, os cimentos resinosos podem ser classificados em: a) autopolimerizáveis; b) polimerizáveis por ação de luz visível; c) dupla reação (“dual”), que é uma combinação das duas formas anteriores de ativação.

Os cimentos autopolimerizáveis são apresentados sob a forma de duas pastas: uma base, onde geralmente encontra-se o acelerador, e uma pasta catalisadora, onde se encontra o iniciador. Nesse sistema de ativação química, a reação de polimerização inicia-se com a mistura das duas pasta, onde o acelerador, geralmente a N,N-dihidroxietil-p-toluidina, reage com o iniciador,

peróxido de benzoíla, levando a quebra deste e criação de radicais livres. Anusavise, 1998; Sanares *et al.*, 2001).

Geralmente, cimentos quimicamente ativados não permitem o controle do tempo de trabalho, o que dificulta etapas clínicas de cimentação (Rueggeberg & Caughman, 1993; El-Mowafy *et al.*, 1999; Garone, 1998). A retenção inicial deve-se pela adesão dos agentes de união aos substratos adjacentes e a resistência coesiva do cimento. Estudos mostram que a resistência de união entre dentina e cimento resinosos autopolimerizáveis (Burrow *et al.*, 1996), a resistência a flexão e o módulo de elasticidade (Attar *et al.*, 2003) aumentam após o período de 24 horas. Assim, inicialmente deve-se realizar uma remoção cuidadosa dos excessos do cimento, e evitar grandes forças oclusais sobre a restauração indireta nas primeiras horas após a fixação da peça protética.

Nos cimentos resinosos polimerizáveis por ação de luz visível ou foto-ativados, monômeros fotoiniciadores, como canforoquinona, são ativadas por energia luminosa em um comprimento de onda de aproximadamente 470nm, combinando-se com aminas terciárias, promotoras da reação de polimerização (Anusavice, 1998). Devido sua ativação ser realizada somente pela luz visível, pode-se controlar o tempo de trabalho, sendo bem indicados para cimentação de facetas laminadas em porcelana (Garone, 1998; El-Mowafy *et al.*, 1999), onde se pode ajustar corretamente a faceta e remover os excessos cuidadosamente, e só assim promover a polimerização do cimento resinoso. Outra vantagem é a estabilidade de cor superior à das ativadas quimicamente. Porém a limitação de cimentos foto-ativados é a reduzida polimerização em áreas de difícil acesso à luz, principalmente em restaurações pouco translúcidas, com relativa opacidade, e espessuras maior que 2 mm, principalmente em áreas interproximais (Caughman *et al.*, 2001; Braga *et al.*, 2002).

Em cimentos resinosos de dupla reação, também conhecidos como cimentos resinosos duais, a reação de polimerização completa é iniciada pela emissão da luz visível e pela reação química (peróxido de benzoíla). Da parte que funciona com a ativação por luz visível, estão envolvidos os monômeros os foto-

iniciadores, como as cetonas aromáticas (canforoquinona) e as aminas promotoras da reação de polimerização. A parte autopolimerizada serve para assegurar a completa polimerização do cimento, mesmo sob restaurações opacas e espessas, onde a luz não é capaz de alcançar, e possibilita ainda melhor controle do tempo de trabalho, melhor facilidade de remoção dos excessos e promove uma resistência imediata que impede o deslocamento da peça protética quando submetida às forças oclusais (Burrow *et al.*, 1996; Pegoraro *et al.*, 2007; Arrais *et al.*, 2007).

Mesmo os cimentos resinosos duais sendo também quimicamente ativados, a ativação por luz visível, em uma correta densidade de energia, é necessária para garantir as melhores propriedades mecânicas do cimento (Hasegawa *et al.*, 1991; Braga *et al.*, 2002). Uma foto-ativação deficiente devido a interposição de materiais restauradores estéticos com certa opacidade, com espessura superior a 2 mm, leva a um menor grau de conversão do cimento resinoso (Ruggeberg & Caughman, 1993; Kumbuloglu *et al.*, 2004; Arrais *et al.*, 2008). Isso mostra que a autopolimerização de cimentos resinosos na sua versão dual é insuficiente para alcançar as propriedades ótimas do cimento (Braga *et al.*, 2002).

Para contornar o problema de uma polimerização insuficiente de cimentos resinosos duais, o aumento do tempo de foto-ativação pode ser sugerido, como também a aplicação da luz em todas as faces da restauração indireta. Entretanto, Velarde *et al.* (2005) mostrou que a foto-ativação limitou de alguma forma a polimerização química do cimento resinoso dual, interferindo assim em suas propriedades mecânicas.

2.3. Propriedades físico-químicas e considerações clínicas de cimentos resinosos duais:

As propriedades físicas e químicas dos cimentos resinosos são influenciadas, no entanto, pelo tipo, conteúdo e distribuição das partículas de

carga (de Góes, 1998), pela sua composição monomérica e da união monômero-carga (Kumbuloglu *et al.*, 2004).

Os cimentos resinosos podem suportar forças oclusais e estresses parafuncionais por muitos anos, em um ambiente quente e úmido da cavidade oral. Eles podem manter sua integridade enquanto transferem os esforços oclusais da restauração indireta para a estrutura dental, porém, dependendo das características mecânicas do cimento, deformações permanentes, trincas e microfratura na linha de cimentação podem ocorrer, levando ao deslocamento da peça protética ou até mesmo a fratura dental (Li *et al.*, 1999; Libman *et al.*, 1995; Fan *et al.*, 1995; Kamposiosa *et al.*, 1991). Um estudo “in vivo” realizado por White *et al.* (1994), mostrou que a falha do cimento resinoso por microfratura ocorreu em maior número que as falhas causadas pó dissolução do cimento resinoso. As microfraturas podem levar a microinfiltração, penetração de bactérias e flúidos, podendo causar problemas pulpares e cárie (Mejare *et al.*, 1979; Brannstrom *et al.*, 1974).

As vantagens dos cimentos resinosos são sua alta resistência à compressão (100 a 200 MPa) e tração diametral (20 a 50 MPa) e baixa solubilidade (0,05% em peso) desde que bem polimerizado. Por estarem associados à técnica adesiva, podem produzir sensibilidade pulpar se não corretamente utilizados (de Góes, 1998).

As propriedades físico-químicas sofrem influências do grau de conversão do cimento resinoso, e diferentes cimentos comportam-se de diferente forma diante de um mesmo modo de ativação. Nos cimentos resinosos duais, o grau de conversão é maior que os cimentos ativados quimicamente (Kumbuloglu *et al.*, 2004; Rueggeberg & Caughman, 1993; Arrais *et al.*, 2008). Porém, estudo como de Sharp *et al.* (2005), relata que o grau de conversão isoladamente não pode ser responsável por todas as propriedades mecânicas do cimento resinoso.

A adesão do cimento resinoso à estrutura dental ocorre combinada com uma técnica adesiva através do condicionamento ácido total ou técnica autocondicionante. Diferentemente, o cimento de fosfato de zinco, depende da

retenção, da configuração do preparo cavitário e do seu embricamento micromecânico junto a superfície do dente e da peça protética (Rosenstiel *et al.*, 1998; Neordlander *et al.*, 1988).

Fatores que afetam a resistência de união, a polimerização dos sistemas adesivos e cimentos resinosos duais e a morfologia da camada híbrida vêm sendo estudadas para determinar e melhorar a durabilidade dos procedimentos clínicos de cimentação adesiva. Ao se estudar os valores de resistência de união, juntamente com o padrão de falha da união, em Microscopia Eletrônica de Varredura, pode-se determinar se há a maior ocorrência de falhas adesivas, ou coesivas, determinando assim a influência do sistema adesivo ou das propriedades intrínsecas do cimento resinoso sobre a linha de cimentação (Sano *et al.*, 1994; Pashley *et al.*, 1995; Pashley *et al.*, 1999).

Estudos mostram que a resistência de união de cimentos resinosos à dentina é influenciada pelo modo de polimerização e os sistemas adesivos utilizados (Swift *et al.*, 1998; Lucena-Martin *et al.*, 2001; de Menezes *et al.*, 2006; Arrais *et al.*, 2007). Atualmente é aceito que os cimentos resinosos ativados quimicamente ou de dupla ativação que empregam aminas básicas como parte de um sistema catalisador redox são incompatíveis com a aumentada concentração de monômeros resinosos mais ácidos utilizados nos adesivos de passos simplificados.

A interação entre monômeros mais ácidos e as aminas terciárias básicas dos compósitos leva ao consumo das aminas nas reações ácido-base, evitando a geração de radicais livres nas subseqüentes reações redox e a polimerização do cimento que está em contato com o adesivo (Tay *et al.*, 2003). Para solucionar esse problema, os *primers* autocondicionantes que são recomendados para uso com os cimentos resinosos contêm sistemas iniciadores redox ternários como os sais de sulfinato, ácido ascórbico ou sais de ácido barbitúrico, sendo mais comumente utilizado o co-iniciador ácido aril sulfínico do sal de sódio. Este reage com os monômeros ácidos para produzir radicais livres fenil ou benzeno-sulfonil, que inicia a polimerização dos compósitos quimicamente polimerizados. Com isso,

também uma ótima polimerização dos cimentos resinosos ocorre quando eles são usados nos modos quimicamente polimerizável ou de dupla ativação (Suh *et al.*, 2003).

Evidências obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura sobre a incompatibilidade podem ser observadas em análise do padrão de falha da união de corpos-de-prova, que foram submetidos à fratura em ensaios de microtração. As falhas foram adesivas para as amostras que foram restauradas com os compósitos quimicamente ativados. Elas ocorreram predominantemente ao longo da interface adesivo-compósito, e parcialmente ao longo da interface adesivo-dentina (Giannini *et al.*, 2004). A interface fraturada adesivo-compósito foi caracterizada por espaços vazios acima de 30µm, e estes se tornaram maiores ao longo da junção entre o adesivo e o compósito fraturado. Para as amostras que foram restauradas com compósitos foto-ativados, não houve a evidência da presença de falhas ou microporos entre o compósito e a camada adesiva. Falhas coesivas foram observadas e parte da camada híbrida foi removida e estava retida no adesivo, assim como extensões de resina polimerizada estavam aderidas à base da camada híbrida (Sanares *et al.*, 2001).

Os sistemas adesivos autocondicionantes de um passo, devido suas maiores concentrações de monômeros resinosos iônicos e hidrófilos, e pela falta de uma subsequente aplicação de uma cobertura de resina hidrófoba, comportam-se como membranas permeáveis após a polimerização (Tay *et al.*, 2002). Isso permite difusão de água da dentina através do adesivo polimerizado, permanecendo ao longo da interface adesivo-compósito (Suh *et al.*, 2003).

Somente quando essas interações são eliminadas pelo uso de co-iniciadores químicos é que os aspectos físicos do transporte osmótico de água são revelados (Tay *et al.*, 2003). Para solucionar esse problema, a técnica do resin coating tem sido preconizada (Kitasako *et al.*, 2002; Jayasooriya *et al.*, 2003; Giannini *et al.*, 2004; Duarte *et al.*, 2006).

Um ótimo desempenho do cimento resinoso depende da sua capacidade de umedecimento, viscosidade e espessura de película. As especificações n.º 8 da

ADA prevê um valor máximo de espessura de película de 25 µm para uma correta adaptação e desempenho mecânico das restaurações indiretas (de Góes - 1998; Garone, 1998). A espessura da linha de cimentação depende das propriedades físicas e composição dos cimentos resinosos, como tamanho das partículas de carga e sua viscosidade, e fatores como a pressão exercida no momento da cimentação e configuração do preparo cavitário (Garone, 1998).

Diferentes cimentos podem requerer diferentes espaços para promover um ótimo assentamento da peça protética (Caughman *et al.*, 1992). Muitas restaurações indiretas necessitam de cimentos que promovam um correto preenchimento de possíveis desadaptações entre a restauração e o preparo cavitário.

A resistência ao escoamento é conhecida como viscosidade (Anusavice, 1998), que é uma importante propriedade para uma correta penetração, molhamento e difusão do agente de cimentação. Clinicamente é importante selecionar a viscosidade do cimento resinoso, porém existem poucas marcas comerciais que disponibilizam essa opção. O cimento Variolink II (Ivoclar-Vivadente) e Nexus 2 (Kerr) são exemplos de cimentos resinosos duais que estão disponíveis em viscosidades alta e baixa.

Estudos como de Lambrechts *et al.* (1991) e Hahn *et al.* (2001), para a cimentação de inlays e onlays com pouca adaptação (como é o caso de restaurações indiretas confeccionadas no sistema CAD-CAM), é necessário um cimento resinoso em alta viscosidade para um baixo escoamento, preenchendo toda a desadaptação que a peça protética venha apresentar. Porém, quando a restauração apresenta-se bem adaptada, a opção por um cimento menos viscoso (baixa viscosidade) é preferida, para um bom escoamento e promover um ótimo acatamento da peça protética (Garone, 1998).

Para disponibilizar as diferentes opções de viscosidade para cimentos resinosos, faz-se necessárias mudanças em sua composição, como adição de maior volume de partículas de carga para cimentos de alta viscosidade, ou maior quantidade de monômeros diluentes, como o TEGDMA.

Sabendo que as propriedades físico-químicas de cimentos resinosos estão diretamente associados a sua composição, pouco se sabe sobre a influência dessa mudança de composição nos cimentos resinosos em alta e baixa viscosidade sobre fatores como sua adesão à estrutura dental e à peça protética, na sua capacidade de resistir às forças oclusais e mastigatórias, como em sua degradação ao meio oral. Um ótimo desempenho nesses fatores, portanto, é desejado para um cimento resinoso, visando um bom desempenho clínico da restauração indireta.

2.4. Metodologias para estudo das propriedades físico-químicas de cimentos resinosos:

A introdução de novos produtos no mercado odontológico deve-se a uma consequência da evolução da tecnologia e do conhecimento, e é um desafio aos cirurgiões dentistas avaliar esses produtos, já que a produção científica e dados clínicos, muitas vezes não acompanham a renovação desses materiais.

Estudos clínicos consomem tempo para que obtenha dados conclusivos, já que vários fatores podem interferir nos resultados. Já os estudos laboratoriais proporcionam resultados imediatos, porém não são completos e decisivos, até mesmo para o desempenho clínico em longo prazo.

A precisão do desempenho clínico dos materiais, baseada em suas propriedades apresenta-se ainda um desafio, porém a avaliação laboratorial de suas propriedades físico-químicas é importante para uma análise prévia e até da conveniência de se realizar um estudo clínico. Se um material não apresentar dados laboratoriais promissores, dificilmente seu desempenho na cavidade oral será satisfatório (Gladys *et al.*, 1997).

Para os fabricantes, os testes laboratoriais são importantes para avaliar seus produtos, corrigir deficiências e realizar melhorias. Diante do grande número de testes existentes, os pesquisadores devem conhecer as vantagens e limitações

de cada teste antes de selecioná-lo, para que adquira dados mais precisos e coerentes, segundo a proposta de seu projeto.

Abaixo segue uma revisão sobre as metodologias empregadas no presente estudo.

2.4.1 Metodologia de resistência de união – Ensaio de Microtração:

A relação inversamente proporcional da área adesiva com a resistência de união foi demonstrada por Sano *et al.* (1994), empregando uma metodologia denominada de microtração. Este teste permite avaliar a resistência adesiva dentro de uma área transversal de 0,3 a 1,5 mm². Trabalhos demonstram que a redução da área de teste resulta em valores superiores de resistência de união e maior quantidade de fraturas adesivas, e não coesivas nos substratos.

O trabalho de Sano *et al.* (1994), utilizou área adesiva de 7 a 12 mm², e os valores de resistência de união variaram entre 15 e 20 MPa e algumas falhas coesivas em dentina foram observadas. Já com a redução da área para 2 mm², os valores de resistência de união aumentaram para 50 a 60 MPa, e somente falhas adesivas foram observadas. Isso mostra que os resultados obtidos com o teste de microtração baseiam-se na teoria de Griffith (1920), que diz que a resistência coesiva dos corpos sólidos é reduzida com o aumento de volume e da área de secção transversal. Espécimes maiores possuem mais defeitos estruturais, interface adesiva é menos uniforme, apresenta irregularidades na superfície e bolhas, e maior variação devido a aplicação do adesivo ou cimentação de restaurações indiretas (Pashley *et al.*, 1995).

Em um estudo de Sano *et al.* (1994), sobre as propriedades da dentina humana e bovina, mostrou valores médios de resistência coesiva da dentina de 100 MPa. Portanto, fraturas coesivas em dentina, com cargas inferiores, podem ocorrer devido ao tipo de teste empregado, e leva a interpretações equivocadas dos resultados.

Pashley *et al.* (1999), em um trabalho de revisão, descrevem os diferentes testes de microtração e suas modificações, ressaltando a versatilidade do teste e

com o armazenamento dos espécimes, em diferentes soluções, como óleo mineral, água destilada e saliva, pode-se determinar a resistência de união ao longo do tempo em laboratório.

Estudos recentes, como de Meira *et al.* (2007), procurou aplicar um modelo de análise por elemento finito, para determinar e entender a distribuição de tensões ao longo de um espécime para microtração, que concluiu que fatores como a geometria do espécime como o modo de fixação deste ao dispositivo do teste, podem influenciar significativamente os resultados finais.

As vantagens operacionais e a forma de distribuição das tensões durante o teste de microtração vêm sendo considerada como o método mais confiável para a avaliação da resistência de união de sistemas adesivos e cimentos resinosos a estrutura dental (Meira *et al.*, 2007).

2.4.2 Metodologia de grau de conversão:

O grau de conversão dos monômeros em polímeros desempenha papel fundamental sobre as propriedades físicas e mecânicas dos materiais poliméricos (Emami & Soderholm, 2003). Um grau de conversão inadequado resulta em baixa resistência ao desgaste, microinfiltração, reações inflamatórias teciduais, maior sorção e solubilidade, instabilidade de cor e maior chance de falhas e perdas de restaurações (Ferracane, 1985; Ortengren *et al.*, 2001; Rosenstiel *et al.*, 1998).

Um alto índice de grau de conversão dos materiais poliméricos é desejado, porém ele é difícil de ser alcançada devido às limitações na mobilidade das moléculas reativas, proporcionada por uma rápida formação da rede polimérica durante a fotopolimerização. Assim, sempre permanecem grupos metacrilatos não reagidos chamados também de monômero residuais (Asmussem, 1982; Ferracane, 1985; Koupis *et al.*, 2004).

Vários fatores podem influenciar o grau de conversão, como a composição, o tempo de exposição, à densidade de potência de luz, distância da fonte fotopolimerização, quantidade, tamanho e tipo de partículas de carga do material (Koupis *et al.*, 2004; Rueggeberg *et al.*, 1993).

Estudos mostram que a polimerização sob restaurações indiretas, especificamente de cerâmica, proporcionam uma diminuição na passagem da luz, consequentemente um menor grau de conversão (Hofmann *et al.*, 2001, Rueggeberg & Caughman, 1993). Os cimentos resinosos duais foram introduzidos, visando contornar a problemática da foto-ativação ineficiente, onde a correria um polimerização química tardia do cimento (Ceballos *et al.*, 2006; Miller, 2004; Rueggeberg & Caughman, 1993).

Estudos como de Breeding, Dixon e Caughman (1991), após avaliarem a dureza Koop de três diferentes cimentos após a foto-ativação sob diferentes espessuras de resina composta e cor, mostram que os maiores valores de dureza foram conseguidos em cimentos duais, porém é limitada pelos fatores cor e espessura, concluindo que restaurações indiretas, com espessura superior a 2 mm, escuras e opacas já promove uma redução na polimerização.

Visando determinar a qualidade da polimerização dos materiais resinosos, vários estudos utilizando diferentes técnicas foram conduzidos. Esses utilizaram como parâmetro a quantidade de ligações duplas remanescentes, como a espectroscopia infravermelha, espectroscopia RAMAN, e a calorimetria exploratória diferencial. Na espectroscopia infravermelha e espectroscopia RAMAN, o cálculo de grau de conversão é realizado através da análise da mudança na proporção entre as alturas dos picos das ligações duplas de carbono alifáticas e aromáticas. Já a calorimetria exploratória diferencial utiliza a quantidade de calor gerada durante a polimerização (Emani & Soderholm, 2003).

Teste de microdureza pode ser utilizado para avaliação do grau de polimerização, no entanto de uma forma indireta, já que a conversão em polímeros altera as propriedades como a dureza que indicam um maior grau de conversão (Braga *et al.*, 2002; Ceballos *et al.*, 2006; Ferracane, 1984; Hasegawa *et al.*, 1991; Hofmann *et al.*, 2001; Roberts *et al.*, 2004, Rueggeberg & Craig, 1988; Witzel *et al.*, 2005; Yap *et al.*, 2004; Yoldas & Alacam, 2005).

Estudos correlacionam os métodos diretos e indiretos e sua sensibilidade (Asmussem, 1982; Braga *et al.*, 2002; Dewald & Ferracane, 1987; Ferracane,

1984; Ferracane, 1985; Kumbuloglu *et al.*, 2004; Rueggeberg *et al.*, 1988; Witzel *et al.*, 2005). O estudo de Ferracane *et al.* (1985) utilizando teste de microdureza e grau de conversão de diferentes compósitos, estabeleceu uma correlação entre os testes. Houve uma boa correlação entre o aumento da microdureza e um maior grau de conversão das resinas estudadas, porém o autor relata que o valor de dureza não pode ser correlacionado a um específico grau de conversão, já que se trata de materiais com composição diferentes, e isso indica que cada uma das técnicas estudadas apresentam sensibilidade a diferentes variáveis.

A análise do grau de conversão não determina a estrutura polimérica do material, já que as quantidades de ligações cruzadas formadas no processo de polimerização podem alterar as propriedades mecânicas (Braga *et al.*, 2002; Ferracane, 1985; Witzel *et al.*, 2005). Diferentes polímeros que apresentam maior ou menor formação de ligações cruzadas podem apresentar valores de grau de conversão semelhante, e também os valores de grau de conversão são médias adquiridas de uma amostra, e não leva em consideração que áreas com alta ou baixa conversão. Além disso, apresentam a mesma quantidade de ligações duplas remanescentes devido ou não a homogeneidade na polimerização (Asmussen & Peutzfeldt, 2006).

Um grande número de ligações cruzadas pode inibir a mobilidade das cadeias das cadeias poliméricas, e um polímero com essas características apresenta-se mais resistente e parece ter um maior módulo de elasticidade, porém pode ser mais friável e com pouca deformação plástica (Darvell *et al.*, 2002). Devido essa maior rigidez e ligação entre os polímeros, estes se apresentam mais resistentes à degradação devido a menor quantidade de espaços entre as cadeias poliméricas e dificultam a difusão de fluídos para o interior da estrutura do compósito (Asmussen & Peutzfeldt, 2006; Ferracane, 2006).

Em uma restauração direta, como na cimentação de uma peça protética, durante a fotopolimerização, as porções mais superiores e próximas da fonte de luz, estão sujeitas a receber uma maior quantidade de densidade de irradiação, que as porções mais profundas. Além disso, fatores que possam promover a

dispersão da luz, poderão reduzir a intensidade de energia que irá promover a polimerização do cimento resinoso (Blackman *et al.*, 1990; Cardash *et al.*, 1993; Arrais *et al.*, 2008). Vários trabalhos utilizando metodologias para determinar o grau de conversão mostraram esse decréscimo no potencial de polimerização de cimentos (Blackman *et al.*, 1990; Cardash *et al.*, 1993; Arrais *et al.*, 2008; Hofmann *et al.*, 2001; Rueggeberg & Caughman, 1993). A profundidade média de polimerização reside na faixa de 2mm (Breeding *et al.*, 1991; Arrais *et al.*, 2008) a 3mm (Caughman *et al.*, 2001) sob restaurações cerâmicas, podendo aumentar para 11mm (Lui, 1994) a 14mm (Yoldas & Alacam, 2005) quando da utilização conjunta com pinos de fibra de vidro nas cimentações intra-radulares.

A completa conversão dos monômeros em polímeros é impossível de ser obtida nas condições clínicas em que essas reações se processam, ou seja, em poucos minutos à pressão atmosférica, na presença de umidade e oxigênio e à temperatura corpórea normal (Nakabayashi & Pashley, 1998). Em estudos laboratoriais, determinar-se o grau de conversão de um material polimérico serve como um dado adicional e importante para correlação outros testes, podemos então prever seu desempenho clínico e comportamento biomecânico.

2.4.3 Metodologia de resistência flexural biaxial:

Clinicamente, restaurações diretas e indiretas são submetidas a um complexo conjunto de forças, com uma considerável quantidade de tensões flexurais (Anusavice, 1998; Chung *et al.*, 2004).

A resistência flexural de um material é o máximo de tensão que este pode suportar antes da fratura, quando submetido a um carregamento. As propriedades flexurais influenciam diretamente nas aplicações clínicas. Para restaurações que são submetidas a uma grande quantidade de esforços mastigatórios, uma alta resistência flexural é desejada (Lambrechts *et al.*, 1987; McCabe, 1994).

Dois métodos são comumente usados para determinar as propriedades flexurais de um material odontológico, que são a ISO 4049 de carregamento de três pontos (Gladys *et al.*, 1997; Combe *et al.*, 1999; Manhart *et al.*, 2000; Yap *et*

al., 2000; Iazzetti *et al.*, 2001) e o teste flexural biaxial (Ban & Anusavice, 1990; Pröbster *et al.*, 1997; Kanchanasavita *et al.*, 1998; Flemming *et al.*, 2000; Palin *et al.*, 2001). A padrão da ISO requer um espécime em barra de 25 X 2 X 2 mm³ para o teste de carregamento de três pontos. Como os espécimes possuem grandes dimensões, seria necessária uma polimerização adicional, que pode causar uma não homogeneidade entre os espécimes (Dionysopoulos *et al.*, 1994).

O teste flexural biaxial é comumente usado para a caracterização a resistência flexural de materiais cerâmicos (Pröbster *et al.*, 1997; Palin *et al.*, 2001; Wachtman *et al.*, 1972; Shetty *et al.*, 1980; Marshall, 1980). Nas últimas duas décadas, um aumento no número de aplicação deste método para materiais odontológicos frágeis, como as cerâmicas, vem sendo reportado. Desde de 1980, teste biaxiais como pistão – três bolas e bola-anel foram usados para cerâmicas odontológicas (Morena *et al.*, 1986), resinas compostas (Ishizaki *et al.*, 1988; Ban & Anusavice, 1990) e cimentos de ionômero de vidro (Frankel *et al.*, 1998). O teste flexural biaxial bola-anel é muito usado para determinar a resistência flexural de porcelanas dentais.

Portanto, devido a configuração de vários suportes e pistões de carregamento da força, vários testes são identificados na literatura (Ban & Anusavice, 1990; Pröbster *et al.*, 1997; Kanchanasavita *et al.*, 1998; Flemming *et al.*, 2000; Palin *et al.*, 2001; Wachtman *et al.*, 1972; Shetty *et al.*, 1980; Marshall, 1980; Ishizaki *et al.*, 1988; Denry & Rosenstiel, 1993; Frankel *et al.*, 1998): a) bola-anel, b) pistão – três bolas, c) anel-anel, d) bola – três bolas. Estudos experimentais e análises por elementos finitos, concluíram que somente os métodos bola – anel e bola – três bolas são capazes de determinar com maior precisão a resistência flexural de materiais odontológicos frágeis (Shetty *et al.*, 1980). Certamente as tensões provocadas pelos testes durante os ensaio, promoveram resultados imprecisos.

Assim, pode-se concluir que o teste flexural biaxial é o melhor método quando comparado com o teste uniaxial de três pontos, para o estudo da resistência flexural de materiais frágeis, porque a máxima tensão de estresse

ocorre junto a área central de aplicação de força, e falhas equivocadas nas bordas dos espécimes são eliminadas (Shetty *et al.*, 1980). Ao contrario do teste de três pontos, a grande vantagem do teste flexural biaxial é o uso de espécimes de pequeno volume e dimensões, que também diminuiriam as possibilidades de defeitos estruturais, como no grau de deflexão e distribuição de estresse nos espécimes (Chung *et al.*, 2004).

Vários estudos utilizam o teste de biaxial para determinar o módulo flexural (Braga *et al.*, 2002; Attar *et al.*, 2003; Calheiros *et al.*, 2006). O módulo flexural para os cimentos resinosos deve ser intermediário entre a dentina e o tipo de material utilizado na restauração indireta, para que suporte as forças oclusais e não sofra deformações, trincas na linha de cimentação, levando ao deslocamento ou fratura da peça protética, até mesmo da estrutura dental (Anusavice, 1998; Li & White, 1999; Braga *et al.*, 2002).

3. PROPOSIÇÃO:

Os objetivos no estudo foram avaliar as propriedades físico-químicas de duas marcas comerciais de cimentos resinosos duais, em alta e baixa viscosidade, utilizando diferentes modos de polimerização (polimerização dual e polimerização química) através dos seguintes testes:

- Avaliar a resistência de união da restauração indireta à dentina através do ensaio de microtração e realizar a análise do padrão de fratura em Microscopia Eletrônica de Varredura;
- Avaliar o grau de conversão desses cimentos nas diferentes situações propostas por meio de Espectroscopia Infravermelho transformada de Fourier;
- Determinar a resistência à flexão e o módulo de flexão, através do teste flexural biaxial.

4. MATERIAIS E MÉTODOS:

4.1. Delineamento e grupos experimentais:

Para os teste de resistência flexural biaxial e de resistência de união, são três os fatores em estudo: *Cimento Resinoso Dual*, em 2 níveis : Variolink II (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e Nexus 2 (Kerr Kerr Co., Orange, CA, USA); *Viscosidade dos Cimentos* em 2 níveis: alta e baixa viscosidade; e *Modo de Polimerização*, em 2 níveis: polimerização dual e autopolimerizado. Já para a análise de grau de conversão foram considerados também 3 fatores de estudos, sendo eles: *Viscosidade dos Cimentos* em 2 níveis: alta e baixa viscosidade; *Modo de Polimerização*, em 2 níveis: polimerização dual e autopolimerizado; e *Tempo*: 5 minutos e 24 horas. Serão um total de 8 grupos experimentais com números de espécimes por grupo dependente da análise a ser realizada (com n=7 para o ensaio de microtração, n=8 para grau de conversão e n=12 para o ensaio de resistência flexural biaxial). Os grupos experimentais utilizados em todas as avaliações propostas estão descritos na Tabela 1. As composições dos cimentos resinosos e dos sistemas adesivos utilizados nos procedimentos restauradores de fixação da peça protética estão apresentadas na Quadro 1. Os cimentos resinosos e os sistemas adesivos, e silanos utilizados no estudo estão apresentados na Figura 1.

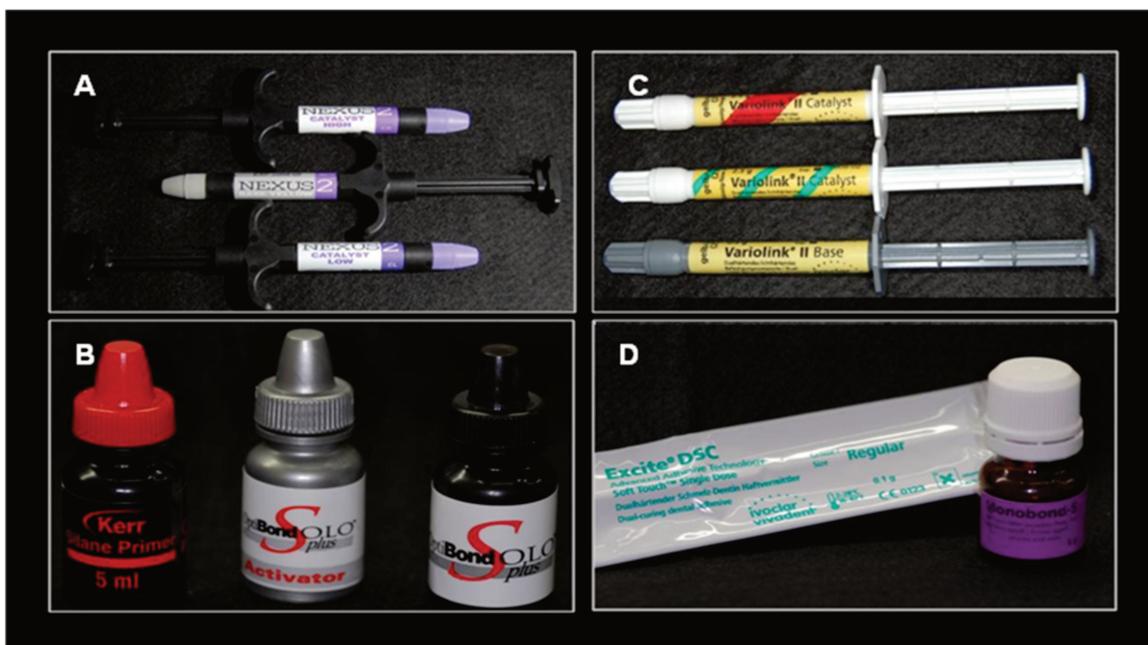


Figura 1: (A) Cimento resinoso dual Nexus 2 (Kerr Corp.), pastas catalisadoras nas viscosidades alta e baixa (*high* e *low*) e pasta base, na cor *Yellow*; (B) Sistema adesivo OptiBond Solo Plus, o OptiBond Solo Plus Activator e o silano Silane Primer (Kerr Corp.); (C) Cimento resinoso Variolink II (Ivoclar Vivadent), pastas catalisadoras nas viscosidades alta e baixa (*high* e *low*) e pasta base, na cor *Yellow*; (D) Sistema adesivo Excite DSC e o silano Monobond S.

Tabela 1: Grupos experimentais:

Grupos	Cimentos (Viscosidade)	Adesivos (*)	Modo de ativação
Grupos 1	Variolink II (alta viscosidade)	Excite DSC	Dual
Grupos 2	Variolink II (alta viscosidade)	Excite DSC	Autopolimerizado
Grupos 3	Variolink II (baixa viscosidade)	Excite DSC	Dual
Grupos 4	Variolink II (baixa viscosidade)	Excite DSC	Autopolimerizado
Grupos 5	Nexus 2 (alta viscosidade)	OptiBond Solo Plus	Dual
Grupos 6	Nexus 2 (alta viscosidade)	OptiBond Solo Plus	Autopolimerizado
Grupos 7	Nexus 2 (baixa viscosidade)	OptiBond Solo Plus	Dual
Grupos 8	Nexus 2 (baixa viscosidade)	OptiBond Solo Plus	Autopolimerizado

- Os sistemas adesivos serão apenas utilizados no ensaio de resistência de união.

Quadro 1: Composição geral dos materiais utilizados no estudo:

Nome Comercial (Fabricante)	Composição
Variolink II (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	<i>Base:</i> Bis-GMA, UDMA e TEGDMA, vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio e óxidos mistos esferoidais. <i>Catalisador:</i> Bis-GMA, UDMA e TEGDMA, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio e óxidos mistos esferoidais, peróxido de benzoíla, estabilizador. Tamanho de partículas: 0,04–3,0 µm. Média: 0,7 µm.
Excite DSC (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	HEMA, dimetacrilatos, acrilato do ácido fosfônico, dióxido de silício altamente disperso, iniciadores e estabilizadores em uma solução alcoólica. O pincel Excite DSC é impregnado com iniciadores químicos
Nexus 2 (Kerr Co., Orange, CA, EUA)	<i>Base:</i> Bis-GMA, canforoquinona, vidro de aluminoborosilicato de bário <i>Catalisador:</i> Bis-GMA, TEGDMA, vidro aluminoborosilicato de bário. Tamanho de partículas: 0,6–18,0 µm.
OptiBond® Solo Plus (Kerr Co., Orange, CA, EUA)	<i>Adesivo:</i> Etanol, Bis-GMA, vidro de aluminoborosilicato de bário, sílica, hexafluorsilicato de sódio <i>Ativador:</i> Etanol, Bis-GMA, benzenosulfonato de sódio.
Monobond S (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Etanol, 3-Metacriloxipropil - trimetoxisilano
Silane Primer (Kerr Co., Orange, CA, EUA)	Álcool Etil, Éster de Organosilano
Ácido fosfórico Scotchbond (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA)	35% de ácido fosfórico, sílica pirogênica, tensoativo solúvel à água, pH de aproximadamente 0,6.

HEMA : 2-Hidroxietil metacrilato; Bis-GMA: bisfenil-glicidil metacrilato; UDMA: Uretano dimetacrilato, TEGDMA: trietilenoglicoldimetacrilato

4.2. Resistência Flexural Biaxial:

4.2.1. Confeção dos espécimes e teste de resistência flexural biaxial:

Os espécimes foram confeccionados através da aplicação dos cimentos resinosos em matrizes de silicone de adição (Aquasyl/Ultra Soft, Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil) (Figura 2A e 2B) com dimensões aproximadas de 6 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura, previamente manipulados na proporção e tempo recomendados pelos fabricantes.

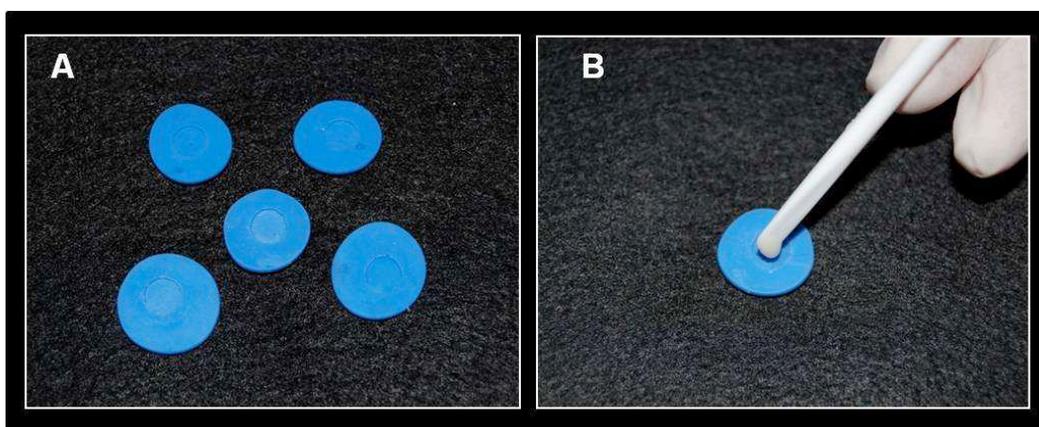


Figura 2: (A) Matrizes de silicone de adição; (B) Aplicação do cimento resinoso nas matrizes de silicone.

Foram preparados 12 espécimes por grupo, que receberam seus respectivos tratamentos (polimerização dual e autopolimerizável), segundo os grupos experimentais (Figura 3). A foto-ativação deu-se com aparelho de luz halógena (XL 3000, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), pelo tempo de 40 segundos, ou não deu-se segundo os grupos experimentais (Figura 4D). A intensidade de luz foi monitorada por um radiômetro (Curing Radiometer Mode 100 – Demetron Research Corporation 5YE Old Road Danbury, CT 06810-7377 – U.S.A.) e encontrava-se entre 400-450 mW/cm². e em seguida foram mantidos em estufa a 37°C por 24 horas em umidade relativa.



Figura 3: Foto-ativação ou não dos espécimes.

Após esse período, os espécimes foram regularizados com lixas de carbeto de silício de granulação 1200, manualmente com irrigação com água (Figura 4), e foram feitas as medidas de espessura e diâmetro de cada espécime com paquímetro digital (Starrett – 727 – 2001, Itu, SP, Brasil). As dimensões são necessárias para o cálculo de resistência flexural e módulo de flexão.



Figura 4: Espécimes prontos após regularização e mensuração.

Após 5 dias, os espécimes foram testados em máquina universal de ensaios (Instron – 5844) com velocidade de 1,00 mm/min (Figura 5A e 5B).

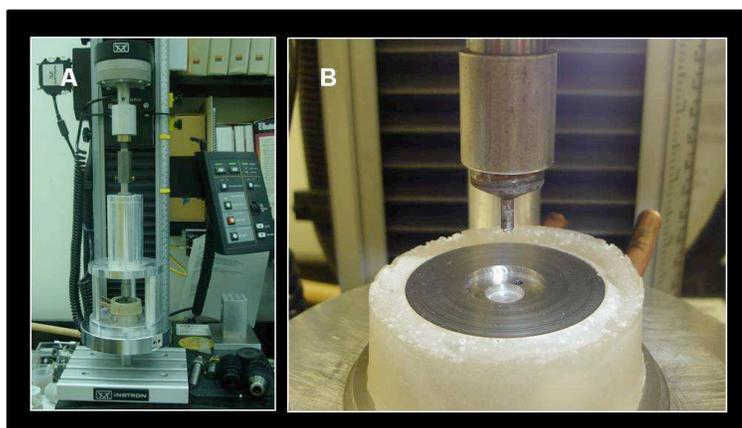


Figura 5: (A) Máquina de ensaio universal Instron – 5844 (B) Dispositivo para realização do teste de resistência flexural biaxial com o disco de cimento resinoso em posição.

4.2.2. *Forma de análise dos resultados:*

Os dados foram analisados estatisticamente pela ANOVA (3 fatores) e Teste Tukey (5%), através do programa SAS para PCs (SAS Institute, Cary, NC, USA).

4.3. Grau de Conversão:

4.3.1. *Forma de obtenção dos dados de grau de conversão:*

Foi utilizado o equipamento de Espectrometria Infravermelho com transformada de Fourier da marca Nicolet 60SX-B com Opcional para Reflectância Difusa (ATR) (Nicolet Instrument Corp, Madison, Wisconsin, EUA) (Figura 6A), onde os cimentos resinosos foram manipulados segundo as recomendações dos fabricantes e aplicados sobre o dispositivo de ATR, que possui um cristal de seleneto de zinco (ZnSe), com espátula plástica, e para diminuir a ação do oxigênio, foram posicionadas tiras de poliéster (Quimidrol Com. Ind. Imp. Ltda, Joinville, SC, Brasil) sobre o cimento resinoso aplicado (Figura 6B e 6C). A leitura de prévia (*background*) da tira de poliéster foi realizado, evitando assim que esta interferisse nos espectros obtidos dos cimentos. A foto-ativação com aparelho de luz halógena (XL 3000, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), pelo tempo de 40

segundos, ou não deu-se segundo os grupos experimentais (Figura 6D). A intensidade de luz foi monitorada por um radiômetro (Curing Radiometer Mode 100 – Demetron Research Corporation 5YE Old Road Danbury, CT 06810-7377 – U.S.A.) e encontrava-se entre 400-450 mW/cm². E foram realizadas leituras em dois tempos diferentes: 5 minutos e 24 horas.

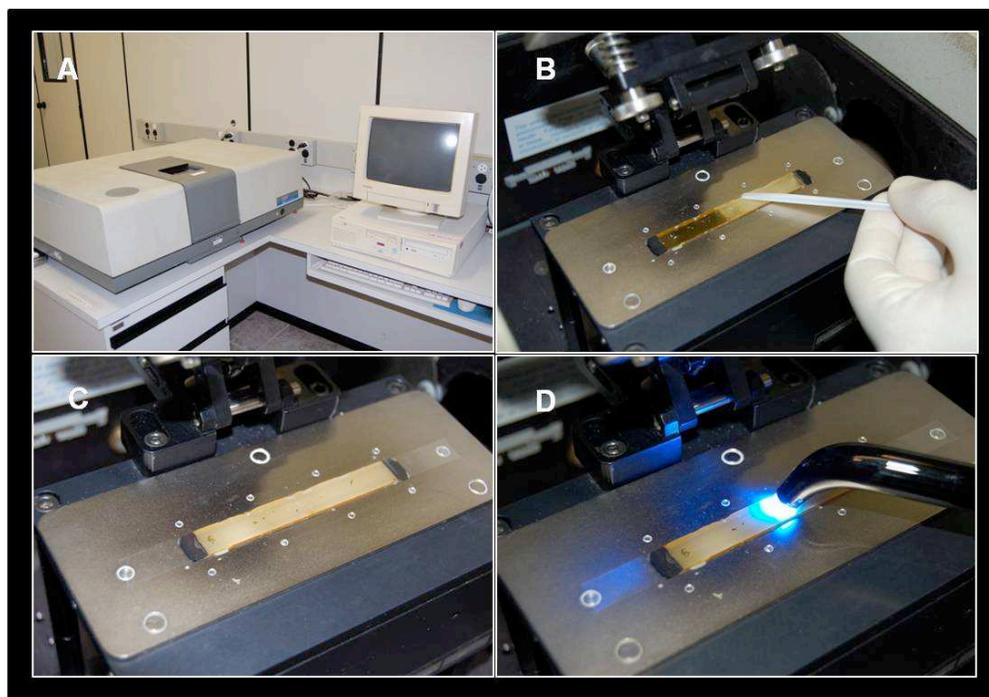


Figura 6: (A) equipamento de Espectrometria Infravermelha transformada de Fourier da marca Nicolet 60SX-B. (B) Aplicação do cimento resinoso após manipulação sobre o cristal de ZnSe. (C) Posicionamento de uma tira de poliéster sobre o cimento. (D) Foto-ativação do cimentos para os grupos de polimerização dual.

As amostras para leitura de 24 horas foram previamente preparadas, aplicando-se os cimentos espatulados segundo as recomendações dos fabricantes sob uma tira de poliéster e outra tira que continha um espaçador (fita adesiva de aproximadamente 100µm de espessura). O cimento foi aplicado e prensado sobre a placa inferior, produzindo películas do cimento com espessuras similares. A aplicação de luz (polimerização dual) ou não (autopolimerizável) foi determinada pelos grupos experimentais (Figura 7).

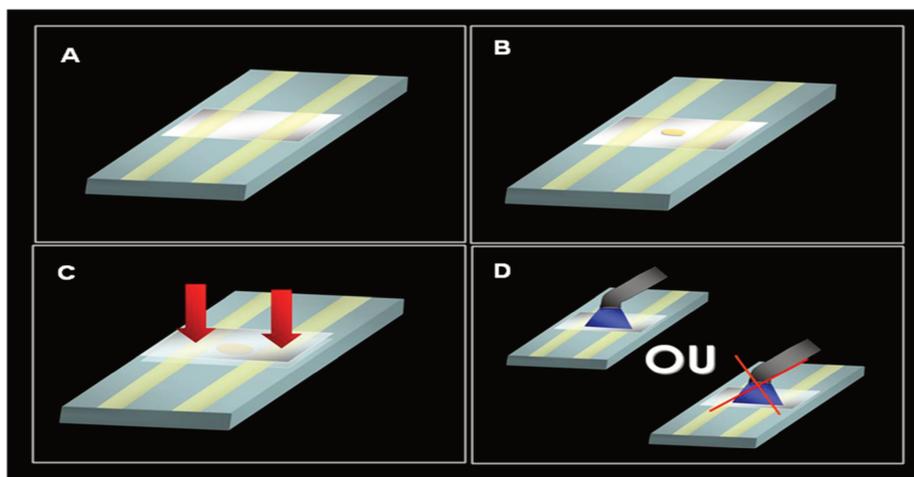


Figura 7: (A) Posicionamento da tira de poliéster com o espaçador (fita adesiva); (B) Aplicação do cimento resinoso; (C) Pressão realizada para que o cimento ficasse com espessura padronizada para formação de uma película uniforme; (D) Foto-ativação ou não por 40 segundos.

As películas preparadas foram armazenadas por 24 horas, e as quimicamente ativadas foram mantidas em casulos plásticos pretos até o momento da leitura no equipamento, onde foram posicionadas sobre o cristal. Foram feitas leituras num total de 8 amostras para cada grupo.

Todos os espectros foram obtidos entre as bandas 4000 e 750 cm^{-1} , com uma resolução de 4 cm^{-1} , num total de 16 scans. Os espectros de cada amostra foram abertos em programa MicroOrigin 7.5, e os modos vibracionais entre 1500 cm^{-1} e 1700 cm^{-1} foram selecionados para melhor visualização. Para se avaliar o grau de conversão dos cimentos resinosos deste estudo foram medidas, através da técnica *baseline* elaborada por Heigl (1974), as intensidades dos picos de absorbância localizados na banda 1638 cm^{-1} de cada espectro, correspondente à identificação das cadeias alifáticas de carbono ($\text{C} = \text{C}$), e da banda 1608 cm^{-1} , correspondente à presença das cadeias aromáticas de carbono (Figura 8). A análise desta última banda serviu como o padrão interno para o cálculo da porcentagem de ligações duplas remanescentes de carbono nos cimentos após sua polimerização (Ferracane & Greener, 1984). Deste modo, o cálculo desta porcentagem foi realizado através da seguinte fórmula (Ferracane & Grenner, 1984):

$$(\% \text{ C} = \text{C}) = \frac{[\text{abs} (\text{alifática C} = \text{C})/\text{abs} (\text{aromática C} \dots \text{C})] \text{ polímero}}{[\text{abs} (\text{alifática C} = \text{C})/\text{abs} (\text{aromática C} \dots \text{C})] \text{ monômero}} \times 100$$

(% C = C) : Porcentagem de ligações duplas remanescentes de carbono.

abs : absorbância

O grau de conversão foi obtido subtraindo-se de 100% a porcentagem de ligações duplas residuais de carbono (% C = C).

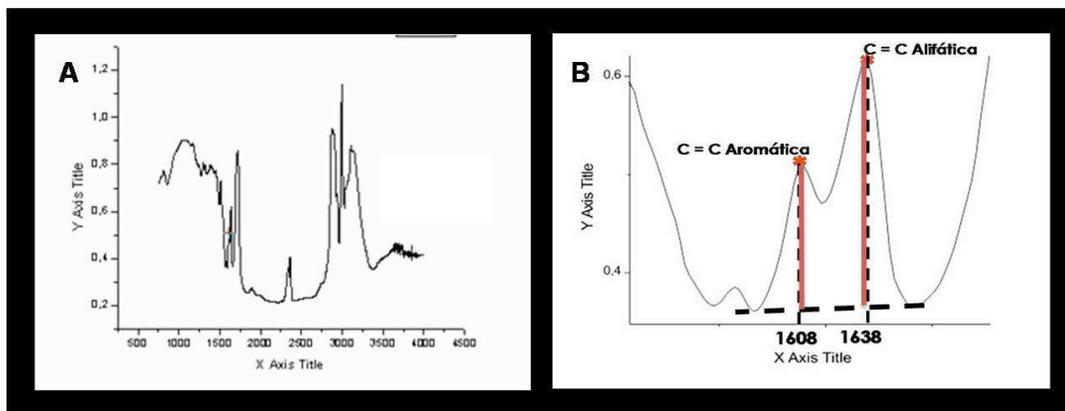


Figura 8: (A) Espectro obtido pelo equipamento; (B) Técnica *baseline* mostrando a diferenças entre os picos 1608 cm⁻¹ (cadeias aromáticas) e 1638 cm⁻¹ (cadeias alifáticas).

4.3.2. Forma de análise dos resultados:

A análise estatística inferencial foi realizada por meio da Análise de Variância em esquema Fatorial (2 x 2 x 2), sendo os fatores representados pelo “cimento” (2 níveis: Variolink II e Nexus 2), “tipo de polimerização” (2 níveis: foto e auto), “viscosidade” (2 níveis: alta e baixa) e “tempo” (2 níveis: 5 minutos e 24 horas). Os dados foram analisados no programa estatístico SAS 9.1 (SAS Institute, Cary, NC, EUA) com nível de significância fixado em 5%.

4.4. Teste de Microtração:

4.4.1. Obtenção e preparo dos espécimes para teste de microtração:

Foram utilizados 56 terceiros molares humanos extraídos e armazenados em solução de timol (5%), após aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da FOP – UNICAMP (protocolo 176/2006). Os dentes foram submetidos à raspagem manual com cureta periodontal (Duflex – SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) para remoção de debris orgânicos e polidos com taça de borracha (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) e pasta de pedra-pomes (SS White) e água. Em seguida, esses dentes foram armazenados em água destilada até o momento da sua utilização.

Os dentes tiveram as suas superfícies oclusais removidas com discos diamantado dupla face (KG Sorensen) acoplado em um micro-motor em baixa rotação (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil), para expor uma superfície dentinária planificada de profundidade média, cerca de 1 mm abaixo da junção amelo dentinária oclusal e a raiz removida com uma secção próxima à região amelocementária. Essas superfícies foram abrasionadas com lixas de SiC 600, montadas em politriz (APL-4 Arotec, Cotia, SP, Brasil) sob refrigeração com água durante 30 segundos, para padronização da smear layer e planificação da dentina. Os dentes foram aleatoriamente divididos entre os oito grupos experimentais (n = 7).

4.4.2. Cimentação das restaurações indiretas:

Para a cimentação foram confeccionados discos de resina composta indireta (Sinfony, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA; cor A2D), com cerca de 2 mm de espessura e 10 mm de diâmetro. Os blocos de resina composta foram regularizados com lixa de carbetto de silício granulação 600, e em seguida foram jateados com partículas de óxido de alumínio de 50 µm (Denville Engeneering Inc., San Ramon, CA, EUA), pelo tempo de 10 segundos (pressão de 0,552 MPa, distância de 15 mm) e os silanos foram aplicados sobre a face do disco de resina

a ser cimentada, na qual a marca comercial e forma de aplicação dependeria do cimento resinoso utilizado. Os protocolos de cimentação realizados para cada cimento resinoso estão descritos no Quadro 2.

Quadro 2: Protocolos de aplicação para os sistemas de cimentação utilizadas no estudo:

Cimento resinoso/Sistema Adesivo	Técnica Adesiva	Cimentação
Variolink II/ Excite DSC (Ivoclar- Vivadent)	<ul style="list-style-type: none"> - Aplicar o ácido fosfórico (Ácido fosfórico 35% Scotchbond/ 3M ESPE) por 15 segundos na dentina, lavar pelo mesmo tempo de condicionamento e secar levemente com papel absorvente; - Fazer a ativação do sistema adesivo, introduzindo o microbrush no reservatório que acompanha o produto, realizar movimento no sentido horário e anti - horário em seu interior por 3 segundos, remover o microbrush e aplicar sobre a dentina por 10 segundo; - Secar levemente com jato de ar para remoção do solvente; - Não fotoativar; 	<ul style="list-style-type: none"> - Dispensar em um bloco de espatulação a proporção de 1:1 de pasta base e catalisadora, e espatular por 10 segundos; - Aplicar o cimento sobre a peça protética realizar a cimentação, fazendo pressão sobre ela constante por 5 minutos. - Fotoativar por 40 segundos.
Nexus 2/ OptBond Solo Plus (Kerr)	<ul style="list-style-type: none"> - Aplicar o ácido fosfórico (Ácido fosfórico 35% Scotchbond 3M ESPE) por 15 segundos na dentina, lavar pelo mesmo tempo de condicionamento e secar levemente com papel absorvente; - Dispensar em um casulo uma gota do adesivo e uma gota do ativador, 	<ul style="list-style-type: none"> - Dispensar em um bloco de espatulação a proporção de 1:1 de pasta base e catalisadora, e espatular por 10 segundos; - Aplicar o cimento sobre a peça protética realizar a cimentação, fazendo pressão sobre ela constante por 5 minutos.

	misturar por 3 segundos com o microbrush e aplicar sobre a dentina por 15 segundos; - Secar levemente com jato de ar para remoção do solvente; - Fofotivar por 20 segundos.	- Fotoativar por 40 segundos.
--	---	-------------------------------

Após o processo de cimentação, foram removidos os excessos com espátula plástica, e foi aplicado sobre o conjunto dente/restauração um peso de 500g por 5 minutos, padronizando a força para assentamento da restauração indireta. A foto-ativação com aparelho de lâmpada halógena (XL 3000, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) imediata após a cimentação (grupos foto-ativados) ou armazenamento da amostra sem foto-ativação, dependeu do tratamento proposto para cada grupo experimental. A intensidade de luz foi monitorada por um radiômetro (Curing Radiometer Mode 100 – Demetron Research Corporation 5YE Old Road Danbury, CT 06810-7377 – U.S.A.) e encontrava-se entre 400-450 mW/cm². A Figura 9 mostra a seqüência de cimentação. Em seguida, cerca de 3 mm de espessura de resina composta autopolimerizável (Concise, 3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil), foi aplicada sobre a restauração indireta, para aumentar a área do corpo de prova, para posterior fixação no dispositivo de microtração. Os dentes restaurados foram armazenados por 24 horas em água destilada a 37°C.

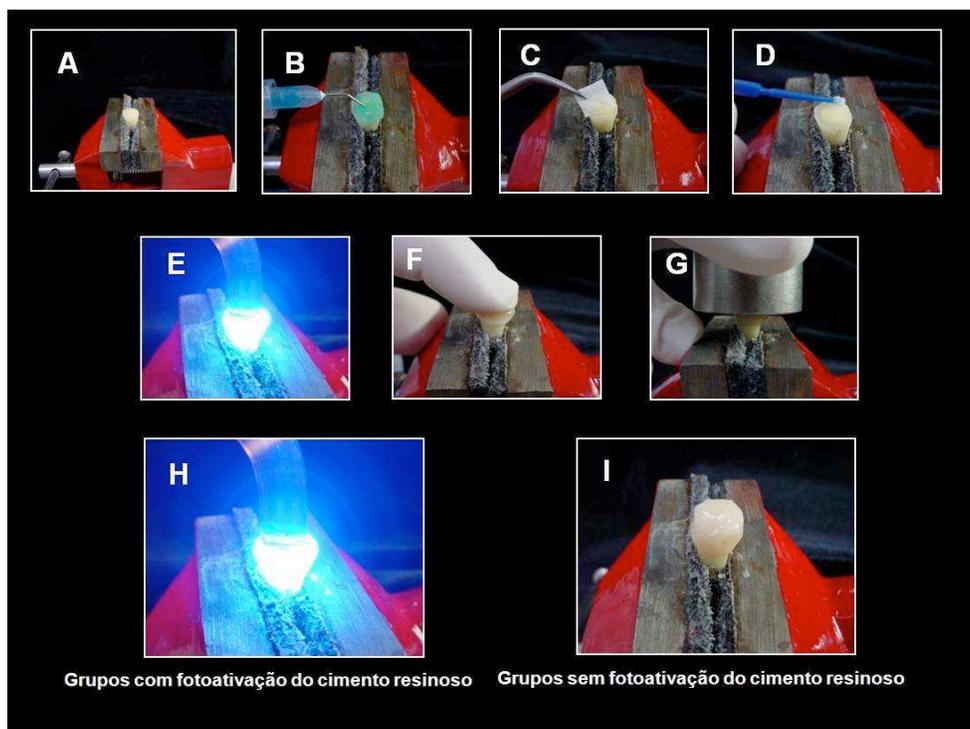


Figura 9: (A) Fixação do dente na morsa; (B) Aplicação de ácido fosfórico; (C) Remoção do excesso de água com papel absorvente; (D) Aplicação do sistema adesivo; (E) Foto-ativação do sistema adesivo (o sistema adesivo Excite DSC não indica a foto-ativação do sistema adesivo no caso de cimentação de peças protéticas, com isso, somente o adesivo OptBond Solo Plus foi foto-ativado); (F) Fixação do disco de compósito; (G) Carga para padronização da espessura da linha de cimentação. (H) Fotopolimerização do sistema para os grupos foto-ativados; (I) Cobertura com a resina composta autopolimerizável.

Para secção dos dentes restaurados e obtenção dos espécimes foi utilizado um disco diamantado de alta concentração (Series 15 HC Diamond, n.º 11 – 4244, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, EUA) acoplado a uma cortadeira de precisão (Isomet 2000/Buehler Ltd.). Os dentes foram serialmente seccionados no sentido vestibulo-lingual e no sentido méso-distal perpendicularmente a interface de união dentina-compósito. As secções produziram espécimes com formato de um paralelepípedo, cujas extremidades eram constituídas de compósito e dentina unidas pelo adesivo e cimento. A região de união possuía uma área aproximada a 1 mm^2 na secção transversal do espécime.

O estudo da resistência de união empregou a metodologia de microtração descrita por Sano *et al.* (1994) e modificado por Shono *et al.* (1999). Seis espécimes de cada dente restaurado foram testados em um dispositivo para microtração acoplado a uma máquina universal de ensaio (4411/Instron) com velocidade de 0,5 mm/min (Figura 10).

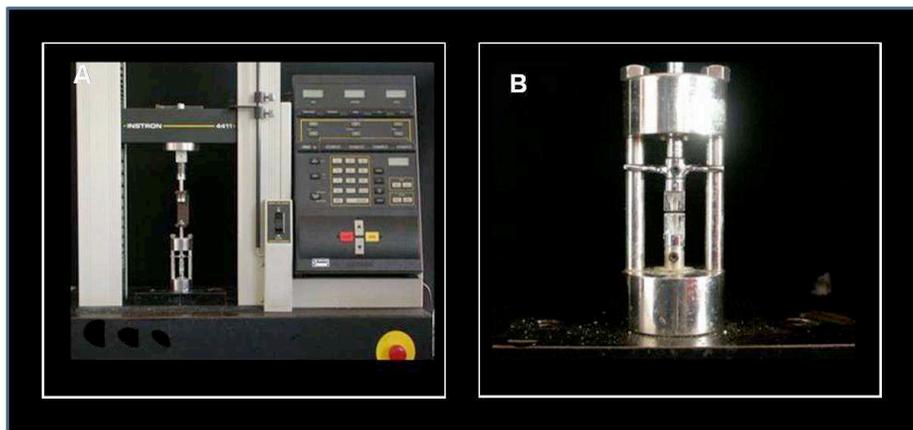


Figura 10: (A) Máquina de ensaio universal Instron 4411 (B) Dispositivo de microtração.

4.4.3. Forma de análise dos resultados:

Foram testados seis espécimes em forma de palitos por dente, onde obteve-se a média por dente em MPa. O valor médio de cada grupo experimental foi calculada à partir da média dos sete dentes utilizados por grupo. A análise estatística foi realizada utilizando-se o programa SAS para PCs (SAS Institute, Cary, NC, USA). Os dados foram submetidos à ANOVA (3 fatores) e teste Tukey (com nível de significância de 5%) foi realizado com a finalidade de apontar as diferenças entre os grupos experimentais desta interação.

4.4.4. Análise do padrão de fratura em Microscopia Eletrônica de Varredura:

Análise do padrão de fratura dos espécimes de microtração permitiu avaliar o local que ocorreu a fratura envolveu na interface dente/restauração. Cada palito fraturado no teste de microtração foi fixado com resina composta em *stubs* metálicos, com a superfície envolvida na fratura voltada para cima. Em seguida,

os *stubs* contendo os palitos receberam a cobertura de uma fina película de ouro em equipamento para metalização de amostras (Denton Desk II, Denton Vacuum LLC, Moorestown, NJ, EUA).

As fotomicrografias da área de fratura foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM 5600LV Jeol, Tokyo, Japão), com aumentos entre 80X e 2000X.

A classificação utilizada para as fraturas foi baseada nas observações dos espécimes testados e as estruturas envolvidas nas fraturas:

- Fratura entre adesivo e dentina
- Fratura coesiva no adesivo
- Fratura entre adesivo e cimento resinoso
- Fratura coesiva no cimento resinoso
- Fratura mista envolvendo dentina e adesivo
- Fratura mista envolvendo adesivo e cimento resinoso

5. Resultados:

5.1. Teste de resistência de união pelo teste de microtração:

Todas as análises estatísticas foram feitas utilizando-se o programa SAS para PCs (SAS Institute, Cary, NC, USA). Os dados foram submetidos à ANOVA (3 fatores) que indicou apenas uma interação dupla significativa entre os fatores viscosidade e modo de ativação dos cimentos foi significativa ($p=0,0292$). O teste de Tukey (com nível de significância de 5%) foi realizado com a finalidade de apontar as diferenças entre os grupos experimentais desta interação. As Tabelas 2 e 3 abaixo mostram as diferenças significativas encontradas para estes grupos experimentais. A análise de variância não indicou interação tripla significativa ($p=4303$) e também não indicou significância para as interações duplas a seguir: cimento/viscosidade($p=0,1710$) e cimento/modo de ativação ($p=0,1312$), ocorrendo diferença significativa apenas para o fator ativação ($p=0,0005$). Os resultados sugerem que foto-ativação aumentou significativamente as médias de resistência de união para os cimentos resinosos em baixa viscosidade e para ambos os cimentos resinosos duais utilizados no estudo (Tabelas 2 e 3).

Tabela 2: Média e desvio padrão (em MPa) da resistência de união do cimento resinoso Nexus 2 em função da viscosidade e modo de ativação;

Cimento/ Viscosidade		Dual	Autopolimerizado
Nexus 2	Baixa	23,8 (10,6) Aa	16,0 (5,1) Ab
	Alta	20,2 (4,7) Aa	19,0 (6,5) Aa

Letras maiúsculas comparam viscosidades e letras minúsculas comparam modo de ativação ($p<0,05$)

Tabela 3: Média e desvio padrão (em MPa) da resistência de união do cimento resinoso Variolink II em função da viscosidade e modo de ativação;

Cimento/ Viscosidade		Dual	Autopolimerizado
Variolink II	Baixa	28,7 (8,7) Aa	11,9 (3,0) Ab
	Alta	16,5 (4,7) Aa	13,1 (6,4) Aa

Letras maiúsculas comparam viscosidades e letras minúsculas comparam modo de ativação ($p<0,05$)

5.2. Análise do padrão de fratura:

A análise dos padrões de fratura, com imagens realizadas em microscópio eletrônico de varredura, mais significativas para cada grupo experimental, estão apresentadas nas Figuras 11 a 18.

Observado os tipos de fratura predominantes em cada grupo, observou-se que os grupos que não receberam a foto-ativação do cimento resinoso apresentaram maior número de fraturas coesivas no cimento resinoso para ambos cimentos estudados. Já com a foto-ativação do cimento, houve uma mudança nos padrões de fratura: para o cimento Nexus 2 na versão baixa viscosidade a maioria das fraturas ocorreu de forma coesiva no adesivo, e em alta viscosidade, ocorreu entre o adesivo e o cimento resinoso; já para o Variolink II, em baixa viscosidade, fraturas coesivas no cimento resinoso ocorreram em maior número, seguidas pelas coesivas em cimento e entre o adesivo e dentina, e para a versão em alta viscosidade, o maior número de falhas deu-se entre a dentina e o adesivo.

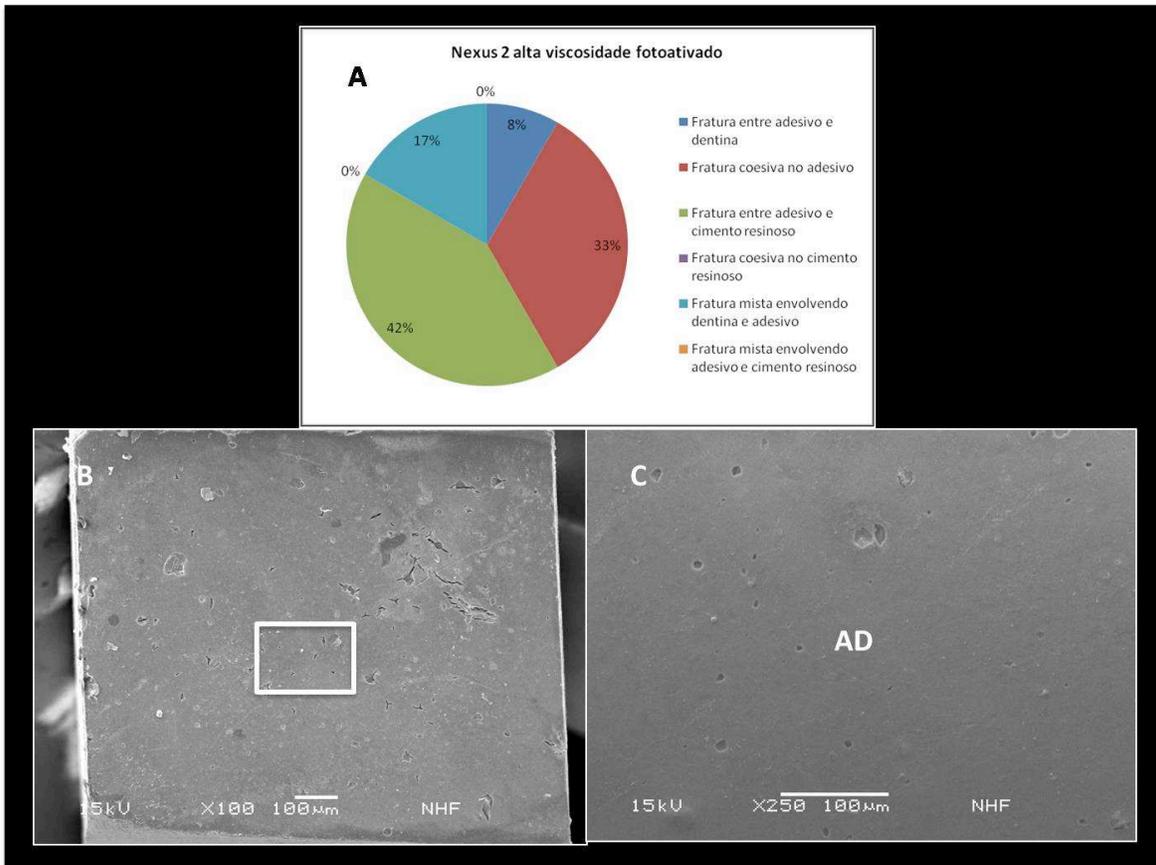


Figura 11: (A) Distribuição qualitativa do padrão de fratura para grupo experimental do cimento Nexus 2 em alta viscosidade foto-ativado. (B) Fotomicrografia mostrando falha predominante no cimento resinoso Nexus 2 em alta viscosidade com polimerização dual, indicando em B a superfície do adesivo separada do cimento (100X). (C) Fotomicrografia em maior aumento (250X) da área demarcada em B. (AD – adesivo).

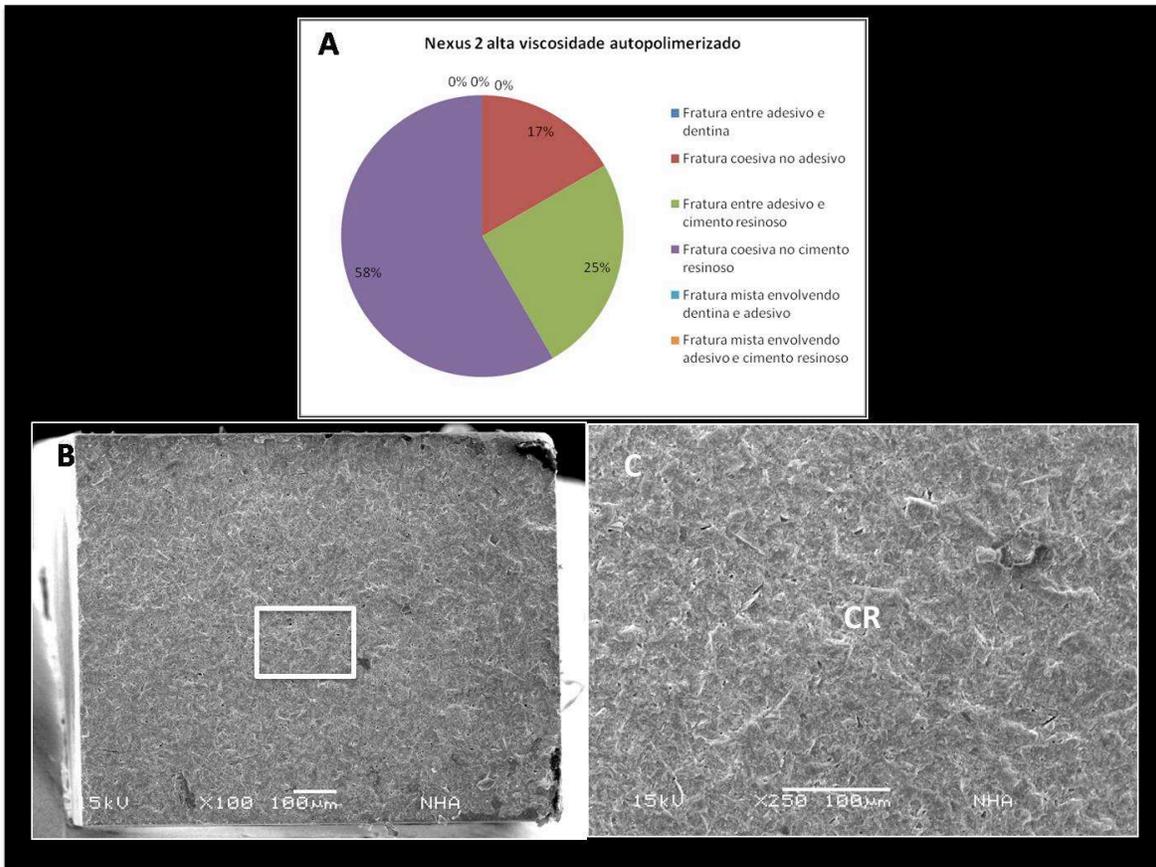


Figura 12: (A) Distribuição qualitativa do padrão de fratura para grupo experimental do cimento Nexus 2 em alta viscosidade sem foto-ativação. (B) Fotomicrografia mostrando falha predominante no cimento resinoso Nexus 2 em alta viscosidade sem foto-ativação do cimento, mostrando a falha coesiva do cimento (100X). (C) Fotomicrografia em maior aumento (250X) da área demarcada em B. (CR – Cimento resinoso).

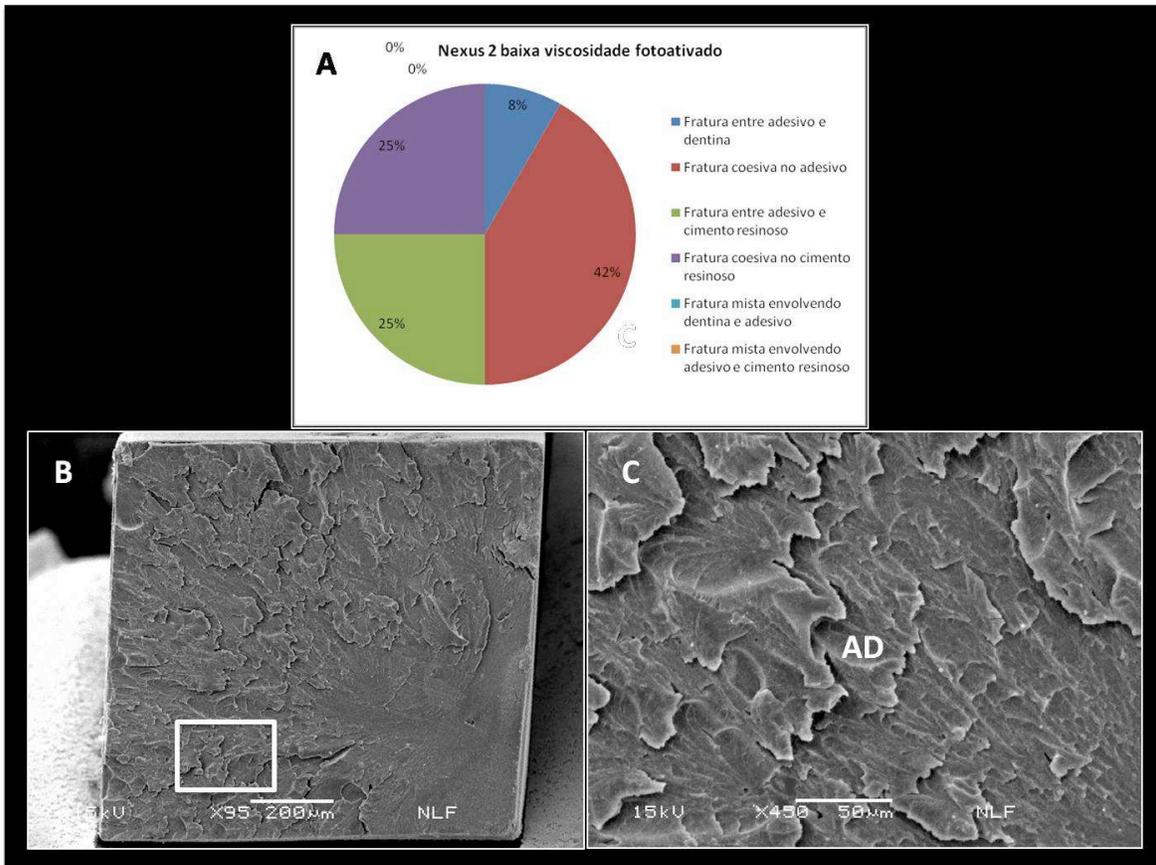


Figura 13: (A) Distribuição qualitativa do padrão de fratura para grupo experimental do cimento Nexus 2 em baixa viscosidade foto-ativado. (B) Fotomicrografia mostrando falha predominante no cimento resinoso Nexus 2 em baixa viscosidade quando fotoativou-se o cimento, mostrando a falha coesiva do adesivo (95X). (C) Fotomicrografia em maior aumento (450X) da área demarcada em B. (AD – adesivo).

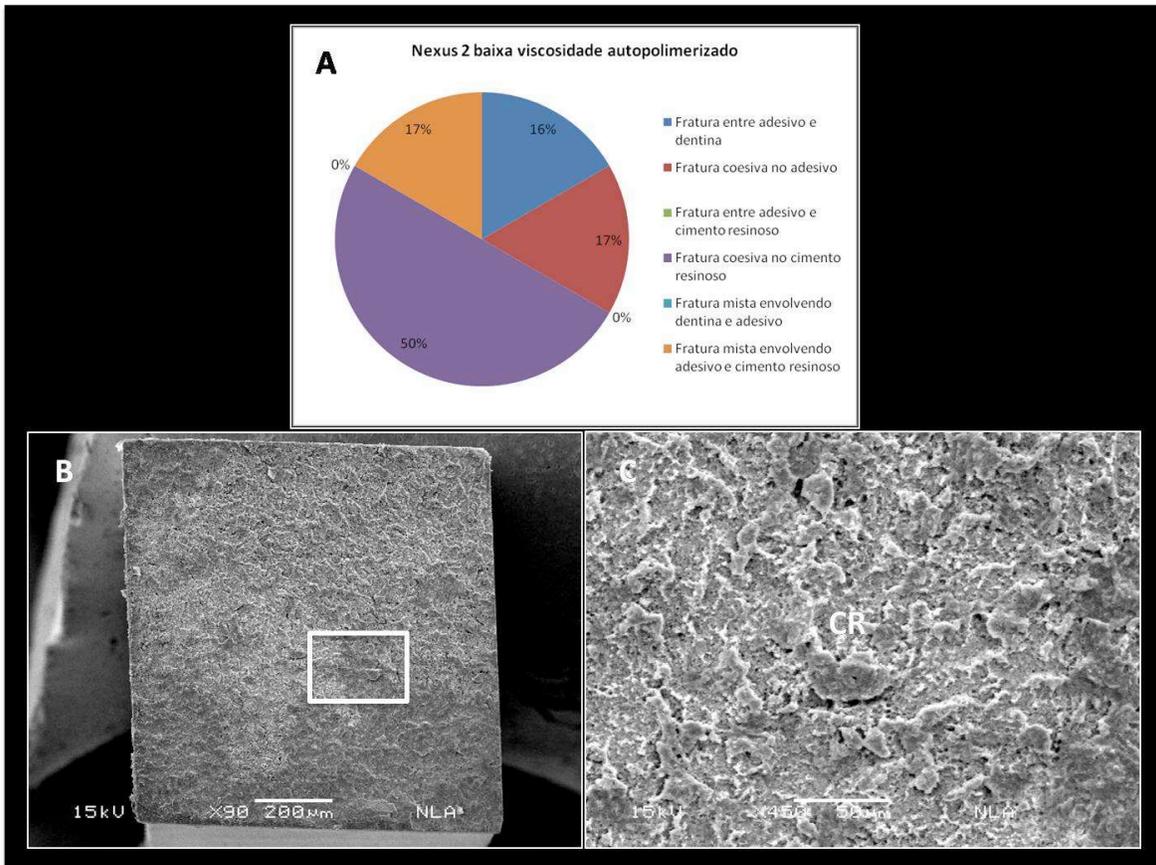


Figura 14: (A) Distribuição qualitativa do padrão de fratura para grupo experimental do cimento Nexus 2 em baixa viscosidade sem foto-ativação. (B) Fotomicrografia mostrando falha predominante no cimento resinoso Nexus 2 em baixa viscosidade sem foto-ativação do cimento, indicando a falha coesiva do cimento resinoso (90X). (C) Fotomicrografia em maior aumento (450X) da área demarcada em B. (CR – Cimento resinoso).

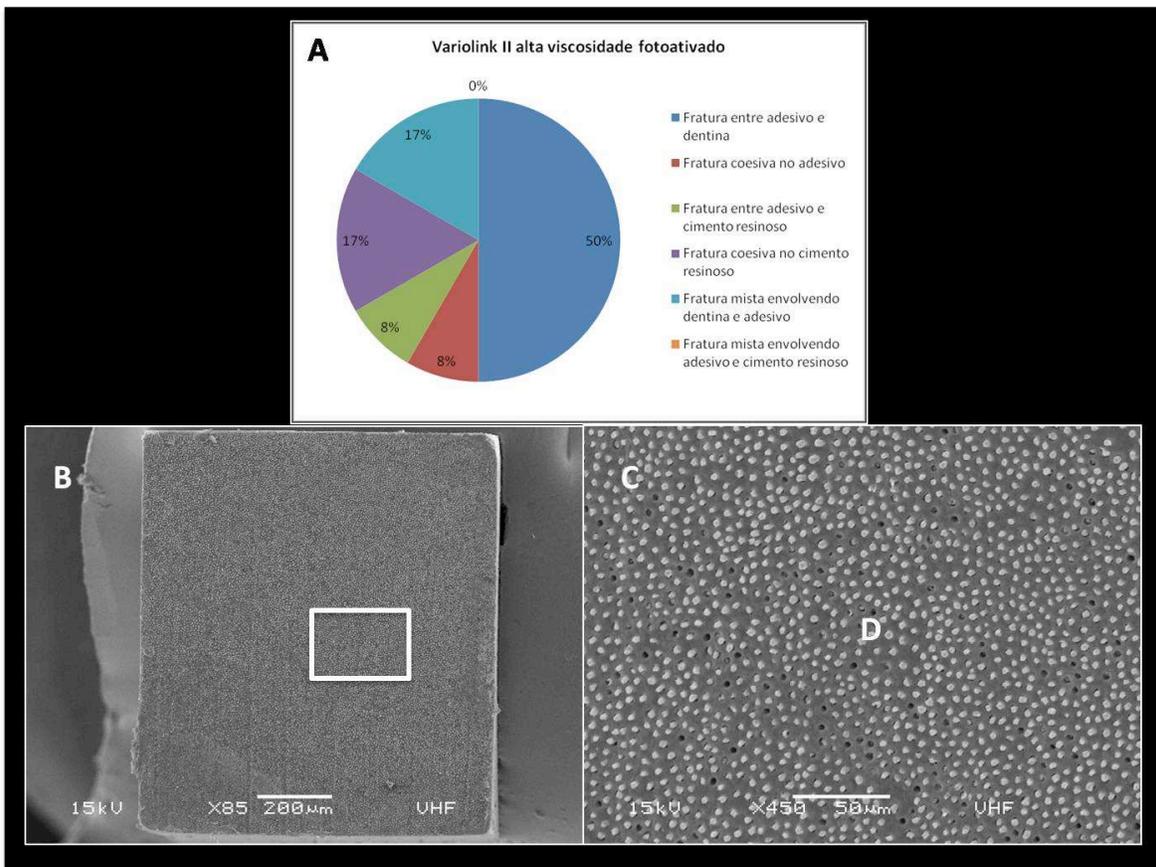


Figura 15: (A) Distribuição qualitativa do padrão de fratura para grupo experimental do cimento Variolink II em alta viscosidade foto-ativado. (B) Fotomicrografia mostrando falha predominante no cimento resinoso Variolink II em alta viscosidade quando fotoativou-se o cimento, mostrando a superfície da dentina e os *tags* de adesivo no interior dos canalículos dentinários (85X). (C) Fotomicrografia em maior aumento (450X) da área demarcada em B. (D – dentina).

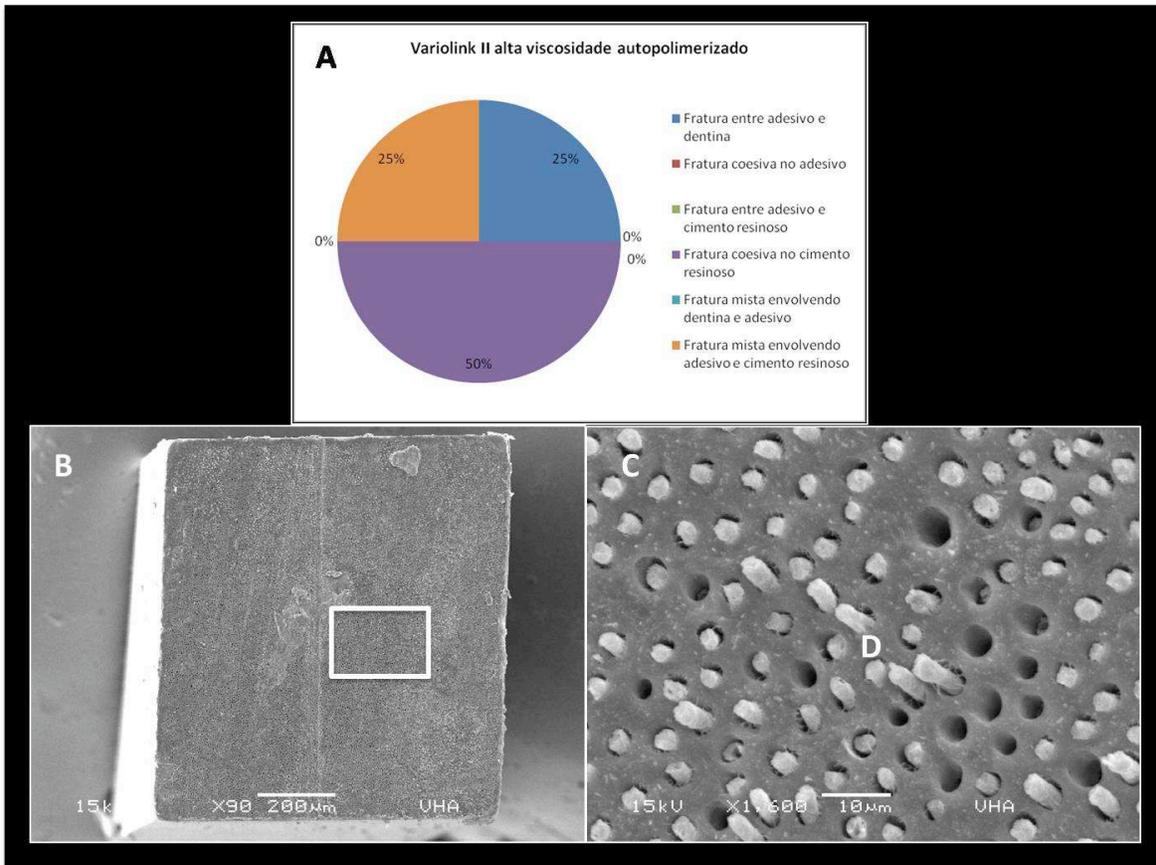


Figura 16: (A) Distribuição qualitativa do padrão de fratura para grupo experimental do cimento Variolink II em alta viscosidade sem foto-ativação. (B) Fotomicrografia mostrando falha entre adesivo e dentina para o cimento Variolink II em alta viscosidade sem foto-ativação do cimento, mostrando a falha do adesivo na dentina (90X). (C) Fotomicrografia em maior aumento (1600X) da área demarcada em B, mostrando os *tags* de adesivo no interior dos canaliculos dentinários (D – dentina).

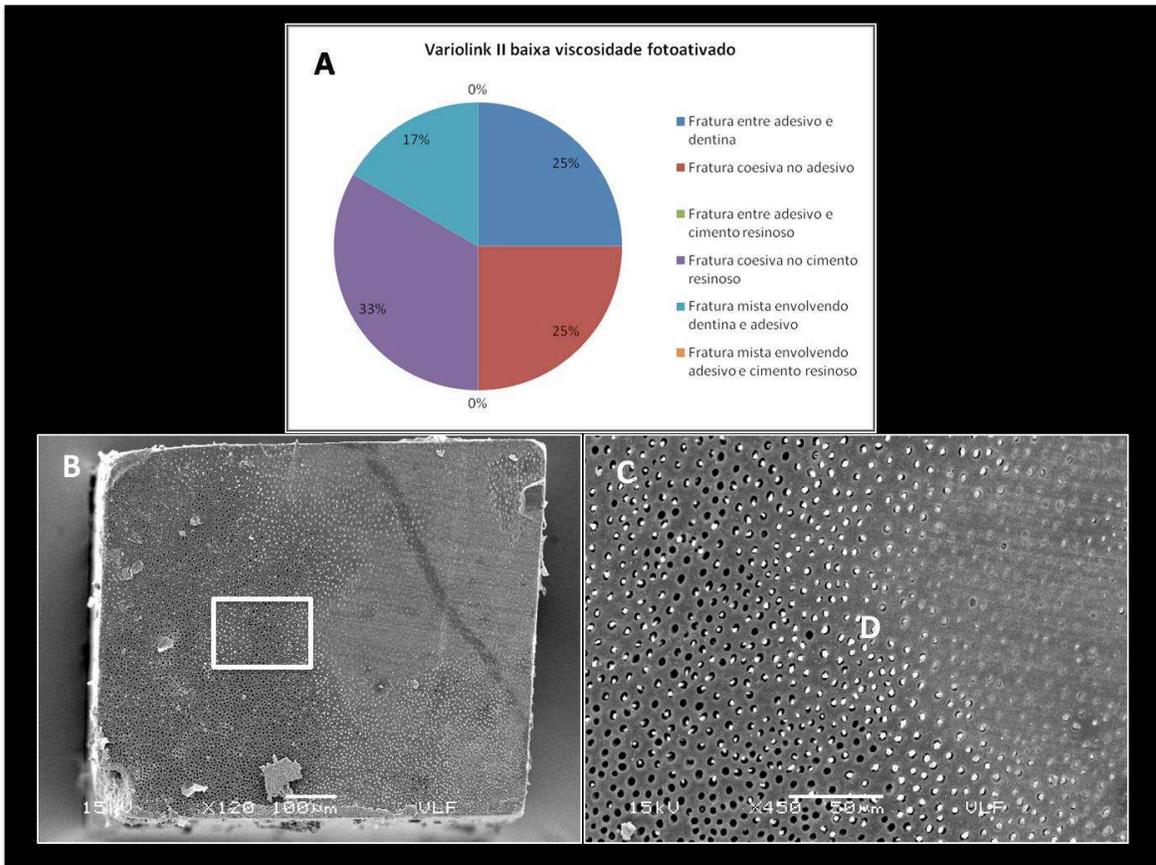


Figura 17: (A) Distribuição qualitativa do padrão de fratura para grupo experimental do cimento Variolink II em baixa viscosidade foto-ativado. (B) Fotomicrografia mostrando falha predominante no cimento resinoso Variolink II em baixa viscosidade quando fotoativou-se o cimento, mostrando a superfície da dentina e os *tags* de adesivo no interior dos canalículos dentinários (120X). (C) Fotomicrografia em maior aumento (450X) da área demarcada em B. (D – dentina).

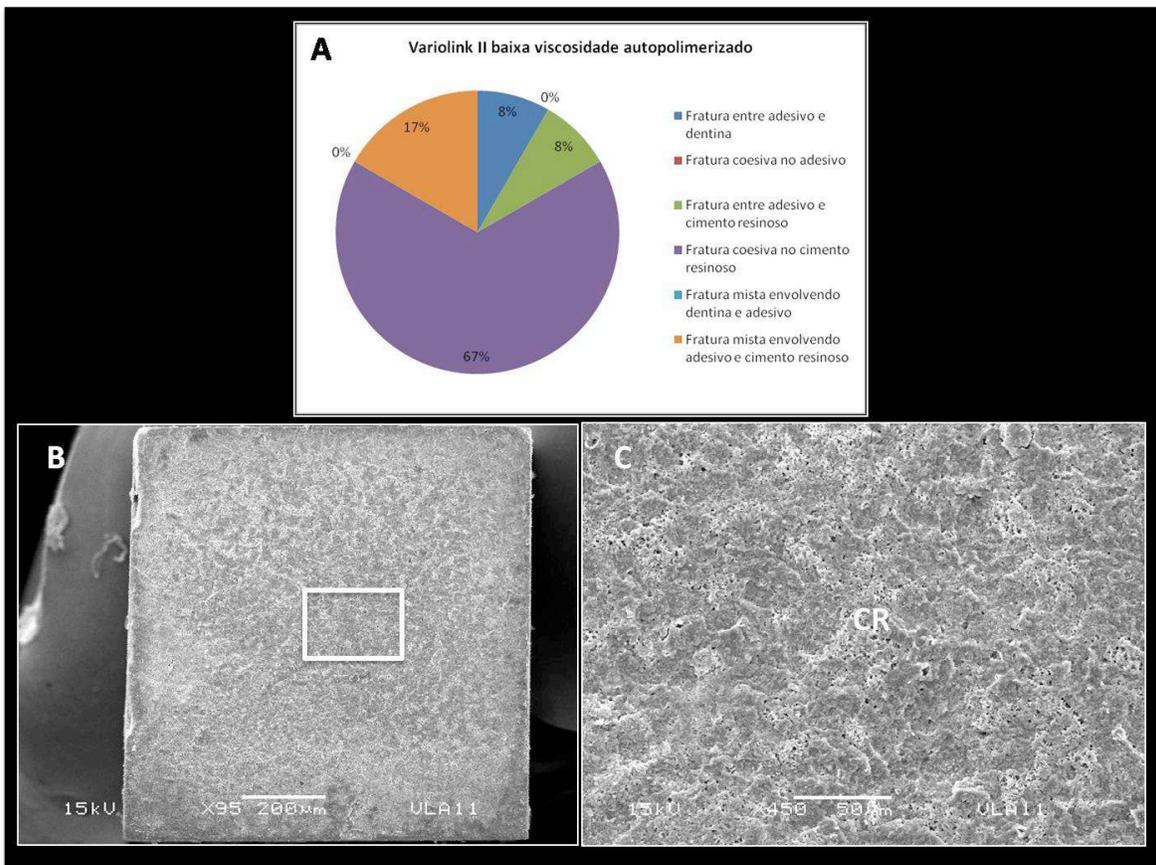


Figura 18: (A) Distribuição qualitativa do padrão de fratura para grupo experimental do cimento Variolink II em baixa viscosidade sem foto-ativação. (B) Fotomicrografia mostrando falha predominante no cimento resinoso Variolink II em baixa viscosidade sem foto-ativação do cimento, mostrando a falha coesiva do cimento resinoso (95X). (C) Fotomicrografia em maior aumento (450X) da área demarcada em A. (CR – cimento resinoso).

5.3. Análise do grau de conversão:

Inicialmente foi realizada a análise exploratória dos dados para verificar a homogeneidade das variâncias e para determinar se os erros experimentais apresentavam distribuição normal (parâmetros da Análise de Variância).

Os dados dos cimentos resinosos foram analisados separadamente. Para cada cimento, a estatística inferencial foi realizada por meio da Análise de Variância em esquema Fatorial ($2 \times 2 \times 2$), sendo os fatores representados pelo “tipo de polimerização” (2 níveis: foto e auto), “viscosidade” (2 níveis: alta e baixa) e “tempo” (dois níveis: 5 min e 24 h). Todas as interações foram incluídas no modelo e comparações múltiplas entre as médias foram realizadas pelo teste de Tukey. Os dados foram analisados no programa estatístico SAS 9.1 (SAS Institute, Cary, NC, EUA) com nível de significância fixado em 5%.

A análise estatística do cimento Nexus indicou que a interação dupla “polimerização x tempo” foi significativa ($p=0,01$), entretanto, outras interações não foram significativas ($p>0,05$). Observou-se diferença entre o fator viscosidade ($p<0,01$). Essas interações foram desdobradas pelo teste de Tukey e as comparações estão descritas na Tabela 4 e Gráfico 1.

A análise estatística do cimento Variolink indicou também a interação dupla “polimerização x tempo” foi significativa ($p<0,01$). As demais interações não foram significativas ($p>0,05$). Também foi observada diferença significativa entre os níveis do fator viscosidade ($p<0,01$). (Tabela 5 e Gráfico 2).

Tabela 4: Média do grau de conversão do cimento Nexus 2 em função do tipo de polimerização, tempo e viscosidade.

Viscosidade	Tempo	Polimerização		
		Dual	Auto	
Alta	5min	63,5 (1,9) Ba	44,7 (2,1) Bb	✱
	24h	86,8 (1,5) Aa	77,3 (1,1) Ab	
Baixa	5min	64,4 (1,8) Ba	48,6 (3,2) Bb	●
	24h	89,9 (0,9) Aa	78,8 (0,8) Ab	

Médias seguidas de letras distintas representam diferenças significativas (ANOVA 3-fatores/ Tukey, $p=0,05$). Letras maiúsculas comparam tempos dentro de viscosidade e tipo de polimerização; minúsculas comparam tipos de polimerização dentro de tempo e viscosidade; Símbolos diferentes (✱ e ●) representam diferenças entre as viscosidades.

Tabela 5: Média do grau de conversão do cimento Variolink II em função do tipo de polimerização, tempo e viscosidade.

Viscosidade	Tempo	Polimerização		
		Dual	Auto	
Alta	5min	62,3 (1,8) Ba	43,7 (2,0) Bb	❖
	24h	84,9 (1,4) Aa	75,8 (1,3) Ab	
Baixa	5min	63,7 (1,7) Ba	46,1 (2,0) Bb	◆
	24h	87,7 (1,2) Aa	77,5 (1,3) Ab	

Médias seguidas de letras distintas representam diferenças significativas (3-way ANOVA / Tukey, $p=0,05$). Letras maiúsculas comparam tempos dentro de viscosidade e tipo de polimerização; minúsculas comparam tipos de polimerização dentro de tempo e viscosidade; Símbolos diferentes (❖ e ◆) representam diferenças entre as viscosidades.

Não foi realizada a comparação entre os cimentos, pois o grau de conversão depende dos monômeros contidos em cada tipo de cimento. Em relação às viscosidades, os cimentos de baixa viscosidade apresentaram os maiores valores de grau de conversão, que os cimentos de alta viscosidade, para ambos os cimentos resinosos utilizados no estudo.

Os resultados apontaram diferença estatística entre os tempos (5 minutos e 24 horas) e tipo de polimerização (auto e foto-ativado) ($p=0,03$). Essa diferença ocorreu independente do tipo de cimento resinoso e da viscosidade. Os cimentos

duais quando foto-ativados apresentaram maiores médias de grau de conversão quando comparados aos grupos autopolimerizados. Para as duas formas de ativação, o tempo de polimerização de 24 horas obteve maior valor médio de grau de conversão que o tempo de 5 minutos (Tabela 8 e Gráficos 6 e 7).

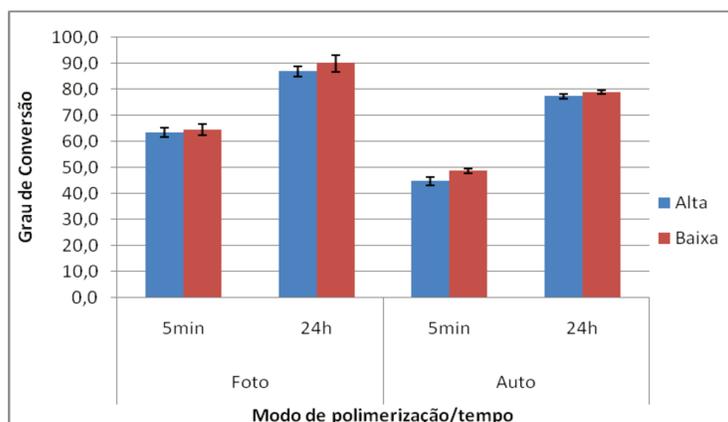


Gráfico 1: Gráfico de barras mostrando grau de conversão do cimento resinoso Nexus 2 em diferentes viscosidades, modos de ativação e tempo.

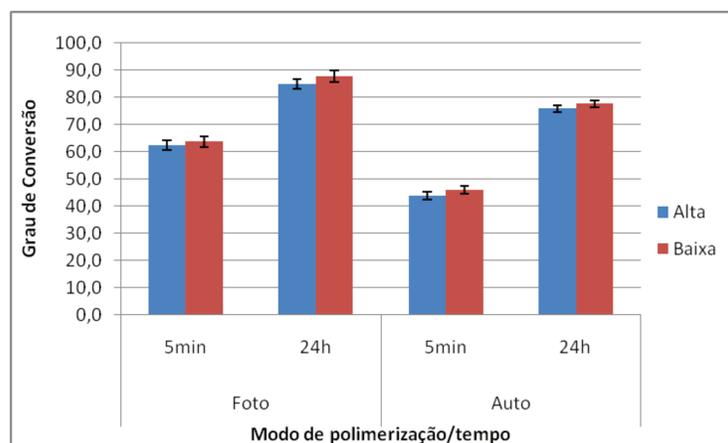


Gráfico 2: Gráfico de barras mostrando grau de conversão do cimento resinoso Variolink II em diferentes viscosidades, modos de ativação e tempo.

5.4. Teste de resistência flexural biaxial:

Os dados foram analisados estatisticamente pela ANOVA (2 fatores) e Teste Tukey (5%), através do programa SAS para PCs (SAS Institute, Cary, NC,

USA). Para a variável módulo de flexão, não houve diferença significativa entre viscosidade (baixa e alta)($p=0,4790$). Não houve diferença entre cimentos ($p=0,6197$), mas houve diferença significativa entre polimerização ($p<0,0001$). Nenhuma interação entre os fatores foi significativa ($p>0,05$).

Na análise da resistência à flexão, não houve diferença significativa entre os cimentos ($p=0,5020$). Houve diferença dentro dos fatores viscosidade ($p=0,0272$) e entre polimerização ($p<0,0001$). A interação entre viscosidade e polimerização foi significativa ($p=0,05$).

As Tabelas (6 e 7) e os Gráficos (3 a 6) a seguir, mostram os valores médios e desvio padrão (DP) para ambos os cimentos resinosos utilizados no estudo nas duas viscosidades (alta e baixa).

Tabela 6:Valores médios e DP do módulo de flexão para os cimentos resinosos Nexus 2 e Variolink II em diferentes viscosidades (MPa).

	Baixa viscosidade		Alta viscosidade	
	Dual	Auto	Dual	Auto
Nexus 2	7180,3 (2099,6) Aa	5549,0 (863,6) Ba	7632,9 (1434,6) Aa	5586,9 (1914,8) Ba
Variolink II	7083,6 (1507,6) Aa	5410,9 (895,4) Ba	7574,9 (1980,3) Aa	5282,1 (923,7) Ba

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal dentro de cada grau de viscosidade e minúsculas na vertical) diferem entre si pela ANOVA ($p<0,05$)

Tabela 7: Valores médios e DP do módulo e resistência à flexão para os cimentos resinoso Nexus 2 e Variolink II em diferentes viscosidades (MPa).

	Nexus 2		Variolink II	
	Dual	Auto	Dual	Auto
Baixa viscosidade	134,7 (27,4) Ab	120,9 (11,0) Ba	137,6 (22,1) Ab	117,1 (24,3) Ba
Alta viscosidade	146,9 (18,6) Aa	120,2 (20,5) Ba	159,0 (22,0) Aa	120,0 (12,0) Ba

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal dentro de cada cimento e minúsculas na vertical) diferem entre si pela ANOVA ($p<0,05$)

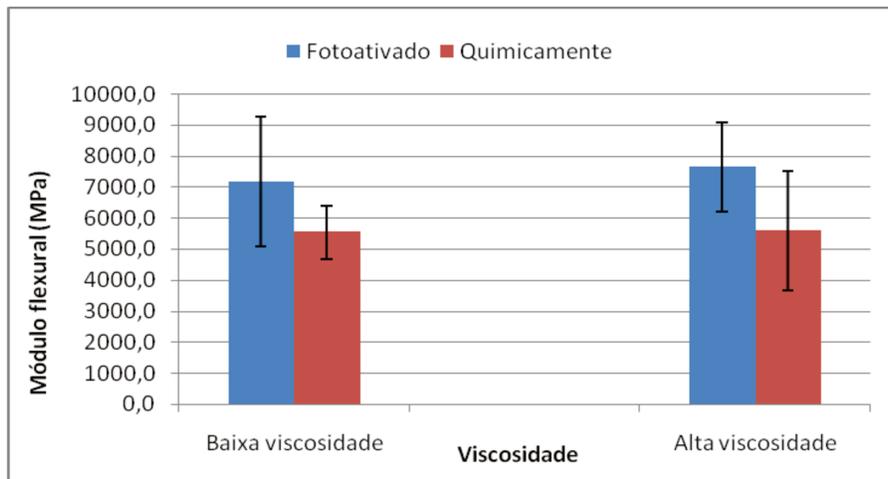


Gráfico 3: Valores médios e DP do módulo de flexão para o cimento resinoso Nexus 2 em diferentes viscosidades (MPa).

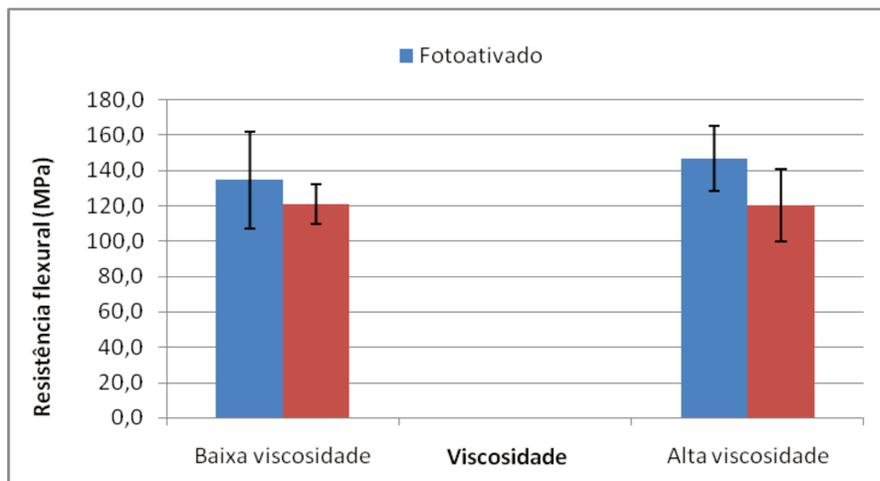


Gráfico 4: Valores médios e DP da resistência à flexão para o cimento resinoso Nexus 2 em diferentes viscosidades (MPa).

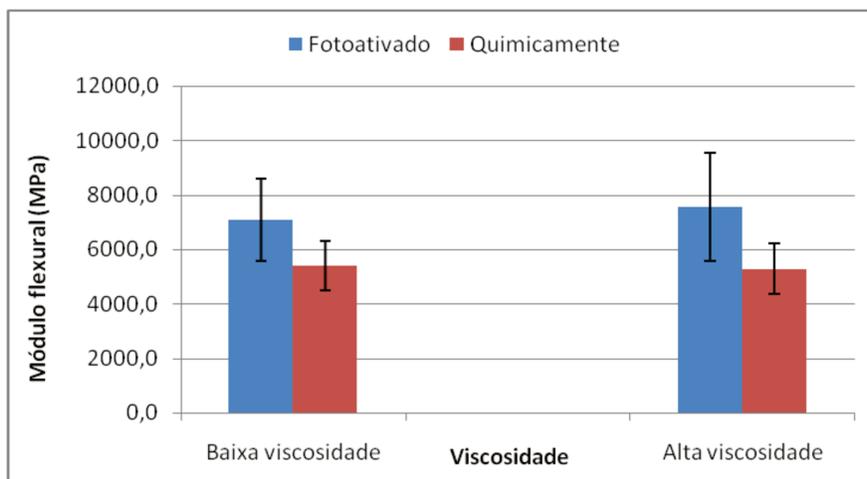


Gráfico 5: Valores médios e DP do módulo de flexão para o cimento resinoso Variolink II em diferentes viscosidades (MPa).

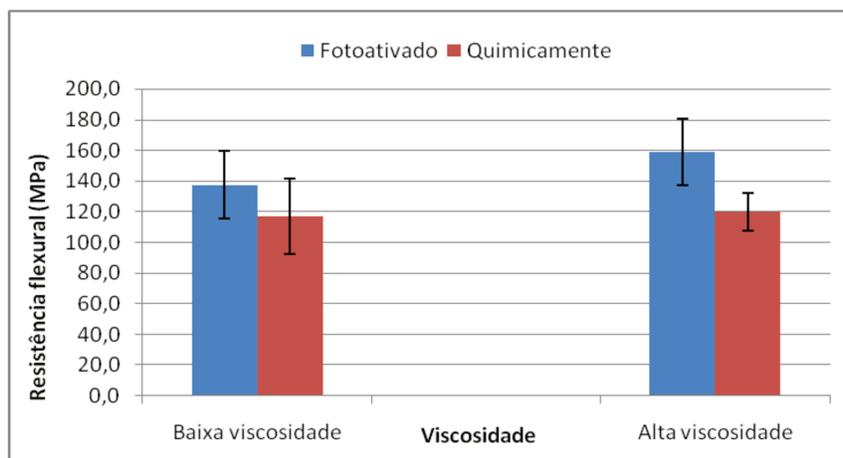


Gráfico 6: Valores médios e DP da resistência de flexão para o cimento resinoso Variolink II em diferentes viscosidades (MPa).

6. DISCUSSÃO:

Os cimentos resinosos são requeridos para a cimentação da maioria dos casos de restaurações indiretas, e encontram-se disponíveis na versão autopolimerizável, fotopolimerizável e polimerização dual.

Os cimentos resinosos duais, na sua maioria, são compostos por uma mistura de monômeros, catalisadores químicos e partículas inorgânicas (Garone, 1998; de Góes, 1998). Algumas marcas comerciais disponibilizam os cimentos resinosos em diferentes viscosidades, alterando o proporcionamento entre seus componentes. Isso ocorreu devido a diferentes necessidades clínicas observadas pelos cirurgiões-dentistas como na cimentação de peças protéticas com uma inesperada desadaptação ocorridas no seu processo de confecção laboratorial ou mesmo inerente ao tipo de material. Em outros casos em que existe uma necessidade de uma linha de cimentação reduzida por questões estéticas para um correto preenchimento do espaço entre a peça protética e a estrutura dental, com espessura uniforme, o uso de um cimento de baixa viscosidade pode ter melhor indicação na fixação da peça protética. (Neves *et al.*, 2002).

O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito da viscosidade (alta e baixa), e do modo de polimerização (autopolimerizável e polimerização dual), em suas propriedades mecânicas e físicas, como a resistência flexural biaxial (que fornece dados de resistência à fratura e módulo de flexão), grau de conversão do cimento, e na resistência de união ao substrato dentinário.

A resistência à flexão é uma propriedade mecânica que relata a chance do cimento suportar uma possível deformação plástica diante de um carregamento, levando à fratura do cimento e deslocamento da peça protética (Attar *et al.*, 2003). No presente estudo, para os valores de resistência à flexão obtidos, não foi encontrada diferença estatística entre os cimentos resinosos utilizados. Os cimentos na versão dual apresentaram maiores médias de resistência à flexão, que os cimentos autopolimerizados. Quando a polimerização deu-se de forma dual, os cimentos em baixa viscosidade apresentaram menores médias de

resistência à flexão (Nexus 2 – 134,7 MPa, Variolink II – 137,6 MPa), que os cimentos em alta viscosidade (Nexus 2 – 146,9 MPa, Variolink II – 159,0 MPa). Quando os cimentos foram autopolimerizados, não houve diferença estatística entre as viscosidades.

Os resultados mostram que a polimerização dual do cimento resinoso, reflete em aumento da resistência à flexão do material. O efeito da foto-ativação, combinada com a polimerização química dos cimentos duais, reduz a quantidade de ligações duplas remanescentes, melhorando o grau de polimerização do material, aumentando a dureza do cimento resinoso. Em alguns estudos, a polimerização química não foi suficiente para promover a máxima dureza e resistência ao material cimentante (Ed- Mowafy *et al.*, 1999; Peutzfeldt, 1995).

Para o cimento Nexus 2 e Variolink II, a mudança de viscosidade do cimento ocorre pelo uso de uma pasta catalisadora densa ou fluida, onde há uma alteração nos conteúdos de componentes monoméricos e inorgânicos. O cimento Variolink II disponibiliza a porcentagem dos componentes monoméricos e de carga, sendo que o catalisador fluido apresenta 27,9% em peso de monômeros, e 71,2% em peso e 43,6% em volume de partículas de carga; já o catalisador denso, apresenta 22% em peso de monômeros, e 77% em peso e 52% em volume de carga, indicando assim uma mudança na sua composição monomérica e inorgânica significativa. O cimento Nexus 2 não fornece esses dados, somente que apresenta em média 70% em peso e 53% em volume de partículas de carga, não especificando as viscosidades.

Esse aumento na quantidade de partículas de carga em torno de 16% em volume para os cimentos em alta viscosidade é importante para justificar maiores valores de resistência à flexão que os cimentos em baixa viscosidade quando esses foram polimerizados na forma dual. No entanto, o aumento no conteúdo monomérico pode justificar o comportamento semelhante entre as viscosidades alta e baixa para os cimentos autopolimerizados, já que sem a foto-ativação, não ocorre uma rigidez imediata do material, aumentando assim o tempo da sua fase pré-gel, melhorando a difusão dos radicais livre e maior número de ligações

cruzadas são formadas que irá conferir maior rigidez ao material (Ferracane *et al.*, 1985).

No teste biaxial obtivemos os valores de módulo de flexão, que se relaciona à resistência do material em sofrer deformação, importante propriedade para o comportamento clínico do material (White *et al.*, 1994; Platt *et al.*, 1999). Neste estudo, não houve diferença entre os cimentos, semelhante o que ocorreu para a resistência à flexão, e não houve diferença estatística também entre as viscosidades “alta” e “baixa”. Entretanto, quando os cimentos tiveram a polimerização dual, os valores médios de módulo foram superiores cerca de 20% que os cimentos autopolimerizados (Tabelas 6 e 7 e Gráficos 3 a 6).

Sabe-se que um cimento com módulo de flexão intermediário entre as estruturas envolvidas, é importante para a prevenção de microinfiltração (White *et al.*, 1994; Platt *et al.*, 1999) e em áreas com grande esforços mastigatórios (Diaz-Arnold, 1999), e deve apresentar valores intermediários de módulo entre a dentina e o material das restauração indireta (Anusavise, 1998). O módulo de elasticidade da dentina é em torno de 18 GPa, de restaurações metálicas é de 88 a 220 GPa, e coroas em cerâmica pura apresentam 55 a 236 GPa (O’ Brien, 1997). Os resultados de módulo de flexão deste estudo foram todos superiores ao módulo da dentina, e próximos aos dos materiais restauradores. A foto-ativação do cimento dual mostrou-se necessária para garantir a ele um alto módulo de flexão, conseqüentemente melhores propriedades mecânicas, da mesma forma o ocorrido com a resistência à flexão. No entanto, a diferença entre as viscosidades tanto na polimerização dual como autopolimerizável, não foi observada, possivelmente porque a rigidez proporcionada pela polimerização dos monômeros foi suficiente para compensar a redução do conteúdo inorgânico do cimento em baixa viscosidade.

Outra metodologia empregada foi o estudo do grau de conversão desses cimentos. Diversos estudos mostram a importância de um alto grau de conversão de materiais resinosos em suas melhores propriedades mecânicas, já que monômeros metacrilatos residuais podem reduzir a dureza, a resistência à

abrasão e a resistência à fratura,. Além disso, pode aumentar a sorção e solubilidade, e interferir na durabilidade da estabilidade de cor (Asmussem, 1982; Ferracane & Greener, 1984).

Como o grau de conversão é dependente da composição monomérica e da porcentagem do sistemas iniciadores da polimerização presentes em cada sistema separadamente (Ferracane & Greener., 1984; Asmussem, 1982), a análise estatística dos resultados de grau de conversão para cada cimento resinoso (Nexus 2 e VariolinkII) foi realizado separadamente.

Tanto para o cimento resinoso Nexus 2, quanto para o Variolink II, houve diferença entre o modo de polimerização realizada e entre os tempos de 5 minutos e 24 horas, e também houve diferença entre as viscosidades alta e baixa. Os resultados mostram que a polimerização dual promoveu maiores valores de grau de conversão que os cimentos autopolimerizados, que vai de acordo com diversos trabalhos na literatura (Darr & Jacobsen, 1995; Caughman *et al.*, 2001; Rueggerberg & Caughman, 1993; Arrais *et al.*, 2008). Estes estudos mostram que a polimerização química por si só não é suficiente para promover um alto grau de conversão de cimentos resinosos duais.

As leituras de grau de conversão de 24 horas foram superiores aos valores de 5 minutos, para as duas viscosidades, indicando que a reação de polimerização continua após sua foto-ativação, e devido principalmente à continuação da reação de polimerização da parte química (peróxido de benzoíla + amina terciária), assim, maiores valores polimerização são conseguidos após 24 horas (Rueggeberg & Caughman, 1993).

Quanto às diferenças de grau de conversão entre as viscosidades alta e baixa, observadas na Tabelas 4 e 5, maiores valores de grau de conversão foram apresentados pelos cimentos em baixa viscosidade. Uma menor viscosidade do cimento resinoso é devido à menor adição de partículas de carga e adição de maior quantidade de monômeros de baixa viscosidade, e com isso, que proporciona melhor difusão dos radicais livres no interior do material resinoso no momento da polimerização (Ferracane & Greener, 1984). No entanto, a diferença,

em média, no grau de conversão entre as viscosidades e o modo de polimerização é de 2% para a polimerização dual e de 3% para o autopolimerizado, em alta viscosidade; de 2% para a polimerização dual e de 5% para o modo autopolimerizado, em baixa viscosidade, sendo esse valores para os dois cimentos resinosos estudados. Segundo Caughman *et al.* (2001), diferenças muito pequenas entre os valores de grau de conversão podem não ter efeitos deletérios ou interferir no sucesso clínico do material de cimentação. Com isso, a relação entre as diferentes porcentagens de grau de conversão e as propriedades físicas dos materiais resinosos ainda necessitam serem melhor investigadas.

Os cimentos resinosos podem unir-se tanto a estrutura dental através dos sistemas adesivos, quanto ao material restaurador indireto, e essa interação promove um reforço das duas estruturas (Dietsch *et al.*, 1990), reduz a microinfiltração marginal, a sensibilidade pós – operatória produz maior estabilidade marginal e evita cáries secundárias (Hikita *et al.*, 2007).

Para o teste de resistência de união, como para os demais testes, não se observou diferença estatística entre os sistemas de cimentação estudados. Também não foi observada diferença entre as viscosidades, porém, em relação ao modo de ativação, a forma de polimerização dual foi eficiente na resistência de união para os cimentos em baixa viscosidade, assim os menores valores de resistência de união foram obtidos nos cimentos autopolimerizados na versão em baixa viscosidade (Nexus 2 – 16 MPa; Variolink II – 12 MPa).

Para a cimentação dos discos de resina composta indireta, no substrato dentinário foram utilizados os sistemas adesivos recomendados pelos fabricantes, para o cimento Nexus 2, o sistema adesivo Optibond Solo Plus é misturado ao Optibond Solo Plus Ativador, que converte o adesivo para a forma dual. Da mesma forma o sistema adesivo Excite DSC possui ativadores químicos impregnados no microbrush, e sua ativação para a forma dual ocorre com a introdução deste microbrush no interior de um casulo onde está o adesivo. Para o sistema de cimentação Nexus 2 + Optibond Solo Plus, o fabricante recomenda a fotoativação do adesivo, o que não foi realizado para o sistema Variolink II +

Excite DSC. Mas essa foto-ativação não mostrou-se relevante, já que não houve diferença entre os valores de resistência de união para os dois cimentos. Com isso, podemos especular que a restauração indireta em resina que possui espessura média de 2 mm e foi cimentada sobre a dentina após a aplicação do adesivo e do cimento resinoso, não impediu a passagem de uma adequada de intensidade de energia luminosa pelo cimento resinoso até o sistema adesivo, promovendo um aumento no grau de conversão do adesivo, conseqüentemente da resistência de união (de Menezes *et al.*, 2006)

Nos grupos experimentais onde houve a foto-ativação, os valores de resistência de união foram superiores aos grupos autopolimerizados, já que a foto-ativação promove um aumento na geração de radicais livres, e conseqüentemente, aumentou o grau de polimerização do cimento resinoso. Esses dados estão de acordo com o trabalho de Kumbuloglu *et al.* (2004), onde o maior grau de conversão ocorreu onde houve a incidência de luz sobre o cimento resinoso dual, e eles relatam também que quando o sistema de polimerização redox formado pelo peróxido de benzoíla e a amina terciária, é somente ativado, não é suficiente para promover uma correta polimerização do cimento resinoso dual, levando a menores valores de resistência de união.

Para os cimentos em baixa viscosidade, a foto-ativação aumentou as médias de resistência de união. A maior quantidade de monômeros necessita de uma maior formação de radicais livres para uma polimerização eficiente. A diminuição na quantidade de partículas de carga reduz a viscosidade do cimento, que permite uma formação de uma película mais uniforme do cimento.

Os resultados de resistência de união não mostraram diferenças entre os cimentos com baixa e alta viscosidade, quando a polimerização ocorreu na forma dual. Isso se deve possivelmente à melhor capacidade dos compósitos em baixa viscosidade comportarem-se melhor em termos dos efeitos das tensões de contração do material (Davidson *et al.*, 1984; Lambrechts *et al.*, 1991; Inokshi *et al.*, 1993). O relaxamento da tensão de contração pode reduzir a formação de fendas na união, e diminui as falhas prematuras que levam a uma redução na

resistência de união (Hahn *et al.*, 2001). Para os cimentos em alta viscosidade, o aumento da quantidade de partículas de carga melhora as propriedades mecânicas do cimento. A união entre os componentes orgânicos e as partículas de carga, através do tratamento dessas partículas, como a silanização, e a maior quantidade de partículas de carga, favorece o aumento da força coesiva do cimento resinoso (Chung *et al.*, 1990).

Deve-se salientar que os dois sistemas adesivos utilizados no estudo são de dois passos, ou seja, um adesivo e *primer* que estão no mesmo frasco são aplicados sobre o substrato dentinário após o condicionamento com ácido fosfórico a 37%. Esses sistemas são considerados menos efetivos na união com a dentina devido à natureza ácida e hidrofílica dos monômeros (De Munch, 2005). Resíduos dos monômeros ácidos permanecem na superfície do adesivo aplicado sobre a dentina, devido a inibição pelo oxigênio, que irá competir com o peróxido de benzoíla pela amina terciária contida no cimento resinoso autopolimerizado. O resultado dessa reação ácido-base é sal e água, que causa a incompatibilidade no processo de polimerização do cimento resinoso (Sanares *et al.*, 2001, Suh *et al.*, 2003). Condições de hidrofília deste adesivo, ainda proporcionam uma membrana permeável que permite o fluxo de fluidos através da camada do adesivo após sua polimerização, e compromete a sua resistência de união (Carvalho *et al.*, 2004). Com isso a foto-ativação do cimento resinoso e a utilização de um sistema adesivo dual, podem contornar os problemas acima apresentados (Sanares *et al.*, 2001, Suh *et al.*, 2003).

Analisando as fotomicrografias dos padrões de fratura, para todos os cimentos autopolimerizados, a predominância foi de fratura coesiva no cimento resinoso, indicando que a não foto-ativação reduziu a força coesiva do cimento (Figuras 10,12,14 e 16). Já para os cimentos que sofreram a polimerização dual, diferentes padrões de fratura foram observados para cada tipo de sistema de cimentação. O sistema Nexus 2 + Optibond Solo Plus apresentou maior quantidade de fraturas coesivas no adesivo ou entre o adesivo e o cimento resinoso para ambas as viscosidades (Figuras 9 e 11). Isso se deve

possivelmente a maior viscosidade apresentada pelo adesivo Optibond Solo Plus, produz uma camada de adesivo mais espessa. Para o sistema Variolink II + Excite DSC, a maioria das fraturas foram entre a dentina e o adesivo ou coesiva no adesivo, provavelmente devido a não foto-ativação do adesivo. As imagens de microscopia eletrônica de varredura (Figuras 13 e 15) mostram o total deslocamento da camada híbrida, restando somente os prolongamentos de adesivo no interior dos canalículos dentinários.

A diferença entre os padrões de fratura dos dois sistemas cimentantes mostra também a importância da foto-ativação do adesivo antes da cimentação. De acordo com o trabalho de Menezes (2006), a foto-ativação do sistema adesivo assegura melhores propriedades mecânicas para a rede polimérica formada no interior do substrato dentinário. No entanto, estudos mostram que a foto-ativação do adesivo pode produzir uma maior espessura de adesivo, que pode comprometer a adaptação de restaurações indiretas com melhor adaptação marginal, e que adesivos autopolimerizados e de polimerização dual são indicados nessas situações (Foxton *et al.*, 2003; Dagostin & Ferrari, 2001).

No presente estudo, a metodologia utilizada para o teste de microtração simula clinicamente a situação de uma cimentação indireta, onde a foto-ativação ocorre após o tempo de remoção do excesso do cimento resinoso das margens da restauração. Essa espera pode ser considerada longa, cerca de 5 minutos após o acionamento da peça protética. Alguns autores demonstraram que uma porção significativa das reações da porção autopolimerizada acontece no período seguinte a colocação da restauração indireta (Rueggeberg & Caughman, 1993; Arrais *et al.*, 2008). Um aumento da viscosidade do cimento resinoso é esperada, o qual diminui a sua mobilidade reativa, devido a formação inicial de uma densa cadeia polimérica (Ferracane *et al.*, 1985). Essa mesma mudança na viscosidade promovida pela reação auto-polimerizada pode ser esperada na camada que combina o cimento resinoso e o adesivo não polimerizado. Com isso a conversão dos monômeros dessa camada e a infiltração do adesivo da zona desmineralizada da dentina pode ser dificultada, com isso, as propriedades mecânicas dessa

interface dente/restauração pode ser comprometida com a espera de 5 minutos para posterior foto-ativação (Cavalcante *et al.*, 2008). Isso pode justificar o maior número de fraturas adesivas entre a dentina e adesivo para o sistema Variolink II/Excite DSC, onde não ocorre a polimerização do adesivo.

Salienta-se que o comportamento mecânico desses materiais e as diferentes situações em que eles foram estudados pelas metodologias propostas neste estudo, avaliam o desempenho de forma imediata, e fatores como a umidade, a temperatura e os constantes esforços mastigatórios que são exercidos sobre restaurações indiretas após sua cimentação, podem comprometer o desempenho biomecânico do cimento resinoso. No entanto, podemos afirmar que uma boa resistência e módulos de flexão, bons valores de grau de conversão e de resistência de união iniciais, podem prever seu comportamento clínico em longo prazo.

7. CONCLUSÃO:

De modo geral, não foi observado diferenças entre os cimentos estudados para os ensaios de resistência de união e biaxial. A foto-ativação e a viscosidade do cimento influenciaram os resultados segundo os ensaios realizados:

- 1- Para a o teste flexural biaxial, o tipo de foto-ativação e a viscosidade podem interferir na resistência e módulos flexurais dos cimentos resinosos. Os cimentos com polimerização dual em alta viscosidade tiveram os maiores valores de resistência flexural que os cimentos em baixa viscosidade. Os cimentos autopolimerizados apresentaram os menores valores médios de módulo flexural, para ambas as viscosidades estudadas.
- 2- Para o estudo de grau de conversão, a foto-ativação resultou em maiores valores médios. Os cimentos em baixa viscosidade também resultaram em maiores valores de grau de conversão que os cimentos em alta viscosidade. Quando a mensuração de grau de conversão foi realizada após 24 horas, os valores médios foram sempre superiores.
- 3- A foto-ativação de cimentos resinosos duais promoveu o aumento da resistência de união à dentina. A foto-ativação também foi importante para aumentar os valores de resistência de união quando se utiliza cimentos em baixa viscosidade.

REFERÊNCIAS *

Anusavice KJ. Phillips: Materiais Dentários. Rio de Janeiro: Guanabara - Koogan, 10ª Edição, 1998.

Arrais CA, Giannini M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of curing mode on microtensile bond strength to dentin of two dual-cured adhesive systems in combination with resin luting cements for indirect restorations. Oper Dent. 2007; 32(1):37-44.

Arrais CA, Giannini M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Microtensile bond strength of dual polymerizing cementing systems to dentin using different polymerizing modes. J Prosthet Dent. 2007; 97(2):99-106.

Arrais CA, Rueggeberg FA, Waller JL, de Goes MF, Giannini M. Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems. J Dent. 2008; 36(6):418-26.

Asmussem E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA, Bis-GMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. Dent Mater. 1998; 14:51-7

Asmussen E, Peutzfeldt A. Bonding of dual-curing resin cements to dentin. J Adhes Dent. 2006; 8(5): 299-304

* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP baseado na norma do International Committee of Medical Journal Editors-Grupo Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

Asmussen, E.: Restorative Resins: Hardness and Strength vs. Quantity of Remaining Double Bonds. *Scand J Dent Res.* 1982; 90: 484-9

Attar N, Tam LE, McComb D. Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(2):127-34.

Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Rest.* 1990; 69:1792-9.

Blackman R, Barghi N, Duke E. Influence of ceramic thickness on the polymerization of light-cured resin cement. *J Prosthet Dent.* 1990; 63(3):295-300.

Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *J Oral Rehabil.* 2002; 29(3):257-62.

Brannstrom M, Nyborg H. Bacterial growth and pulpal changes under inlays cemented with zinc phosphate cement and Epoxylite CBA 9080. *J Prosthet Dent.* 1974; 31:556-65.

Breeding LC, Dixon DL, Caughman WF. The curing potential of light-activated composite resin luting agents. *J Prosthet Dent.* 1991; 65(4):512-8.

Burrow MF, Nikaido T, Satoh M, Tagami J. Early bonding of resin cements to dentin--effect of bonding environment. *Oper Dent.* 1996; 21(5):196-202.

Calheiros FC, Kawano Y, Stansbury JW, Braga RR. Influence of radiant exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composites. *Dent Mater.* 2006; 22(9):799-803.

Cardash HS, Baharav H, Pilo R, Ben-Amar A. The effect of porcelain color on the hardness of luting composite resin cement. *J Prosthet Dent.* 1993; 69(6):620-3.

Cavalcanti SC, de Oliveira MT, Arrais CA, Giannini M. The effect of the presence and presentation mode of co-initiators on the microtensile bond strength of dual-cured adhesive systems used in indirect restorations. *Oper Dent.* 2008; 33(6): 682-9.

Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Silva NR, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilize self-etching primers to dentine. *J Dent.* 2004; 32(1): 55-65.

Caughman WF, Chan DC, Rueggeberg FA. Curing potential of dual-polymerizable resin cements in simulated clinical situations. *J Prosthet Dent.* 2001; 86(1):101-6.

Caughman WF, O'Connor RP, Williams HA, Rueggeberg FA. Retention strengths of three cements using full crown preparations restored with amalgam. *Am J Dent.* 1992; 5:61-3.

Ceballos L, Garrido MA, Fuentes V, Rodriguez J. Mechanical characterization of resin cements used for luting fiber posts by nanoindentation. *Dent Mater.* No prelo 2006.

Chung K, Greener EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of composite resins. *J Oral Rehabil.* 1990; 17:487-94.

Combe EC, Shaglouf AMS, Watts DC, Wilson NHF. Mechanical properties of direct core build-up materials. *Dent Mater.* 1999; 15:158-65.

Dagostin A, Ferrari M. In vivo bonding mechanism of an experimental dual-curing enamel-dentin bonding system. *Am J Dent*. 2001; 14:105-8.

Darr AH, Jacobsen PH. Conversion of dual cure luting cements. *J Oral Rehabil*. 1995; 22(1):43-7.

Darvell BW. *Materials Science for Dentistry*. 7th ed. Hong Kong: BW Darvell; 2002.

Davidson CL, De Gee AJ. Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. *J Dent Res*. 1984; 63:146-8.

de Góes MF. Cimentos Resinosos. *In* *Restaurações de Resina Composta em Dentes Posteriores*. São Paulo: Artes Médicas, 1998. P. 169-176 [Série EAP/APCD].

de Menezes MJ, Arrais CA, Giannini M. Influence of light-activated and auto- and dual-polymerizing adhesive systems on bond strength of indirect composite resin to dentin. *J Prosthet Dent*. 2006; 96(2):115-21.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M *et al*. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005; 84(2): 118-32.

Denry IL, Rosenstiel SF. Flexural strength and fracture toughness of Dicor glass-ceramic after embedment modification. *J Dent Res*. 1993; 72:572-6.

Dewald JP, Ferracane JL. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res*. 1987; 66(3):727-30.

Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent.* 1999; 81:135-41.

Dietschi D, Maeder M, Meyer JM, Holz J. In vitro resistance to fracture of porcelain inlays bonded to tooth. *Quintessence Int.* 1990; 21(10):823-31.

Dionysopoulos P. The effect of secondary curing on flexural strength of composite resin. *Odontostomatol Proodos* 1994; 48: 19–23.

Duarte RM, de Goes MF, Montes MA. Effect of time on tensile bond strength of resin cement bonded to dentine and low-viscosity composite. *J Dent.* 2006; 34(1):52-61.

El-Mowafy OM, Rubo MH, El-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent.* 1999; 24: 38-43.

Emami N, Soderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *Eur J Oral Sci.* 2003; 111(6):536-42.

Fan P, Nicholls JI, Kois JC. Load fatigue of five restoration modalities in structurally compromised premolars. *Int J Prosthodont.* 1995; 8:213-20.

Ferracane JL, Greener EH. Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins--methods comparison. *J Dent Res.* 1984; 63(8):1093-5.

Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater.* 1985; 1(1):11-4.

Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater.* 2006; 22(3):211-222.

Ferrari M, Mason PN, Goracci C, Pashley DH, Tay FR. Collagen degradation in endodontically treated teeth after clinical function. *J Dent Res.* 2004; 83(5):414-9.

Fleming GJP, Shaini FJ, Marquis PM. An assessment of the influence of mixing induced variability on the bi-axial flexure strength of dentine porcelain discs and the implications for laboratory testing of porcelain specimens. *Dent Mater* 2000; 16:114-9.

Foxton RM, Nakajima M, Tagami J, Miura H. Bonding of photo and dual cure adhesives to root canal dentin. *Oper Dent.* 2003; 28:543-51.

Frankel N, Pearson GJ, Labella R. Long-term strength of aesthetic restoratives. *J Oral Rehabil.* 1998; 25:89-93.

Garone N, Burguer RC. *Inlay e Onlay Metálica Estética.* Livraria Santos Editora, 1.º Edição, 1998

Giannini M, De Goes MF, Nikaido T, Shimada Y, Tagami J. Influence of activation mode of dual-cured resin composite cores and low-viscosity composite liners on bond strength to dentin treated with self-etching adhesives. *J Adhes Dent.* 2004; 6(4):301-6.

Gladys S, Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative physico-mechanical characterization of new hybrid restorative materials with conventional and glass-ionomer and resin composite restorative materials. *J Dent Res.* 1997; 76:883-94.

Hahn P, Attin T, Gröfke M, Hellwig E. Influence of resin cement viscosity on microleakage of ceramic inlays. *Dent Mater.* 2001; 17(3):191-6.

Hasegawa EA, Boyer DB, Chan DC. Hardening of dual-cured cements under composite resin inlays. *J Prosthet Dent.* 1991; 66(2):187-92.

Hersek NE, Canay S. In vivo solubility of three types of luting cement. *Quintessence Int.* 1996; 27(3):211-6.

Heydecke G, Peters MC. The restoration of endodontically treated, single-rooted teeth with cast or direct posts and cores: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2002; 87(4):380-6. Review.

Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P, Peumans M. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater.* 2007; 23(1):71-80.

Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B. Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil.* 2001, 28:1022-8.

Iazzetti G, Burgess JO, Gardiner D. Selected mechanical properties of fluoride-releasing restorative materials. *Oper Dent.* 2001; 26:21-6.

Inokoshi S, Willems G, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Braem M, Van Herle G. Dual cure luting composites. Part 1: Filler particle distribution. *J Oral Rehab.* 1993; 20:133-46.

Ishizaki H, Kameda Y. The bending strength of visible light cured posterior composite resins using one point concentrated load test. *Jpn J Conserv Dent.* 1988; 31:107–21.

ISO 4049: dentistry—resin based dental fillings. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2000.

Jayasooriya PR, Pereira PN, Nikaido T, Burrow MF, Tagami J. The effect of a “resin coating” on the interfacial adaptation of composite inlays. *Oper Dent.* 2003; 28(1):28-35.

Kamposiora P, Bayne SC, Felton DA, Papavasiliou G. In vivo identification of cement microfracture channels for microleakage. Poster presentation. Reno (NV): ACP Meeting, 1991.

Kamposiora P, Papavasiliou G, Bayne SC, Felton DA. Finite element analysis estimates of cement microfracture under complete veneer crowns. *J Prosthet Dent.* 1994; 71:435-41.

Kanchanasita W, Anstice HM, Pearson GJ. Long-term flexural strengths of resin-modified glass ionomer cements. *Biomaterials* 1998; 19:1703-13.

Kawano F, Ohguri T, Ichikawa T, Matsumoto N. Influence of thermal cycles in water on flexural strength of laboratory-processed composite resin. *J Oral Rehabil.* 2001; 28:703-7.

Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. Effect of a resin coating technique on dentin tensile bond strengths over 3 years. *J Esthet Rest Dent.* 2002; 14(2): 115-22.

Koupis NS, Vercruyssen CW, Marks LA, Martens LC, Verbeeck RM. Curing depth of (polyacid-modified) composite resins determined by scraping and a penetrometer. *Dent Mater.* 2004; 20(10):908-14.

Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. *Int J Prosthodont.* 2004; 17(3): 357-63.

Kunzelmann KH, Meister C, Petschelt A. Curing contraction in thin bonding resin layers. In: Mörmann WH, editor. *Proceedings of international Symposium on Computer Restorations. The state of art of the Cerec method.* Berlin, Quintessence 1991; 7:107-13.

Lambrechts P, Braem M, Vanherle G. Evaluation of clinical performance of posterior composite resins and dentin adhesives. *Oper Dent.* 1987; 12:53-78.

Lambrechts P, Inokoshi S, Van Meerbeek B, Willems G, Braem M, Van Herle G. Classification and potential of composite luting materials. In: Mörmann WH, editor. *Proceedings of the International Symposium on Computer Restorations. The state of art of the Cerec method.* Berlin, Quintessence 1991, 7: 61-90.

Li ZC, White SN. Mechanical properties of dental luting cements. *J Prosthet Dent.* 1999; 81:597-609.

Libman WJ, Nicholls JI. Load fatigue of teeth restored with cast posts and cores and complete crowns. *Int J Prosthodont.* 1995;155-61.

Lucena-Martin C, Gonzalez-Lopez S, Navajas-Rodriguez de Mondelo JM. The effect of various surface treatments and bonding agents on the repaired strength of heat-treated composites. *J Prosthet Dent.* 2001; 86(5): 481-88.

Lui JL. Composite resin reinforcement of flared canals using light-transmitting plastic posts. *Quintessence Int.* 1994 May; 25(5):313-319.

Lutz F, Krejci I, Barbakow F. Quality and durability of marginal adaptation in bonded composite restorations. *Den Mater.* 1991; 7:107-13.

Mak YF, Lai SCN, Cheung GSO, Chan AWK, Tay FR, Pashley DH. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and an indirect resin composite. *Dent Mat.* 2002; 18:609-21.

Manhart J, Kunzelmann KH, Chen HY, Hickel R. Mechanical properties of new composite restorative materials. *J Biomed Mater Res.* 2000; 53:353-61.

McCabe JF. Requirements of direct filling materials. *Applied dental materials*, Oxford: Blackwell Scientific, 7.º Edição, 1994. P. 130–131

Meira JB, Braga RR, de Carvalho AC, Rodrigues FP, Xavier TA, Ballester RY. Influence of local factors on composite shrinkage stress development - a finite element analysis. *J Adhes Dent.* 2007; 9(6):499-503.

Mejare B, Mejare I, Edwardsson S. Bacteria beneath composite restorations- a culturing and histobacteriological study. *Acta Odontol Scand.* 1979; 37:267-75.

Miller MB. Do we really need dual-cure cements? *Gen Dent.* 2004 Nov-Dec; 52(6):494-5.

Morena R, Beaudreau GM, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. *J Dent Res.* 1986; 65:993-7.

Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of dental hard tissue. Tokyo: Quintessence Publishing Co; 1998.

Neves AD, Discacciati JA, Orêfice RL, Jansen WC. Correlation between degree of conversion, microhardness and inorganic content in composites. *Pesqui Odontol Bras.* 2002;16(4):349-54.

Nordlander J, Weir D, Stoffer W, Ochi S. The taper of clinical preparations for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent.* 1988; 60:148-51.

Oilo G. Sealing and retentive ability of dental luting cements. *Acta Odontol Scand.* 1978; 36:317-25.

Ortengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil.* 2001; 28(12):1106-15.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent.* 1999; 1(4): 299-309.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater.* 1995; 11(2): 117-25.

Paul SJ, Schärer P. The dual bonding technique: a modified method to improve adhesive luting procedures. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 1997; 17(6):536-45.

Pegoraro TA, da Silva NR, Carvalho RM. Cements for use in esthetic dentistry. *Dent Clin North Am.* 2007; 51(2): 453-71.

Peutzfeldt A. Dual-cure resin cements: in vitro wear and effect of quantity of remaining double bonds, filler volume, and light curing. *Acta Odontol Scand.* 1995; 53:29-34.

Platt JA. Resin cements: into the 21st century. *Compend Contin Educ Dent.* 1999; 20(12):1173-6

Probster L, Gerstorfer JG, Kirchner E, Kanjantra P. In vitro evaluation of a glass-ceramic restorative material. *J Oral Rehabil.* 1997; 24:636-45.

Roberts HW, Leonard DL, Vandewalle KS, Cohen ME, Charlton DG. The effect of a translucent post on resin composite depth of cure. *Dent Mater.* 2004; 20(7): 617-22.

Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent.* 1998; 80(3):280-301.

Rueggeberg FA, Caughman WF. The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. *Oper Dent.* 1993; 18(2):48-55.

Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res.* 1988; 67(6):932-7.

Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater.* 2001; 17(6): 542-56.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciuchhi B, Carvalho RM, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – Evaluation of a microtensile bond test. *Dent Mater.* 1994; 10:236-240.

Sharp LJ, Yin R, Kang, WH, Suh BI. Comparison of curing of resin cements. *In*: IADR/AADR/CADR, 83nd. March, 2005. Baltimore, [Abstract 60685].

Shetty DK, Rosenfield AR, Mcguire P. Biaxial flexure tests for ceramics. *Ceram Bull.* 1980; 59:1193-7.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res.* 1999; 78:699-705

Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials.* 2002; 23(8): 1819-29.

Suh BI, Feng L, Pashley DH, Tay FR. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. *J Adhes Dent.* 2003; 5(4): 267-82.

Swift EJ Jr, May KN Jr, Wilder AD Jr. Effect of polymerization mode on bond strengths of resin adhesive/cement systems. *J Prosthodont.* 1998; 7(4): 256-60.

Tay FR, King NM, Chan KM, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? *J Adhes Dent.* 2002; 4(4): 255-69.

Tay FR, King NM, Suh BI, Pashley DH. Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives. *J Adhes Dent* 2001; 3: 207-225.

Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc.* 2003; 69(11): 726-31.

Uctasli S, Hasanreisoglu U, Wilson HJ. The attenuation of radiation by porcelain and its effect on polymerization of resin cements. *J Oral Rehabil.* 1994; 21:565-600

Velarde ME, Miller MB, Marino KL, Diaz CP, Iglesias IR, Olivares G. Hardness of dual-cure resin cements using three polymerization methods. *In: IADR/AADR/CADR, 83nd. March, 2005. Baltimore, [Abstract 61904].*

Wachtman JB, Capps W, Mandel J. Biaxial flexure tests for ceramic substrates. *J Mater.* 1972; 7:188-94.

Walker MP, Spencer P, David Eick J. Mechanical property characterization of resin cement after aqueous aging with and without cyclic loading. *Dent Mater.* 2003; 19(7):645-52.

White SN, Yu Z, Tom JF, Sangsurasak S. In vivo microleakage of luting cements for cast crowns. *J Prosthet Dent.* 1994; 71:333-8.

Witzel MF, Calheiros FC, Goncalves F, Kawano Y, Braga RR. Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in ethanol and contraction stress of resin-based materials. *J Dent.* 2005; 33(9):773-9.

Yap AU, Soh MS, Han TT, Siow KS. Influence of curing lights and modes on cross-link density of dental composites. *Oper Dent.* 2004; 29(4):410-5.

Yoldas O, Alacam T. Microhardness of composites in simulated root canals cured with light transmitting posts and glass-fiber reinforced composite posts. *J Endod.* 2005; 31(2):104-6.

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G, Wakasa K. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res.* 2000; 79(2): 709-14.

ANEXOS

Anexo I. Quadros com os valores do teste de Resistência Flexural Biaxial:

Nexus II Baixa Viscosidade Dual		
Repetição	Módulo (MPa)	Fratuza (MPa)
1	5364,42249	119,9795
2	4478,61252	102,73129
3	5572,85229	95,49469
4	8223,18604	145,77925
5	10906,27106	152,17866
6	7597,84693	168,97929
7	3512,79076	117,15044
8	9107,69708	177,58703
9	5862,18527	92,29265
10	9279,43326	148,17578
11	7692,30516	152,70192
12	8017,10716	147,02931
13	7729,67162	130,95335
Média	7180,337049	134,6948585
DP	2099,577471	27,3807313

Nexus II Baixa Viscosidade Auto		
Repetição	Módulo (MPa)	Fratuza (MPa)
1	7202,1877	131,03649
2	6289,28674	129,75265
3	6682,07521	138,00596
4	4389,39325	105,78823
5	4970,33286	121,56704
6	4316,25492	104,1861
7	5926,66642	117,69636
8	5261,9416	117,52723
9	5576,01277	134,0382
10	5844,59228	130,0125
11	5295,77743	119,87364
12	5716,95524	112,17657
13	4665,65476	110,03563
Média	5549,010091	120,8997385
DP	863,6109148	11,00898012

Nexus II Alta Viscosidade Dual		
Repetição	Módulo (MPa)	Fratura (MPa)
1	6595,68607	136,77072
2	6042,21459	143,05966
3	7172,26188	142,82733
4	8296,77427	151,51558
5	7473,39504	171,16388
6	6050,76383	115,39914
7	9484,64467	140,41093
8	9509,09566	174,97352
9	9295,7039	146,10314
10	6095,28442	129,62442
11	7862,12651	135,6385
12	5975,35658	141,63133
13	9374,21555	180,5599
Média	7632,886382	146,8983115
DP	1434,632003	18,60367593

Nexus II Alta Viscosidade Auto		
Repetição	Módulo (MPa)	Fratura (MPa)
1	5818,3984	104,42714
2	7310,61586	127,83479
3	6600,69106	141,28995
4	6039,39862	108,11345
5	7317,66255	137,84807
6	5080,99647	130,00992
7	5822,36895	122,19602
8	9807,16155	150,36546
9	2891,91225	94,63367
10	4305,03834	105,35318
11	3469,18474	122,91316
12	3488,19699	80,10267
13	4677,98536	137,8991
Média	5586,893165	120,2297369
DP	1914,775272	20,45735573

Variolink 2 Baixa Viscosidade Dual		
Repetição	Módulo (MPa)	Fratura (MPa)
1	7074,28322	138,92956
2	6462,03601	144,24458
3	6936,60889	161,46653
4	6041,06203	132,56036
5	7905,78239	114,91184
6	7246,50909	149,82043
7	7880,76335	105,06862
8	9307,57399	168,794636
9	9489,78366	145,59448
10	8160,52125	159,91495
11	4404,56714	102,22887
12	4917,25357	114,02364
13	6260,62188	149,2305
Média	7083,643575	137,4453074
DP	1507,647711	22,06090556

Variolink 2 Baixa Viscosidade Auto		
Repetição	Módulo (MPa)	Fratura (MPa)
1	6029,58318	124,19165
2	6693,10261	127,46291
3	6001,75053	130,89244
4	3841,06013	81,2924
5	4789,58344	90,71268
6	5964,11895	111,54727
7	6557,44228	127,51018
8	4982,31116	121,86543
9	3974,131	102,68183
10	5107,91849	98,70878
11	5779,87233	178,55848
12	4937,4366	102,07265
13	5683,0213	124,86458
Média	5410,871692	117,1047138
DP	895,4099695	24,3202191

Variolink 2 Alta Viscosidade Dual		
Repetição	Módulo (MPa)	Fratura (MPa)
1	6250,21227	135,74489
2	2876,68293	140,50336
3	9222,59136	156,60008
4	9902,72544	138,80545
5	9204,51676	175,97959
6	7846,37403	184,0977
7	6848,34322	135,61323
8	8783,48268	164,92553
9	7438,8699	145,04802
10	8898,60847	184,68331
11	7982,37394	172,00227
12	8423,19938	197,08474
13	4796,20971	136,04998
Média	7574,937699	159,0106269
DP	1980,2584	21,97964549

Variolink 2 Alta Viscosidade Dual		
Repetição	Módulo (MPa)	Fratura (MPa)
1	6250,21227	135,74489
2	2876,68293	140,50336
3	9222,59136	156,60008
4	9902,72544	138,80545
5	9204,51676	175,97959
6	7846,37403	184,0977
7	6848,34322	135,61323
8	8783,48268	164,92553
9	7438,8699	145,04802
10	8898,60847	184,68331
11	7982,37394	172,00227
12	8423,19938	197,08474
13	4796,20971	136,04998
Média	7574,937699	159,0106269
DP	1980,2584	21,97964549

Anexo II. Quadro com os valores do teste grau de conversão:

Variolink II/Alta /5 min/Dual		Variolink II/Alta /5 min/Auto		VariolinkII/Alta /24h/Dual		VariolinkII/Alta /24h/Auto	
1	63,7	1	42,8	1	87,5	1	77,1
2	64,6	2	47,1	2	84,1	2	76,5
3	60,7	3	42,0	3	83,4	3	75,2
4	63,3	4	45,7	4	83,2	4	76,2
5	62,5	5	41,2	5	85,0	5	73,2
6	63,5	6	42,4	6	84,3	6	76,1
7	60,1	7	43,7	7	86,1	7	77,2
8	60,0	8	44,8	8	85,3	8	74,7
Média	62,3	Média	43,7	Média	84,9	Média	75,8
DP	1,8	DP	2,0	DP	1,4	DP	1,3

Variolink II/Baixa/ 5 min/Dual		Variolink II/Baixa/ 5 min/Auto		VariolinkII/Baixa /24h/Dual		VariolinkII/Baixa/ 24h/Auto	
1	63,6	1	45,9	1	88,7	1	78,3
2	65,3	2	49,3	2	86,9	2	79,1
3	65,4	3	44,1	3	87,4	3	76,7
4	61,5	4	47,5	4	88,5	4	75,7
5	64,9	5	42,8	5	89,1	5	78,5
6	63,0	6	45,4	6	85,2	6	77,5
7	65,0	7	46,5	7	87,7	7	78,1
8	61,2	8	47,0	8	87,9	8	75,8
Média	63,7	Média	46,1	Média	87,7	Média	77,5
DP	1,7	DP	2,0	DP	1,2	DP	1,3

Nexus 2/Alta /5 min/Dual		Nexus 2/Alta /5 min/Auto		Nexus2/Alta /24h/Dual		Nexus2/Alta 24h/Auto	
1	64,8	1	43,9	1	88,5	1	78,3
2	65,7	2	48,3	2	89,1	2	77,6
3	61,6	3	43,0	3	85,5	3	76,7
4	64,5	4	46,7	4	84,7	4	77,8
5	63,7	5	41,8	5	87,0	5	76,2
6	65,2	6	43,5	6	85,6	6	77,5
7	61,1	7	44,8	7	87,3	7	78,4
8	61,0	8	46,0	8	86,4	8	75,8
Média	63,5	Média	44,7	Média	86,8	Média	77,3
DP	1,9	DP	2,1	DP	1,5	DP	1,0

Nexus2/Baixa /5 min/Dual		Nexus 2/Baixa /5 min/Auto		Nexus2/Baixa /24h/Dual		Nexus2/Bai xa /24h/Auto	
1	65,8	1	47,9	1	90,5	1	79,4
2	66,3	2	50,0	2	90,1	2	78,7
3	62,7	3	50,8	3	89,0	3	77,8
4	65,2	4	50,4	4	88,8	4	78,9
5	64,8	5	43,9	5	90,2	5	77,8
6	66,3	6	51,9	6	88,8	6	78,5
7	62,2	7	43,8	7	91,3	7	79,6
8	62,0	8	50,4	8	90,5	8	79,8
Média	64,4	Média	48,6	Média	89,9	Média	78,8
DP	1,8	DP	3,2	DP	0,9	DP	0,8

Anexo III. Quadro com os valores do teste resistência de união:

Nexus2/Baixa /Dual		Nexus 2/Baixa /Auto		Nexus2/Alta /Dual		Nexus2/Alta /Auto	
1	15,7	1	13,5	1	19,2	1	16,7
2	34,4	2	21,1	2	21,4	2	15,4
3	13,2	3	11,9	3	18,1	3	25,5
4	22,5	4	16,9	4	15,5	4	21,5
5	28,1	5	18,7	5	16,7	5	18,9
6	19,7	6	10,9	6	24,9	6	12,5
7	20,1	7	12,5	7	21,3	7	17,7
Média	23,8	Média	16,0	Média	20,2	Média	19,0
DP	10,6	DP	5,1	DP	4,7	DP	6,5

VariolinkII/ Baixa/Dual		Variolink II/ Baixa /Auto		VariolinkII/ Baixa/Dual		VariolinkII/ Baixa/Auto	
1	25,1	1	9,9	1	19,9	1	19,5
2	23,5	2	10,5	2	21,2	2	6,7
3	29,1	3	10,6	3	15,7	3	12,1
4	34,4	4	11,7	4	11,8	4	14,9
5	21,4	5	13,1	5	13,1	5	10,2
6	20,0	6	15,1	6	12,8	6	12,9
7	24,6	7	8,9	7	14,6	7	11,8
Média	28,7	Média	11,9	Média	16,5	Média	13,1
DP	8,7	DP	3,0	DP	4,7	DP	6,4

Anexo IV. Certificado do Comitê de Ética:

COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS	
CERTIFICADO	
<p>O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa "Efeito da viscosidade de cimentos resinosos na resistência de união, grau de conversão e resistência flexural biaxial", protocolo nº 176/2006, dos pesquisadores MARCELO GIANNINI e MARINA DI FRANCESCANTONIO, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde – Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 13/12/2006.</p>	
<p>The Ethics Committee in Research of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that the project "Effect of resin cement viscosity on the bonding strength, degree of conversion and biaxial flexure strength", register number 176/2006, of MARCELO GIANNINI and MARINA DI FRANCESCANTONIO, comply with the recommendations of the National Health Council – Ministry of Health of Brazil for research in human subjects and therefore was approved by this committee at 13/12/2006.</p>	
Profa. Cecília Gatti Guirado Secretária CEP/FOP/UNICAMP	Prof. Jacks Jorge Júnior Coordenador CEP/FOP/UNICAMP
<p>Nota: O título do protocolo aparece como fornecido pelos pesquisadores, sem qualquer edição. Notice: The title of the project appears as provided by the authors, without editing.</p>	