

Paula Nunes Guimarães Paes  
Cirurgiã-Dentista

Influência do modo de ativação, da ciclagem mecânica  
e da cerâmica na resistência à tração diametral de  
cimentos resinosos.

Dissertação apresentada à faculdade de  
Odontologia de Piracicaba, da Universidade  
Estadual de Campinas, para obtenção do título  
de Mestre em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho

Piracicaba  
2009

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

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

P138i

Paes, Paula Nunes Guimarães.

Influência do modo de ativação, da ciclagem mecânica e da cerâmica na resistência à tração diametral de cimentos resinosos. / Paula Nunes Guimarães Paes. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2009.

Orientador: Lourenço Correr Sobrinho.

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

1. Cimentos de resina. 2. Materiais dentários. I. Correr Sobrinho, Lourenço. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

(mg/fop)

Título em Inglês: Influence of activation modes, mechanical fatigue and ceramic on resin cements' diametral tensile strength

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

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Lourenço Correr Sobrinho, Hélio Rodrigues Sampaio Filho, Regina Maria Puppim-Rontani

Data da Defesa: 05-02-2009

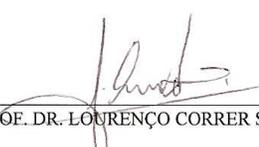
Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 05 de Fevereiro de 2009, considerou a candidata PAULA NUNES GUIMARÃES PAES aprovada.



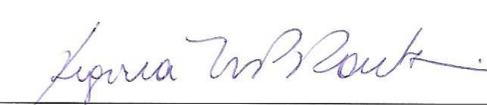
---

PROF. DR. LOURENÇO CORRER SOBRINHO



---

PROF. DR. HÉLIO RODRIGUES SAMPAIO FILHO



---

PROF. DR. REGINA MARIA PUPPIN RONTANI

Ao meu noivo Rafael por ter me apoiado desde o dia da prova de seleção do mestrado até o dia da revisão final desta dissertação. Por seu amor que me fortalece, alegra e conforta todos os dias da minha vida.

## **AGRADECIMENTOS**

Ao Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho pela orientação e, sobretudo, pela compreensão e respeito ao longo de todo o mestrado.

Aos Profs. Drs. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, Simonides Consani, Mario Fernando de Góes e Regina Maria Puppim-Rontani do programa de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas, pelo apoio quando foi preciso.

A todos os professores que contribuíram para minha formação profissional, especialmente ao Prof. Dr. Hélio Rodrigues Sampaio Filho, da Faculdade de Odontologia da Universidade Estadual do Rio de Janeiro, pelo incentivo constante desde a minha iniciação científica, despertando em mim o interesse pela área acadêmica.

Aos amigos do curso de Mestrado, Karla, Ailla, Rafael, Vanessa, Hilka, Lucas, Kiti e Ana Rosa, e aos amigos do curso de Doutorado, em especial a Luciano Gonçalves, que não mediu esforços para me ajudar em qualquer horário ou dia da semana.

Às minhas super amigas Carla Arita e Adriana Carvalho, que provam que mulher bonita pode sim ser muito inteligente. Muito obrigada pela amizade sincera, pelos momentos de alegria e pelas maravilhosas discussões em grupo. Nunca me esquecerei de vocês!

Aos funcionários da área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas Selma Aparecida Barbosa Segalla e Marcos Blanco Cangiani, pela amizade, atenção e por se mostrarem sempre dispostos a nos ajudar.

À Coordenação de Aperfeiçoamento Profissional de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de mestrado que proporcionou condições para minha formação científica, como pesquisadora e futura docente.

Por último, aos meus pais, Lucy e Paulo, os principais responsáveis por eu ter chegado até aqui.

“Se as coisas são inatingíveis... Ora!  
Não é motivo para não querê-las...  
Que tristes os caminhos se não fora  
A presença distante das estrelas!”  
*Mario Quintana - Espelho Mágico*

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito dos métodos de ativação e da fadiga mecânica sobre a resistência à tração diametral de cimentos resinosos duais. Pastas base e ativadora do RelyX ARC, Enforce, Nexus 2 e RelyX UNICEM foram manipuladas e inseridas em matrizes cilíndricas de silicóna de adição (4 x 2 mm) e distribuídas em grupos de acordo com a técnica de ativação em: 1- Sem fotoativação (ativação química); 2- Fotoativação direta (ativação Dual); 3- Fotoativação através da cerâmica. Após armazenamento por 24 horas em água destilada a 37°C, metade das amostras de cada grupo (n=10) foram submetidas a 30.000 ciclos mecânicos, com frequência de 1 Hz e carga de 12 N. As amostras não cicladas permaneceram armazenadas em água destilada em estufa a 37°C por 32 h após a manipulação, para que fossem testadas com o mesmo intervalo de tempo que as amostras cicladas. Em seguida, todas as amostras foram submetidas ao ensaio de Resistência à Tração Diametral (RTD) em máquina universal de ensaios INSTRON, com velocidade de 0,5 mm/min. Os dados de RTD (MPa) para os modos de ativação química, dual indireta e dual direta foram submetidos à análise de Variância e ao teste de Tukey (5%) e mostraram que apenas os fatores modo de ativação e cimento apresentaram interação significativa. O fator ciclagem mecânica e a interação tripla não obtiveram interação significativa. Os valores da interação dos fatores cimento e modos de ativação química, dual indireta e dual direta respectivamente foram: RelyX ARC (49,68 ± 8,42; 63,43 ± 6,92 e 55,12 ± 5,16), Enforce (49,12 ± 3,89; 56,96 ± 6,45 e 56,42 ± 8,88), RelyX ARC (28,12 ± 11,21; 40,10 ± 4,39 e 37,44 ± 6,49) e Nexus 2 (61,89 ± 11,21; 62,56 ± 10,93 e 59,26 ± 9,47). A análise dos resultados após o teste de Tukey mostrou que o cimento Nexus 2 não apresentou aumento nos valores de RTD quando ativado pela luz em relação à polimerização química. Os demais cimentos apresentaram valores maiores quando fotoativados de forma direta ou indireta, em relação aos valores alcançados pelo modo de polimerização química, com exceção do cimento RelyX ARC que obteve os mesmos valores

quando ativado de forma dual direta e polimerizado quimicamente. A interposição do disco de cerâmica durante a fotoativação alterou os valores de resistência à tração diametral apenas para o cimento RelyX ARC. A ciclagem mecânica não afetou a resistência à tração diametral de nenhum cimento resinoso dual avaliado e a composição de cada cimento resinoso dual, assim como o seu modo de ativação, foram determinantes para a obtenção da resistência à tração diametral dos mesmos.

**Palavras-Chave:** Cimento de resina; Resistência à tração diametral; Materiais dentários.

## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of the activation methods and the mechanical fatigue on diametral tensile strength of dual resin cements. Base and catalyst pastes of the cements RelyX ARC, Enforce, Nexus 2 and RelyX UNICEM were mixed and inserted into cylindrical silicon moulds (4 x 2 mm) and divided in groups according to their activation methods: 1) without photoactivation (chemical activation); 2) direct curing (dual activation); 3) light activation through porcelain disk. After being stored for 24 hours in distilled water at 37°C, half of the samples of each group (n=10) were subjected to 30,000 mechanical cycles at 1 Hz frequency and 12 N load. The samples not cycled remained in distilled water at 37°C for 32 h after the mixing, so they were tested with the same time that the other fatigued samples did. Then, the samples were subjected to Diametral Tensile Strength (DTS) in Instron universal machine with 0,5 mm/min speed. The data of the Diametral Tensile Strength (MPa) obtained for each cement in chemical, indirect dual and direct dual modes of activation were submitted to three-way analysis of variance and Turkey's Student Range Test (5%) and showed that only the activation methods and the cement type presented significant difference. Mechanical fatigue and triple factors interaction didn't present significant difference. The data of the cement factor with chemical activation, indirect curing and direct curing was respectively: RelyX ARC ( $49.68 \pm 8.42$ ;  $63.43 \pm 6.92$  e  $55.12 \pm 5.16$ ), Enforce ( $49.12 \pm 3.89$ ;  $56.96 \pm 6.45$  and  $56.42 \pm 8.88$ ), RelyX ARC ( $28.12 \pm 11.21$ ;  $40.10 \pm 4.39$  and  $37.44 \pm 6.49$ ) and Nexus 2 ( $61.89 \pm 11.21$ ;  $62.56 \pm 10.93$  and  $59.26 \pm 9.47$ ). After Turkey's test, the data showed that the cement Nexus 2 didn't present increase in the DTS values when it was light activated comparing to chemical curing. The others cement presented higher values when directly or indirectly photoactivated compared with the values obtained with chemical activation mode. The exception was the RelyX ARC cement that obtained the same data when it was direct cured and chemical activated. The interposition of porcelain disk during the photoactivation did alter the DTS values only for the

RelyX ARC cement. However, the mechanical fatigue didn't alter the DTS values of any dual resin cement tested. Each dual cement composition, as their activation mode, was fundamental in order to obtain its DTS values.

**Key Words:** Resin cement; Diametral tensile strength; Dental materials.

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO DE LITERATURA	6
2.1 Química e composição	6
2.2 Relação entre propriedades mecânicas e modo de ativação de compósitos	17
2.3 Teste de compressão diametral	30
3 PROPOSIÇÃO	33
4 MATERIAL E MÉTODOS	34
4.1 Material	34
4.2 Métodos	35
4.2.1 Confeção do disco de cerâmica	35
4.2.2 Confeção da matriz de silicona por adição	35
4.2.3 Confeção dos corpos-de-prova	36
4.2.4 Ensaio de resistência à fadiga mecânica	42
4.2.5 Ensaio de resistência à tração diametral	44
4.2.6 Análise estatística	45
5 RESULTADOS	46
6 DISCUSSÃO	49
7 CONCLUSÕES	61
REFERÊNCIAS	62
APÊNDICE	71

# 1 INTRODUÇÃO

Os cimentos resinosos são compósitos odontológicos formados por partículas de carga inorgânica unidas à matriz resinosa polimérica através de agentes de união silano. Dessa forma, tais cimentos assemelham-se estruturalmente às resinas compostas restauradoras.

Compósitos passaram a ser utilizados na Odontologia desde a década de 60 com o desenvolvimento do monômero Bis-GMA (Bowen, 1962), que passou a integrar a maioria das resinas compostas restauradoras. Este monômero é uma molécula longa e rígida (Asmussen & Peutzfeldt, 1998) com viscosidade elevada (Sideridou *et al.*, 2002) e foi desenvolvido a partir da união de grupamentos vinílicos e epóxicos encontrados no Éster Glicidil Metacrilato (GMA) e Bisfenol-A respectivamente (Bowen, 1963; Sideridou *et al.*, 2002). Com o tempo, novos comônômeros foram adicionados aos compósitos, alterando as características dos polímeros obtidos, aumentando as formas de apresentação e as indicações dos mesmos (Asmussen & Peutzfeldt, 1998).

A porção inorgânica dos cimentos resinosos, assim como das resinas compostas, é formada por vidros, cerâmicas e/ou partículas de sílica unidos à matriz polimérica por agentes de união organo-silanos (Bowen, 1963). O silano confere união efetiva entre matriz orgânica e carga, permitindo a transferência de tensões e favorecendo o relaxamento das mesmas. As partículas de carga são importantes para a redução da contração de polimerização (Musanje & Ferracane, 2004), para a redução da decomposição da matriz orgânica (Musanje & Ferracane, 2004; Finer & Santerre, 2007) e para a melhora das propriedades mecânicas dos compósitos resinosos (Musanje & Ferracane, 2004).

Os primeiros cimentos resinosos foram desenvolvidos na década de 70 e utilizados para cimentação de coroas metálicas. O desenvolvimento de sistemas adesivos hidrófilos propiciou o uso dos cimentos resinosos como agentes de fixação de próteses estéticas em dentina. Isto foi possível devido ao fato de os cimentos resinosos possuírem, quando comparados aos cimentos de reação

ácido-base, boa união aos substratos dentários e aos materiais restauradores, baixa solubilidade em água, facilidade de manipulação e estética compatível com sistemas cerâmicos e plásticos livres de metal (El-Mowafy *et al.*, 1999; Hofmann *et al.*, 2001). O desenvolvimento e aprimoramento dos agentes cimentantes resinosos, assim como a melhora nas propriedades mecânicas dos materiais restauradores indiretos (Groten & Probster, 1997; Leinfelder, 2005; Raigrodski, 2005) contribuíram para melhorar a união das restaurações estéticas indiretas à estrutura dental, promovendo maior segurança aos clínicos no momento da cimentação (Sjogren *et al.*, 1995; Raigrodski, 2005). A utilização dos cimentos resinosos tem sido considerável nos últimos anos, sendo o material de escolha para a cimentação de restaurações indiretas de compósito, cerâmica e pinos intraradiculares (El-Mowafy *et al.*, 1999; Kramer *et al.*, 2000; Hofmann *et al.*, 2001; Raigrodski, 2005).

Nos cimentos resinosos a proporção de monômeros diluentes trietilenoglicol-dimetacrilato (TEGDMA) e etilenoglicol-dimetacrilato (EGDMA) (Asmussen & Peutzfeldt, 1998; Sideridou *et al.*, 2002) é superior em relação às resinas compostas para melhorar o escoamento do material. Em concordância com a norma 4049 da *International Organization for Standardization* (ISO), os cimentos resinosos são classificados de acordo com três tipos de ativação: Classe 1-cimentos autopolimerizáveis, quando a polimerização é ativada pela mistura de um iniciador (peróxido de benzoíla) e um ativador (amina terciária); Classe 2-cimentos fotoativados, quando a energia para a formação de radicais livres é fornecida a partir de fótons de luz; e, Classe 3- cimentos de dupla ativação, os quais apresentam aminas terciárias e fotoiniciador para iniciar a reação de polimerização através da ativação por luz (Peters & Meiers, 1996; Watts, 2005) e iniciadores e ativadores químicos para polimerização química (El-Badrawy & El-Mowafy, 1995; El-Mowafy *et al.*, 1999).

Os cimentos resinosos duais têm sua indicação clínica baseada na capacidade do seu sistema de dupla ativação de compensar a atenuação da luz proporcionada pelo material restaurador interposto entre a ponta do aparelho

fotoativador e o cimento, e dessa forma assegurar polimerização satisfatória do cimento (El-Badrawy & El-Mowafy, 1995; El-Mowafy *et al.*, 1999; Hofmann *et al.*, 2001). Segundo os resultados discutidos por Rueggeberg & Caughman, 1993; Watts & Cash, 1994; El-Mowafy *et al.*, 1999; Hofmann *et al.*, 2001; Foxtan *et al.*, 2003 e Kumbuloglu *et al.*, 2004, a fotoativação parece ser essencial para a reação de polimerização dos cimentos resinosos duais, pois promoveu em tais estudos propriedades mecânicas e físicas superiores nos cimentos utilizados em relação aos mesmos cimentos resinosos polimerizados apenas quimicamente. Outros autores também verificaram melhora nas propriedades mecânicas quando cimentos resinosos duais foram ativados duplamente em relação à fotoativação apenas (Breeding, *et al.*, 1991; Braga, *et al.*, 2002). Entretanto, devido às grandes variedades na composição dos cimentos duais, Rueggeberg & Caughman, em 1993, demonstram que em alguns casos a ativação física pode influenciar negativamente a ação da parte química de cimentos resinosos duais por aumentar rapidamente a viscosidade do meio reacional. Dessa forma, é lícito dizer que o comportamento mecânico dos cimentos resinosos duais submetidos a diferentes formas de ativação pode diferir entre os cimentos dependendo exclusivamente da composição de cada material.

Para ativação da canforoquinona e desencadeamento da reação de polimerização por ativação física nos cimentos duais é essencial que os fótons incidentes tenham o comprimento de onda entre 450 e 500 nm e irradiância mínima por determinado tempo de exposição de acordo com a composição de cada material (Rueggeberg *et al.*, 1994; Halvorson *et al.*, 2002; Musanje & Darvell, 2003). Quando a fotoativação ocorre de forma indireta através de uma restauração de cerâmica, o efeito atenuador da luz incidente causado pelo material restaurador indireto é proporcional à espessura e opacidade da cerâmica, podendo promover menor grau de conversão e dureza dos cimentos resinosos duais fotoativados (Blackman *et al.*, 1990; Watts & Cash, 1994; Versluis *et al.*, 2004; Tango *et al.*, 2007a; Tango *et al.*, 2007b; Tango *et al.*, 2007c; Pazin *et al.*, 2008; Reges *et al.*, 2008). Esse efeito também pode variar de acordo com a composição das

cerâmicas (Blackman *et al.*, 1990) e presença de cristais de reforço (quantidade, tamanho e natureza química) (Heffernan *et al.*, 2002), promovendo, da mesma forma, polimerização inadequada com alteração das propriedades físicas e mecânicas do cimento (Chan & Boyer, 1989; Blackman *et al.*, 1990; Sjogren *et al.*, 1995), além da possível dissolução e ingresso de bactérias causadoras de cárie secundária (El-Mowafy *et al.*, 1999).

O uso dos cimentos resinosos proporciona resistência superior à fratura de coroas cerâmicas em relação aos cimentos de ionômero de vidro e fosfato de zinco (Groten & Probst, 1997; Correr-Sobrinho *et al.*, 1999). Entretanto, a otimização dessa propriedade mecânica é dependente do grau de conversão final dos cimentos (Blackman *et al.*, 1990; Hofmann *et al.*, 2001). Como um menor GC promove diminuição na dureza, resistência à flexão, módulo de elasticidade e resistência à tração diametral (Lovell *et al.*, 2001), o esperado seria que ocorresse sempre melhora nessas propriedades quando o GC dos cimentos resinosos fosse maior. Porém, o aumento dessas propriedades mecânicas depende da estrutura e da densidade da rede polimérica, características que não são equivalentes ao grau de conversão. Segundo Ferracane, em 1985, tais características não podem ser equiparadas ao grau de conversão da matriz orgânica dos compósitos resinosos, visto que diferentes compósitos com monômeros distintos estruturalmente podem apresentar maior dureza Knoop, mesmo com um menor GC de sua matriz orgânica comparado a um compósito com composição diferente. Por outro lado, Chung (1990) e Chung & Grener (1990) verificaram que materiais com a mesma composição, dependendo da forma de ativação e formação das cadeias, podem possuir superiores propriedades mecânicas, como a RTD, independente do GC obtido. Assim, a RTD é diretamente relacionada a características estruturais da matriz polimérica formada, como a densidade de ligações cruzadas do polímero final. Além dos tipos de monômeros, o tipo e tamanho das partículas de carga e a concentração dos iniciadores também podem interferir nas propriedades mecânicas (El-Mowafy *et al.*, 1999; Braga *et al.*, 2002),

mostrando que o comportamento da polimerização dos cimentos resinosos duais pode diferir entre marcas comerciais.

Uma das propriedades relacionadas à falha dos materiais restauradores é a fadiga mecânica, caracterizada pela propagação lenta de trincas no interior do material, causando acentuada redução da resistência mecânica e promovendo eventualmente falha catastrófica da restauração (Drummond, 2008). No meio bucal, a fadiga mecânica se desenvolve principalmente devido aos ciclos mastigatórios recorrentes na presença de umidade (Lohbauer *et al.*, 2006; Drummond, 2008). A fadiga mecânica é um fenômeno que envolve três fases: a fase inicial de formação das trincas chamada nucleação; a fase de crescimento das trincas, que é propagação; e a última fase, chamada coalescência dos traços de fratura (Baran, *et al.*, 2001). Em compósitos, a primeira fase da fadiga mecânica (nucleação) ocorre em locais de concentração de tensões como bolhas de ar inclusas no interior do material ou na interface carga-matriz quando não há a utilização de agentes de união silano (Baran *et al.*, 2001; Drummond, 2008). A fadiga mecânica quando associada ao menor grau de conversão do material, pode contribuir para a deterioração das restaurações (Abdalla & Davidson, 1996; Cunha Mello *et al.*, 1997). Assim como os modos de ativação do cimento influenciam o grau de conversão dos monômeros e a densidade da rede polimérica, os modos de ativação podem influenciar de forma diferente o comportamento mecânico do material submetido à fadiga.

Apesar da variedade de cimentos disponíveis atualmente no mercado odontológico, não há um cimento ideal para todas as situações clínicas. A escolha do agente de cimentação para cada condição clínica deve ser baseada nas características físicas, biológicas e de manipulação do mesmo frente aos fatores relacionados ao remanescente dentário e a peça protética a ser cimentada (Kumbuloglu *et al.*, 2004). Deste modo é oportuno estudar a influência dos modos de ativação: químico, fotoativação através de cerâmica e fotoativação direta, na resistência à fratura de cimentos resinosos duais após submissão ou não à fadiga mecânica.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 QUÍMICA E COMPOSIÇÃO

Bowen (1962) descreve na patente do monômero Bis-GMA, que os dois materiais restauradores estéticos diretos mais utilizados naquela época eram os cimentos de silicato e as resinas a base de metil metacrilato. Tais materiais apresentavam problemas de alta solubilidade como no caso do cimento de silicato e de alta contração, baixa resistência à compressão e alto coeficiente de expansão térmica nas resinas acrílicas, para contornar tais desvantagens, o autor desenvolveu um novo material à base do monômero Bis-GMA, que é menos solúvel e apresenta maior estabilidade dimensional em relação a aqueles materiais restauradores estéticos. O material desenvolvido por Bowen é um compósito com 70% em peso de partículas de sílica formando sua matriz inorgânica. Nesse compósito, o monômero tetraetileno glicol dimetacrilato foi usado como diluente e o sistema de ativação possuía a amina dimetil-p-toluidina e o peróxido de benzoíla. As propriedades testadas dessa nova resina restauradora direta nessa patente foram: tempo de presa, resistência à compressão, solubilidade e desintegração, coeficiente de expansão térmica, contração de polimerização, estabilidade de cor e opacidade.

Bowen, em 1963, avaliou a influência da incorporação de sílica tratada com agente de união silano, como fase de reforço nas propriedades mecânicas de compósitos dentários. Tais partículas de sílica apresentavam o tamanho médio de 150  $\mu\text{m}$  com formato irregular e foram incorporadas à matriz orgânica de forma que se tornaram 55% do volume final do compósito. A matriz orgânica do compósito utilizado por Bowen era constituída pelo monômero Bis-GMA derivado da união do Éster Glicidil Metacrilato ao Bis-fenol A. Como resultado, a incorporação de partículas de sílica silanizadas resultou na redução da contração de polimerização assim como do coeficiente de expansão térmica do compósito em relação ao mesmo com partículas não silanizadas. Já o módulo de elasticidade

e a resistência à compressão do compósito com partículas de carga tratadas por agente de união silano, foram aumentados. Ainda, quando comparados à resina na qual foi adicionada sílica não tratada, os compósitos com partículas silanizadas apresentaram baixos níveis de solubilidade e desintegração em água. Mostrando um aumento nas propriedades dos compósitos quando as partículas de carga são tratadas com silano.

Ferracane (1985) analisou a dureza Knoop e grau de conversão por espectroscopia infravermelha das resinas sem carga: Delton Pit & Fissure Sealant, Profile e Concise Enamel Bond. A dureza foi avaliada aos 5, 10, 20 e 30 min e após 1, 2, 6 e 24 h do início da ativação. As duas propriedades avaliadas tiveram seus valores aumentados com o passar do tempo. A análise estatística entre grau de conversão e dureza, com relação ao tempo mostrou existir uma forte correlação ( $r > 0,936$ ) para todas as resinas testadas. Porém, não houve uma correlação entre as duas propriedades, pois materiais com maiores valores de dureza não apresentavam maior grau de conversão em relação a outras resinas com diferentes monômeros. A justificativa apresentada pelo autor foi que a matriz resinosa com grande capacidade de formar ligações cruzadas, mesmo quando apresenta menor grau de conversão, pode gerar um polímero final com propriedades mecânicas melhores do que outra resina com alto grau de conversão que possuir cadeias menores ou menos coesas. Assim, o autor concluiu, que os valores de dureza não podem ser usados para prever um determinado grau de conversão absoluto de uma resina e sim apenas a conversão relativa sob diferentes condições de teste.

Mateo *et al.*, em 1994, estudaram a reatividade das diferentes aminas utilizadas para ativação de polímeros derivados do metacrilato. Para tal foram utilizadas diversas aminas terciárias aromáticas em comparação com uma alifática. As suas reatividades com a molécula de canforoquinona assim como seus potenciais de dissociação foram avaliados por meio do teste de fotocalorimetria (photo DSC). O teste revelou que as aminas terciárias quando utilizadas como co-iniciadoras de reação de polimerização têm maior reatividade

com os radicais iniciadores e também promovem uma maior taxa de polimerização de radicais acrílicos.

Os cimentos Phosphacap, Ketac Cem e DualCement e diferentes tratamentos dos substratos foram utilizados por Groten & Probst (1997) para avaliar a influência desses na resistência à fratura de coroas de cerâmica. 120 coroas totais de IPS Empress foram confeccionadas e cimentadas a modelos de metal com preparo de coroa total para incisivo. A cimentação foi realizada de seis formas diferentes: 1- fosfato de zinco sem tratamento dos substratos, 2- fosfato de zinco e tratamento da porcelana com ácido fosfórico, 3- silano e adesivo, cimento de ionômero de vidro sem tratamento dos substratos, 4- cimento de ionômero de vidro e tratamento da porcelana com ácido fosfórico, silano e adesivo, 5- cimento resinoso e tratamento da porcelana com ácido fosfórico, silano e adesivo e 6- cimento resinoso com tratamento da porcelana com ácido fosfórico, silano e adesivo e do modelo com sistema Rocatec e silano. Os corpos-de-prova foram testados sob compressão com ângulo de 45° para determinar a resistência máxima à fratura 48 h após a cimentação. Como resultado, as coroas cimentadas com o cimento resinoso com e sem o tratamento do modelo apresentaram os maiores valores de resistência à fratura dentre os tratamentos testados. Os autores concluíram que o tratamento da porcelana só alterou os valores de resistência à fratura para os cimentos resinosos.

Correr-Sobrinho *et al*, em 1999, analisaram o efeito do ângulo de convergência e dos agentes de cimentação na resistência à fratura de coroas da cerâmica In Ceram. Para tal confeccionou-se coroas totais com ângulos de convergência de 8 ou 16°, que foram cimentadas com cimento de fosfato de zinco, RGI ou Vivaglass Cem. Após 24 horas, tais coroas foram comprimidas até a fratura e os valores de resistência máxima à fratura obtidos. Não houve diferença estatística entre os valores encontrados nas coroas com ângulo de 8° e 16°. Os autores concluíram também que o cimento de fosfato de zinco produziu uma maior resistência à fratura do que os cimentos de ionômero independente do ângulo de convergência.

Stansbury (2000), em sua revisão de literatura a respeito do uso da fotoativação para polimerizar compósitos na odontologia, descreve os principais fatos ocorridos desde o uso da ativação por luz ultravioleta na década de 70 até o uso da luz na faixa visível da cor azul para fotoativar compósitos a partir de 1980 até a atualidade. Os principais fotoiniciadores são apresentados, assim como o sistema de ativação amina-canforoquinona que é o mais comum, tem sua reação descrita criteriosamente assinalando os problemas encontrados para promover uma polimerização eficiente sem prejudicar os tecidos dentários, como a profundidade de polimerização, dispersão da luz através do compósito, tempo de exposição, liberação de calor pela reação exotérmica etc. por fim o autor apresenta sistemas alternativos de fotoiniciação que contornam problemas característicos do sistema de iniciação amina-canforoquinona, como o PPD que é menos amarelo e tem uma combinação sinérgica com a canforoquinona, o TPO que é menos reativo com o oxigênio e o QTX que é mais hidrofílico.

Com a intenção de gerar novos conhecimentos a respeito da polimerização das resinas dentárias, Elliott *et al.* (2001) realizaram experimento para avaliar modelo numérico de análise da cinética da reação de polimerização. Para o experimento foi utilizada uma resina que consistia em 75% de Bis-GMA e 25% de TEGDMA. No modelo sugerido pelos autores há a inclusão de dados de diferentes reatividades dos monômeros e seus grupos pendentes. Os grupos pendentes podem reagir e formar ligações cruzadas com outras cadeias, como reagir com sua própria cadeia formando ciclizações primárias. A maior concentração de ciclizações primárias nos polímeros formados não reflete em aumento nas propriedades mecânicas dos polímeros finais como ocorre quando há a formação das ligações cruzadas. Os resultados apontaram que o TEGDMA tem 3X ou mais capacidade de sofrer ciclização primária do que o Bis-GMA, em virtude de sua maior flexibilidade molecular. Os autores concluíram que, o aumento na intensidade da luz leva a maior taxa de iniciação dos radicais livres, assim como, na taxa de terminação. De acordo com o experimento, as ciclizações primárias ocorrem com maior facilidade em cadeias mais curtas, pois quando há a

formação de cadeias poliméricas longas um impedimento estérico para a formação dos anéis estará presente.

Sideridou *et al.* em 2002, estudaram o efeito dos diferentes monômeros Bis-EMA, Bis-GMA, UDMA e TEGDMA, no grau de conversão de nove resinas compostas experimentais através de avaliação de espectroscopia por FTIR. Além do grau de conversão, os autores realizaram a aferição da temperatura de transição vítrea dos compósitos. De acordo com os resultados encontrados, o TEGDMA (6,99 mol/kg) tem mais ligações duplas que o UDMA (4,25 mol/kg) e vai formar polímeros mais coesos com mais ligações cruzadas. Já, o UDMA é mais viscoso que o TEGDMA e o Bis-EMA por ter pontes de hidrogênio entre os grupamentos uretano e maior quantidade de ligações insaturadas do tipo carbono oxigênio (C=O). Como as pontes de hidrogênio formadas pelos grupamentos amino são mais fracas que as hidroxílicas a viscosidade da UDMA é menor que a do Bis-GMA. A viscosidade está relacionada às reações inter moleculares e pode levar a menor mobilidade dos monômeros e menor flexibilidade da rede polimérica formada. Os índices de refração encontrados pelos autores para os monômeros da matriz são 1,5497 para o Bis-GMA, 1,460 para o TEGDMA, 1,485 para o UDMA e 1,532 para o Bis-EMA. O UDMA e o Bis-GMA apresentam maior reatividade inicial com 49,5% e 22,9% das ligações duplas convertidas respectivamente nos primeiros 10 s, enquanto o monômero TEGDMA e Bis-EMA apresentaram respectivamente valores de 13,7% e 13,5%. Porém, a conversão dos dois últimos monômeros continua com o passar do tempo fator pelo qual, o TEGDMA apresentou a maior taxa de conversão. De acordo com análise da temperatura de transição vítrea, os monômeros mais viscosos têm menor taxa de terminação e maior aumento na taxa de polimerização na fase de gelatinização, na qual o soluto é formado pelos monômeros e o gel pelos polímeros. Com o progresso da polimerização, a etapa de propagação da cadeia também se torna limitada. O monômero UDMA favorece a transferência de cadeia quando um macro radical se aproxima do grupamento NH. Pois forma um radical que pode gerar tanto a iniciação quanto a formação de ligação cruzada e por isso, sua taxa

de iniciação é tão rápida e forma um polímero mais denso e rígido do que era esperado. Já, que possui apenas dois grupos vinílicos que fariam as ligações cruzadas. O UDMA apesar de ter maior temperatura de transição vítrea que o Bis-EMA, tem maior grau de conversão, pois o grupo de NH é um caminho para a polimerização. A adição do TEGDMA ao Bis-GMA é mais plastificante e por isso a mistura tem maior taxa de iniciação do que o Bis-GMA/UDMA. Os autores concluíram que as misturas Bis-GMA/UDMA e Bis-GMA/TEGDMA têm a temperatura de transição vítrea aumentada em relação as temperaturas de transição vítrea dos monômeros separadamente, possivelmente por causa do Bis-GMA que é um monômero rígido e altamente polar.

Kim *et al.* (2002) examinaram a influencia da quantidade e tipo de partículas inorgânicas nas propriedades mecânicas de compósitos dentários. Tais propriedades foram: resistência à flexão de três pontos, módulo de flexão, dureza Vickers e tenacidade a fratura. Para os testes de resistência à flexão de três pontos, módulo de flexão e dureza Vickers foram confeccionados corpos-de-prova com as resinas Metafil CX, Silux Plus, Heliomolar, Palfique Estelite, Aelitefil Bisco, Charisma, Herculite XR, Hipolite B & P, TPH, Veridonfil, Photoclearfil, Pertac-Hybrid Z-100 e Palique Toughwell, corpos-de-prova em barra (2 x 2 x 25 mm) que foram mantidos em água a 37°C por 24 horas após a fotoativação. Para teste de tenacidade à fratura, corpos-de-prova em forma de barra (5 x 2,5 x 15 mm) foram confeccionados e a caracterização da matriz inorgânica morfologicamente e sua constituição foram realizadas com microscopia eletrônica dos fragmentos após o teste de tenacidade a fratura. Também foi determinada a quantidade em volume de carga inorgânica de cada resina a partir do peso e densidade de seus constituintes. Como resultado da influência do formato das partículas nas propriedades mecânicas, os compósitos com partículas pré-polimerizadas apresentaram menores valores para resistência à flexão de três pontos, módulo de flexão e dureza Vickers e os compósitos com partículas arredondadas os maiores. As resinas com partículas irregulares ou mistas tiveram valores intermediários para tais propriedades. Quanto a tenacidade a fratura não houve diferença entre

os compósitos com formas irregulares, mistas ou arredondadas que apresentaram valores superiores aos compósitos com partículas pré-polimerizadas. Os autores concluíram ainda que uma porcentagem mínima de 55% em volume de carga inorgânica é necessária para que compósitos tenham tenacidade máxima a fratura.

Musanje & Ferracane (2004) estudaram os efeitos da composição da matriz resinosa e incorporação de partícula de sílica nanométricas silanizadas ou não, nas propriedades de grau de conversão, módulo de flexão, resistência à flexão, tenacidade à fratura e dureza Knoop de resinas experimentais. O grau de conversão foi obtido 24 h após, todas as outras propriedades foram testadas além de 24 horas, um mês e seis meses após a manipulação. Foram feitas resinas com diferentes viscosidades (alta, média e baixa) a partir de diferentes proporções dos monômeros Bis-GMA, UDMA e TEGDMA. Como resultado, o grau de conversão não foi afetado pela silanização de suas partículas de carga, mas a resina com maior viscosidade, ou seja, mais Bis-GMA teve um menor grau de conversão. A adição de partículas de sílica só diminuiu as propriedades de resistência na resina com maior viscosidade. Dessa forma, os autores concluíram que a incorporação de 12,5% em peso de sílica não silanizada não afetou as propriedades mecânicas iniciais e após envelhecimento das amostras uma vez que todas as resinas experimentais possuíam 85% de carga com sílica silanizada.

Leinfelder (2005) em uma revisão de literatura a respeito do uso de resinas compostas indiretas em dentes posteriores discute as vantagens ligadas à técnica indireta em relação com a técnica direta. Tais vantagens seriam segundo o autor: a facilidade em criar uma forma anatômica apropriada, visto que é um procedimento laboratorial. Porém as desvantagens da técnica indireta apontadas são os defeitos que podem ocorrer dentro da prótese de resina como a presença de bolhas de ar e monômeros não reagidos que geram locais de tensão quando a prótese é colocada em função. O autor também destaca a dificuldade na técnica de cimentação e a importância das propriedades físicas dos cimentos que serão utilizados para fixação da restauração.

Watts, em 2005, dissertou sobre as reações de formação da rede polimérica, da cinética de polimerização e o comportamento micromecânico sob tensão durante transmissão de estresses. Dessa forma, o autor tece vários comentários sobre características da luz, fotoiniciação por radicais livres e polimerização catiônica. Mostrando ainda, como é possível calcular a quantidade de centros de iniciação de polimerização através da quantidade de canforoquinona na composição do material, além disso, descreve a lei de Bur-Lambert que trata-se da atenuação da luz causada pelo espalhamento e absorção que ocorre quando a mesma atravessa um meio. O autor afirma que, com irradiância mínima de luz é possível promover polimerização efetiva que não será aprimorada com o aumento da irradiância, além disso, caso haja irradiância excessiva, os sistemas de ativação não entrariam no estado de equilíbrio, pois haveria maior taxa de iniciação consumindo os monômeros disponíveis para propagação, levando a formação de cadeias poliméricas mais curtas, em detrimento das propriedades mecânicas do polímero formado.

Musanje *et al.* (2006) avaliaram a influencia da viscosidade de resinas com diferentes composições, assim como a inclusão de partículas nanométricas de sílica com e sem silanização no desgaste *in vitro* compósitos restauradores. As resinas experimentais foram formuladas com diferentes proporções de Bis-GMA, UDMA e TEGDMA. A matriz inorgânica de todas as resinas possuía 71,3% em peso de vidro de estrôncio silanizado assim como sistema de ativação amina cabforoquinona. Foram obtidos seis compósitos diferentes com alta, média ou baixa viscosidade com partículas de sílica silanizadas ou não. Confeccionaram-se seis corpos-de-prova em forma de barra para cada tipo de compósito com as dimensões de 12,5 x 5 x 2,5 mm que foram fotoativados por 40 s. e armazenados em água a 37°C por sete dias. Tanto o teste de atrição quanto o teste de abrasão foram realizados na máquina simuladora de desgaste OHSB. Como resultados os autores verificaram que o aumento da viscosidade aumentou o desgaste apenas nas resinas com partículas de sílica tratadas com silano. Concluíram assim que de forma geral a maior viscosidade aumenta o desgaste dos compósitos que também

superior em resinas que possuem partículas não silanizadas dependendo da formulação dos compósitos.

Sadek *et al.* (2006) avaliaram a resistência de união imediata e após 24 horas de pinos de fibra de vidro unidos à dentina pelos respectivos adesivos e cimentos resinosos duais Optibond SoloPlus/Nexus e AllBond 2/Duolink, pelo cimento autoadesivo dual: RelyX Unicem, cimento autopolimerizável Multilink e pelo cimento fosfato de zinco. Para realização do teste de push-out foram cimentados vinte e cinco pinos em raízes de dentes humanos anteriores. Tais raízes foram modeladas e obturadas 24 horas antes da cimentação. Após a cimentação todos os dentes foram cortados para obtenção de 6 discos com 1 mm de espessura por dente, desses metade foi testada imediatamente no ensaio de resistência de união por *Push-out* e a outra metade foi armazenada por 24 horas e só então submetida ao teste. Como resultado, os cimentos Nexus 2, fosfato de zinco e Multilink tiveram os maiores valores de resistência de união e o cimento DuoLink apresentou resistência inferior a todos os outros cimentos. Já o cimento RelyX UNICEM promoveu valores intermediários de resistência de união. Os autores concluíram que a resistência de união é significativamente aumentada após 24 horas e que a união que ocorre entre o pino e a dentina da raiz é devido a retenção micromecânica e por isso é muito influenciada pela resistência coesiva dos cimentos.

Como a estrutura de cada monômero confere diferentes níveis de viscosidade às resinas e esta propriedade por sua vez influencia tanto a velocidade quanto a extensão da polimerização, Floyd & Dickens (2006) verificaram a influência dos monômeros Bis-GMA e UDMA na contração de polimerização, no grau de conversão e na resistência à flexão de resinas compostas experimentais contendo os dois monômeros base e o TEGDMA como diluente. Os polímeros formados pelo UDMA apresentaram menores quantidades de monômeros residuais do que as resinas com Bis-GMA, possivelmente pela maior reatividade do primeiro. Quanto maior a quantidade do TEGDMA, menor foi a liberação de monômeros não reagidos, porém apesar do maior grau de

conversão, tais polímeros apresentaram baixa resistência à flexão, que pode ter sido causada pelo fenômeno de ciclização do comonômero. Quanto à contração de polimerização, o monômero UDMA apresentou maior contração volumétrica e o TEGDMA também aumentou a contração. Não houve diferença estatística entre as resistências à flexão das resinas formadas pelos monômeros UDMA e Bis-GMA.

Holderegger *et al.*, em 2008, compararam a resistência de união à dentina do cimento RelyX UNICEM com a dos cimentos RelyX ARC, Multilink e Panavia 21. Também foram avaliadas as influências da termociclagem e do operador na capacidade de união dos cimentos quando esses são quimicamente polimerizados. Cento e sessenta terceiros molares humanos foram utilizados para o teste de resistência de união, esses foram divididos em dois grupos e cada grupo foi levado para um laboratório diferente com o intuito de verificar a influência do fator operador nos testes. Todos os dentes foram cortados para expor dentina e separados em 8 grupos (n=10) em cada laboratório, um disco de resina foi cimentado em cada dente sem ativação por luz seguindo os protocolos de cimentação de cada cimento, ou seja, para o cimento RelyX UNICEM não houve pré-tratamento da dentina, para o cimento RelyX ARC Scotchbond condicionador e Adper Scotchbond 1XT, para o cimento Multilink a dentina foi tratada com Multilink Primer A e B e a dentina no grupo cimentado com o Panavia 21 foi tratada com ED Primer A e B. Vinte e quatro horas após a cimentação metade das amostras foi submetida a 1500 ciclos térmicos, o restante foi levado para o teste de resistência de união por cisalhamento. Como resultados, os autores não encontraram disparidade entre os valores obtidos nos dois centros de pesquisa para os cimentos RelyX ARC, RelyX UNICEM e Panavia 21, apenas o cimento Multilink foi influenciado pelo fator operador. O cimento RelyX ARC apresentou os menores valores de resistência de união após 24 horas, porém foi o menos afetado pela termociclagem.

Kececi *et al.* (2008) avaliaram a resistência de união do cimento RelyX UNICEM e Variolink II com quatro pinos intracanaís diferentes. Para a realização

do teste de micro push-out foram utilizados oitenta incisivos centrais superiores humanos que tiveram suas coroas removidas e o canal radicular limpo, modelado e obturado. Após uma semana em água destilada a 37°C, a obturação foi removida e brocas foram utilizadas para preparar o canal de forma padrão com 10 mm de profundidade. Foi realizado o procedimento de cimentação e os cimentos foram fotoativados coronariamente por 60 segundos. Foram seccionados discos de 1 mm de espessura de cada dente e a área de união foi calculada a partir do diâmetro e altura da linha de cimentação. Os valores obtidos pelo teste de micro push-out foram convertidos em MPa a partir da área de união. O cimento RelyX UNICEM apresentou os menores valores de resistência de união independente do tipo de pino utilizado. Os autores também concluíram que apesar da prevalência de fraturas adesivas, o cimento RelyX UNICEM apresentou maior índice de fraturas mistas envolvendo falha coesiva do cimento do que o cimento Variolink.

Watzke et al. em 2008 avaliaram no microscópio eletrônico o grau de homogeneidade da interface de união de pinos de fibra de vidro obtidos por duas técnicas diferentes de cimentação. Os cimentos utilizados foram o RelyX UNICEM, Panavia F 2,0 e Variolink II, para todos os cimentos foi utilizada a técnica tradicional de inserção, mas apenas para o cimento RelyX UNICEM também foi utilizada uma nova forma de inserção do cimento pelo uso de uma ponta flexível com o formato do canal radicular que foi acoplada a ponta aplicadora da cápsula do cimento com a intenção de promover uma menor incorporação de bolhas e imperfeições na interface de união dos pinos de fibra de vidro com a parede dos condutos radiculares artificiais (poli metilmetacrilato). Os canais radiculares artificiais tinham 13 mm de profundidade e receberam os tratamentos de substrato dentário indicados pelos fabricantes de cada tipo de cimento. Após a cimentação, foram realizadas fotografias da área de cimentação que revelaram uma menor incorporação de bolha no grupo no qual o cimento RelyX UNICEM foi inserido com o uso do novo dispositivo de inserção em comparação aos demais grupos nos quais a forma tradicional utilizando a ponta aplicadora da cápsula ou microbrush.

Os autores concluíram que o uso do novo dispositivo de união promove uma maior homogeneidade da camada de cimento.

## 2.2 RELAÇÃO ENTRE PROPRIEDADES MECÂNICAS E MODO DE ATIVAÇÃO DE COMPÓSITOS.

Breeding *et al.* (1991) utilizaram a dureza Knoop para avaliar o potencial de fotoativação dos cimentos resinosos Visio-Fill, Heliosit e Dual, quando os mesmos são fotoativados através de diferentes resinas com espessuras (1, 2 e 3 mm) nas cores (A1, A4 e Incisal) e tempos de exposição de 40, 60 e 90 segundos. Além destas três cores, foram confeccionados discos com a combinação de 1 mm da cor Incisal com 2 mm da cor A1 ou A4. O grupo controle, foi exclusivamente reação química para o cimento dual e de fotoativação direta para os outros dois cimentos. Apenas 30 corpos-de-prova dos 144 totais alcançaram valores de dureza iguais ou acima de 80% da dureza obtida nos grupos controle, sem cerâmica e dentro desses, 20% eram grupos nos quais as resinas tinham espessura de 1 mm. O cimento Visio-Fill apresentou os maiores valores de dureza nos grupos controle. O aumento do tempo de exposição de 60 para 90 segundos não conferiu aumento na dureza do cimento Dual quando esse foi fotoativado através de resina com 3 mm contrariamente ao comportamento observado nos outros dois cimentos não duais. O cimento Visio-Fill apresentou maior sensibilidade à atenuação da luz causada para interposição das resinas indiretas o que só foi contornado com o aumento do tempo de exposição. No cimento dual a ativação química foi incapaz de compensar a atenuação da luz sofrida pela interposição da resina. Os autores concluíram que o cimento dual depende da luz para alcançar sua dureza máxima e que a cor e espessura da resina indireta sobre a qual a luz incide tem influencia na dureza Knoop dos cimentos resinosos.

Rueggeberg & Caughman, em 1993, verificaram o grau de conversão dos cimentos resinosos duais UltraBond, Mirage FLC, Porcelite e Heliolink

ativados de forma dupla ou química. No artigo, o grau de conversão dos mesmos cimentos fotoativados através ou não de um disco da resina Helio Molar com 1,5 mm de espessura, também foi analisado. Quando fotoativados através da resina, os tempos de exposição foram de 20 e 60 segundos. O grau de conversão das duplas ligações entre carbonos foi avaliado 2, 5, 10, 30, 60, minutos e 24 horas após a ativação. Os resultados apontaram que o maior grau de polimerização foi obtido após ativação direta por 60 segundos e o menor nos grupos nos quais a ativação se deu apenas através do componente químico do sistema de ativação, os quais mesmo após 24 horas permaneceram estatisticamente inferiores aos demais grupos. Os autores relataram que nenhum material testado teve ativação química tão eficiente quanto a fotoativação, independente do método de fotoativação. E também que para todos os cimentos, o grau de conversão máximo ocorreu uma hora após a ativação.

Uctasli *et al.* (1994) verificaram a influência da variação de espessura e opacidade de uma inlay de porcelana na dureza Vickers dos cimentos Porcelite dual e Dual Cement, e do cimento fotoativado Porcelite Light Cure. Para a fotoativação dos cimentos foram confeccionadas inlays em porcelana com espessuras de 1/2, 1 e 2 mm e suas opacidades foram aumentadas pela incorporação de cerâmica para dentina. Os testes de dureza foram realizados 5, 60 minutos e 24 h após a manipulação dos cimentos. Nos grupos controle (fotoativados diretamente), o cimento Porcelite apresentou os maiores valores de dureza e o cimento Dual Cement os menores. De forma geral, a dureza dos cimentos diminuiu com o aumento da espessura e da opacidade da cerâmica. Os autores concluíram que, como não houve aumento da dureza com o passar do tempo, como ocorreu nos grupos controle, com a interposição cerâmica não houve continuidade da reação de polimerização após a ativação. Os cimentos Porcelite dual e Dual Cement apesar de terem o mesmo mecanismo de ativação não apresentaram valores semelhantes de dureza máxima, pois tais cimentos têm diferentes quantidades e tipos de cargas inorgânicas que assim como o grau de conversão, também influenciam a dureza. Os dois cimentos híbridos apresentaram

a dureza diminuída quando fotoativados através de 0,5 mm de cerâmica, fato que não ocorreu com o cimento microparticulado Dual Cement. O cimento Porcelite fotoativo teve sua dureza menos prejudicada quando ativado através da cerâmica do que o cimento Porcelite dual, segundo os autores, devido possivelmente a menor ativação química ocorrida na temperatura ambiente.

Peters e Meiers (1996) avaliaram as diferenças encontradas entre os valores de resistência de união da porcelana Rexillun III e o cimento resinoso dual Variolink submetido à ativação dupla ou química. A ativação do cimento se deu na ausência da luz ou sob fotoativação com luz halógena por 60 segundos. A resistência da união foi testada por cisalhamento nos períodos de 2, 3, 5, 60 minutos e 24 h após a fotoativação e nos períodos de 10, 20, 40, 50, 60 minutos e 24 h após a manipulação para o grupo ativado na ausência de luz. Durante o experimento também foi traçado o perfil do tempo de presa dual do cimento desde a ativação por 40 segundos até que a temperatura de transição vítrea fosse alcançada. Valores máximos de resistência de união definidos pela ocorrência de fratura coesiva na porcelana dos corpos-de-prova ativados quimicamente foram atingidos com 60 minutos e 24 h, sem diferença estatística entre esses. Já, os valores máximos de união apresentados pelos grupos fotoativados foram observados nos tempos de 5 e 60 minutos e 24 h sem diferença estatística. O grupo fotoativado apresentou valores de resistência de união estatisticamente superiores aos quimicamente ativado. Quanto à velocidade da reação de presa, o grupo ativado na ausência de luz foi estatisticamente mais lento (14,1 minutos) do que o grupo fotoativado (52 segundos). Essa diferença foi apontada pelos autores como sendo indicativa de uma contínua formação de ligações cruzadas e o crescimento polimérico após o maior pico de atividade da reação de polimerização, quando o cimento dual Variolink é ativado na ausência de luz.

EI-Mowafy *et al.*, em 1999, investigaram a influencia da ativação dual ou química, assim como a interposição de um disco de cerâmica Cerec Vita Blocks, cor A2C com espessura variando de 1 a 6 mm, na dureza de oito cimentos resinosos duais. Todos os teste foram realizados após 1 hora, 1 dia e 1 semana da

manipulação. De forma geral, todos os cimentos apresentaram maiores valores de dureza quando fotoativados. Os cimentos Enforce e Nexus apresentaram os maiores valores de dureza quando apenas submetidos a ativação química, com os valores máximos atingidos 24 h após a manipulação. Quanto a influencia da interposição de um disco de cerâmica, de forma geral, o aumento da espessura levou a redução da dureza dos cimentos. Além disso, uma grande atenuação da luz direta (75%) ocorreu quando se utilizou cerâmica com espessura de 1mm. O aumento até 3mm da espessura da cerâmica não causou redução significativa na dureza dos cimentos Enforce e Nexus. Já o aumento de 1 até 6 mm redução na dureza na ordem de 9 a 14% e de 18 a 29% respectivamente, mostrando que o cimento Enforce apresenta menos dependência da luz. Foi justificado pelos autores que a composição química desses cimentos apresenta maiores quantidades de ativadores químicos.

Hofmann *et al.* (2001) testaram a influencia da ativação exclusivamente química ou foto e dual nas propriedades mecânicas de resistência à flexão de três pontos, módulo de elasticidade e dureza Vickers dos cimentos resinosos duais Variolink II, Cerec Vita DuoCem, SonoCem e Nexus e do cimento de ativação química Panavia 21. Além dos efeitos dos diferentes modos de ativação nas propriedades mecânicas dos cimentos, a interposição de uma cerâmica injetável reforçada por leucita com 2,5 mm de espessura entre a fonte de luz e os cimentos resinosos duais e fotoativados durante exposição à luz também foram avaliados. Os materiais foram divididos em quatro grupos de acordo com os modos de ativação: química, dual, dual através da cerâmica, só fotoativado e fotoativado através da cerâmica. Para todos os cimentos, a ativação dual apresentou maiores valores de resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza do que os grupos apenas fotoativados, independente do uso da cerâmica ou não. A interposição da cerâmica diminuiu a resistência à flexão dos cimentos Cerec Vita DuoCem e SonoCem fotoativados, o módulo de elasticidade dos cimentos Nexus, Cerec Vita DuoCem e SonoCem fotoativados e do Nexus dual e a dureza dos cimentos Variolink, Cerec Vita DuoCem, SonoCem fotoativados e dos cimentos Nexus,

Cerec Vita DuoCem e SonoCem quando ativados de forma dual. O cimento Nexus quando ativado apenas quimicamente apresentou maior módulo de elasticidade do que quando ativado apenas por fotoativação. Tais diferenças encontradas entre os cimentos foram atribuídas pelos autores à composição dos materiais que possuem diferentes quantidades de carga inorgânica afetando diretamente as suas propriedades mecânicas.

A influência de diferentes modos de ativação nas propriedades mecânicas de cimentos resinosos duais, ativados de forma química ou fotoativados foi analisada por Braga *et al.* (2002). Foram utilizados dois cimentos duais: Enforce e Variolink ativados de forma dual, química ou só fotoativados, já o cimento dual RelyX ARC foi ativado de forma química ou dual e o cimento quimicamente ativado C & B foi polimerizado apenas de forma química. Foram confeccionados corpos-de-prova retangulares com 10 mm de comprimento, 2 mm de largura e 1 mm de altura para a realização dos testes mecânicos de resistência à flexão, módulo de flexão, e fadiga. Os grupos quimicamente polimerizados foram manipulados de acordo com os fabricantes indicam na bula e após inserção nas matrizes foram colocados ao abrigo da luz durante uma hora. A fotoativação foi realizada com luz azul visível com irradiância de 550 mW/cm<sup>2</sup> aplicada no topo dos discos de cimento por 60 segundos. Após o teste de resistência à flexão por três pontos, metade dos fragmentos dos corpos-de-prova foi submetida ao teste de dureza Knoop. O cimento RelyX ARC dual obteve maiores valores de dureza quando ativado de forma dual em relação a ativação química. Os resultados dos testes de dureza Knoop revelaram que o cimento Enforce não teve diferença em relação a dureza quando ativado de forma dual ou química, porém quando fotoativado a dureza do cimento foi significativamente inferior aos valores encontrados nos outros modos de ativação. Já, a dureza do cimento Variolink foi maior na ativação dual do que nas ativações química e foto. O cimento RelyX ARC obteve os maiores valores de resistência a flexão dentre os cimentos testados. Todos os demais cimentos apresentaram resultados semelhantes de resistência à flexão, exceto o cimento Variolink quando ativado de forma química que

apresentou dentre todos os cimentos os menores valores de resistência à flexão. Os módulos de resistência à flexão dos cimentos variaram entre 3,6 e 5 GPa, sem diferença estatística entre os cimentos. Diante dos resultados obtidos os autores não observaram correlação entre a resistência à flexão e a dureza superficial, ou seja, para os autores fatores como o conteúdo de cargas inorgânicas e o tipo de monômero podem estar mais relacionados à resistência à flexão dos compósitos do que o grau de conversão.

Em 2002, Halvorson estudaram a influência da intensidade de luz (irradiância) e o tempo de exposição no grau de conversão das quatro resinas restauradoras Heliomolar, Silux Plus, Herculite XRV e Z100. A irradiação foi realizada com aparelho de luz halógena com irradiância de 700 mW/cm<sup>2</sup> e o grau de conversão foi aferido 5 minutos e 24 horas após o início da manipulação dos compósitos. Foi encontrado um limite de conversão a uma intensidade máxima, pois como os polímeros formados são redes com grandes quantidades de ligações cruzadas, o seu movimento restringiu a mobilidade de seus constituintes reativos limitando a reação. A diminuição da densidade de energia diminuiu o grau de conversão das resinas compostas; porém, quando se manteve a densidade de energia com as diversas combinações tempo de exposição e intensidade de luz, as amostras dentro de um mesmo material, apresentaram graus de conversão similares. Mesmo mediante baixas intensidades, todos os materiais apresentaram conversão adicional após 24 h. Os autores verificaram que se um tempo mínimo de irradiação, suficiente para que a reação de polimerização passe da fase de propagação seja alcançada, o polímero formado terá o mesmo grau de conversão do que um ativado com alta intensidade.

Com o intuito de avaliar se há reciprocidade entre o tempo de exposição e a irradiância da luz, nas propriedades mecânicas das resinas compostas, Rosin *et al.*, em 2002, verificaram a influência do modo de ativação na contração de polimerização e microinfiltração dos compósitos fotoativados Tetric Ceram, Solitaire, Definite e Solitaire 2 e o compósito de ativação exclusivamente química Degufill Se. A contração de polimerização foi aferida por três métodos

distintos: linômetro, Buoyancy e dilatômetro. A microinfiltração foi realizada com o uso do corante azul de metileno. A fotoativação gerou maior contração de polimerização do que a química devido a alta velocidade de ativação que não permitiu a liberação de estresse de contração antes de o material adquirir um alto módulo de elasticidade. Porém, neste estudo os dois modos de ativação apresentaram o mesmo grau de microinfiltração atribuído a eficácia dos adesivos utilizados.

Em 2003, Foxton *et al.* avaliaram a resistência de união do cimento dual Clearfill DC Core com a dentina radicular. Foram utilizados pré-molares humanos que apresentaram suas coroas removidas e raízes preparadas com espaço para pino de 1,4 mm de espessura por 8 mm de profundidade. As raízes foram divididas em dois grupos dos quais, quinze dentes foram utilizados no teste de microtração e o restante no teste de dureza Knoop do cimento. Para o teste de microtração, o preenchimento da cavidade das raízes foi realizado seguindo 5 protocolos que foram divididos em grupos. No grupo 1, tanto o adesivo fotoativado e o cimento sofreu ativação dual; no grupo 2, o adesivo fotoativado e o cimento teve apenas ativação química; no grupo 3, tanto o adesivo quanto o cimento sofreram ativação dual; no grupo 4, o adesivo foi ativado de forma química e o cimento dual; Já, no grupo 5, a ativação química foi responsável pela produção dos radicais livres tanto no adesivo quanto no cimento. Os quinze dentes foram seccionados para a confecção dos palitos do ensaio de microtração e após a fratura, os mesmos foram analisados em microscopia eletrônica de varredura para a determinação dos padrões de fratura. O ensaio de dureza Koop foi realizado após as raízes serem tratadas com primer autocondicionante, adesivo e o preenchimento com cimento, que foi ativado de forma dual por 60 segundos, ou quimicamente. O ensaio de dureza foi realizado 24 horas após a ativação dos cimentos. Os maiores valores de resistência de união, com módulo de fratura coesiva em dentina e dureza foram encontrados nos grupos nos quais houve ativação dual. Os menores valores para os grupos que sofreram apenas ativação química, tanto para o adesivo quanto para o cimento resinoso. Não houve

diferença estatística entre a dureza e a resistência de união encontradas na área apical e coronária dos preparos. Sugerindo assim, que apesar do componente químico do cimento resinoso não ter sido suficiente para proporcionar dureza e resistência de união comparáveis aos valores encontrados nos grupos fotoativados, o componente fotoativo do sistema de ativação dual dos mesmos, foi sensibilizado de forma eficiente na presença de pouca luz.

Kumbuloglu *et al.*, em 2004, investigaram a dureza Vicker, resistência à compressão e à flexão dos cimentos resinosos duais RelyX ARC, Panavia F, Variolink II e RelyX Unicem ativados de forma dual e do cimento de poliacrilato Durelon. A influência da ativação química ou dual no grau de conversão também foi avaliada. Após a manipulação, os corpos-de-prova para os ensaios mecânicos foram armazenados em água destilada a 37°C por uma semana. O cimento Variolink apresentou menor dureza e a maior resistência à flexão, já o cimento RelyX Unicem teve a maior dureza e menor resistência à flexão, com a maior resistência à compressão. Pela análise de Weibull esses dois cimentos teriam baixas probabilidades de fratura sendo que o cimento Unicem teria a menor. Para todos os cimentos, o maior grau de conversão foi obtido com a ativação dual, sendo que o RelyX ARC apresentou os maiores graus de conversão e o RelyX Unicem os menores nas duas formas de ativação. A maior resistência à flexão do cimento Variolink foi atribuída à presença do monômero UDMA na sua composição que aumentou a quantidade de ligações cruzadas por ser menos viscoso e mais flexível. O menor grau de conversão do cimento RelyX Unicem foi justificado pelo análise do grau de conversão ter sido realizada com pouco tempo após a mistura (15 min), o que não permitiu que ocorresse a reação ácido-base do cimento. Reação essa que gerou os altos valores de dureza e resistência à compressão observados no cimento RelyX UNICEM após uma semana.

Aguiar *et al.*, em 2007, avaliaram os efeitos da fotoativação por lâmpada halógena (550 mW/cm<sup>2</sup>), LED (360 mW/cm<sup>2</sup>) e LED de alta potencia (1116 mW/cm<sup>2</sup>) na dureza Knoop do compósito Z250. Foram confeccionados discos com 4 mm de diâmetro por 2 mm de altura do compósito fotoativado a

distancia de 8 mm, por tempos que representavam 1X, 2X ou 3X o tempo recomendado pelo fabricante. Os valores de dureza foram significativamente menores na superfície inferior em comparação com a superfície superior. O aumento em 3X do tempo de ativação aumentou a dureza principalmente na superfície inferior, somente o grupo fotoativado com maior intensidade mostrou diferença na superfície superior. O grupo fotoativado com maior intensidade e a mesma potência dos demais apresentou menor dureza superficial em virtude da formação de cadeias poliméricas mais curtas, devido ao maior número de centros de iniciação.

Tango et al. (2007a) verificaram o efeito dos modos de ativação e da interposição de um disco de resina ou cerâmica durante fotoativação indireta, na dureza Knoop do cimento resinoso dual Enforce. Cento e vinte incisivos bovinos tiveram sua superfície vestibular planificada pelo uso de lixas de carbetto de silício granulação 200, 400 e 600. As superfícies em dentina foram tratadas com ácido fosfórico a 37% e hibridizadas com adesivo Prime&Bond 2,1. Foram confeccionados quarenta discos com 1,5 mm de espessura de cada material restaurador indireto (HeraCeram e Artglass) para serem utilizados durante a fotoativação dos cimentos. Uma camada do cimento foi colocada sobre o adesivo. Metade dos dentes foi fotoativada com aparelho XL 2500 com  $700 \text{ mWcm}^2$  de irradiância por 10 s e a outra metade com Apollo 95 de  $1600 \text{ mWcm}^2$  por 3 s utilizando-se os discos de resina ou porcelana interpostos. Após a fotoativação, os dentes foram armazenados em água a  $37^\circ\text{C}$  por 24 h até a realização do ensaio de dureza Knoop. O método dual promoveu valores de dureza superiores a fotoativação física, exceto quando se utilizou o XL 2500 e através do disco de Artglass. A fonte de luz Apollo 95 obteve valores inferiores de dureza com os dois tipos de materiais restauradores indiretos.

Tango *et al.* (2007b) verificaram o efeito na dureza Knoop da fotoativação indireta com interposição de um disco da cerâmica HeraCeram ou de resina (Artglass) quando fontes de luz LED (UltraLume Is), luz halógena (XL 2500) e aparelho de arco de plasma (Apollo 95) foram utilizados para fotoativar o

cimento resinoso dual Enforce, no modo dual ou físico. Cento e vinte incisivos bovinos tiveram sua superfície vestibular planificada pelo uso de lixas de carbetto de silício granulação 200, 400 e 600. As superfícies em dentina foram tratadas com ácido fosfórico a 37% e hibridizadas com adesivo Prime&Bond 2,1. Foram confeccionados quarenta discos com 1,5 mm de espessura do material restaurador indireto para serem utilizados durante a fotoativação dos cimentos. Uma camada do cimento foi colocada sobre o adesivo. Vinte dentes foram fotoativados com aparelho UltraLume Is com  $440 \text{ mWcm}^2$  de irradiância por 10 s, outros 20 com XL 2500 com  $700 \text{ mWcm}^2$  de irradiância por 10 s e o restante com Apollo 95 de  $1600 \text{ mWcm}^2$  por 3 s utilizando-se os discos porcelana interpostos sobre a camada de cimento. Após a fotoativação, os dentes foram armazenados em água a  $37^\circ\text{C}$  por 24 h até a realização do ensaio de dureza Knoop. Os maiores valores de dureza Knoop foram obtidos pelos grupos fotoativados com o aparelho UltraLume, seguido pelos valores encontrados pelo aparelho XL 2500 e a menor dureza foi obtida pelos cimentos fotoativados pela fonte de luz Apollo 95. Os autores concluíram que a interposição da cerâmica influenciou na dureza do cimento.

Tango *et al.* (2007c) verificaram o efeito dos modos de ativação dual ou físico e da interposição de um disco de resina ou cerâmica durante fotoativação direta ou indireta, na dureza Knoop do cimento resinoso dual Enforce. Cento e vinte incisivos bovinos tiveram sua superfície vestibular planificada pelo uso de lixas de carbetto de silício granulação 200, 400 e 600. As superfícies em dentina foram tratadas com ácido fosfórico a 37% e hibridizadas com adesivo Prime&Bond 2,1. Foram confeccionados quarenta discos com 1,5 mm de espessura de cada material restaurador indireto (HeraCeram e Artglass) para serem utilizados durante a fotoativação dos cimentos. Uma camada do cimento foi colocada sobre o adesivo. Metade dos dentes foi fotoativada com aparelho XL 2500 com  $700 \text{ mWcm}^2$  de irradiância por 10 s na forma direta, 36 s através do Artglass e 40 s através da HeraCeram, a outra metade com UltraLume IS com  $440 \text{ mWcm}^2$  por 10 s na forma direta, 28 s através do Artglass e 28 s através da HeraCeram. Após

a fotoativação, os dentes foram armazenados em água a 37°C por 24 h até a realização do ensaio de dureza Knoop. De forma geral o aparelho LED promoveu valores superiores de dureza em relação aos obtidos pelo aparelho de luz halógena e os autores concluíram que a interposição do disco de material restaurador indireto pode influenciar ou não a dureza do cimento de acordo com o modo de ativação e quantidade de irradiância do feixe de luz produzido pelo aparelho de fotoativação.

Saskalauskaite *et al.* (2008) determinaram a resistência à flexão de três pontos, módulo de elasticidade e perfil de pH de três cimentos resinosos autoadesivos (RelyX Unicem, Embrace Wetbond e Maxcem), de dois cimentos resinosos duais (RelyX ARC e Linkmax) e dois cimentos de ionômero de vidro modificados por resina (GC Fuji Plus e RelyX Luting Plus). Para todos os cimentos resinosos, os ensaios foram efetuados com as formas de ativação dual e química. Os ensaios de resistência à flexão e o módulo de elasticidade foram realizados com corpos-de-prova com 2 mm de altura por 2 mm de espessura e 25 mm de comprimento. Para a ativação, os cimentos foram divididos em dois grupos, e metade recebeu fotoativação por um minuto e a outra metade foi ativada de forma química na ausência de luz. Para o ensaio de pH, foram confeccionados corpos-de-prova com 13 mm de diâmetro por 2 mm de altura que foram ativados de forma dual ou química. Os ensaios mecânicos foram realizados após 24 h e o ensaio de pH nos tempos de 2, 5, 15 e 30 min e de 1, 2, 4, 6, e 24 h após a mistura. Os resultados de resistência à flexão, mostraram que os cimentos de ionômero de vidro GC Fuji Plus e RelyX Luting Plus apresentaram as menores resistências. Os cimentos autoadesivos RelyX Unicem, Embrace Wetbond e Maxcem, assim como, os resinosos convencionais RelyX ARC e Linkmax apresentaram valores de resistência comparáveis quando ativados do mesmo modo. Apenas o cimento Embrace Wetbond quando ativado de forma química não atingiu os valores de resistência dos demais cimentos resinosos, sendo que os valores de resistência observados comparáveis com as resistências dos cimentos de ionômero de vidro. O módulo de elasticidade dos cimentos RelyX UNICEM e

Maxcem foram maiores que os módulos de elasticidade dos cimentos de ionômero de vidro e convencionais, independente do modo de ativação. Os resultados para a análise de pH mostraram que os cimentos autoadesivos têm o menor pH inicial, seguido pelo cimento de ionômero de vidro. Os cimentos resinosos convencionais apresentaram os maiores valores de pH inicial. Os resultados observados durante o período até 24 horas após a ativação mostraram que todos os materiais apresentaram um aumento no valor de pH, principalmente durante a primeira hora. Os autores concluíram que, de uma forma geral, os cimentos quimicamente ativados apresentaram menores valores no módulo de elasticidade e de resistência à tração diametral em relação aos grupos que receberam luz.

Pazin *et al.* (2008) avaliaram os efeitos de diferentes fontes de luz e da interposição de diferentes espessuras da cerâmica IPS Empress Esthetic na dureza Knoop do cimento resinoso Variolink II. Quando foi testada a influencia da interposição da cerâmica, o cimento foi ativado de forma dual. Porém grupos controle ativados exclusivamente por luz e quimicamente polimerizado sem interposição da cerâmica também foram realizados. Foram confeccionados discos com interposição da cerâmica com as espessuras de 0,7; 1,4 e 2 mm. O cimento Variolink II foi manipulado e inserido em matriz de silicone de adição para confecção de corpos-de-prova cilíndricos com 1 mm de espessura. A fotoativação do cimento foi realizada com luz halógena XL 2500 ou LED UltraLume 5 com irradiâncias de 905 e 1585 mW/cm<sup>2</sup> respectivamente. Vinte e quatro horas após a fotoativação os corpos-de-prova foram submetidos a ensaio de dureza Knoop na superfície superior e inferior. Como resultado, os espécimes fotoativados através do disco de porcelana com as espessuras de 1,4 e 2 mm obtiveram valores de dureza inferiores, a todos os demais grupos exceto para o grupo controle com polimerização química. Não houve diferença entre os valores de dureza obtidos pelas unidades de fotoativação e entre as superfícies superior e inferior de cada corpo de prova.

Reges *et al.* (2008) avaliaram a profundidade de polimerização através de ensaio de dureza Knoop do cimento Enforce nas cores A1, A2 e opaco quando

o mesmo foi fotoativado de forma direta ou indireta (através da cerâmica Dulcera). O cimento foi manipulado conforme indicação dos fabricantes e inserido em matriz de teflon negro com 5 mm de diâmetro e 1 mm de profundidade. A fotoativação foi realizada com aparelho de luz halógena XL 2500 por 40 segundos com irradiância de 600 mW/cm<sup>2</sup> com e sem a interposição de um disco de Ducera com 2 mm de espessura. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de dureza Knoop 15 minutos ou 24 horas após a manipulação dos cimentos. Para avaliação da profundidade de polimerização, foram medidas as durezas das superfícies com profundidade de 100, 300, 500 e 700 µm. Como resultado, os autores verificaram que os valores de dureza obtidos após 24 h foram superiores em relação aos obtidos em 15 minutos, as cores mais claras do cimento promoveram maiores valores de dureza e que os modos de ativação influenciaram a dureza do polímero formado de forma diferente dependendo da profundidade em que o ensaio foi realizado mesmo com incremento de 1 mm.

Silva (2008), em sua tese de doutorado, avaliou o efeito da fotoativação imediata, da ausência de fotoativação (polimerização química) e da fotoativação 5 min. após a manipulação (tardia) dos cimentos resinosos duais (Enforce, RelyX ARC e Panavia F) sobre: 1 – cinética de taxa de polimerização (Tp); 2 – resistência à tração diametral (RTD) e rigidez relativa (RR); 3 – tensão de contração de polimerização (TC); 4 – resistência máxima à tração (RMT) e 5 – resistência de união ao cisalhamento (RU). Como resultado, o autor observou que a fotoativação aumentou o GC para todos os cimentos resinosos. A ativação tardia apesar de ter reduzido a Tp de todos os cimentos, teve um comportamento ambíguo com o grau de polimerização dos mesmos, pois melhorou o GC para o Enforce e reduziu para o RelyX ARC e para o Panavia F. A ausência de fotoativação reduziu a RTD apenas para o Panavia F. Para a fotoativação tardia, o RelyX ARC mostrou maior RTD que os outros cimentos. Para RR, não houve diferença entre os modos de ativação, mas o RelyX ARC mostrou maiores valores que o Panavia F para fotoativação imediata. A ausência de fotoativação gerou as menores TC e a fotoativação imediata levou aos maiores valores. Para os

cimentos, o RelyX ARC mostrou maior TC que o Panavia F. Não houve efeito do modos de ativação na RMT. A fotoativação dos cimentos aumentou a RU. Os autores concluíram que o cimento RelyX ARC tem maior potencial de fotoativação que o cimento Enforce e que esse, por sua vez, tem maior potencial de polimerização química.

### 2.3 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DIAMETRAL.

Williams & Smith, em 1971, verificaram se o ensaio de compressão diametral, utilizado extensamente na engenharia mecânica, era viável para obtenção da resistência à tração de materiais dentários, na forma de corpos-de-prova pequenos condizentes com o volume real de uma restauração dentária. Foram confeccionados discos com diferentes alturas e diâmetros em gesso, cimento de fosfato de zinco, amálgama, OZE, EBA, fibra de vidro, cimento de silicato, cimento endodôntico e um cimento de policarboxilato experimental. Um dispositivo verificou que o modo de propagação das trincas nos corpos-de-prova, pequenos eram idênticos ao padrão encontrado nos corpos-de-prova com maiores dimensões, ou seja, fraturavam do centro dos espécimes para as bordas. Dentre as observações feitas pelos autores destaca-se que, as áreas de contato entre os apoios e os corpos-de-prova deverão ser mínimas para prevenir a formação de tensão de cisalhamento e compressão logo abaixo das mesmas. Os corpos-de-prova com maiores diâmetros possuem maior resistência à tração diametral e desvio padrão. Os autores recomendam o uso de pedaços de papel úmido entre os corpos-de-prova e os apoios para melhorar a distribuição das cargas, assim como, a confecção de cilindros com proporção de altura e diâmetro de  $\frac{1}{2}$ , para evitar que a resistência real do material seja influenciada pela configuração geométrica dos corpos-de-prova.

Asmussen & Peutzfeldt, em 1998, determinaram o efeito dos monômeros Bis-GMA, UEDMA e TEGDMA, nas propriedades mecânicas de resistência à tração diametral, resistência à flexão e módulo de elasticidade de 30

resinas experimentais fotoativadas que continham 75% de carga silanizada. Os ensaios foram efetuados após uma semana. Como resultado apresentaram que a resistência à tração diametral aumentou com o aumento de TEGDMA e UEDMA, a resistência à flexão aumentou com o aumento do monômero UEDMA e abaixou com o TEGDMA. O módulo de elasticidade diminuiu com o aumento do UEDMA e é dependente de forma complexa do conteúdo de TEGDMA. O estudo mostrou que estas propriedades são influenciadas pela natureza do monômero e do copolímero constituinte da matriz. A resistência à tração diametral aumenta quando o Bis-GMA ou o TEGDMA foi substituído pelo UEDMA e quando o Bis-GMA é substituído pelo TEGDMA. O aumento da resistência à tração diametral quando o Bis-GMA é substituído por TEGDMA ou UEDMA é por causa do aumento do grau de conversão. O aumento da resistência à tração ocorrido com a substituição do TEGDMA por UEDMA é provavelmente devido à maior quantidade de pontes de hidrogênio através dos grupos uretano contidos na molécula de UEDMA. Já, a diminuição da resistência à flexão com a substituição do Bis-GMA por TEGDMA não foi totalmente explicada apenas foi descartada a hipótese do grau de conversão ter afetado o ensaio.

Com a intenção de verificar se existe correlação positiva entre a resistência à tração diametral e resistência à flexão de 3 pontos, Della Bona *et al.* (2008) utilizaram as resinas compostas Filtek Z250, Amelogen, Vit-1-escence e Exthet-X. Os corpos-de-prova para ensaio de resistência à flexão apresentaram 25 mm de comprimento por 2 mm de altura e 2 mm de espessura, e fotoativados por 20 s com luz azul visível com irradiância de 450 mW/cm<sup>2</sup>. Para a avaliação da resistência à tração diametral, foram confeccionados cilindros de resina composta com 4 mm de diâmetro por 6mm de altura e foram fotoativados de forma semelhante aos corpos-de-prova de resistência a flexão. Todos os ensaios mecânicos foram realizados 24 horas após a ativação das resinas. Como resultado, as resinas Exthet-X e Filtek Z250 apresentaram os maiores valores de resistência à tração diametral e à flexão, segundo os autores isso foi devido a diferença na composição da matriz polimérica dessas resinas que contém

TEGDMA e UDMA respectivamente, responsáveis tanto por aumento no grau de conversão quanto por maior tração diametral. As resinas Amelogen e Vit-1-Escence apresentaram valores estatisticamente semelhantes de resistência à tração diametral, porém os valores de resistência à flexão da resina Amelogen foi menor que o valor encontrado para a resina Vit-1-Escence. Tal diferença frente as tensões de flexão é devido ao fato de tal resina possuir maior conteúdo de carga em relação a resina Amelogen, segundo os autores. Como conclusão os autores verificaram que existe uma correlação positiva entre as propriedades de resistência à tração diametral e à flexão de 3 pontos.

### **3 PROPOSIÇÃO**

O propósito deste estudo foi avaliar a resistência à tração diametral de quatro cimentos resinosos (RelyX ARC, Enforce, RelyX UNICEM e Nexus 2) nas seguintes variáveis experimentais:

1. Material (cimentos resinosos);
2. Modo de ativação (químico, dual fotoativado de forma direta ou dual fotoativado através da cerâmica IPS Empress Esthetic com 0,7 mm de espessura); e,
3. Submetidos ou não à fadiga mecânica.

## 4. MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 - MATERIAL

Os cimentos resinosos utilizados neste estudo e suas características estão descritos no Quadro 1 e Quadro 2.

**Quadro 1** – Materiais utilizados / lote e descrição.

Cimento / lote	Descrição
RelyX ARC GFHL	<p>Pasta A: Zircônia e sílica tratadas com silano, Trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA), Bisfenol glicidil dimetacrilato (Bis-GMA), éter, polímero dimetacrilato funcionalizado, Dimetil amino etil metacrilato (DMAEMA).</p> <p>Pasta B: Zircônia e sílica tratadas com silano, TEGDMA, Bis-GMA, éter, polímero dimetacrilato funcionalizado e peróxido de benzoíla (BPO).</p>
Enforce 908521 e 878707	<p>Pasta base matizada: TEGDMA, Bis-GMA, vidro de bário-alumínio-borosilicato silanizados, canforoquinona (CQ), Etil 4 dimetilaminobenzoato (EDAB), Hidroxitolueno butilado (BHT), pigmentos minerais e di-hydroxietil p-toluidina (DHEPT).</p> <p>Pasta catalizadora: Dióxido de titânio, sílica pirolítica silanizada, pigmentos minerais, Bis-GMA, BHT, EDAB, TEGDMA e BPO.</p>
RelyX UNICEM 307690	<p>Líquido: Ésteres de ácido fosfórico metacrilato, dimetacrilato de etilenodioxidietilo e dimetacrilato substituído.</p> <p>Pó: Pó de vidro silanizado, sílica tratada com silício, hidróxido de cálcio, pirimidina substituída e persulfato de sódio.</p>
Nexus 2 2878561	Álcool etílico, Uracil dimetacrilato (UDMA), ácido sulfínico benzeno, sal de sódio, ésteres ácidos de monômeros dimetacrilatos, vidro de bário-alumínio-borosilicato silanizado, fotoativadores e ativadores químicos.

**Quadro 2** – Materiais utilizados, fabricante, cor, quantidade de carga inorgânica e tamanho médio de partícula.

Cimento	Fabricante	Cor	Quantidade de carga inorgânica	Tamanho médio de partícula
RelyX ARC	3M ESPE, Sant. Paul, MN, EUA	A3	67,5% peso	1,5 µm
Enforce	Dentsply Caulk, York, PA. EUA	A3	66% peso	1 µm
RelyX UNICEM	3M, ESPE, Seefeld, Alemanha	A3 opaco	50% volume	12,5 µm
Nexus 2	Kerr, Corp. Orange, CA, EUA.	A3	68% peso	0,6 µm

## 4.2 MÉTODOS

### 4.2.1 – Confeção do disco de cerâmica

Para a confecção do disco de cerâmica que foi utilizado para simular restauração durante a fotoativação indireta, foi feito um padrão em cera na forma de disco, medindo 10 mm de diâmetro e 1mm de espessura, e através de sistema de injeção a altas temperaturas, a cerâmica Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein cor A3) substituiu tal padrão de cera. O disco de cerâmica recebeu acabamento e polimento com a seqüência de lixas de carvão de silício (Norton S.A. São Paulo, SP, Brasil) com granulações de 600 até 1200 sob resfriamento por água, ao final desse procedimento o disco de cerâmica obtido possuía as dimensões de 10 mm de diâmetro e 0,7 mm de espessura.

### 4.2.2 - Confeção da matriz de silicona

Foram confeccionadas matrizes com a silicona por adição Express (3M ESPE, Sant. Paul, MN, EUA) com o auxílio de um dispositivo de teflon que

permitiu a padronização das mesmas na forma de discos com 15 mm de diâmetro e furo central com 4 mm de diâmetro e 2 mm de altura (figura 1). Para cada grupo foram confeccionadas 10 matrizes de silicona e caso houvesse a necessidade de repetição de um corpo-de-prova dentro de um grupo, a matriz era analisada à procura de qualquer rasgamento ou deformação plástica antes de ser reutilizada.

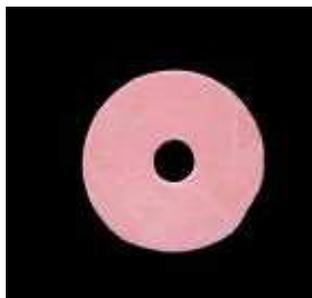


Figura 1 – Matriz de silicona por adição.

#### 4.2.3 - Confeção dos corpos-de-prova

Todos os cimentos resinosos duais utilizados neste estudo foram manipulados por um único operador, de acordo com as indicações de cada fabricante, em ambiente com temperatura ( $21 \pm 4^\circ\text{C}$ ) e umidade relativa do ar controladas ( $50 \pm 5\%$ ), conforme descrito a seguir.

Para o cimento RelyX ARC (3M ESPE, Sant.Paul, MN, EUA) (Figura 2) foram utilizadas duas porções, assim a quantidade necessária ao preenchimento do furo central da matriz de silicona foi obtida. As duas pastas do cimento foram manipuladas por 10s com espátula nº 24 Duflex (SS White, Gloucester, Madleaze Estate, Reino Unido) até a obtenção de uma mistura homogênea. O cimento resinoso Enforce (Dentsply Caulk, York, PA. EUA) (Figura 3) foi proporcionado em comprimentos iguais das pastas sobre um bloco impermeável. As duas partes foram manipuladas por 15 segundos, com espátula nº 24 Duflex (SS White). Os cimentos RelyX ARC (3M ESPE) e o Enforce (Dentsply) foram inseridos nas matrizes de silicona após a manipulação, com auxílio da espátula de inserção nº 1 Duflex (SS White), de acordo com a recomendação de seus fabricantes. Já a cápsula do cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem (3M, ESPE, Seefeld,

Germany) (Figura 4), foi inserida no dispositivo ativador do sistema (Figura 5) e mantida sob pressão por dois segundos, sendo levada em seguida ao aparelho misturador (Figura 6 A e B) no qual o cimento foi mecânicamente manipulado por 15 segundos.



Figura 2 - Cimento RelyX ARC.



Figura 3 - Cimento Enforce.



Figura 4 - Cimento RelyX UNICEM.

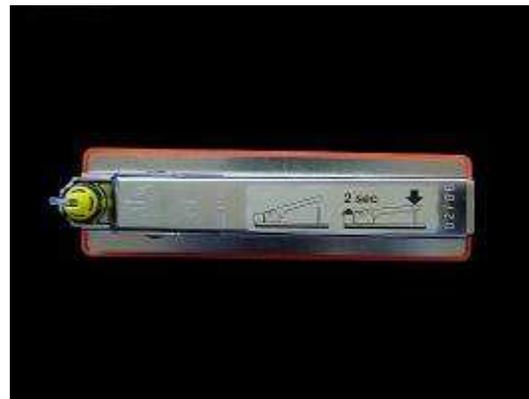


Figura 5 - Dispositivo Ativador.

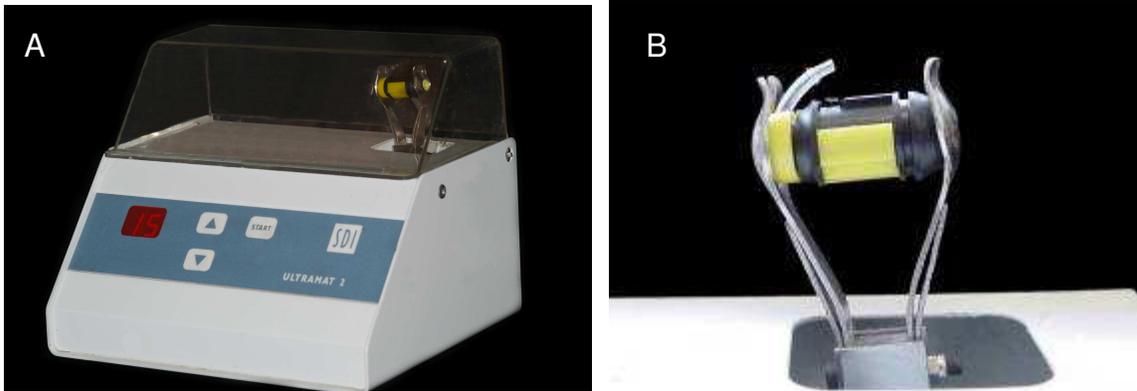


Figura 6 A e B – Aparelho misturador.

Após a mistura, a cápsula do cimento RelyX UNICEM foi colocada no dispositivo de aplicação (Figura 7) e o cimento foi inserido diretamente dentro da matriz de silicone. O cimento resinoso dual Nexus II (Kerr, Corp. Orange, CA, EUA) é comercializado na forma de duas seringas independentes e unidas por uma ponta automisturadora (Figura 8), que permitiu a inserção direta do cimento na matriz de silicone sem a necessidade de manipulação.

Para a inserção de todos os cimentos resinosos a matriz de silicone foi posicionada sobre uma lâmina de vidro coberta por um pedaço de tira matriz de poliéster K Dent (Quimidrol, Joinville, SC, Brasil). Após o preenchimento da matriz, uma nova tira de poliéster juntamente com outra lâmina de vidro foram posicionadas sobre a matriz já preenchida pelo cimento (Figura 9). Em seguida, foi aplicada pressão de 0,5 kg por 1 minuto, para permitir o escoamento do cimento e eliminar todos os excessos (Figura 10).

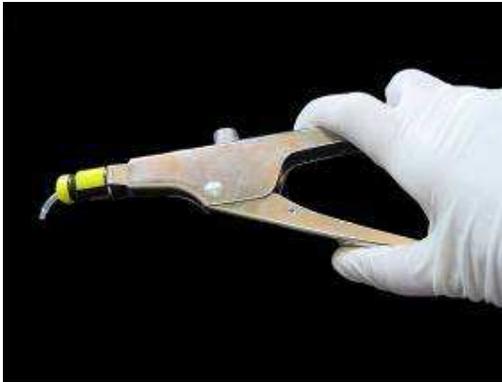


Figura 7 - Dispositivo de aplicação.



Figura 8 - Ponta auto misturadora.

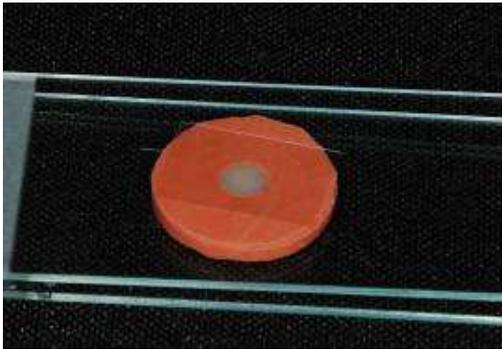


Figura 9 - Cimento inserido entre duas lâminas de vidro.



Figura 10 - Escoamento na prensa.

Cada um dos cimentos foi polimerizado de três formas: polimerização química (sem fotoativação) e polimerização dual sendo a fotoativação realizada através de um disco de cerâmica ou diretamente sobre o cimento coberto pela lâmina de vidro. A distribuição dos grupos de acordo com as variáveis analisadas encontram-se no Quadro 3.

**Quadro 3** – Divisão dos grupos de acordo com o tipo de cimento, tipo de ativação, com e sem fadiga (n=10).

Grupo	Cimento	Ativação	Fadiga
G1a	RelyX ARC	Sem fotoativação	Não
G2a	RelyX ARC	Com fotoativação através da cerâmica	
G3a	RelyX ARC	Com fotoativação direta	
G4a	Enforce	Sem fotoativação	
G5a	Enforce	Com fotoativação através da cerâmica	
G6a	Enforce	Com fotoativação direta	
G7a	RelyX Unicem	Sem fotoativação	
G8a	RelyX Unicem	Com fotoativação através da cerâmica	
G9a	RelyX Unicem	Com fotoativação direta	
G10a	Nexus	Sem fotoativação	
G11a	Nexus	Com fotoativação através da cerâmica	
G12a	Nexus	Com fotoativação direta	
G1b	RelyX ARC	Sem fotoativação	Sim
G2b	RelyX ARC	Com fotoativação através da cerâmica	
G3b	RelyX ARC	Com fotoativação direta	
G4b	Enforce	Sem fotoativação	
G5b	Enforce	Com fotoativação através da cerâmica	
G6b	Enforce	Com fotoativação direta	
G7b	RelyX Unicem	Sem fotoativação	
G8b	RelyX Unicem	Com fotoativação através da cerâmica	
G9b	RelyX Unicem	Com fotoativação direta	
G10b	Nexus	Sem fotoativação	
G11b	Nexus	Com fotoativação através da cerâmica	
G12b	Nexus	Com fotoativação direta	

Para os grupos polimerizados apenas quimicamente, os cimentos foram manipulados em ambiente com iluminação reduzida, com a utilização de uma lanterna com lâmpada de 125 V e 15 w (Kodak, Tremembé, SP, Brasil) e filtro *safelight* número 1A (Kodak), impedindo a ativação física pela iluminação ambiente. Para a remoção dos corpos-de-prova da matriz foi respeitado tempo final da presa química recomendado pelos fabricantes. Os tempos de presa química, assim como os tempos de fotoativação utilizados nas amostras que utilizaram presa dual, são apresentadas no Quadro 4.

**Quadro 4** – Tempos de ativação para cada tipo de cimento resinoso.

Cimento	Tempo de presa química	Tempo de fotoativação por face
RelyX ARC	10 minutos	40 segundos
Enforce	6 minutos	30 segundos
RelyX Unicem	10 minutos	20 segundos
Nexus II	10 minutos	40 segundos

Para os grupos ativados de forma dual, os mesmos procedimentos anteriores foram adotados, diferindo apenas na etapa que se seguiu após o período de escoamento dos excessos, quando houve a aplicação da luz. A fotoativação foi realizada com o aparelho Ultra Lume Led 5 (Ultradent Products Inc., South Jordan, UT, EUA), com irradiância de 1100 mW/cm<sup>2</sup> (Figura 11). A fotoativação indireta foi realizada através de um disco de cerâmica IPS Empress Esthetic com 7 mm de diâmetro por 0,7 mm de espessura (Figura 12) durante os tempos especificados por cada fabricante (Quadro 4). A fotoativação direta foi realizada através da lâmina de vidro para evitar que a remoção da mesma promovesse defeitos na superfície da amostra (Figura 13). Depois de transcorrido o tempo necessário para a polimerização dos cimentos em cada um dos diferentes modos de cura, esses foram removidos das matrizes e acondicionados em 100% de umidade relativa em frascos Eppendorf a 37°C, protegidos da luz até completarem uma hora transcorrida após a manipulação. Após tal período foi realizado o acabamento e regularização da amostras com lixas de carbetto de silício granulação 1200 (Norton S.A. São Paulo, SP, Brasil) e armazenadas

imediatamente em água destilada ao abrigo da luz até que as amostras completassem 24 h transcorridas desde a manipulação dos cimentos.



Figura 11 - UltraLume 5.



Figura 12 – Disco de cerâmica.

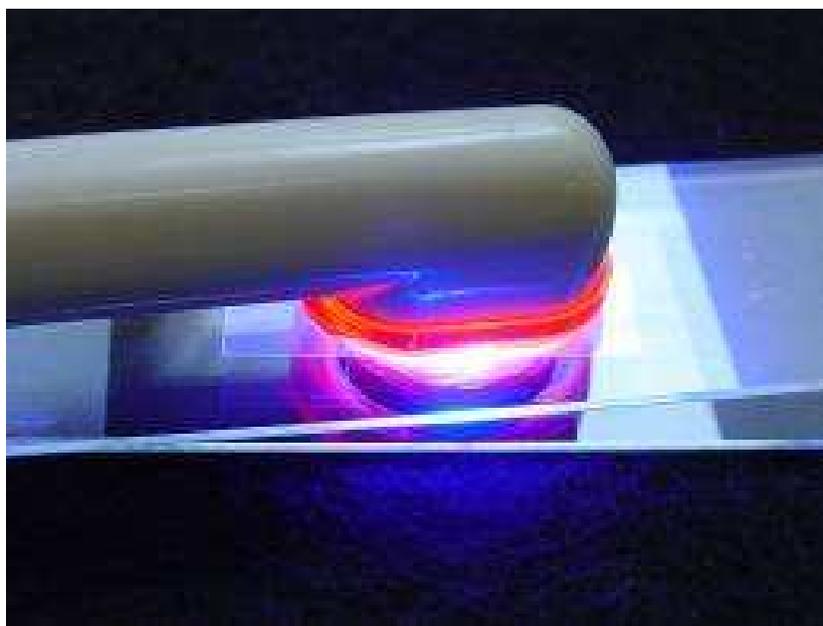


Figura 13 – Fotoativação direta.

#### 4.2.4 Ensaio de Resistência à Fadiga Mecânica

Ao final das 24 horas, metade das amostras foi posicionada em dispositivos de metal (Figura 14) utilizados para posicioná-las durante o ensaio de fadiga mecânica. Para estabilizar os corpos-de-prova e padronizar a tensão

aplicada, uma fina película de silicona por adição Express (3M ESPE) foi interposta entre os corpos-de-prova e os dispositivos (Figura 15). Os conjuntos foram levados à máquina de ciclagem mecânica (ERIOS, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 16) e submetidos a 30.000 ciclos com carga de 12 N e frequência de 1 Hz imersas em água destilada a 37°C (Figura 17).

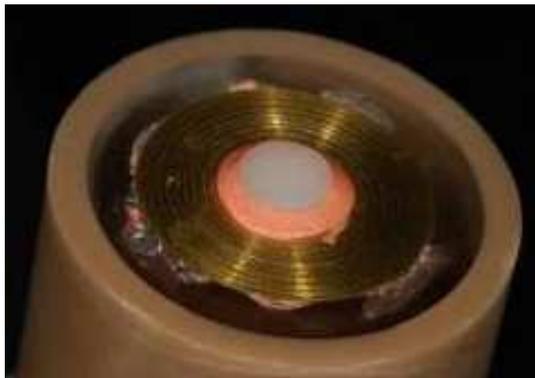


Figura 14 – Dispositivo metálico.

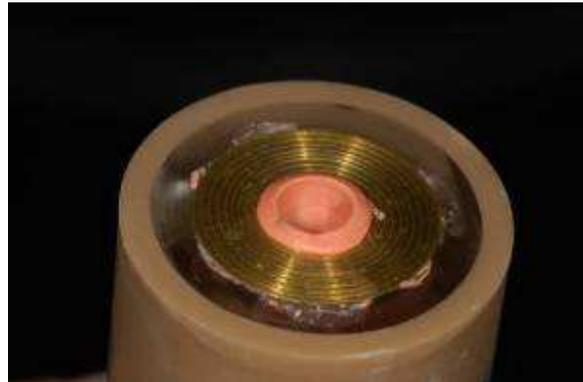


Figura 15 – Suporte de silicona.



Figura 16 – Erios FOP10.

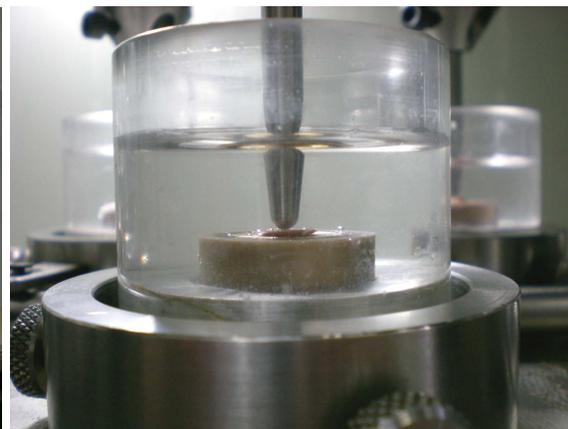


Figura 17 – Ensaio de fadiga mecânica.

As amostras não cicladas permaneceram imersas em água a 37°C durante todo o período em que os grupos fadigados eram submetidos ao ensaio de fadiga mecânica, ou seja, ficaram imersos em água destilada a 37°C por mais 8 h e 20 min, padronizando dessa forma o tempo entre a confecção das amostras e o ensaio de resistência a tração diametral para todos os grupos (n=10).

#### 4.2.5 Ensaio de Resistência à Tração Diametral.

Antes da realização do ensaio, as dimensões dos corpos-de-prova foram verificadas com paquímetro digital com precisão de 0,01 mm (Mitutoyo, Tokyo, Japan). Quatro medidas do diâmetro e da altura foram efetuadas e a média foi considerada na transformação dos valores de Newton para Mega Pascal (MPa).

O ensaio de resistência à tração diametral foi realizado em todos os grupos 32 horas e 20 minutos após a confecção das amostras. As amostras foram levadas à máquina universal de ensaios Instron modelo 4411 (Instron Inc. Canton, MA, EUA) num dispositivo para o ensaio de resistência à tração diametral (Figura 18). A tensão de compressão foi aplicada paralelamente ao diâmetro da amostra com velocidade constante de 0,5 mm/min, até ocorrer a fratura da amostra (Figura 19). Para evitar que pequenas irregularidades nas extremidades laterais dos corpos-de-prova pudessem produzir áreas de concentração de tensões, pedaços de papel umedecidos foram colocados entre a amostra e os apoios metálicos (Williams & Smith, 1971).



Figura 18 – Ensaio de Compressão Diametral.

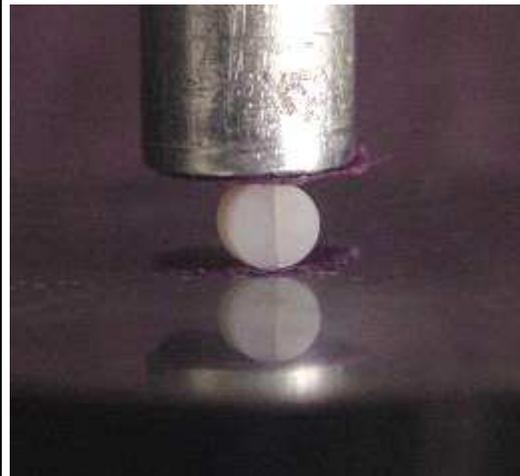


Figura 19 – Fratura do corpo-de-prova.

#### 4.2.6 Análise estatística

Os dados de resistência à tração diametral (MPa) foram submetidos à Análise de Variância em esquema fatorial para tipo de cimento, modo de ativação e fadiga mecânica ( $p=0,05$ ), as interações, bem como as diferenças entre os grupos, foram analisadas pelo teste de Tukey ( $p=0,05$ ).

## 5. RESULTADOS

A Análise de Variância fatorial apontou para a existência de interação significativa entre os fatores cimento e modo de ativação ( $p=0,00068$ ), já o fator ciclagem mecânica não apresentou interação significativa com os demais fatores ( $p=0,64865$ ). Da mesma forma, a interação tripla dos fatores também não foi significativa ( $p=0,15215$ ).

Diante dos resultados obtidos após a análise estatística, foram formuladas a Tabela 1 e a figura 20, as quais mostram os valores médios de resistência à tração diametral dos cimentos testados sob os três diferentes modos de ativação. A análise da tabela 1 e da figura 20 permite concluir que quando polimerizado na ausência da luz, o cimento Nexus 2 apresentou valores superiores de RTD diferindo estatisticamente do RelyX ARC e Enforce, os quais não diferiram entre si. Ainda no modo de ativação químico, verifica-se que o cimento RelyX UNICEM obteve valores de RTD estatisticamente inferiores aos demais cimentos.

Com a interposição do disco de cerâmica, os dados da tabela 1 e da figura 20 mostram que os cimentos RelyX ARC e Nexus 2 apresentaram valores de resistência à tração diametral superiores ao RelyX UNICEM. O cimento RelyX ARC apresentou ainda valores de RTD superiores ao cimento Enforce, que, por sua vez, obteve RTD superior ao cimento RelyX UNICEM e semelhante ao Nexus 2. Já o cimento RelyX UNICEM obteve valores de RTD inferiores aos valores alcançados por todos os outros cimentos.

Quando fotoativados de forma direta, na tabela 1 verificamos que os cimentos Nexus 2, RelyX ARC e Enforce não diferiram estatisticamente entre si, enquanto o cimento RelyX Unicem obteve valores estatisticamente inferiores aos demais.

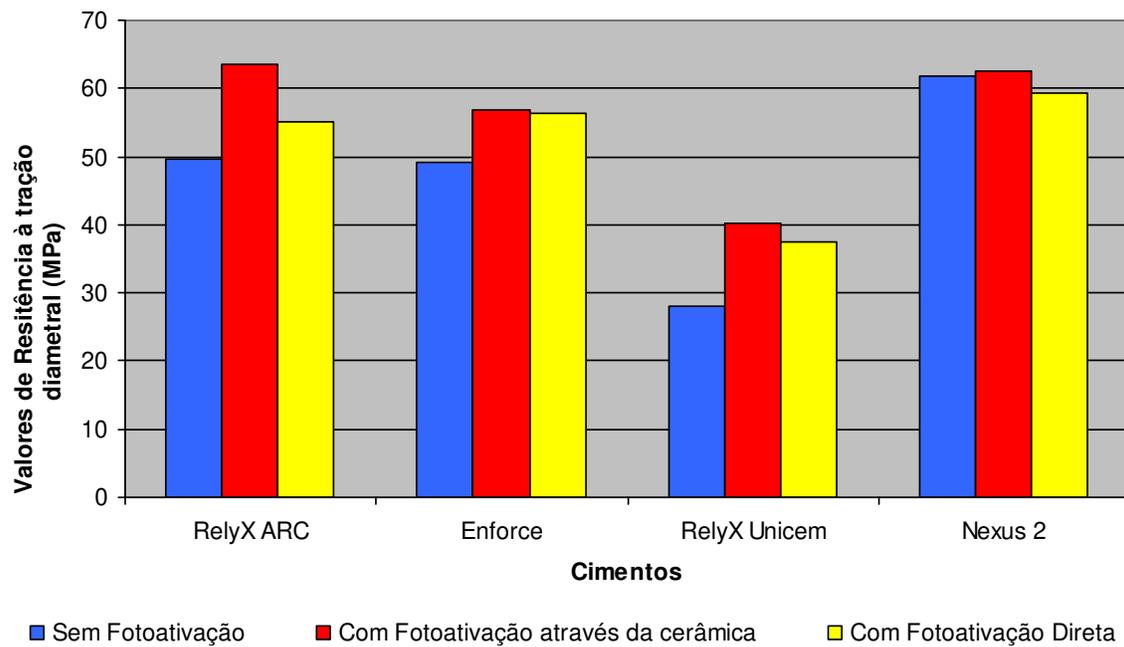
A análise dos valores da tabela 1 e da figura 20 em relação a qual modo de ativação teria sido mais eficiente em promover a maior RTD para cada tipo de cimento, mostra que o cimento RelyX ARC obteve os maiores valores de

RTD, dentre as três formas de ativação avaliadas, quando fotoativado de forma indireta através da cerâmica IPS Empress Esthetic. Tal valor foi estatisticamente superior ao adquirido através da fotoativação direta do cimento e pelo modo de ativação químico. O cimento Enforce, assim como o RelyX UNICEM, apresentaram os maiores valores de RTD quando fotoativados, não importando se a mesma foi realizada de forma direta ou indireta. A menor RTD para os cimentos RelyX Unicem e Enforce foi obtida no modo de ativação químico. Já o cimento Nexus 2 não apresentou diferença estatística entre os valores de RTD alcançados pelos três modos de ativação, provando dessa forma, que entre os materiais estudados foi o único que apresentou ativação química comparável a dual.

**Tabela 1-** Valores médios de resistência à tração diametral (MPa) e desvio padrão, dos cimentos resinosos.

Cimentos	Modos de ativação		
	Sem	Com Fotoativação	Com Fotoativação
	Fotoativação	Indireta	Direta
RelyX ARC	49,68 ± 8,42 bB	63,43 ± 6,92 aA	55,12 ± 5,16 aB
Enforce	49,12 ± 3,89 bB	56,96 ± 6,45 bA	56,42 ± 8,88 aA
RelyX Unicem	28,12 ± 5,29 cB	40,10 ± 4,39 cA	37,44 ± 6,49 bA
Nexus 2	61,89 ± 11,21 aA	62,56 ± 10,93 abA	59,26 ± 9,47 aA

Médias seguidas por letras minúsculas distintas na coluna e maiúsculas na linha, diferem entre si em nível de 95%, pelo teste de Tukey.



**Figura 20** – Ilustração gráfica dos valores médios de resistência à tração diametral dos cimentos resinosos.

## 6 DISCUSSÃO

As propriedades mecânicas dos cimentos resinosos são freqüentemente associadas ao grau de conversão (GC) das duplas ligações entre carbonos, porém, fatores como tipo e quantidade de cargas inorgânicas, estrutura dos monômeros, concentração de diluentes, modo de ativação, tipo e quantidade de inibidores também desempenham papel importante na obtenção de algumas propriedades mecânicas dos compósitos resinosos (Cardash *et al.*, 1993; Rueggeberg & Caughman, 1993; El-Badrawy & El-Mowafy, 1995; Hofmann *et al.*, 2001; Braga, *et al.* 2002; Kumbuloglu *et al.* 2004).

Assim sendo, certas propriedades mecânicas possibilitam apenas avaliação indireta da reação de polimerização, pois o GC pode não apresentar relação direta com tais propriedades. Menor GC pode gerar menor RTD quando o mesmo cimento resinoso é avaliado, porém, como a RTD é uma propriedade mecânica influenciada pela composição da matriz orgânica dos compósitos, a análise dos valores de RTD de diferentes tipos de cimentos resinosos submetidos ao mesmo modo de ativação não oferece dados relevantes para a avaliação da capacidade de ativação e conversão das duplas ligações das formas de ativação. A RTD não é um método fidedigno para análise do GC de cimentos resinosos, pois um cimento resinoso que possua matriz resinosa com maior capacidade para formar ligações cruzadas, mesmo quando apresentar menor GC, pode formar polímero final com resistência mecânica superior à outra resina com maior GC e com rede polimérica menos reticulada (Ferracane, 1985). Dessa forma, valores de RTD não podem ser usados para prever determinado GC de um cimento resinoso e sim apenas a conversão relativa sob as diferentes condições do ensaio.

Os sistemas de ativação dupla ou duais têm por finalidade possibilitar a ativação do cimento resinoso mesmo onde a luz não alcance. O resultado esperado neste estudo para a análise da interação entre os fatores cimento e modo de ativação era que todos os cimentos apresentassem o mesmo comportamento obtido pelo cimento Nexus 2, ou seja, ser capaz de alcançar a

mesma RTD nos três modos de ativação, independente da presença ou não de luz, validando assim a premissa da indicação dos cimentos resinosos duais em situações clínicas nas quais a fotoativação não pode ser efetivada, já que estes cimentos, por possuírem ativação dupla, deveriam ser capazes de oferecer adequada polimerização quando ativados de forma exclusivamente química (ausência de fotoativação) ou em situações onde haja a atenuação da luz fotoativadora.

Ao analisar a tabela 1 e a Figura 20, verifica-se que ao se comparar os valores de RTD dos cimentos quando ativados de três formas diferentes, apenas o cimento Nexus 2 obteve RTD estatisticamente similar nos três modos de ativação.

Os valores superiores de RTD encontrados para o cimento Nexus 2 na tabela 1 e na figura 20 podem ser justificados pela composição da matriz orgânica desse cimento que além da presença dos monômeros Bis-GMA e TEGDMA, é o único cimento utilizado nesse estudo que possui o monômero UDMA. De acordo com Yoshida *et al.* (2007), o monômero UDMA confere melhores propriedades mecânicas ao compósito que o possui, substituindo parcialmente o monômero Bis-GMA em sua matriz orgânica, já que possibilita maior GC final do polímero em comparação com o monômero Bis-GMA. Além de conferir maior reatividade inicial em relação ao Bis-GMA, o monômero UDMA é menos viscoso e o grupamento NH favorece a transferência de cadeia formando um polímero rígido, com grande densidade de ligações cruzadas (Sideridou *et al.*, 2002 e Floyd & Dickens, 2006), características que influenciam de forma direta a RTD do polímero formado. Os maiores valores de RTD encontrados por Meng *et al.*, em 2006, para o cimento Nexus 2 foram da mesma forma justificados pela presença do monômero UDMA e corroboram com os resultados encontrados por Asmussen e Peutzfeldt (1998), quando verificaram que o maior conteúdo de UDMA em substituição ao monômero Bis-GMA aumenta a resistência à flexão e à tração diametral, assim como reduz o módulo de elasticidade, tornando o polímero menos friável.

Outra diferença entre o cimento Nexus 2 e os demais que pode ter gerado os altos valores de RTD está relacionada à matriz inorgânica desse

cimento que além de possuir partículas de sílica silanizadas, possui partículas de vidro de bário-alumínio-boro-silicato com um tamanho médio de 0,6  $\mu\text{m}$  (Meng *et al.*, 2006), conferindo maior RTD devido ao menor tamanho dessas partículas em relação as partículas de carga encontradas nos cimentos Enforce, RelyX ARC e RelyX UNICEM (1  $\mu\text{m}$ , 1,5  $\mu\text{m}$  e 12,5  $\mu\text{m}$  respectivamente). De fato, em 2008, Della Bona *et al.* verificaram que a RTD de resinas compostas foi maior nos materiais com partículas de carga menores, já que dessa forma há uma menor área de concentração de tensões (interface matriz orgânica e carga). Além das características inerentes à composição do cimento Nexus 2, seu fácil uso, sem necessidade de manipulação, evita a incorporação de bolhas de ar e, conseqüentemente, diminui a quantidade de áreas vazias onde poderia haver concentração de tensões no interior do material (Leinfelder, 2005).

O cimento Nexus 2 foi o único cimento a apresentar a mesma RTD, independente do modo de ativação, corroborando com os resultados obtidos por El-Mowafy *et al.* (1999) que observaram pequena variação na dureza Knoop superficial do cimento Nexus quando o mesmo foi fotoativado através de disco de porcelana de até 6 mm de espessura.

Os resultados de RTD encontrados neste estudo mostram que o cimento RelyX UNICEM apresentou os menores valores de RTD, dentre os cimentos avaliados para todos os modos de ativação. Isso provavelmente ocorreu devido às características da composição do material, que é o único cimento autoadesivo avaliado, além disso, apenas o cimento RelyX UNICEM dentre os cimentos testados possui parte das partículas de carga não-silanizadas (3M dental ESPE, Perfil técnico do produto, 2007), o que possivelmente ocasionou a formação de áreas de concentração de tensões atuando de forma negativa na RTD (Musanje *et al.*, 2006). Além disso, a porcentagem de carga inorgânica do cimento é de apenas 50% em volume (3M dental ESPE, Perfil técnico do produto, 2007), o que diminui a RTD, uma vez que Kim *et al.*, em 2002, verificaram que é necessária uma proporção mínima de 55% de partículas de carga por volume de material para que o potencial máximo de RTD de compósitos possa ser

alcançado. Apesar das partículas de carga do cimento RelyX UNICEM sofrerem dissolução durante a reação ácido-base do mesmo, essas ainda assim serão maiores que as partículas encontradas nos demais cimentos utilizados neste estudo, pois possuem tamanho médio de 12,5  $\mu\text{m}$ , o que pode ter contribuído para a redução da RTD por oferecer maior área de concentração de tensões (Della Bona *et al.*, 2008). Estudos que avaliaram a resistência de união do cimento RelyX UNICEM observaram padrões de fratura coesiva na linha de cimentação, que foram justificadas pela menor resistência intrínseca do polímero formado por tal cimento (Sadek *et al.*, 2006; Kececi *et al.*, 2008). O cimento RelyX UNICEM possui matriz orgânica diferenciada formada por monômeros ácidos que interagem com metais alcalinos da estrutura dentária e do pó do próprio cimento, possibilitando, respectivamente, união química ao dente e tamponamento da acidez inicial do material. Segundo Piwowarczyk & Lauer, em 2003, e Holderegger *et al.*, em 2008, possivelmente por ter características e funções exclusivas, a matriz orgânica de tal cimento autoadesivo também possui uma menor rigidez em relação à matriz polimérica de outros cimentos resinosos.

Durante a aplicação do cimento RelyX UNICEM na matriz de silicone foi notada a presença de ar dentro das cápsulas, provocando “estalos” durante a inserção do cimento. Estas observações foram feitas também no estudo de Watzke *et al.* (2008) revelando que há maior incorporação de bolhas no cimento quando o mesmo é aplicado de forma direta através da ponteira presente na cápsula do RelyX UNICEM. A presença de bolhas de ar imperceptíveis a olho nu dentro dos corpos-de-prova submetidos à tração pode causar formação de áreas de concentração de tensões, diminuindo assim a resistência mecânica do material (Leinfelder, 2005).

A análise da tabela 1 e da figura 20 revelam ainda que o cimento RelyX UNICEM não obteve valores de RTD similares nas três formas de ativação, diferindo do comportamento ideal encontrado no cimento Nexus 2, já que o cimento RelyX UNICEM não alcançou valores máximos de RTD quando submetido unicamente à polimerização química. Tais resultados provam que esse

cimento depende da fotoativação para obter valores adequados de RTD, em concordância com os estudos de Piwowarczyk & Lauer, em 2003, e Kumbuloglu *et al.*, em 2004, nos quais o cimento RelyX UNICEM obteve menores propriedades mecânicas quando quimicamente polimerizado. Assim, pode-se afirmar que os menores valores de RTD encontrados no grupo formado pelo cimento RelyX UNICEM quimicamente polimerizado estão relacionados diretamente com a menor potência do sistema de ativação por oxiredução em ambiente ácido, que conferiu menor RTD ao cimento quando o mesmo foi polimerizado de forma química.

As menores propriedades mecânicas de cimentos resinosos duais quando ativados somente na forma química em relação aos mesmos cimentos quando ativados na forma dual, também foram observados por Breeding *et al.* (1991), Rueggerberg & Caughman (1993) e El-Bradawy & El-Mowafy (1995). A RTD dos cimentos ativados de forma química neste estudo foi menor que a fotoativação direta ou indireta também para o cimento Enforce além do já discutido cimento RelyX UNICEM.

Os cimentos resinosos Enforce e RelyX UNICEM não alcançaram suas resistências à tração diametral máximas quando ativados de forma química em relação à forma dual, o que poderia levar à conclusão de que a ativação química nesses cimentos gerou menor conversão das ligações (C=C) nos polímeros formados. Entretanto, Chung (1990) e Chung & Greener (1990) não encontraram correlação entre o GC e as propriedades mecânicas de RTD, durezas Knoop e Barcol e rugosidade dos compósitos por eles estudados. Resultados semelhantes em relação à falta de correlação positiva entre propriedades mecânicas e GC foram encontrados por Braga, *et al.* (2002) e Kumbuloglu *et al.* (2004). Dessa forma os resultados de RTD desse estudo só permitem afirmar que o modo de ativação químico nos cimentos Enforce e RelyX UNICEM foi responsável pela formação de um polímero final com características estruturais que impossibilitaram a formação de uma resistência à tração diametral máxima. Tais diferenças estruturais na matriz polimérica desses cimentos quimicamente polimerizados podem ter sido resultado do fato da ativação química ser dependente da difusão

das moléculas e dos radicais livres ativados no compósito e, dessa forma, necessitar de quantidade suficiente do sistema de autoativação. A quantidade do sistema de autoativação é calculada de forma cuidadosa pelos fabricantes dos cimentos resinosos, uma vez que a maior quantidade do mesmo causaria menor período de validade do cimento na prateleira e menor tempo de trabalho. O que poderia levar os fabricantes a utilizar muitas vezes uma quantidade menor dos sistemas de ativação química nos cimentos duais acreditando que a menor formação de radicais livres através da ativação química seria compensada pelos radicais livres formados durante a fotoativação de tais cimentos (Kramer *et al.*, 2000). Caso não haja a fotoativação nos cimentos duais que possuem uma menor quantidade ou potência de seus ativadores químicos a reação de polimerização por ativação química não ocorrerá com grande extensão e o polímero formado terá baixo GC e menor densidade de ligações cruzadas (Uctasli *et al.*, 1994). Outra explicação para os menores valores de RTD encontrados nos cimentos resinosos duais Enforce e RelyX UNICEM quando ativados de forma química em relação aos mesmos cimentos quando há uma ativação dual é baseada no fato de tal diferença de RTD recair sobre a estrutura polimérica formada, pois a polimerização por ativação química é mais lenta do que a obtida pela fotoativação e, dessa forma, seria responsável pela redução da densidade de ligações cruzadas, originando um polímero menos resistente (Asmussen & Peutzfeldt, 2001; Soh & Yap, 2004) quando tal sistema de ativação químico for pouco potente.

A tabela 1 e a figura 20 mostram que o cimento Enforce quando fotoativado obteve valores de RTD similares independentemente se tal fotoativação foi direta ou indireta. Com isso pode-se afirmar que tal cimento possui um sistema de ativação por luz eficiente, no qual a interposição da cerâmica não interferiu nos valores de RTD. A mesma similaridade entre os valores de RTD encontrados para os modos de fotoativação direto e indireto são observados para os cimentos RelyX UNICEM e Nexus 2.

A interposição da cerâmica IPS Empress Esthetic com 0,7 mm de espessura promove menor irradiância incidente fornecida pelo aparelho UltraLume LED 5 (Watts, 2005 e Pazin *et al.*, 2008). A luz fotoativadora sofre atenuação mesmo quando discos de material estético com espessuras de 1 mm são utilizados entre a fonte de luz e o compósito (El-Mowafy *et al.*, 1999). Os valores inalterados de RTD encontrados para os cimentos Nexus 2, RelyX UNICEM e Enforce quando fotoativados de forma direta ou indireta corroboram com as conclusões de Chan & Boyer (1985), Blackman *et al.* (1990) e Breeding *et al.* (1991), que observaram que a espessura da cerâmica utilizada para atenuar a luz tem influência na dureza superficial do cimento apenas quando são utilizadas cerâmicas com espessuras superiores a 2 mm. Assim, parece correto supor que mesmo a luz atenuada pela fotoativação indireta através da cerâmica foi suficiente para que o limiar de fótons dos sistemas de fotoativação de tais cimentos fosse alcançado. De acordo com Watts (2005), luz com menor irradiância pode fotoativar de maneira eficiente um compósito resinoso dependendo exclusivamente da composição química do mesmo. Já materiais com sistema de ativação química mais eficiente, como o cimento Nexus 2, podem alcançar GC tão alto quanto o alcançado pela ativação química, mesmo com a menor quantidade de fotoativação (El-Mowafy, 1999).

O comportamento mecânico dos cimentos resinosos RelyX ARC e Enforce frente aos modos de ativação químico e dual direto foram semelhantes possuindo os dois cimentos valores de RTD estatisticamente similares entre si nas duas condições. Isso se deve ao fato de tais cimentos possuírem composições semelhantes e distintas dos demais cimentos utilizados. Entretanto, no modo de fotoativação indireto, o cimento RelyX ARC obteve valores superiores de RTD em relação aos valores de RTD obtidos pelo cimento Enforce. Isso é justificado pela presença nos cimentos RelyX ARC e Enforce de potenciais diferentes de ativação física e química, assim como de quantidades díspares de monômero diluente nos dois cimentos (Faria e Silva, 2008).

Apesar dos fabricantes não revelarem a quantidade exata dos componentes dos cimentos resinosos, Faria e Silva (2008) mostrou que os cimentos RelyX ARC e Enforce apresentam proporções diferentes do monômero diluente TEGDMA. O autor observou que o cimento RelyX ARC é menos viscoso e possui maior GC do que o cimento Enforce quando ativado pelo mesmo modo, o que foi atribuído a presença de maior quantidade do monômero TEGDMA no cimento RelyX ARC.

Os sistemas de ativação química amina/peróxido de benzoíla (BPO) utilizados para iniciar a polimerização de metacrilatos são diferentes entre si com maior ou menor potencial de ativação de acordo com a amina utilizada. Sabe-se que aminas aromáticas são mais reativas com o BPO que aminas alifáticas (Mateo *et al.*, 1994), porém ambas são utilizadas comumente nos sistemas de ativação química (Stansbury, 2000). Desse modo, é possível que um cimento com a mesma quantidade de sistema de ativação química amina/BPO que outro apresente maior ou menor grau de polimerização em virtude do tipo de amina utilizada. O cimento Enforce possui um sistema de ativação químico com amina aromática (EDAB), o que o torna um pouco mais efetivo na conversão das ligações duplas quando ativado apenas de forma química do que o cimento RelyX ARC, que possui amina alifática DMAEMA, (Faria e Silva *et al.*, 2008). Apesar da possível diferença no GC do cimento não ter proporcionado neste estudo diferença estatística na RTD entre o cimento resinoso Enforce e o RelyX ARC quando quimicamente polimerizados, durante a fotoativação indireta do cimento Enforce, esse maior potencial de polimerização química pode ter tido um papel na promoção de RTD similar aos valores encontrados por esse cimento no modo de fotoativação direta. No mesmo estudo de Faria e Silva (2008), o autor verificou que o cimento RelyX ARC possui um potencial de fotoativação maior em relação ao potencial do cimento Enforce. O maior potencial de fotoativação do RelyX ARC pode ter contribuído tanto para a obtenção dos maiores valores de RTD desse cimento durante a fotoativação indireta quanto para os menores e similares valores observados durante a fotoativação direta e química desse cimento. Esses

achados são justificados por uma interação negativa entre a maior taxa de fotoativação e o sistema de ativação química, assim como pela formação de uma rede polimérica menos resistente em virtude da maior taxa de fotoativação, que são explicados a seguir.

A ativação dual, por envolver a atuação de dois sistemas de ativação, pode resultar numa interação negativa entre os dois modos de ativação. Esse fato foi observado por Uctasli *et al.* (1994), quando a interposição do disco de cerâmica promoveu maior redução na dureza do cimento Porcelite ativado de forma dual em relação ao mesmo cimento apenas fotoativado, ou seja, a presença da ativação química diminuiu a eficiência da fotoativação. Em 1993, Cardash *et al.* observaram tal interação negativa ao verificarem que o aumento na potência da luz (aumento do tempo de exposição com mesma irradiância) aumentou a dureza Knoop somente nos cimentos ativados apenas pela forma física, mostrando que nos cimentos duais a ativação física adicional foi prejudicada pela presença da ativação química. Segundo os autores, o modo de ativação físico teria aumentado significativamente a viscosidade do meio reacional durante o estágio de propagação das cadeias poliméricas, o que diminuiu o grau de conversão máximo do polímero. Possivelmente tal interação negativa ocorreu com o cimento RelyX ARC quando o mesmo foi fotoativado de forma direta com a maior fotoativação interagindo negativamente com a ativação química, fato evidenciado na tabela 1, na qual verifica-se que os valores de RTD encontrados no modo de fotoativação direta foram estatisticamente similares aos valores de RTD encontrados pela ativação química e estatisticamente inferiores aos valores de RTD obtidos pela fotoativação indireta no cimento RelyX ARC. Quando o potencial de fotoativação do cimento RelyX ARC foi atenuado pela interposição do disco de cerâmica, um provável efeito sinérgico entre as duas formas de ativação (física e química) pôde ocorrer, gerando valores de RTD superiores aos modos de ativação químico e dual direto.

No cimento RelyX ARC, a mesma amina terciária alifática (DMAEMA) que é consumida como fonte de prótons na reação de fotoativação participa da

ativação química como agente redutor do BPO. Com isso, a ativação química do cimento pode ter sido prejudicada, a medida que a maior taxa de iniciação por luz durante a fotoativação direta causou a formação de radicais amino a partir das mesmas aminas indispensáveis à ativação química, reduzindo a quantidade de aminas não-ativadas necessárias para a redução da temperatura de clivagem do BPO em radicais livres durante a ativação química. A fotoativação direta pode também ter alterado a extensão de ativação química no cimento RelyX ARC em virtude do rápido aumento da viscosidade, não permitindo que a ativação química mais lenta atuasse e assim conferisse conversão adicional ao polímero (Rueggeberg & Caughman, 1993). Como o modo de ativação químico é dependente da difusão das moléculas e radicais livres ativados através do compósito com maior viscosidade, a reação química logo se tornou difusolimitada. Entretanto, a fotoativação indireta, por proporcionar menor quantidade de fótons, ativa menor número de centros de iniciação, reduzindo a taxa de ativação física do cimento. Dessa forma, a taxa de ativação química seguiu sem alteração por parte da interação negativa causada pelo consumo da amina DMAEMA e por isso um efeito sinérgico dos dois modos de ativação pôde ocorrer aumentando a RTD do cimento RelyX ARC quando o mesmo foi fotoativado indiretamente.

Provavelmente, além da interação negativa entre a alta taxa de fotoativação e a ativação química, o cimento RelyX ARC quando fotoativado de forma direta também sofreu alterações na formação de suas cadeias poliméricas em relação à fotoativação indireta, já que a maior irradiância aumentou a taxa de fotoativação do cimento, o que pode ter promovido também a diferença estatística entre os valores de RTD para as duas condições de fotoativação. Quando o cimento RelyX ARC foi fotoativado de forma direta a irradiância total do LED produziu maior quantidade de centros de ativação e formação de radicais livres amino e radical livre canforoquinona (CQ), sendo esse último mais reativo, participando das reações de terminação (Stansbury, 2000). A taxa de iniciação, quando excessivamente alta, consome grande parte dos monômeros disponíveis para a propagação das cadeias poliméricas. Isso, associado ao fato de que haverá

grande quantidade de radicais CQ, faz com que o polímero formado sob altas intensidades de luz tenha cadeias poliméricas mais curtas com propriedades mecânicas inferiores (Elliot *et al.*, 2001; Hofmann *et al.*, 2001; Aguiar *et al.*, 2007).

O cimento resinoso RelyX ARC é menos viscoso que o cimento Enforce, apesar de ambos apresentarem a mesma quantidade de matriz inorgânica em peso: 67,5% e 66%, respectivamente (Braga *et al.*, 2002). Como os dois cimentos apresentam a mesma composição da matriz orgânica, conclui-se que o cimento RelyX ARC tem maior quantidade de TEGDMA, fato esse similar às observações de Faria e Silva *et al.* (2008), quando observaram maior GC para o cimento RelyX ARC em relação ao Enforce devido à maior flexibilidade do monômero diluente em relação ao Bis-GMA (Asmussen & Peutzfeldt, 1998; Elliot *et al.*, 2001). Por conter maior quantidade de TEGDMA, o cimento RelyX ARC está mais propenso a sofrer redução nas propriedades mecânicas devido ao fenômeno de ciclização primária do TEGDMA, como relatado por Floyd e Dickens (2006) ao analisarem a resistência à flexão de compósitos experimentais. A ocorrência do fenômeno de ciclização primária é três vezes maior no monômero TEGDMA em relação ao Bis-GMA, pois o TEGDMA é mais flexível (Asmussen & Peutzfeldt, 1998; Elliot *et al.*, 2001). A ciclização primária ocorre quando a extremidade reativa da cadeia polimérica em crescimento reage com um grupamento pendente da própria cadeia, formando ligação covalente e terminando a reação. Esse dobramento em geral não interfere no GC do polímero, entretanto atua de forma decisiva nas propriedades mecânicas, seja por reduzir a quantidade de ligações cruzadas ou por aumentar a heterogenicidade do polímero formado, através da criação de áreas com baixa densidade de ligações cruzadas (Elliot *et al.*, 2001). Dessa forma, apenas as propriedades mecânicas diretamente ligadas à homogeneidade e tenacidade à fratura como a RTD são influenciadas em função da maior formação de ciclizações primárias do TEGDMA. Com a maior taxa de polimerização durante a ativação direta levando à formação de maior quantidade de cadeias curtas (Hofmann *et al.*, 2001), a ocorrência das ciclizações primárias do TEGDMA presente em maior quantidade no cimento RelyX ARC foram

exacerbadas (Elliott, 2001), levando a uma menor RTD desse cimento quando o mesmo foi fotoativado de forma direta.

A análise estatística para o fator ciclagem mecânica neste estudo não revelou haver diferença estatística para os grupos ciclados e não ciclados mecânicamente ( $p=0.648$ ). Durante estudo piloto, realizado com os mesmos cimentos duais com ativação apenas química, obteve-se grande diferença entre as resistências à tração diametral para cada cimento. O cimento RelyX UNICEM obteve a menor RTD dentre os cimentos utilizados no estudo piloto para essa dissertação e por isso seu valor máximo de RTD foi utilizado para calibrar a máquina de fadiga mecânica ERIOS, evitando assim que os corpos-de-prova do grupo mais frágil sofressem fratura durante o ensaio de fadiga (Lohbauer *et al*, 2005). Entretanto, o número de ciclos e/ou quantidade de Hertz utilizados foram possivelmente insuficientes para promover fadiga nos cimentos RelyX ARC, Enforce, Nexus 2 e RelyX UNICEM.

Desse modo, este estudo revelou grande diferença no comportamento mecânico dos cimentos resinosos RelyX ARC, Enforce, Nexus e RelyX UNICEM em função das diferenças nas composições desses materiais. Entretanto, somente uma propriedade mecânica foi analisada, não havendo assim a possibilidade de analisar por completo o comportamento desses cimentos em outra condição. Por esse motivo, outras propriedades como tenacidade à fratura, dureza e espessura de película devem ser analisadas. Algumas dúvidas a respeito da influência do modo de ativação nas propriedades mecânicas desses materiais poderão ser discutidas a partir de outros ensaios, como caracterização da composição e das quantidades dos diferentes sistemas de ativação envolvidos e a análise do GC das duplas ligações dos compósitos.

## 7 CONCLUSÕES

A análise dos resultados permite concluir que:

1. Na maioria dos cimentos resinosos, a ativação química não foi suficiente para promover valores máximos de resistência à tração diametral, exceto para o Nexus 2.

2. A interposição do disco da cerâmica IPS Empress Esthetic não afetou os valores de resistência à tração diametral na maioria dos cimentos resinosos testados, exceto para o cimento RelyX ARC, que apresentou valores máximos de resistência à tração diametral para esse modo de fotoativação.

3. A fotoativação direta ou indireta proporcionou os maiores valores de resistência à tração diametral para a maioria dos cimentos testados, com exceção do cimento RelyX ARC, para o qual a fotoativação indireta ocasionou valores superiores de resistência à tração diametral em relação à fotoativação direta.

4. A ciclagem mecânica não influenciou os resultados de resistência à tração diametral dos cimentos avaliados.

## REFERÊNCIAS\*

3M Perfil técnico do produto. Dental ESPE 2007.

International Standard. ISO 4049: Dentistry – Polymer-based filling, restorative and luting materials, n. 4049:2000 (E). Terceira edição, 2000.

Abdalla AI, Davidson CL. Effect of mechanical load cycling on the marginal integrity of adhesive Class I resin composite restorations. *J Dent.* 1996; 24(1-2): 87-90.

Aguiar FH, Braceiro A, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing modes and light curing time on the microhardness of a hybrid composite resin. *J Contemp Dent Pract.* 2007; 8(6): 1-8.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater.* 1998; 14(1): 51-6.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci.* 2001; 109(4): 282-5.

Ban S, Anusavice KJ. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res.* 1990; 69(12): 1791-9.

Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2001; 12(4): 350-60.

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.

Bowen RL. Dental filling material comprising vinyl silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidyl acrylate. US patent 3,066,112.27. 1962.

---

\* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseadas na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviaturas dos periódicos em conformidade com Medline.

Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc.* 1963; 66(57-64).

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

Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: a systematic review. *Dent Mater.* 2005; 21(10): 962-70.

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

Brukl CE, Nicholson JW, Norling BK. Crown retention and seating on natural teeth with a resin cement. *J Prosthet Dent.* 1985; 53(5): 618-22.

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.

Chan KC, Boyer DB. Curing light-activated composite cement through porcelain. *J Dent Res.* 1989; 68(3): 476-80.

Chung KH. The relationship between composition and properties of posterior resin composites. *J Dent Res.* 1990; 69(3): 852-6.

Chung KH, Greener EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. *J Oral Rehabil.* 1990; 17(5): 487-94.

Correr Sobrinho L, Consani S, Knowles JC. Effect of convergence angle and luting agent on the fracture strength of In ceram crowns. *J Mater Sci Mater Med.* 1999; 10(8): 493-6.

Cunha Mello FS, Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Sealing ability of eight resin bonding systems in a Class II restoration after mechanical fatiguing. *Dent Mater.* 1997; 13(6): 372-6.

Della Bona A, Benetti P, Borba M, Cecchetti D. Flexural and diametral tensile strength of composite resins. *Braz Oral Res.* 2008; 22(1): 84-9.

Drummond JL. Degradation, fatigue, and failure of resin dental composite materials. *J Dent Res.* 2008; 87(8): 710-9.

El-Badrawy WA, El-Mowafy OM. Chemical versus dual curing of resin inlay cements. *J Prosthet Dent.* 1995; 73(6): 515-24.

El-Mowafy OM, Rubo MH, El-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent.* 1999; 24(1): 38-44.

Eliades T, Johnston WM, Eliades G. Direct light transmittance through ceramic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1995; 107(1): 11-9.

Elliott JE, Lovell LG, Bowman CN. Primary cyclization in the polymerization of bis-GMA and TEGDMA: a modeling approach to understanding the cure of dental resins. *Dent Mater.* 2001; 17(3): 221-9.

Faria e Silva AL. Efeito do modo de ativação de cimentos resinosos duais sobre a cinética de conversão, propriedades mecânicas, resistência de união e geração de tensões. [Tese]. Piracicaba: UNICAMP/FOP; 2008.

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.

Finer Y, Santerre JP. Influence of silanated filler content on the biodegradation of bisGMA/TEGDMA dental composite resins. *J Biomed Mater Res A.* 2007; 81(1): 75-84.

Floyd CJ, Dickens SH. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dent Mater.* 2006; 22(12): 1143-9.

Fonseca RG, Cruz CA, Adabo GL. The influence of chemical activation on hardness of dual-curing resin cements. *Braz Oral Res.* 2004; 18(3): 228-32.

Fonseca RG, Santos JG, Adabo GL. Influence of activation modes on diametral tensile strength of dual-curing resin cements. *Braz Oral Res.* 2005; 19(4): 267-71.

Fonseca RG, Artusi TP, dos Santos JG, Adabo GL. Diametral tensile strength of dual-curing resin cements submitted exclusively to autopolymerization. *Quintessence Int.* 2007; 38(9): e527-31.

Foxton RM, Nakajima M, Tagami J, Miura H. Bonding of photo and dual-cure adhesives to root canal dentin. *Oper Dent.* 2003; 28(5): 543-51.

Groten M, Probst L. The influence of different cementation modes on the fracture resistance of feldspathic ceramic crowns. *Int J Prosthodont.* 1997; 10(2): 169-77.

Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater.* 2002; 18(6): 463-9.

Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials. *J Prosthet Dent.* 2002; 88(1): 10-5.

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(11): 1022-8.

Holderegger C, Sailer I, Schuhmacher C, Schlapfer R, Hammerle C, Fischer J. Shear bond strength of resin cements to human dentin. *Dent Mater.* 2008; 24(7): 944-50.

Inokoshi S, Willems G, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Braem M, Vanherle G. Dual-cure luting composites: Part I: Filler particle distribution. *J Oral Rehabil.* 1993; 20(2): 133-46.

Jung H, Friedl KH, Hiller KA, Furch H, Bernhart S, Schmalz G. Polymerization efficiency of different photocuring units through ceramic discs. *Oper Dent.* 2006; 31(1): 68-77.

Kececi AD, Ureyen Kaya B, Adanir N. Micro push-out bond strengths of four fiber-reinforced composite post systems and 2 luting materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2008; 105(1): 121-8.

Kim KH, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent.* 2002; 87(6): 642-9.

Kramer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent.* 2000; 13(Spec No): 60D-76D.

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.

Leinfelder KF. Indirect posterior composite resins. *Compend Contin Educ Dent.* 2005; 26(7): 495-503; quiz 4, 27.

Lohbauer U, Rahiotis C, Kramer N, Petschelt A, Eliades G. The effect of different light-curing units on fatigue behavior and degree of conversion of a resin composite. *Dent Mater.* 2005; 21(7): 608-15.

Lohbauer U, Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Strength and fatigue performance versus filler fraction of different types of direct dental restoratives. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; 76(1): 114-20.

Loughran GM, Versluis A, Douglas WH. Evaluation of sub-critical fatigue crack propagation in a restorative composite. *Dent Mater.* 2005; 21(3): 252-61.

Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dent Mater.* 2001; 17(6): 504-11.

Mateo JL, Bosch P, Lozano AE. Reactivity of Radicals Derived from Dimethylanilines in Acrylic Photopolymerization. *Macromolecules.* 1994; 27(26): 7794-9.

Meng X, Yoshida K, Atsuta M. Hardness development of dual-cured resin cements through different thicknesses of ceramics. *Dent Mater J.* 2006; 25(1): 132-7.

Musanje L, Darvell BW. Polymerization of resin composite restorative materials: exposure reciprocity. *Dent Mater.* 2003; 19(6): 531-41.

Musanje L, Ferracane JL. Effects of resin formulation and nanofiller surface treatment on the properties of experimental hybrid resin composite. *Biomaterials*. 2004; 25(18): 4065-71.

Musanje L, Ferracane JL, Ferracane LL. Effects of resin formulation and nanofiller surface treatment on in vitro wear of experimental hybrid resin composite. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006; 77(1): 120-5.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*. 1982; 16(3): 265-73.

Pazin MC, Moraes RR, Goncalves LS, Borges GA, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Effects of ceramic thickness and curing unit on light transmission through leucite-reinforced material and polymerization of dual-cured luting agent. *J Oral Sci*. 2008; 50(2): 131-6.

Peters AD, Meiers JC. Effect of polymerization mode of a dual-cured resin cement on time-dependent shear bond strength to porcelain. *Am J Dent*. 1996; 9(6): 264-8.

Piwowarczyk A, Lauer HC. Mechanical properties of luting cements after water storage. *Oper Dent*. 2003; 28(5): 535-42.

Raigrodski AJ. All-ceramic full-coverage restorations: concepts and guidelines for material selection. *Pract Proced Aesthet Dent*. 2005; 17(4): 249-56; quiz 58.

Reges RV, Moraes RR, Correr AB, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L, Piva E, *et al*. In-depth polymerization of dual-cured resin cement assessed by hardness. *J Biomater Appl*. 2008; 23(1): 85-96.

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

Rosin M, Urban AD, Gartner C, Bernhardt O, Splieth C, Meyer G. Polymerization shrinkage-strain and microleakage in dentin-bordered cavities of chemically and light-cured restorative materials. *Dent Mater*. 2002; 18(7): 521-8.

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, Caughman WF, Curtis JW, Jr. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent*. 1994; 19(1): 26-32.

Sadek FT, Goracci C, Monticelli F, Grandini S, Cury AH, Tay F, *et al*. Immediate and 24-hour evaluation of the interfacial strengths of fiber posts. *J Endod*. 2006; 32(12): 1174-7.

Sakaguchi RL, Wiltbank BD, Murchison CF. Cure induced stresses and damage in particulate reinforced polymer matrix composites: a review of the scientific literature. *Dent Mater*. 2005; 21(1): 43-6.

Santos GC, Jr., El-Mowafy O, Rubo JH, Santos MJ. Hardening of dual-cure resin cements and a resin composite restorative cured with QTH and LED curing units. *J Can Dent Assoc*. 2004; 70(5): 323-8.

Saskalauskaite E, Tam LE, McComb D. Flexural strength, elastic modulus, and pH profile of self-etch resin luting cements. *J Prosthodont*. 2008; 17(4): 262-8.

Shimura R, Nikaido T, Yamauti M, Ikeda M, Tagami J. Influence of curing method and storage condition on microhardness of dual-cure resin cements. *Dent Mater J*. 2005; 24(1): 70-5.

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.

Sjogren G, Molin M, Van Dijken J, Bergman M. Ceramic inlays (Cerec) cemented with either a dual-cured or a chemically cured composite resin luting agent. A 2-year clinical study. *Acta Odontol Scand*. 1995; 53(5): 325-30.

Soares CJ, da Silva NR, Fonseca RB. Influence of the feldspathic ceramic thickness and shade on the microhardness of dual resin cement. *Oper Dent*. 2006; 31(3): 384-9.

Soh MS, Yap AU. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent.* 2004; 32(4): 321-6.

Stansbury JW. Curing dental resins and composites by photopolymerization. *J Esthet Dent.* 2000; 12(6): 300-8.

Tango RN, Sinhoreti MA, Correr AB, Correr-Sobrinho L, Consani RL. Effect of veneering materials and curing methods on resin cement knoop hardness. *Braz Dent J.* 2007a; 18(3): 235-9.

Tango RN, Sinhoreti MA, Correr AB, Correr-Sobrinho L, Henriques GE. Effect of light-curing method and cement activation mode on resin cement knoop hardness. *J Prosthodont.* 2007b; 16(6): 480-4.

Tango RN, Sinhoreti MAC, B. CA, J. SLF, T. KE, Correr Sobrinho L. Knoop hardness of dental resin cements: Effect of veneering material and light curing methods. *Polymer.* 2007c; 26(268-73).

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(5): 565-75.

Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Distribution of transient properties during polymerization of a light-initiated restorative composite. *Dent Mater.* 2004; 20(6): 543-53.

Watts DC, Cash AJ. Analysis of optical transmission by 400-500 nm visible light into aesthetic dental biomaterials. *J Dent.* 1994; 22(2): 112-7.

Watts DC. Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerised networks. *Dent Mater.* 2005; 21(1): 27-35.

Watzke R, Blunck U, Frankenberger R, Naumann M. Interface homogeneity of adhesively luted glass fiber posts. *Dent Mater.* 2008; 24(11): 1512-7.

Williams PD, Smith DC. Measurement of the tensile strength of dental restorative materials by use of a diametral compression test. *J Dent Res.* 1971; 50(2): 436-42.

Yoshida K, Atsuta M. Post-irradiation hardening of dual-cured and light-cured resin cements through machinable ceramics. *Am J Dent.* 2006; 19(5): 303-7.

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

## APÊNDICE

Quadro de análise de variância.

CAUSAS DA VARIACÃO	GL	S.Q.	Q.M	VALOR F	PROB. >F
CIMENTO (C)	3	23269.1678092	7756.3892697	137.5379	0.00001
CICLAGEM MECÂNICA (CM)	1	49.6679819	49.6679819	0.8807	0.64865
MODO DE ATIVAÇÃO (MA)	2	2951.0555745	1475.5277873	26.1644	0.00001
C + CM	3	309.3526918	103.1175639	1.8285	0.14139
C + MA	6	1440.6374693	240.1062449	4.2576	0.00068
CM + MA	2	294.1750626	147.0875313	2.6082	0.07406
C + CM + MA	6	536.0462969	89.3410495	1.5842	0.15215
RESIDUO	216	12181.2279364	56.3945738		
TOTAL	239	41031.3308226			