



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



THAIANE RODRIGUES AGUIAR

CIRURGIÃ-DENTISTA

CIMENTOS RESINOSOS AUTOADESIVOS: EFEITO DO MODO DE POLIMERIZAÇÃO NO GRAU DE CONVERSÃO, NA RESISTÊNCIA FLEXURAL BIAXIAL E NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA

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

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Giannini

PIRACICABA

2009

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

Ag93c

Aguiar, Thaiane Rodrigues.
Cimentos resinosos autoadesivos: efeito do modo de
polimerização no grau de conversão, na resistência flexural biaxial
e na resistência de união à dentina. / Thaiane Rodrigues Aguiar. --
Piracicaba, SP: [s.n.], 2009.

Orientador: Marcelo Giannini.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Cimentação. I. Giannini, Marcelo. II.
Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia
de Piracicaba. III. Título.
(mg/fop)

Título em Inglês: Self-adhesive resin luting: effect of curing mode on degree of
conversion, biaxial flexure strength and bond strength to dentin

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

Área de Concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca Examinadora: Marcelo Giannini, Paula Mathias Rabelo de Moraes, Lourenço Correr
Sobrinho

Data da Defesa: 12-02-2009

Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 12 de Fevereiro de 2009, considerou a candidata THAIANE RODRIGUE AGUIAR aprovada.

Marcelo Gianni

PROF. DR. MARCELO GIANNINI

Paula Mathias Rabelo de Moraes

PROFa. DRa. PAULA MATHIAS RABELO DE MORAIS

Laurenço Corrêa Sobrinho

PROF. DR. LOURENÇO CORRÊA SOBRINHO

Dedicatória

À Deus, por estar presente em meu caminho, me ajudando a superar os momentos difíceis e compartilhar os momentos de alegria...

À minha amada família e em especial aos meus pais, Antônio e Mauraci, que com muito carinho, dedicação e amor não mediram esforços para me apoiar em mais um importante momento de minha formação. À minha mãe, agradeço também o exemplo profissional!!

À minha irmã querida, Laíra, pelo carinho, amizade e por estar sempre disposta a me ajudar.

Agradeço ao Fábio, pelo apoio, amor e compreensão. Obrigada pelos conselhos e por fazer parte de minha vida!

Agradecimentos Especiais

Ao orientador, Prof. Dr Marcelo Giannini, exemplo de dedicação, profissionalismo e seriedade. Minha eterna gratidão pela orientação desta dissertação, pela constante participação nos trabalhos desenvolvidos e pelos ensinamentos transmitidos.

À Profa. Dra. Paula Mathias, pela amizade, incentivo e apoio que me estimulou a trilhar o caminho da pesquisa científica. Obrigada por fazer parte de mais essa conquista!

Agradecimentos

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba (FOP), da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), na pessoa do diretor Prof. Dr. Francisco Haiter Neto e do diretor associado Prof. Dr. Marcelo de Castro Meneghim pela oportunidade de realização do curso de Pós-graduação;

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

A Coordenação de Aperfeiçoamento Profissional de Nível Superior (Capes) pela concessão da bolsa de estudo no primeiro ano de Mestrado e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – Fapesp, pela bolsa de estudo no ano subsequente (processo 07/53214-7);

Aos Professores do curso de Mestrado, Área de Dentística, Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins, Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo e Prof. Dr. José Roberto Lovadino pelos ensinamentos que contribuíram para o meu crescimento pessoal e profissional;

A Profa. Dra. Gláucia Maria Bovi Ambrosano, pela atenção prestada e realização das análises estatísticas;

Às empresas 3M ESPE, G-C Corp, Kuraray e Bisco, pela doação dos materiais utilizados nesta pesquisa;

Aos Professores que estiveram presentes na banca de exame de qualificação, Prof. Dr. Oswaldo Scopin de Andrade, Profa. Dra. Patrícia Freitas e Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, pelas sugestões que contribuíram para o enriquecimento deste trabalho.

Ao Departamento de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP por ter permitido a utilização da Máquina de Ensaio

Universal.

Ao Prof. Celso Davanzo, por ter gentilmente cedido o uso do Espectroscópio de Transmissão Infravermelha Transformada de Fourier do Instituto de Química - UNICAMP;

Ao Prof. Cesar Arrais, pela colaboração na finalização deste trabalho;

Aos funcionários do centro de Microscopia Eletrônica de Varredura da FOP-UNICAMP, Adriano L. Martins e Eliene Orsini N. Romani, pelo apoio e atenção prestada;

Aos funcionários da Área de Dentística, Mônica e Pedro Justino, pelo carinho e disposição em ajudar sempre quando solicitados e da Área de Materiais Dentários, Marcos Cangiani, pela colaboração técnica neste trabalho;

Aos amigos do curso de Mestrado, Cíntia, Adriano, Maria, Giulliana e Marina e das áreas de Dentística e Materiais Dentários, Marcelo Santista, Cristiane, Débora, André, Thiago, Paulo César, Paulo Vinícius, Murilo, Cláudia, Fernanda, Sandrine, Adriana, Lucinha, Paulo Vermelho, Wladimir, Rosana e Danielson pela amizade, conselhos e pelos muitos momentos de descontração. Obrigada por ter tornado esses dois anos em Piracicaba muito mais agradáveis;

Agradeço, especialmente, às colegas e amigas de república. À Giulliana, obrigada por ter se tornando uma amiga tão especial, e à Marina, serei sempre grata pela sua valiosa participação neste trabalho;

À Andrea Cavalcanti, que sempre foi tão prestativa, obrigada pela hospitalidade e pela contruibuição dada desde a Iniciação Científica.

E finalmente, a todos que mesmo distantes torceram por mim e sempre estiveram me apoiando!

"Os caminhos que percorremos não seguem traçados lineares.
Cada trecho, cada curva nos reserva uma surpresa.
O inesperado é uma das magias do caminho."

(Hoffmann, J)

RESUMO

A utilização de materiais que possibilitam alcançar excelência em estética, associada à redução do número de etapas presentes no protocolo de cimentação adesiva, tem destacado o interesse dos profissionais quanto ao uso dos cimentos resinosos autoadesivos. Com o recente advento destes materiais, contempla-se a necessidade em conhecer suas propriedades físicas e químicas, assim como o mecanismo de união ao substrato dental. Diante disso, este estudo teve como objetivo avaliar a influência do modo de polimerização (dupla polimerização e ativação química) de 4 cimentos resinosos sendo 3 cimentos resinosos autoadesivos (RelyX Unicem (RX), 3M ESPE, Seefeld, Alemanha; BisCem (BC), Bisco Inc., Schuamburg, IL, EUA e G-Cem (GC), GC Corp., Tóquio, Japão) e 1 cimento resinoso convencional (Panavia F 2.0 (PF), Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japão) quanto ao grau de conversão, resistência flexural biaxial e resistência de união à dentina. Para o ensaio de microtração, superfícies dentinárias de terceiros molares humanos foram utilizados e o padrão de fratura foi analisado em Microscopia Eletrônica de Varredura, enquanto, para os outros testes, os espécimes foram preparados a partir dos próprios cimentos resinosos com dimensões padronizadas e definidas de acordo com o ensaio aplicado. Para o estudo do grau de conversão, também foi avaliado o comportamento dos cimentos resinosos em função do tempo (5, 10 e 15 minutos), observou-se diferença estatística entre o tempo de avaliação e o modo de polimerização. A dupla polimerização aumentou os valores médios de grau de conversão para o RX e o BC; entretanto, o PF não demonstrou diferença significativa. Em relação ao tempo de avaliação, o melhor comportamento quanto ao grau de conversão foi observado 15 minutos após a manipulação dos cimentos avaliados com exceção do BC quimicamente ativado, que não demonstrou diferença estatística entre o período de 5 e 10 minutos. Para o cimento autoadesivo G-Cem, o cálculo do grau de conversão foi inviabilizado, pois não foi observado o anel aromático de carbono

na leitura inicial do monômero. No ensaio de resistência flexural biaxial notou-se que a fotoativação aumentou os valores médios do módulo de flexão e da resistência à flexão; contudo, o cimento resinoso autoadesivo BC sempre apresentou os menores valores médios. O ensaio de microtração demonstrou o aumento da resistência de união dos materiais PF e GC quando fotoativados; os cimentos RX e BC não foram influenciados pelo modo de polimerização, porém, quando quimicamente ativados, o PF e RX apresentaram as maiores médias, sendo RX semelhante ao GC. O padrão de fratura apresentou predominância da falha adesiva entre dentina e cimento resinoso exceto para o grupo RX quimicamente ativado e GC fotoativado, seguido por falhas mistas envolvendo fraturas adesivas e coesivas no cimento resinoso. Conclui-se que a fotoativação dos cimentos resinosos de dupla polimerização empregados demonstrou melhores resultados na avaliação do grau de conversão, na resistência flexural biaxial e na resistência de união; entretanto, o melhor desempenho de alguns sistemas pode estar relacionado às características químicas inerentes ao material.

PALAVRAS-CHAVE: Materiais dentários, Cimentação

ABSTRACT

The use of materials that enable excellence in esthetics, coupled with a reduction in the number of steps in the adhesive luting protocol, have aroused the interest of professionals in the use of self-adhesive resin luting. As these materials have appeared only recently, it is necessary to study the physical and chemical properties as well as the mechanism of bonding to dental substrate. Thus, the purpose of this study was to evaluate the effect of curing mode (dual and self-polymerizing) of four resin cements, of which three were self-adhesive resin cements (RelyX Unicem (RX), 3M ESPE, Seefeld, Germany; BisCem (BC), Bisco Inc., Schuamburg, IL, USA e G-Cem (GC), GC Corp., Tokyo, Japan) and one conventional resin cement (Panavia F 2.0 (PF), Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japan) with regard to the degree of conversion, biaxial flexural strength and bond strength to dentin. For microtensile bond test, occlusal dentin surfaces of third human molars were used and the fractured surfaces of tested specimens were examined by scanning electron microscopy. In other tests, resin cement specimens of standard dimensions were prepared in accordance with each test applied. To study the degree of conversion, the behavior of resin cements was observed with regard to evaluation time (5, 10 and 15 minutes) and statistical difference was observed for the time of evaluation and curing mode. The mean values for RX and BC were increased when the resin cement was dual-polymerizing; however, PF showed no significant differences. With regard to the time of evaluation, the highest degree of conversion was observed 15 minutes after the cement was manipulated for all the groups evaluated, except when BC was auto-polymerized after 5 and 10 minutes. For the resin cement G-Cem it was not possible to calculate the degree of conversion, because no aromatic carbon ring was shown during the initial measurement of the monomer. For biaxial flexural strength, dual-polymerizing of the resin cement produced higher flexural modulus and strength; however, the resin cement BC always showed the lowest values. The tensile bond strength

showed higher bond strength for PF and GC when light polymerized. The resin cements RX and BC were not influenced by the polymerization mode. However, when the systems were self-polymerizing, PF and RX showed the best results and RX was similar to GC. The failure pattern presented a predominance of adhesive failures between dentin and resin cement, except when RX was self-polymerized and G-Cem light polymerized, followed by mixed fractures, involving adhesive failure and cohesive fractures of the resin cement. It was concluded that light activation of the dual-polymerized resin cements used, showed highest degrees of conversion, biaxial flexural strength and microtensile bond strength. However, the better performance of some cementing systems may be associated with the chemical characteristics inherent to the material.

KEY-WORDS: Dental materials, Cementation

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	REVISÃO DE LITERATURA	4
2.1	Cimentos Odontológicos	4
2.2	Cimentos Resinosos de Dupla Polimerização	7
2.3	Cimentos Resinosos e Tecido Dental	9
2.4	Cimentos Resinosos Autoadesivos	10
2.5	Metodologia de Grau de Conversão	14
2.6	Metodologia de Resistência Flexural Biaxial	15
2.7	Metodologia de Resistência de União através do ensaio de Microtração	17
3	PROPOSIÇÃO	18
4	MATERIAIS E MÉTODOS	19
4.1	Delineamento do estudo	19
4.2	Materiais selecionados e grupos experimentais	20
4.3	Mensuração do Grau de Conversão	22
4.4	Avaliação da Resistência Flexural Biaxial	27
4.5	Avaliação da Resistência de União através do ensaio de Microtração	29
4.6	Análise do padrão de fratura em Microscopia Eletrônica de Varredura	35
4.7	Análise Estatística	36
5	RESULTADOS	37
5.1	Grau de Conversão	37
5.2	Resistência Flexural Biaxial	40
5.3	Resistência de União através do teste de Microtração	43
5.4	Padrão de fratura em Microscopia Eletrônica de Varredura	44
6	DISCUSSÃO	49
6.1	Grau de Conversão	50
6.2	Resistência Flexural Biaxial	52
6.3	Resistência de União e Padrão de Fratura	54

7 CONCLUSÕES	59
REFERÊNCIAS	60
ANEXO 1	70
ANEXO 2	71

1 INTRODUÇÃO

A técnica adesiva indireta proporcionou a confecção de restaurações livres de metal, em cerâmica e resina composta, promovendo excelência em estética e, também, o mínimo desgaste do remanescente dentário (Abo-Hamar *et al.*, 2005). O aprimoramento da técnica de cimentação adesiva, principalmente no que se refere à simplificação do número de etapas do protocolo clínico de cimentação, é uma busca constante no meio odontológico que resultou no desenvolvimento dos cimentos resinosos autoadesivos (Piwowarczyk *et al.*, 2004; Ibarra *et al.*, 2007; Hikita *et al.*, 2007).

Os cimentos resinosos autoadesivos dispensam o pré-tratamento dentinário (condicionamento ácido, *primer*, adesivo) já que sua matriz orgânica consiste em monômeros multifuncionais de metacrilato, derivados de ácido fosfórico, que reagem com a carga do agente cimentante e com a hidroxiapatita presente no tecido dentário (Hikita *et al.*, 2007), resultando em retenção química e micromecânica (Abo-Hamar *et al.*, 2005). Assim, permitem uma melhor padronização da técnica, já que etapas clínicas críticas como o controle da umidade pós-condicionamento para a dentina e aplicação do sistema adesivo são eliminadas, reduzindo a sensibilidade da técnica adesiva presente para os cimentos resinosos de dupla polimerização e de múltiplos passos (Piwowarczyk *et al.*, 2004).

A cimentação adesiva é considerada crítica na região cervical, principalmente quando envolve apenas uma pequena faixa de esmalte ou mesmo na ausência desta estrutura (Peumans *et al.*, 2000). Nesta região, há redução da área de dentina intertubular, aumento do diâmetro dos túbulos dentinários e do fluido dentinário (Marshall *et al.*, 1997), favorecendo a sensibilidade e a dificuldade da técnica de cimentação adesiva. Quando se associam cimentos resinosos de dupla polimerização e sistemas adesivos convencionais de dois passos ou sistemas autocondicionantes de um passo, nota-se a presença de uma interface

que permite a passagem de fluido entre os túbulos dentinários e o meio bucal. Como consequência, observa-se degradação hidrolítica precoce dessa interface (Sanares *et al.*, 2001; Tay *et al.*, 2002), que compromete a longevidade das restaurações estéticas indiretas. Em relação à resistência de união, Piwowarczyk *et al.* (2004) demonstraram que os cimentos resinosos convencionais e os autoadesivos avaliados apresentaram valores de resistência de união superiores, quando comparados aos cimentos de fosfato de zinco, de ionômero de vidro e ionômero de vidro modificado por resina. A efetividade de união das interfaces entre o tecido dentinário/cimento resinoso/restauração indireta, além de estar intimamente relacionada à qualidade do tecido dentário, baseia-se, sobretudo, nas propriedades do agente cimentante e do material restaurador (Furukawa *et al.*, 2002).

Em relação às propriedades mecânicas, essas são determinadas pela composição e distribuição da matriz orgânica e inorgânica do cimento resinoso e podem ser influenciadas por outras variáveis, como a fonte ativadora de luz e o grau de conversão dos monômeros resinosos (Rueggeberg & Caughman, 1993; Hofmann *et al.*, 2001). O baixo grau de conversão dos cimentos resinosos não é desejável e pode predispor a uma maior dissolução na cavidade oral, causando sensibilidade pulpar, além de acelerar a degradação marginal e levar à perda precoce da peça protética (El-Mowafy *et al.*, 1999). Preocupados com a polimerização dos cimentos resinosos em diferentes casuísticas clínicas, os fabricantes introduziram materiais fotopolimerizáveis, quimicamente ativados e de dupla polimerização, na tentativa de garantir sempre a adequada polimerização dos materiais.

Os cimentos resinosos devem também apresentar resiliência, permitindo que a restauração indireta suporte o esforço mastigatório e não se fracture (Li & White, 1999; Anusavice, 2003). A análise da resistência flexural biaxial fornece informações sobre o módulo de flexão e a resistência à flexão, que são importantes parâmetros do comportamento clínico dos materiais (Rosenstiel *et al.*, 1998; Blackman *et al.*, 1990).

Estudos que avaliam o comportamento dos cimentos resinosos autoadesivos ainda são escassos na literatura científica (Abo-Hamar *et al.*, 2005), embora os materiais estejam sendo utilizados clinicamente. Assim, o presente estudo *in vitro* teve como objetivo avaliar a influência do modo de polimerização (dupla polimerização e ativação química) para os cimentos resinosos autoadesivos quanto ao grau de conversão, a resistência flexural biaxial e a resistência de união à dentina.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Cimentos Odontológicos

Os cimentos odontológicos são materiais amplamente utilizados na cimentação de restaurações indiretas metálicas ou estéticas (resina ou cerâmica), na fixação de aparelhos ortodônticos e de pinos/núcleos intraradiculares. A principal função destes materiais é promover retenção entre a peça protética ou núcleo intraradicular ao remanescente dental, formando uma única estrutura que permita a transferência de tensão proveniente das forças mastigatórias para o dente, assim como evitar a passagem de fluidos orais e bactérias (Banks, 1990; Pegoraro *et al.*, 2007). As propriedades dos cimentos odontológicos diferem entre si, caracterizando materiais com comportamentos distintos.

O cimento de fosfato de zinco é considerado o mais popular entre os cimentos odontológicos, com cerca de 100 anos de uso clínico (Rosenstiel *et al.*, 1998; Pegoraro *et al.*, 2007). Comercialmente, apresenta-se em forma de pó e líquido; os principais componentes do pó são o óxido de zinco (90%) e o óxido de magnésio (10%), enquanto o líquido contém ácido fosfórico, água, fosfato de alumínio e, em alguns casos, o fosfato de zinco (Anusavice, 2003). Após a manipulação, este cimento apresenta pH em torno de 1,6 (Harvey *et al.*, 1994), o que o torna irritante para o tecido pulpar nas primeiras horas, além de promover desmineralização subsuperficial (Anusavice, 2003).

O mecanismo de retenção da peça protética ou do núcleo intraradicular à estrutura dental, quando se utiliza o cimento de fosfato de zinco, é extremamente dependente da geometria do preparo cavitário, não ocorrendo adesão química (Pegoraro *et al.*, 2007). Outro fator limitante deste agente de fixação é a alta solubilidade aos fluidos orais (Rosenstiel *et al.*, 1998). Com isso, a dissolução e a desintegração do cimento ao longo da linha de cimentação permitem a infiltração de bactérias, podendo ocorrer sensibilidade, formação de

lesões de cárie e, até mesmo, o deslocamento da restauração indireta (Hersek & Canay, 1996; Yoshida *et al.*, 1998).

O cimento de policarboxilato de zinco surgiu na década de 60 (Smith, 1968), seguido pelo cimento de ionômero de vidro (Wilson & Kent, 1972). A maior vantagem quanto ao uso desses materiais é a interação dos grupos do ácido carboxílico presentes no cimento com o cálcio da estrutura dental, promovendo adesão química (Hotz *et al.*, 1977; Tyas, 2003). O cimento de ionômero de vidro também tem apresentado melhor comportamento, em relação à solubilidade, quando comparado ao cimento de policarboxilato de zinco, sendo similar ao cimento de fosfato de zinco (Hersek & Canay, 1996).

A capacidade de união química às estruturas dentais, associada à liberação de íons flúor, e o baixo coeficiente de expansão térmica são importantes vantagens do cimento de ionômero de vidro. Por outro lado, este material apresenta elevada capacidade de sorção de água e baixa resistência à fratura, favorecendo a lixiviação de íons e comprometendo, posteriormente, seu desempenho frente às forças mastigatórias (Hotz *et al.*, 1977; Bottenberg *et al.*, 1998; Tyas, 2003). Buscando melhorar seu desempenho clínico, foram adicionados monômeros resinosos na composição dos cimentos de ionômero de vidro. A partir daí, surgiram dois tipos de materiais híbridos: aqueles em que a reação ácido-base predominava foram denominados cimento de ionômero de vidro modificado por resina, enquanto os materiais que dependiam diretamente da fotoativação para iniciar o mecanismo de presa foram chamados de resinas modificadas por poliácidos (compômeros) (Tyas, 2003; Pegoraro *et al.*, 2007).

O desempenho clínico do cimento de fosfato de zinco (Kydd *et al.*, 1996) e do cimento de ionômero de vidro (Metz & Brackett, 1994) tem sido bem documentado ao longo do tempo, justificando o amplo uso clínico desses materiais. Posteriormente, cimentos à base de resina foram disponibilizados comercialmente para os cirurgiões-dentistas, apresentando melhores propriedades mecânicas, adesão às estruturas dentais e, principalmente, proporcionando excelência em estética quando associados às restaurações indiretas livres de

metal (Rosenstiel *et al.*, 1998; Soares *et al.*, 2004). O maior tempo de trabalho e manipulação destes cimentos, facilita as etapas de adaptação da peça protética e de remoção dos excessos. Além disso, o menor tempo de presa garante, inicialmente, uma adequada resistência às forças mastigatórias (Braga *et al.*, 1999). Esses materiais resinosos têm sido divididos em três grupos: quimicamente ativados, fisicamente ativados (fotoativados) e de dupla polimerização (Braga *et al.*, 2002).

Os cimentos quimicamente ativados geralmente se apresentam em sistema pasta/pasta; a pasta catalizadora contém a amina terciária, que representa o acelerador da reação química, enquanto na base está presente o peróxido de benzoíla. Como esses materiais não necessitam de luz visível para iniciar a reação de polimerização, estão indicados para cimentação de restaurações indiretas opacas, espessas ou metálicas (Braga *et al.*, 1999; Hofmann *et al.*, 2001; Pfeifer *et al.*, 2003).

Para os cimentos resinosos fisicamente ativados (fotoativados), a sensibilização dos fotoiniciadores, como a canforoquinona, pelo aparelho de luz visível é fundamental para iniciar o processo de polimerização. Com isso, existe melhor controle do tempo de trabalho e de manipulação do cimento resinoso, quando comparado aos cimentos quimicamente ativados. Entretanto, previamente à sua utilização, deve-se considerar o material e a espessura da peça protética, pois tais fatores podem interferir diretamente na transmissão de luz, influenciando a polimerização do material (Braga *et al.*, 1999; Hofmann *et al.*, 2001). Assim, visando associar propriedades para melhorar o desempenho dos cimentos resinosos quimicamente ativados e fotoativados, foram desenvolvidos os cimentos resinosos de dupla polimerização (Rueggeberg & Caughman, 1993; Peters & Meiers, 1996).

2.2 Cimentos Resinosos de Dupla Polimerização

Os cimentos resinosos de dupla polimerização representam a associação dos dois processos de ativação: fotoativação e ativação química. Assim, a formação do polímero ocorre após a sensibilização dos fotoiniciadores presentes na composição do cimento resinoso, ao mesmo tempo em que o peróxido de benzoila reage com a amina terciária, promovendo a ativação química (Peters & Meiers, 1996; Pfeifer *et al.*, 2003). Portanto, para os cimentos de dupla polimerização, a fotoativação promove a fixação inicial da restauração, enquanto a reação química busca garantir a polimerização total do cimento resinoso mesmo após a fotoativação e, principalmente, em restaurações opacas e em áreas profundas e internas dos preparos cavitários na qual a luz do aparelho fotopolimerizador não irá incidir no material com intensidade adequada (Blackman *et al.*, 1990; El-Mowafy *et al.*, 1999; Hofmann *et al.*, 2001, Pfeifer *et al.*, 2003).

A importância da fotoativação dos cimentos resinosos de dupla polimerização é ressaltada em diversos estudos (Rueggeberg & Caughman, 1993; Peters & Meiers, 1996; Swift *et al.*, 1998; Braga *et al.*, 1999; Kumbuloglu *et al.*, 2004; Piwowarczyk *et al.*, 2007; Arrais *et al.*, 2007; Arrais *et al.*, 2008), sendo considerada um pré-requisito para estabilidade e biocompatibilidade da restauração indireta (Hofmann *et al.*, 2001). Braga *et al.*, em 1999, ao compararem a resistência de união de cimentos resinosos de dupla polimerização quando fotoativados e quando somente quimicamente ativados, observaram que a fotoativação permitiu aos cimentos de dupla ativação alcançar valores superiores de resistência de união entre cerâmica e dentina após 90 minutos e 7 dias. O trabalho realizado por Arrais *et al.* (2008) demonstrou maior grau de conversão para os cimentos resinosos de dupla polimerização quando fotoativados, sendo o período de 10 minutos após o início da manipulação significativamente superior, quanto ao grau de conversão, quando comparado com o tempo de 5 minutos.

Segundo Rosenstiel *et al.* (1998), a técnica adesiva para cimentação, além de permitir a preservação de estrutura dental sadia, favorece a retenção

mecânica da restauração indireta. Em esmalte, nota-se o embricamento micro-mecânico e formação de *tags*, enquanto o mecanismo de união em dentina ocorre através do mecanismo de hibridização, ou seja, através da infiltração e polimerização da resina fluida por entre as fibrilas colágenas, originando a camada híbrida ou zona de interdifusão resina/dentina (Nakabayashi *et al.*, 1982; Luz *et al.*, 2005).

O protocolo de cimentação de restaurações indiretas para os cimentos resinosos convencionais de dupla polimerização implica na aplicação prévia e separada do sistema adesivo. A associação entre sistemas adesivos e cimentos resinosos de dupla polimerização tem demonstrado interação química entre a amina terciária presente no cimento resinoso e os monômeros ácidos não polimerizados dos sistemas adesivos simplificados (Sanares *et al.*, 2001; Tay *et al.*, 2003). Em relação ao sistema adesivo, a simplificação do número de etapas clínicas através da associação do *primer* e da resina hidrófoba em um mesmo recipiente – para os sistemas que preconizam a aplicação prévia e separada do condicionamento ácido a 37% (sistemas convencionais de dois passos) – e do condicionamento ácido/*primer*/resina hidrófoba – para os sistemas autocondicionantes de único frasco (*all-in-one*) – tornaram esses sistemas mais ácidos e hidrófilos (Tay & Pashley, 2001). Assim, os monômeros ácidos e não reagidos presentes na superfície do adesivo, devido à presença do oxigênio, podem reagir com as aminas terciárias do cimento. O consumo da amina terciária prejudica a reação química de polimerização do cimento resinoso, que ocorre entre a amina terciária e o peróxido de benzoíla, comprometendo a estabilidade da união ao longo do tempo (Sanares *et al.*, 2001; Tay *et al.*, 2002; Tay *et al.*, 2003).

Além disso, a presença de uma interface que permite a passagem do fluido proveniente dos túbulos dentinários (fluido pulpar) e do meio bucal, após a polimerização, também tem sido observada quando associados cimentos resinosos convencionais de dupla polimerização e sistemas adesivos simplificados. Como resultado deste mecanismo, ocorre o comprometimento do selamento marginal entre a estrutura dental/restauração indireta, levando à

degradação hidrolítica e, conseqüente, redução da longevidade das restaurações indiretas (Sanares *et al.*, 2001; Tay *et al.*, 2003, Tay *et al.*, 2004).

2.3 Cimentos Resinosos e Tecido Dental

Cuidados adicionais devem ser observados durante a técnica de cimentação, já que fatores inerentes ao tecido dental também podem comprometer o mecanismo de união às restaurações indiretas. Em relação ao tecido dental, observa-se que a dentina é uma estrutura fisiologicamente dinâmica, vitalizada, que apresenta morfologia extremamente complexa (Pashley, 1989; Marshall *et al.*, 1997), o que dificulta a obtenção de valores de resistência de união elevados quando comparados aos valores do esmalte dentário (Habekost *et al.*, 2007; Francescantonio *et al.*, 2008).

Outra variável relacionada à estrutura dental é a presença de dentina esclerótica ou afetada por cárie, onde nota-se a presença de túbulos dentinários parcialmente ou totalmente obliterados, reduzindo a permeabilidade dentinária ao sistema adesivo. Sabe-se, também, que a dentina próxima ao tecido pulpar apresenta túbulos dentinários em maior número e diâmetro, promovendo o afloramento dos fluidos dentinários por ação da pressão intrapulpar (Marshall *et al.*, 1997). O fluido dentinário, quando em contato com o agente adesivo previamente à polimerização, pode promover sua diluição e, conseqüentemente, interferir negativamente no processo de hibridização (Shimada *et al.*, 1995). A polimerização imediata da resina fluida, previamente à cimentação, seria uma alternativa para evitar a passagem do fluido dentinário, entretanto, a camada do agente adesivo polimerizada poderia interferir na adaptação marginal ou interna das restaurações indiretas.

A dificuldade em se obter a umidade ideal do tecido dentinário, após o condicionamento ácido e previamente à técnica de cimentação adesiva, é outro aspecto relevante que pode ser influenciado tanto pelo operador quanto pelo tipo

de solvente presente no sistema adesivo. A secagem excessiva do tecido dentinário pode promover a redução dos espaços interfibrilares, o que dificulta a infiltração dos monômeros resinosos e compromete a formação da zona de interdifusão resina/dentina (Tay *et al.*, 1996). Sistemas adesivos que apresentam solventes à base de acetona requerem uma técnica adesiva úmida, entretanto, o excesso de umidade pode promover a separação de fases dos componentes do sistema. Por outro lado, a menor umidade do tecido dentinário é preconizada para solventes à base de água e etanol, demonstrado menor sensibilidade técnica quanto ao colabamento das fibrilas colágenas, quando comparado ao solvente acetona (Tay *et al.*, 1996; Swift & Bayne, 1997; Wang *et al.*, 2007). Diante disso, o conhecimento do protocolo adesivo e da técnica de aplicação desses sistemas pelo operador é essencial para garantir o melhor desempenho dos sistemas adesivos (Frankenberger *et al.*, 2000).

2.4 Cimentos Resinosos Autoadesivos

As interações entre sistema adesivo/cimento resinoso e a forma de polimerização, associadas às peculiaridades do tecido dental e à dificuldade no protocolo clínico de cimentação adesiva de restaurações indiretas têm gerado constantes estudos acerca dos materiais empregados na prática clínica, principalmente na Área de Materiais Dentários e Dentística Restauradora. Assim, visando o aprimoramento e simplificação da técnica adesiva de cimentação, foram desenvolvidos os cimentos resinosos autoadesivos, sendo o precursor desta geração o cimento RelyX Unicem (3M ESPE).

A simplificação da técnica de cimentação adesiva é considerada a principal vantagem quanto ao uso dos cimentos resinosos autoadesivos, pois, segundo os fabricantes, estes sistemas dispensam o pré-tratamento do tecido dental (condicionamento ácido, *primer*, resina hidrófoba), reduzindo a sensibilidade inerente à técnica de cimentação adesiva e, consequentemente, o

tempo clínico do cirurgião-dentista (De Munck *et al.*, 2004; Abo-Hamar *et al.*, 2005; Yang *et al.*, 2006; Goracci *et al.*, 2006; Piwowarczyk *et al.*, 2007). Confirmando a redução da sensibilidade inerente à técnica, Holderegger *et al.*, em 2008, demonstraram menor influência do operador para o RelyX Unicem (3M ESPE) quando comparado aos cimentos resinosos convencionais: Panavia 21 (Kuraray), RelyX ARC (3M ESPE) e o Multilink (Ivoclar Vivadent).

A presença de monômeros multifuncionais de metacrilato derivados do ácido fosfórico, além de reagir com a carga inorgânica do cimento, promove a desmineralização e infiltração no tecido dental, o que resulta em retenção micromecânica (De Munck *et al.*, 2004; Ibarra *et al.*, 2007). Para os cimentos resinosos autoadesivos, a formação de uma camada híbrida distinta não é observada, ocorrendo remoção parcial da *smear layer*, o que limita a abertura dos túbulos dentinários, reduzindo a sensibilidade pós-operatória (Cantoro *et al.*, 2008; Mazzitelli *et al.*, 2008). Para o RelyX Unicem, o pH inicial, em torno de 2,0, gera uma desmineralização superficial no tecido dental, promovendo a formação de uma região irregular entre dentina/*smear layer*/cimento com espessura variando entre 0-2 μm (De Munck *et al.*, 2004). O mecanismo de união tem sido relatado como micromecânico, entretanto também se observa a formação de união química com a hidroxiapatita (Radovic *et al.*, 2008), característica usualmente observada para os cimentos de ionômero de vidro. Durante a reação de polimerização deste material, suas propriedades hidrófilas tornam-se hidrofóbas (Holderegger *et al.*, 2008), ocorrendo neutralização do pH, devido à formação e liberação de água.

Estudos têm demonstrado boa capacidade de selamento para restaurações fixadas com o cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem em dentina. Fabianelli *et al.* (2005) demonstraram comportamento similar entre o cimento de ionômero de vidro (FujiCem - GC) e o RelyX Unicem na avaliação da adaptação marginal *in vitro*, esses dois materiais apresentaram resultados superiores ao cimento de fosfato de zinco (Harvard - Dentsply). Os autores também observaram desempenho semelhante entre o RelyX Unicem e o cimento resinoso de múltiplos passos Variolink quando associado ao sistema adesivo

Excite DSC (Ivoclar/Vivadent) na cimentação de *inlays* de Empress II. Resultados semelhantes foram observados por Ibarra *et al.* (2007) ao avaliarem a microinfiltração do sistema Variolink/Excite (Ivoclar/Vivadent) e RelyX Unicem após cimentação de restaurações indiretas Empress I em dentina.

A avaliação da resistência de união de cimentos resinosos convencionais e autoadesivos demonstraram valores médios superiores quando comparados aos cimentos de fosfato de zinco, de ionômero de vidro e de ionômero de vidro modificado por resina (Piwowarczyk *et al.*, 2004). Walter *et al.* (2005), através do ensaio de microtração à dentina coronária e radicular de incisivos bovinos, não observaram diferença estatística entre RelyX Unicem, Panavia F/ED Primer e FujiCEM quanto à resistência de união. Na avaliação da resistência à fratura de coroas In-Ceram Alumina, antes e após a ciclagem termomecânica, Komine *et al.* (2004) observaram desempenho similar entre o cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem (3M ESPE) e os outros materiais testados.

O comportamento de resistência de união foi estatisticamente semelhante entre o cimento RelyX Unicem e o Panavia F 2.0/ED *Primer* (Cantoro *et al.*, 2008). Piwowarczyk *et al.* (2007), não observaram diferença estatística entre o RelyX Unicem, Panavia F/ED *Primer*, RelyX ARC/Single Bond e o Calibra/Prime & Bond NT, sendo esses estatisticamente inferiores ao Variolink e ao Nexus, após 150 dias de armazenamento em água e, também, quando associados à termociclagem. Contudo Mazzitelli *et al.* (2008) relataram que os cimentos resinosos autoadesivos – respectivamente RelyX Unicem (16,5/11,4 MPa); G-Cem (8,8/10,5 MPa); Multilink Sprint (2,3/4,5 MPa) e o BisCem (12,4/2,4 MPa) – apresentaram valores médios de resistência de união distintos quando submetidos à simulação de pressão pulpar ou não; o que pode ser atribuído ao tipo de reação ácido-base presente em cada sistema, assim como à reação de polimerização frente às diferentes condições de umidade do tecido dental. Os resultados dos trabalhos citados apresentam diferentes metodologias ou variações para um mesmo ensaio, dificultando a comparação entre os estudos.

Trabalhos também têm avaliado a aplicação do cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem após o uso do condicionamento ácido (De Munck *et al.*, 2004) e do sistema adesivo (Ibarra *et al.*, 2007). De Munck *et al.* observaram que o condicionamento ácido provocou o aumento da adesividade em esmalte e a redução da mesma em dentina, enquanto Ibarra *et al.* (2007), ao avaliarem o uso prévio de sistemas adesivos *total-etch* Single Bond (3M ESPE) e o *self-etching* Adper Prompt L-Pop (3M ESPE), demonstraram que o cimento RelyX Unicem apresentou menor infiltração no tecido dentinário do que quando associado aos sistemas adesivos; entretanto, quando não foi realizada a aplicação do sistema adesivo em esmalte, notou-se maior infiltração.

A importância da fotoativação dos sistemas resinosos de dupla polimerização, na resistência de união, tem sido descrita em muitos estudos, dentre eles Piwowarczyk *et al.* (2007) e Arrais *et al.* (2008). Quando realizada somente a ativação química dos cimentos resinosos convencionais duais e do autoadesivo RelyX Unicem, o último obteve as menores médias de resistência de união (Holderegger *et al.*, 2008). Esse resultado pode estar associado ao reduzido grau de conversão dos monômeros resinosos, quando não realizada a fotoativação do cimento (Kumbuloglu *et al.*, 2004).

Kumbuloglu *et al.* (2004) avaliaram quatro cimentos resinosos (Panavia F, Variolink 2, RelyX ARC e RelyX Unicem) e um cimento de policarboxilato (Durelon) em relação à dureza Vickers, resistência à flexão e resistência à compressão após armazenamento em água, durante 1 semana. Para o cimento RelyX Unicem foi obtido o maior valor de dureza (44 HV) e de resistência à compressão (145 MPa). Além disso, o referido cimento apresentou médias inferiores de resistência à flexão (55 MPa) e o Variolink II, a maior média (90 MPa). O mesmo estudo mensurou o grau de conversão dos cimentos resinosos em duas condições: dupla polimerização (56-81%) e ativação química (26-61%). Os autores observaram que a composição química dos materiais interferiu em suas propriedades físicas e que o método de polimerização também influenciou o grau de conversão dos monômeros resinosos autoadesivos.

2.5 Metodologia de Grau de Conversão

Para os materiais odontológicos à base de resina, a avaliação da quantidade de monômeros remanescentes, após a reação de polimerização, representa importante informação sobre as propriedades físicas e mecânicas destes materiais (Ferracane & Greener, 1984; Ferracane & Greener, 1986). A formação da rede polimérica é influenciada não só pelos fatores relacionados ao material resinoso como tipo de monômero, concentração de diluentes, catalizadores e inibidores (Ferracane & Greener, 1986), mas também pelos aspectos associados à fonte de emissão de luz como a intensidade, o modo de ativação (Kumbuloglu *et al.* 2004, Piwowarczyk *et al.*, 2007) e tempo de fotoativação (Ferracane & Greener, 1986; Calheiros *et al.*, 2006).

Especificamente relacionado aos cimentos resinosos, variáveis como cor e espessura das restaurações indiretas podem interferir na quantidade de luz que incide sobre esses materiais (Caughman *et al.*, 2001; Arrais *et al.*, 2008). Além disso, a avaliação do grau de conversão para esses materiais tem apresentado valores médios superiores aos das resinas compostas (55-72%) (Ferracane & Greener, 1984), sendo que tal achado pode estar associado à menor viscosidade dos cimentos resinosos, o que permite uma maior difusão dos radicais livres durante o processo de polimerização (Caughman *et al.*, 2001). Em relação ao modo de polimerização, quando somente quimicamente ativados, os cimentos resinosos Adhesive cement, Clearfil CR inlay cement, Dual cement, Duo Cement, Resin Inlay Cement 2 e o Panavia EX apresentaram grau de conversão entre 59-75% (Harashima *et al.*, 1991), enquanto para os cimentos Panavia F, Variolink 2, RelyX Unicem e o RelyX ARC observou-se grau de conversão em torno de 26-61% (Kumbuloglu *et al.*, 2004). Para os mesmos cimentos quando duplamente polimerizados têm-se 66-81% (Harashima *et al.*, 1991) e 56-81% (Kumbuloglu *et al.*, 2004).

Muitos estudos têm utilizado a espectroscopia de Transmissão Infravermelha Transformada de Fourier (Método FT-IR) para mensurar a grau de

conversão dos materiais à base de resina (Ferracane & Greener, 1984; Ferracane & Greener, 1986; Harashima *et al.*, 1991; Moin Jan *et al.*, 2001; Kumbuloglu *et al.*, 2004; Giannini *et al.*, 2008). O cálculo do grau de conversão é obtido a partir da razão entre as bandas do espectro referente às cadeias alifática e aromática de carbono (Ferracane & Greener, 1984). O pico aromático de carbono está localizado em 1608 cm^{-1} e representa uma referência interna para realizar o cálculo do grau de conversão, pois sua altura não se modifica mesmo após a reação de polimerização. Por outro lado, ocorre redução na cadeia alifática de carbono localizada em 1638 cm^{-1} após a polimerização, o que indica formação do polímero (Ferracane & Greener, 1984; Rueggeberg & Caughman, 1993).

Teoricamente, baixo grau de conversão pode promover a dissolução dos monômeros residuais, favorecendo a degradação marginal e, conseqüentemente, sensibilidade do tecido pulpar ou até mesmo a perda precoce da peça protética (Caughman *et al.*, 1991; El-Mowafy *et al.*, 1999; Moin Jan *et al.*, 2001). Para os cimentos resinosos de dupla polimerização, a conversão inicial dos monômeros em polímeros através da fotoativação e a finalização deste mecanismo pela ativação química representam a condição ideal que asseguraria o desempenho clínico das restaurações indiretas. Dessa forma, ressaltam-se a variabilidade no comportamento dos materiais resinosos e a importância de se determinar o grau de conversão, principalmente para os recentes materiais disponíveis no mercado, como os cimentos resinosos autoadesivos.

2.6 Metodologia de Resistência Flexural Biaxial

O estudo das propriedades dos agentes para cimentação permite caracterizar estes materiais e prever o comportamento clínico, ao longo do tempo (Rosenstiel *et al.*, 1998). Nesse sentido, trabalhos têm sido desenvolvidos para avaliar as propriedades mecânicas dos cimentos resinosos como a

resistência à flexão, módulo de elasticidade e o módulo de flexão (Blackman *et al.*, 1990; Braga *et al.*, 2002; Attar *et al.*, 2003; Calheiros *et al.*, 2006).

A resistência à flexão ou módulo de ruptura representa um teste de resistência à fratura que mensura a força aplicada até ocorrer uma deformação permanente (Saskalauskaite *et al.*, 2008). Esta propriedade pode ser avaliada pela resistência de uma barra apoiada em ambas as suas extremidades (teste de resistência de 3 pontos) ou utilizando corpos-de-prova em forma de disco (teste de resistência flexural biaxial) (Anusavice, 2003).

A metodologia de resistência flexural biaxial permite avaliar o módulo de flexão e a resistência à flexão. O módulo de flexão representa o valor do módulo de elasticidade obtido a partir de um teste de deformação. Sabe-se que o módulo de elasticidade (módulo de Young ou módulo elástico) é uma constante que descreve a relativa rigidez de um material, indicando a habilidade em resistir à deformação elástica; o seu cálculo é realizado a partir da razão entre tensão/deformação (Anusavice, 2003). Li & White (1999) relatam que o módulo elástico dos agentes de cimentação deve apresentar valores intermediários entre a dentina e o material restaurador, promovendo menor concentração de tensões na interface dente/restauração e garantindo que a peça protética resista às forças funcionais e não se fracture (Braga *et al.*, 2002). Entretanto, materiais com alto módulo de flexão podem resistir melhor à deformação do que aqueles com baixo módulo elástico, sendo particularmente importantes em regiões submetidas a grandes esforços mastigatórios.

Estas propriedades mecânicas são influenciadas pela composição e distribuição da matriz orgânica e inorgânica do cimento resinoso, pela forma de armazenamento dos corpos-de-prova previamente à mensuração da resistência à flexão (Yap *et al.*, 2000) e por outras variáveis, como o modo de polimerização, a fonte ativadora de luz e o grau de conversão dos monômeros (Hofmann *et al.*, 2001; Attar *et al.*, 2003).

2.7 Metodologia de Resistência de União através do ensaio de Microtração

A metodologia de microtração foi desenvolvida por Sano, em 1994, e tem sido muito utilizada em estudos que avaliam a união dos materiais restauradores odontológicos às estruturas dentais. Inicialmente, o teste foi aplicado na avaliação da resistência de união de sistemas adesivos e resinas compostas diretas (Sano, 1994; Reis *et al.*, 2003). Trabalhos mais recentes têm utilizado essa metodologia para avaliar a influência do tratamento de superfície das restaurações indiretas (Soares *et al.*, 2004) e a resistência de união da interface tecido dentinário/ restaurações indiretas (De Menezes *et al.*, 2006; Arrais *et al.*, 2007).

A avaliação de pequenas áreas adesivas através do ensaio de microtração fornece múltiplos corpos-de-prova por dente (Pashley *et al.*, 1999) e também importantes informações sobre as diferenças regionais de um mesmo dente (Sano, 1994; Walter *et al.*, 2005), o que permite comparar tecidos de relevância clínica como lesões cervicais, dentina radicular, coronária, esclerótica e afetada por cárie.

O formato e a área dos corpos-de-prova são variáveis que devem ser consideradas na metodologia de microtração. Elevados valores de resistência de união são observados em espécimes com área transversal reduzida, sugerindo uma melhor distribuição de tensões e, conseqüentemente, menor número de falhas coesivas (Sano, 1994). Além disso, alta incidência de fraturas prematuras foi obtida quando o corpo-de-prova apresentava o formato de ampulheta; este resultado foi relacionado ao excesso de vibração e/ou superaquecimento dos espécimes, durante o entalhamento ou redução da área de união da interface, sugerindo o seccionamento do corpo-de-prova em forma de palitos (Shono *et al.*, 1999).

3 PROPOSIÇÃO

Destacando a importância das propriedades dos agentes de cimentação no comportamento das restaurações indiretas, o objetivo geral do presente estudo foi avaliar o efeito do modo de polimerização (dupla polimerização e ativação química) de quatro cimentos resinosos (3 cimentos resinosos autoadesivos e 1 cimento resinoso convencional), quanto ao grau de conversão, resistência flexural biaxial e resistência de união à dentina.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Delineamento do estudo

O presente trabalho apresentou três variáveis de resposta que foram caracterizadas pelos seguintes estudos: grau de conversão, resistência flexural biaxial e resistência de união. Cada ensaio apresentou dois fatores em estudo:

1. Grau de conversão: tempo de avaliação e o modo de polimerização;
2. Resistência flexural biaxial: material e modo de polimerização;
3. Resistência de união: material e modo de polimerização.

Para o grau de conversão, os fatores em estudo foram representados pelo modo de polimerização, em duas condições (dupla polimerização e ativação química) e pelo tempo de avaliação, em três níveis (5 minutos, 10 minutos e 15 minutos). Nessa metodologia, o material não foi considerado como fator em estudo pois não é possível comparar diferentes cimentos, uma vez que o cálculo do grau de conversão é baseado na composição monomérica de cada cimento, os quais são diferentes entre eles.

No ensaio de resistência flexural biaxial e de resistência de união, os fatores em estudo foram representados pelo modo de polimerização, em duas condições (dupla polimerização e ativação química) e pelo cimento resinoso, em quatro condições (Panavia F 2.0; RelyX Unicem (a apresentação comercial em cápsula foi utilizada na avaliação da resistência flexural biaxial, enquanto, o sistema *clicker* foi empregado no estudo da resistência de união); G-Cem e BisCem).

4.2 Materiais selecionados e grupos experimentais

Os cimentos resinosos de dupla polimerização avaliados no presente estudo estão apresentados na Figura 1, sendo um cimento resinoso convencional (Panavia F 2.0, Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japão) que, de acordo com o respectivo fabricante, requer a aplicação prévia do sistema adesivo autocondicionante (ED *Primer*, Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japão) e três cimentos resinosos autoadesivos (RelyX Unicem (cápsula ou *clicker*), 3M ESPE, Seefeld, Alemanha; BisCem, Bisco Inc., Schuamburg, IL, EUA e G-Cem, GC Corp., Tóquio, Japão).

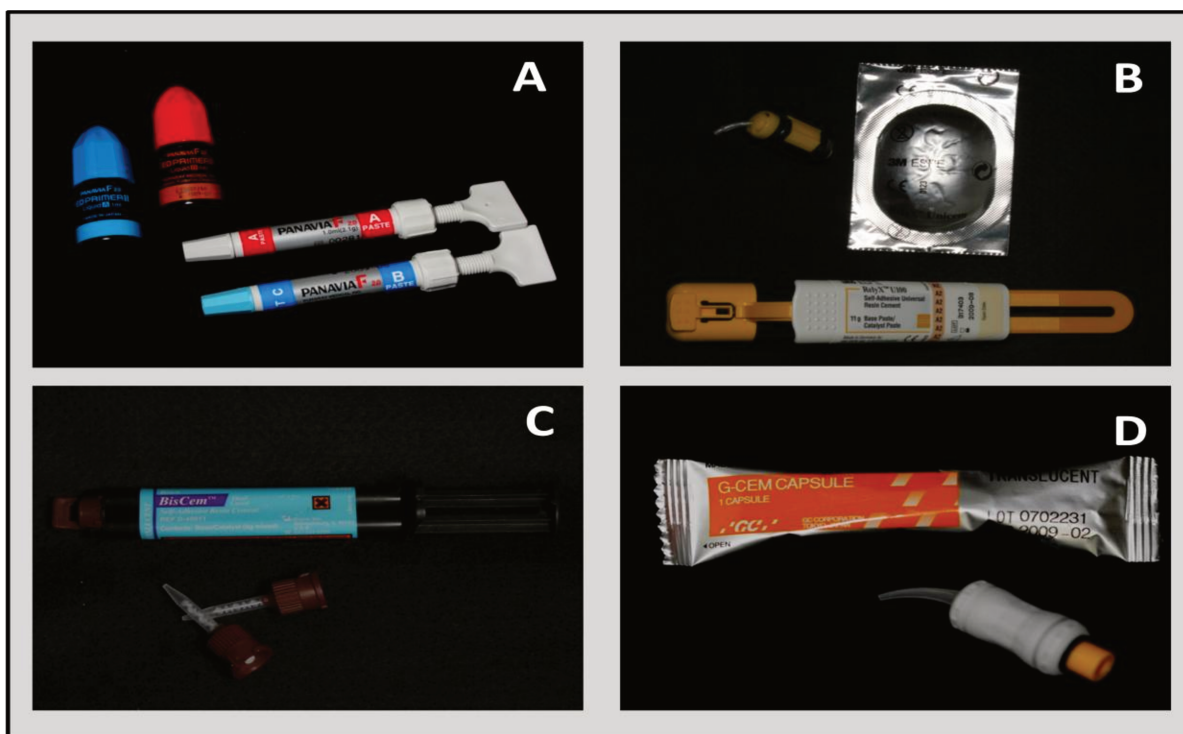


Figura 1 - (A) Cimento resinoso Panavia F 2.0 e o sistema adesivo autocondicionante ED *Primer* (Kuraray Medical Inc); (B) Cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem cápsula e *clicker* (3M ESPE); (C) Cimento resinoso autoadesivo BisCem (Bisco Inc.); (D) Cimento resinoso autoadesivo G-Cem (GC Corp.).

O cimento resinoso RelyX Unicem *clicker*, também denominado de RelyX U100, foi empregado na avaliação do grau de conversão e da resistência de união, enquanto a apresentação em cápsula foi utilizada para o estudo de resistência flexural biaxial. A utilização destas distintas formas comerciais se deve ao lançamento e disponibilização pelo fabricante da forma em *clicker* (RelyX U100), durante a realização deste trabalho. Além disso, o uso do cimento resinoso Panavia F 2.0 foi associado ao sistema adesivo ED *Primer* em todas as metodologias em estudo, visando avaliar o sistema de cimentação (Kuraray Medical Inc) e não os componentes de forma separada.

Os materiais, composição, fabricantes e lotes utilizados no estudo estão descritos no ANEXO 1. Cada cimento resinoso selecionado foi fotoativado (dupla polimerização) ou apenas quimicamente ativado, totalizando 8 grupos experimentais (Tabela 1).

Tabela 1 – Descrição dos grupos experimentais de acordo com o modo de polimerização dos cimentos resinosos.

Grupos	Cimento Resinoso / Modo de Polimerização
1	Panavia F 2.0 / Ativação Química
2	RelyX Unicem* / Ativação Química
3	BisCem / Ativação Química
4	G-Cem / Ativação Química
5	Panavia F 2.0 / Dupla Polimerização
6	RelyX Unicem* / Dupla Polimerização
7	BisCem / Dupla Polimerização
8	G-Cem / Dupla Polimerização

* O cimento RelyX Unicem cápsula somente foi utilizado no ensaio de resistência flexural biaxial. Para os outros estudos, o sistema em *clicker* (RelyX U100) foi empregado.

4.3 Mensuração do Grau de Conversão

4.3.1 Preparo dos corpos-de-prova

Para cada grupo experimental foram realizadas 5 leituras do grau de conversão (n=5), visando garantir a reprodutibilidade dos resultados. O preparo dos corpos-de-prova foi baseado na manipulação e imediata aplicação do cimento resinoso no elemento de reflexão total atenuada (ATR) de cristal de seleneto de zinco, acoplado ao Espectroscópio de Transmissão Infravermelha Transformada de Fourier (FT-IR Spectrometer 520, Nicolet Instrument Corp, Madison, Wisconsin, EUA) (Figura 2A).

A manipulação dos cimentos resinosos seguiu as orientações dos respectivos fabricantes. Neste estudo, o cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem *clicker* foi utilizado, o cimento foi dispensado em bloco de papel, misturado por 20 segundos e aplicado no cristal de seleneto de zinco (Figura 2B). A manipulação do cimento autoadesivo BisCem apenas consistiu em acoplar a ponta misturadora na seringa auto-mistura e pressionar o material. Para o cimento G-Cem, o fabricante recomenda pressionar o *plug* para ativar a cápsula e em seguida levar ao triturador durante 10 segundos. Após, a cápsula foi posicionada em aplicador específico, pressionada e o material foi dispensado no dispositivo de ATR. O cimento resinoso Panavia F 2.0 foi manipulado juntamente com o ED *Primer*. As pastas A e B foram dispensadas em proporções iguais em bloco de papel, manipuladas com o *ED Primer* durante 20 segundos e aplicados no cristal acoplado ao Espectroscópio de Transmissão Infravermelha Transformada de Fourier.

4.3.2 Leitura dos espectros para cálculo do Grau de Conversão

Após a manipulação, o cimento foi aplicado em toda a extensão do cristal de seleneto de zinco (10 mm de largura x 80 mm de comprimento), seguindo-se o posicionamento de tira transparente de poliéster com dimensão padronizada de 10 mm x 120 mm x 0,05 mm (Quimidrol Com. Ind. Imp. LTDA, Joinville, SC, Brasil) (Figura 2C). A aplicação da tira permitiu o íntimo contato do cimento resinoso com o cristal. Inicialmente, foi realizada a leitura do espectro da tira de poliéster, buscando evitar interferência da tira durante a obtenção dos espectros dos cimentos resinosos. Em seguida, o espectro de cada corpo-de-prova foi “varrido” de 4000 a 750 cm^{-1} com resolução espectral de 4 cm^{-1} no Espectroscópio de Transmissão Infravermelha Transformada de Fourier.

O ensaio foi conduzido a partir da leitura inicial de cada cimento resinoso não fotoativado. Esta leitura é considerada o controle para cada tipo de cimento, pois fornece os valores das áreas correspondentes às bandas dos anéis

aromáticos e alifáticas previamente à dupla polimerização do material em estudo (leitura do monômero). As cadeias alifáticas de carbono ($C = C$) correspondem à intensidade do pico de absorbância localizado na banda 1638 cm^{-1} de cada espectro, enquanto a banda 1608 cm^{-1} corresponde à cadeia aromática de carbono. A análise desta última banda, por ser considerada inerente à composição do material, serve como controle interno para o cálculo da porcentagem de ligações duplas remanescentes de carbono após polimerização (Ferracane & Greener, 1984).

Após a leitura do monômero, os corpos-de-prova não fotoativados permaneceram no Espectroscópio e leituras adicionais foram realizadas após 5, 10 e 15 minutos da manipulação de cada cimento resinoso. Para os grupos de dupla polimerização, os cimentos resinosos foram manipulados, aplicados no cristal de seleneto de zinco e imediatamente fotoativados (Figura 2D). A fotoativação foi realizada com movimentos de varredura e com o aparelho de lâmpada halógena (XL 3000, 3M ESPE, ST. Paul, MN, EUA), durante 40 segundos, com intensidade de luz $600 - 650\text{ mW/cm}^2$, previamente mensurada em radiômetro (Curing Radiometer, model 100, Kerr Corporation, Orange, EUA). A mensuração do grau de conversão para os corpos-de-prova fotoativados foi realizada de acordo com o mesmo protocolo utilizado para os corpos-de-prova quimicamente ativados, ou seja, foram realizadas leituras do mesmo espécime fotoativado após 5, 10 e 15 minutos de realizado a manipulação do cimento resinoso.

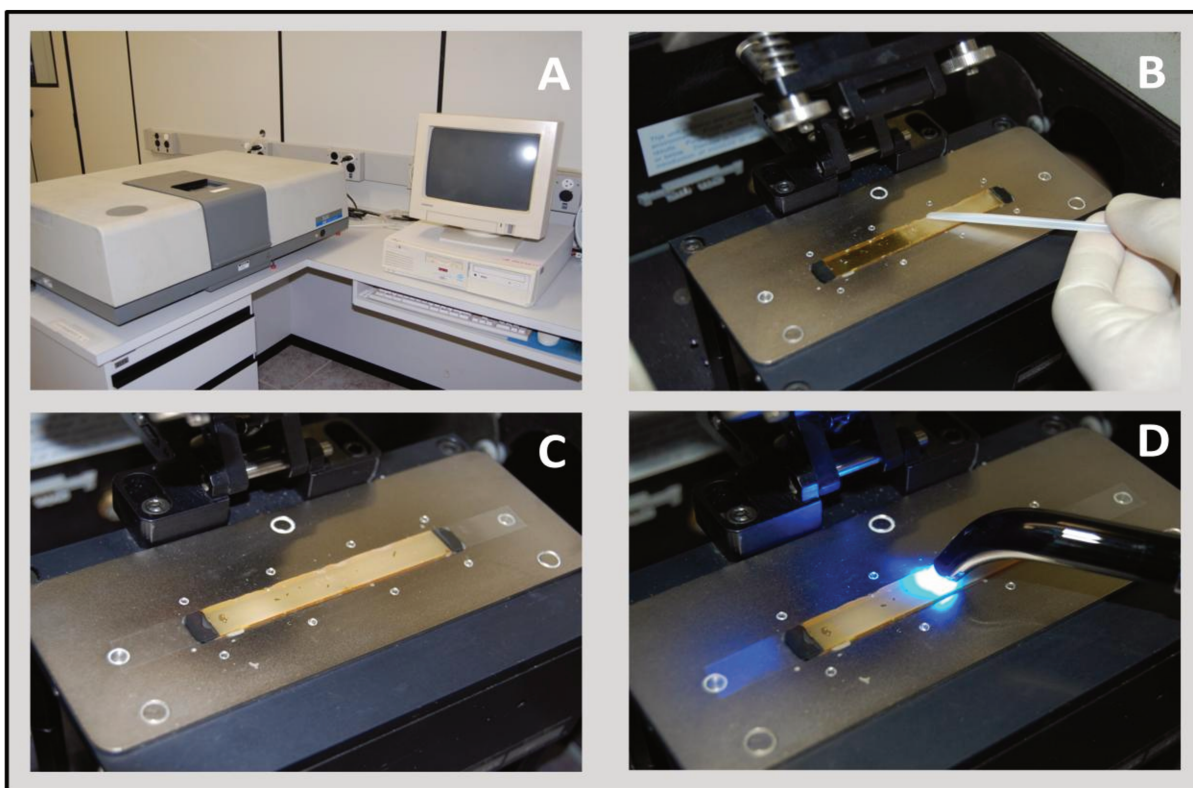


Figura 2 – (A) Espectroscópio de Transmissão Infravermelha Transformada de Fourier. (B) Aplicação do cimento resinoso no cristal de seleneto de zinco acoplado ao dispositivo de reflexão total atenuada. (C) Tira transparente de poliéster posicionada sobre o cimento resinoso. (D) Fotoativação do cimento resinoso de acordo com os grupos experimentais.

4.3.3 Análise dos dados do Grau de Conversão

Os espectros de cada corpo-de-prova foram obtidos pelo programa OMNIC, instalado no computador acoplado ao Espectroscópio de Transmissão Infravermelha Transformada de Fourier, e convertidos para o formato .csv. Os dados coletados foram abertos no programa MicroOrigin 7.5, os modos vibracionais entre 1550 cm^{-1} e 1700 cm^{-1} selecionados e armazenados no programa CorelDRAW 12. No espectro de cada corpo-de-prova foi traçado uma linha e calculado o grau de conversão dos cimentos resinosos a partir da altura da absorção máxima dos picos localizados em 1638 cm^{-1} e 1608 cm^{-1} , que

correspondem, respectivamente, ao modo vibracional das bandas alifáticas e aromáticas (Figura 3).

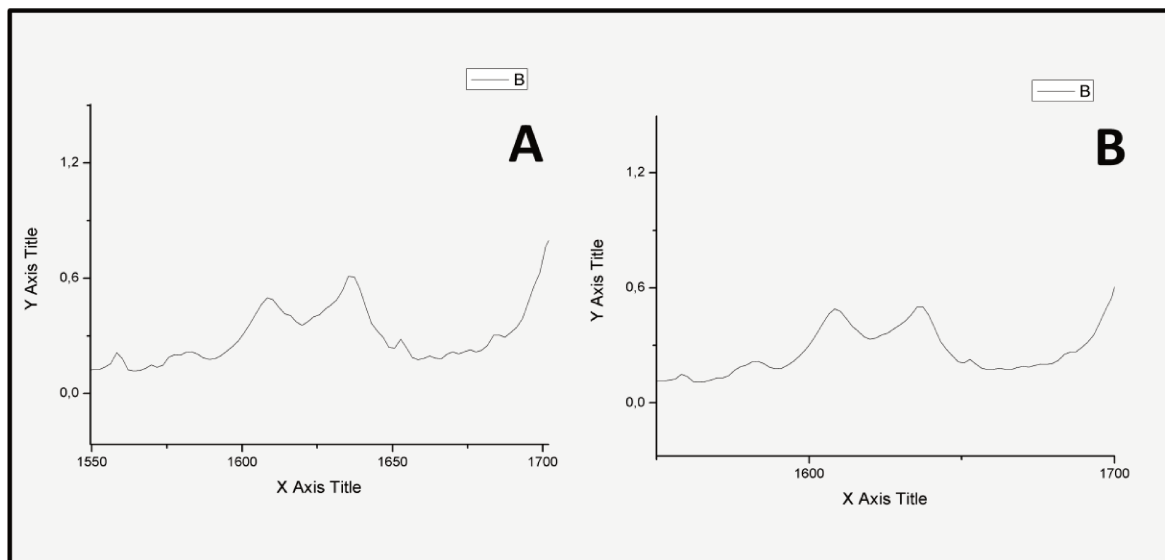


Figura 3 – (A) Imagem demonstrando o espectro do cimento resinoso Panavia F 2.0 (monômero). (B) Imagem demonstrando o espectro do cimento Panavia F 2.0 após 5 minutos, onde se observa a redução da altura do pico referente à banda alifática de carbono localizado em 1638 cm^{-1} .

Os valores do grau de conversão em porcentagem foram calculados através da seguinte equação (Ruyter & Svendsen, 1978):

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

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

abs : absorbância

4.4 Avaliação da Resistência Flexural Biaxial

4.4.1 Preparo dos corpos-de-prova

Para a avaliação da resistência flexural biaxial foram, inicialmente, confeccionadas matrizes padronizadas de silicone de adição (Aquasyl, Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil), com dimensão aproximada de 6,0 mm de diâmetro por 0,5 mm de espessura, definidas em função do dispositivo do ensaio. Os cimentos resinosos foram manipulados segundo as recomendações do fabricante. Neste estudo, o cimento resinoso autoadesivo RelyX Unicem cápsula foi utilizado. Para ativar a cápsula, essa foi posicionada em dispositivo específico, pressionada durante dois segundos e levada ao misturador por 15 segundos. Após, a cápsula foi colocada no aplicador, pressionada e o material foi dispensado na matriz previamente confeccionada. A manipulação dos cimentos resinosos BisCem, G-Cem e Panavia F 2.0 foi realizada conforme descrito no estudo do grau de conversão.

Após manipulação, cada material foi posicionado na matriz de silicone, posicionado uma tira de poliéster para facilitar o escoamento do material e em seguida, os corpos-de-prova foram fotoativados ou não como descrito na Tabela 1, totalizando 80 discos (n=10). Após 24 horas, os corpos-de-provas foram regularizados manualmente com lixas de carbetto de silício, de granulação 1200, mensuradas usando paquímetro digital (Starrett 727-2001, Itu, SP, Brasil) e armazenadas a seco, em estufa a 37°C, por 7 dias, sendo os corpos-de-prova quimicamente ativados, armazenados em recipiente escuro.

4.4.2 Ensaio de Resistência Flexural Biaxial

Para o ensaio de resistência flexural biaxial, foi utilizado um dispositivo específico para corpos-de-prova em forma de disco que estava acoplado à Máquina de Ensaio Universal (Instron 5844, Instron Corp, Canton, MA, EUA) (Figura 4). O dispositivo permitiu que todo o perímetro externo dos corpos-de-prova fosse suportado pela base, evitando a movimentação dos mesmos durante o ensaio (Figura 5A). A carga foi aplicada no centro dos corpos-de-prova pela haste metálica que apresentava cerca de 1 mm² de diâmetro (Figura 5B). O ensaio foi realizado com velocidade constante de aproximadamente 1,27 mm/min. O valor máximo de carga necessário para fraturar o corpo-de-prova e o valor do módulo de flexão foram obtidos em MPa e GPa, respectivamente.

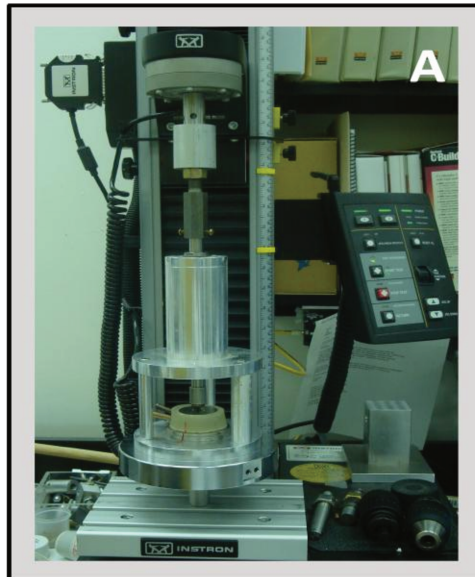


Figura 4 - Dispositivo específico para realização do ensaio de resistência flexural biaxial acoplado à Máquina de Ensaio Universal.

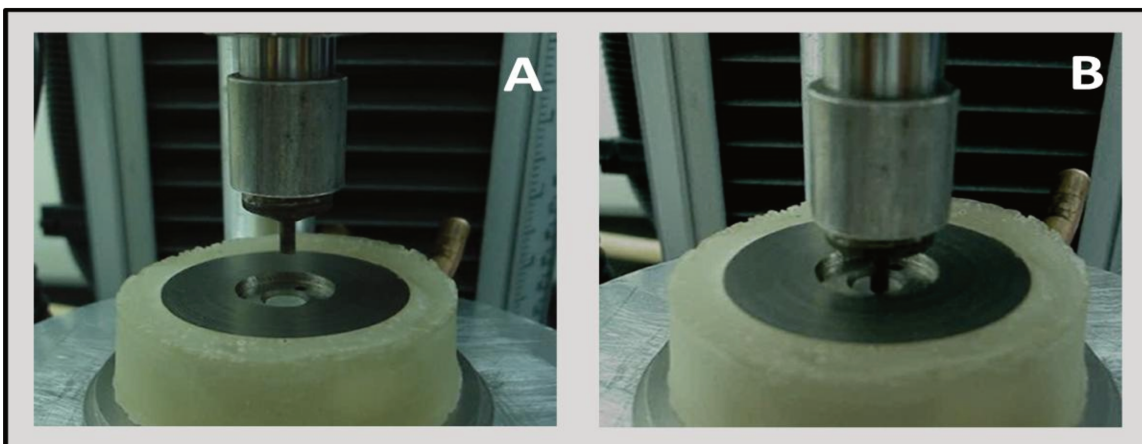


Figura 5 - (A) Imagem aproximada do dispositivo para realização do ensaio de resistência flexural biaxial e do corpo-de-prova posicionado. (B) Imagem da haste metálica posicionada no centro do corpo-de-prova em forma de disco.

4.5 Avaliação da Resistência de União através do ensaio de Microtração

4.5.1 Seleção e Preparo dos dentes

Antes da execução da metodologia de resistência de união através do ensaio de Microtração, o projeto foi submetido à apreciação do Comitê de Ética em Pesquisa da FOP – UNICAMP (protocolo 116/2007) (Anexo 2). Cinquenta e seis terceiros molares humanos íntegros foram selecionados, armazenados em solução de timol 0,05%, por um período máximo de três meses. Os dentes foram submetidos à raspagem manual com curetas periodontais Duflex (SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) para remoção de debris orgânicos e polidos usando-se taça de borracha (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil), montadas em contra-ângulo (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil), com pasta de pedra-pomes (SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e água.

Os dentes foram posicionados com a junção amelo-dentinária perpendicular às placas de acrílico e fixado nestas com cera pegajosa. Em seguida, foram seccionados a 1,0 mm abaixo da junção amelo-dentinária oclusal e na junção amelo-cementária, com o auxílio de um disco diamantado de alta concentração (Series 15HC Diamond, No. 11-4244; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, EUA) acoplado à cortadeira metalográfica de precisão (Isomet 2000; Buehler Ltd) sob refrigeração, visando obter uma superfície dentinária plana, com profundidade média. As superfícies dentinárias foram abrasionadas em politriz elétrica (Maxigrind, Solottest, São Paulo, Brasil) com lixas de carbetto de silício com granulação 600, sob refrigeração com água, durante 30 segundos, para padronizar a *smear layer* e planificar o tecido dentinário. Em seguida, os corpos-de-prova foram, aleatoriamente, divididos em oito grupos experimentais (n=7) (Tabela 1).

4.5.2 Procedimento de cimentação

Para os procedimentos adesivos, foram confeccionados, de forma padronizada, blocos de restaurações indiretas em resina composta (cor B₂D, Sinfony; 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) com, aproximadamente, 2,0 mm de espessura e 10,0 mm de diâmetro. Previamente à cimentação, eventuais irregularidades dos blocos em resina foram removidas com lixas de carbetto de silício com granulação 600, seguindo-se o jateamento de todos os blocos de resina com partículas de óxido de alumínio 50 µm (Danville Engineering Inc, San Ramon, CA, EUA), durante 10 segundos (distância: 1,5 cm).

Após o jateamento, as peças protéticas foram lavadas com água destilada, durante 5 minutos, em ultra-som e secadas. Em seguida, foi aplicado o silano Monobond-S (Ivoclar/Vivadent, Schaan, Liechtenstein), durante 1 minuto. A aplicação dos cimentos resinosos na superfície da restauração indireta seguiu o protocolo descrito na Tabela 2.

Tabela 2 - Descrição da técnica de aplicação dos cimentos resinosos segundo as orientações dos respectivos fabricantes. As informações referentes ao pH dos sistemas de cimentação foram baseados em Monticelli *et al.* (2008).

Cimentos resinosos (pH)	Técnica de aplicação no tecido dentário
Panavia F 2.0 pH= 2,4	Misturar o ED <i>Primer</i> A + B (1:1), aplicar no tecido dentário após leve jato de ar, aguardar 30 seg e realizar a secagem com leve jato de ar. Misturar pasta A + B (1:1), manipular por 20 seg e aplicar na restauração indireta.
RelyX Unicem clicker pH= 2,1	Dispensar o material em bloco de papel, misturar durante 20 seg, aplicar na restauração indireta e levar à superfície dentinária levemente úmida.
BisCem pH = 2,1	Acoplar a ponta misturadora na seringa, secar o tecido dental por 3-5 seg sem desidratar e aplicar o cimento na peça protética.
G-Cem pH= 2,7	Pressionar o <i>plug</i> para ativar a cápsula, levar ao triturador durante 10 seg para misturar os componentes. Após, posicionar a cápsula em um aplicador, realizar dois <i>clicks</i> e dispensar o material sobre a superfície dentinária, que foi previamente lavada e secada com leve jato de ar.

Para realizar os procedimentos adesivos, os dentes foram posicionados em dispositivo específico (Figura 6A). O cimento resinoso foi aplicado na restauração indireta que, inicialmente, foi posicionada na superfície dentinária com pressão digital (Figura 6B e 6C). Em seguida, os excessos do cimento foram removidos com pincéis descartáveis (KG Sorensen, Baueri, SP, Brasil). Após, uma

carga constante de 500g foi aplicada, durante 5 minutos, para permitir a reação química do cimento (De Menezes *et al.*, 2006) (Figura 6D). Em seguida, foi realizada a fotoativação para os grupos 5 a 8 (Figura 6E) com aparelho de lâmpada halógena (XL 3000; 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), durante 40 segundos, com intensidade de luz 600 – 650 mW/cm², previamente mensurada em radiômetro (Curing Radiometer, model 100, Kerr Corporation, Orange, EUA).

Quando apenas quimicamente ativados (Figura 6F), os espécimes foram armazenados em ambiente escuro. Após a cimentação, cerca de 3,0 mm de espessura da resina composta autopolimerizável (Concise; 3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil) foi aplicada na superfície da restauração indireta com a finalidade de aumentar a área da restauração facilitando, posteriormente, a fixação dos corpos-de-prova no dispositivo de microtração. Os dentes restaurados foram armazenados por 24 horas em água destilada a 37°C.

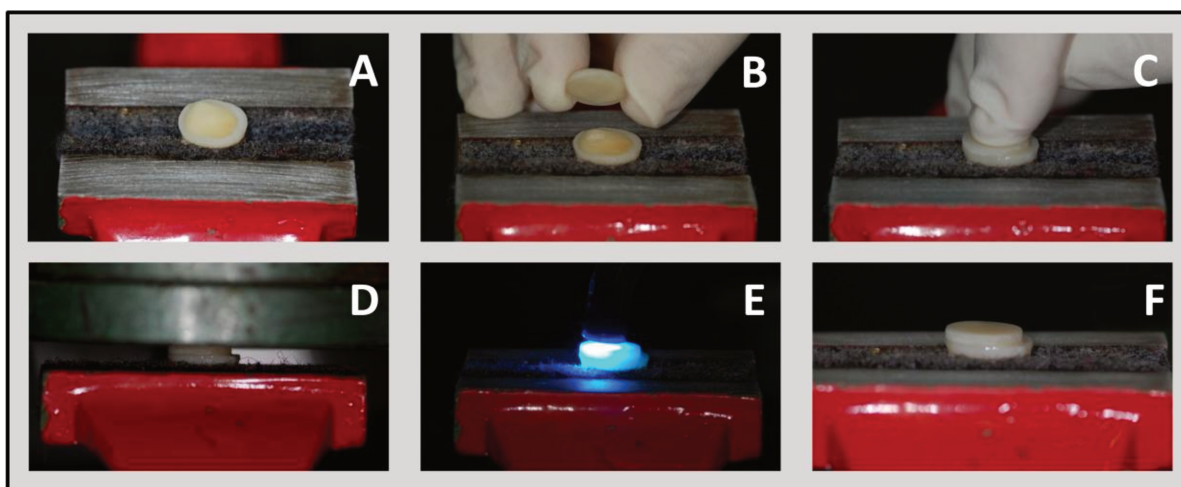


Figura 6 - (A) Imagem aproximada do dispositivo utilizado para fixação do fragmento dental. (B) Restauração indireta de resina composta previamente à cimentação no tecido dentinário. (C) Cimentação da restauração com aplicação inicial de pressão digital. (D) Aplicação de carga constante. (E) Fotoativação dos grupos experimentais de dupla polimerização. (F) Imagem demonstrando os corpos-de-prova que não foram submetidos à fotoativação.

4.5.3 Obtenção dos corpos-de-prova

Após o período de armazenamento, os dentes restaurados foram fixados em placas acrílicas com cera pegajosa. O conjunto foi posicionado na Cortadeira Metalográfica de Precisão (Isomet 2000; Buehler Ltd) (Figura 7A). Em seguida, foi realizado o seccionamento do conjunto dente/restauração com disco diamantado de alta concentração (Series 15HC Diamond, No. 11-4244; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, EUA) (Figura 7B e 7C). Os cortes foram realizados no sentido vestibulo-lingual e méso-distal perpendicularmente à interface de união dentinocimento resinoso (Figura 7D e 7E), resultando em espécimes em forma de “palitos”, com secção transversal de aproximadamente 1,0 mm² (Figura 7F).

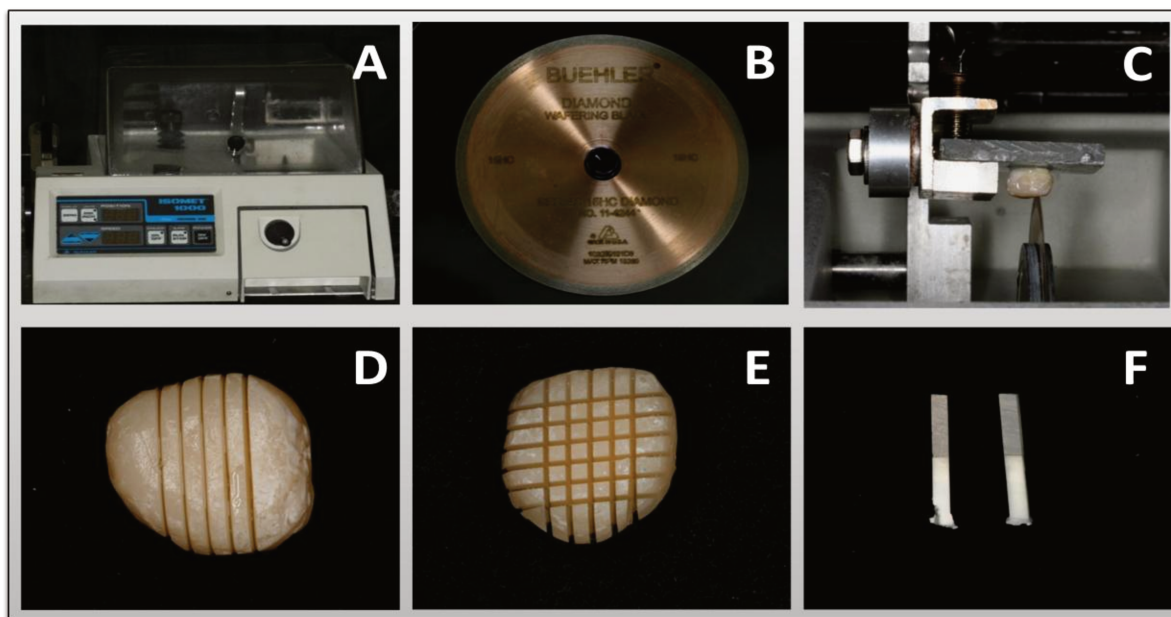


Figura 7 - (A) Imagem da Cortadeira Metalográfica de Precisão. (B) Disco diamantado de alta concentração. (C) Imagem aproximada do posicionamento do dente durante o seccionamento. (D) Dente seccionado no sentido vestibulo-lingual. (E) Cortes realizados no sentido vestibulo-lingual e méso-distal perpendicularmente à interface de união. (F) Imagem demonstrando os corpos-de-prova em forma de “palito”.

4.5.4 Ensaio de Microtração

Cinco espécimes de cada dente restaurado foram selecionados para o ensaio de microtração. Previamente, a área de cada palito selecionado foi individualmente mensurada com paquímetro digital (Starrett 727-2001, Itu, SP, Brasil) e estes foram fixados com cola à base de cianoacrilato (Super Bonder, Henkel/Loctite, Diadema, SP, Brasil) em dispositivo específico, que foi acoplado à Máquina de Ensaio Universal (4411, Instron Co., Canton, MA, EUA) com velocidade de 0,5mm/min, até o momento da fratura do espécime (Figura 8A e 8B).

Os valores de ruptura da união em quilogramas-força (Kgf) foram anotados e convertidos em Mega Pascal (MPa), a partir da área de secção transversal, que foi previamente mensurada. A média, por grupo, foi calculada a partir da média dos corpos-de-prova por dente. Os dados foram tabulados e submetidos à análise estatística. Os palitos fraturados foram armazenados para avaliação do padrão de fratura em Microscopia Eletrônica de Varredura.

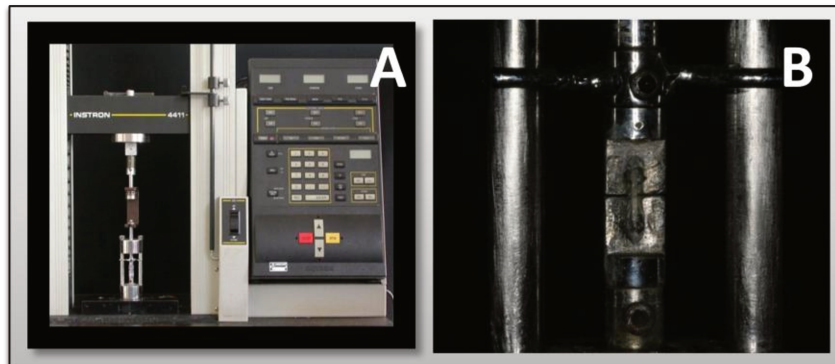


Figura 8 - (A) Máquina de Ensaio Universal com o dispositivo de microtração acoplado.
(B) Imagem aproximada do dispositivo de microtração.

4.6 Análise do padrão de fratura em Microscopia Eletrônica de Varredura

4.6.1 Análise do Padrão de Fratura

A análise do padrão de fratura permitiu verificar a região na qual ocorreu a fratura e, para a sua realização, cada palito fraturado foi fixado com resina composta fotopolimerizável sobre *stubs* metálicos, mantendo as áreas envolvidas nas fraturas voltadas para cima. Em seguida, esses fragmentos foram metalizados (Denton Desk II, Denton Vacuum LLC, Moorestown, NJ, EUA) e observados em Microscópio Eletrônico de Varredura (JSM 5600LV, Jeol, Tóquio, Japão) com aumentos entre 100x a 1000x.

Para este estudo, a análise descritiva dos resultados obtidos foi realizada segundo a frequência de ocorrência. A classificação do padrão de fratura foi definida da seguinte maneira:

Tipo 1: falha coesiva no cimento resinoso;

Tipo 2: falha adesiva entre a restauração indireta e o cimento resinoso;

Tipo 3: falha adesiva na superfície dentinária e no cimento resinoso;

Tipo 4: falha mista caracterizada pela exposição da superfície dentinária e pela presença do cimento resinoso.

4.7 Análise Estatística

A forma de análise dos resultados, para cada metodologia empregada, está descrita abaixo:

Grau de conversão: A análise exploratória dos dados foi inicialmente realizada pelo procedimento PROC LAB do programa estatístico SAS. Foi indicada a transformação X^2 para que os mesmos atendessem às pressuposições de uma análise paramétrica. Após a transformação, os dados foram submetidos à Análise de variância (ANOVA) para medidas repetidas e teste de Tukey ($p < 0,05$).

Resistência Flexural Biaxial: Após a análise descritiva, os mesmos foram submetidos à Análise de variância (ANOVA) em esquema fatorial 2 x 4 (modo de ativação x cimento resinoso) e aplicado o teste de Tukey. Foi utilizado o programa estatístico SAS e considerado o nível de significância de 5%.

Resistência de União – Ensaio de Microtração: Após a análise exploratória dos dados, os mesmos foram transformados em logaritmo e aplicada a Análise de Variância (ANOVA) em esquema fatorial 2 x 4 (modo de ativação x cimento resinoso). Após observar diferença estatística significativa entre os grupos, foi aplicado o teste de Tukey ($p < 0,05$).

5 RESULTADOS

5.1 Grau de Conversão

Utilizando os dados coletados, verificou-se diferença estatística entre o modo de polimerização ($p < 0,0001$) e o tempo de avaliação ($p < 0,0001$). As interações do estudo foram significativas: cimento x modo de polimerização ($p = 0,0083$); modo de polimerização x tempo ($p = 0,0022$) e cimento x tempo ($p = 0,0008$) (Tabelas 3,4,5).

Tabela 3 - Valores médios (desvio padrão) do grau de conversão (%) para o cimento resinoso Panavia F 2.0, de acordo com o modo de polimerização e com o tempo de avaliação.

Cimento Resinoso	Tempo	Modo de Polimerização	
		Ativação Química	Dupla Polimerização
Panavia F 2.0	5 minutos	53,6(4,4) Ac	58,5(4,8) Ac
	10 minutos	63,3(5,7) Ab	70,5(5,4) Ab
	15 minutos	71,6(4,5) Aa	78,0(4,5) Aa

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal; minúsculas na vertical) diferem entre si pela ANOVA e teste de Tukey, $p \leq 0,05$.

Tabela 4 - Valores médios (desvio padrão) do grau de conversão (%) para o cimento resinoso RelyX Unicem *clicker*, de acordo com o modo de polimerização e com o tempo de avaliação.

Cimento Resinoso	Tempo	Modo de Polimerização	
		Ativação Química	Dupla Polimerização
Rely X Unicem <i>clicker</i>	5 minutos	29,5(6,0) Bc	57,5(2,7) Ac
	10 minutos	39,3(4,1) Bb	66,9(7,2) Ab
	15 minutos	46,6(4,6) Ba	70,3(7,2) Aa

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal; minúsculas na vertical) diferem entre si pela ANOVA e teste de Tukey, $p \leq 0,05$.

Tabela 5 - Valores médios (desvio padrão) do grau de conversão (%) para o cimento resinoso BisCem, de acordo com o modo de polimerização e com o tempo de avaliação.

Cimento Resinoso	Tempo	Modo de Polimerização	
		Ativação Química	Dupla Polimerização
BisCem	5 minutos	50,0(8,5) Bb	66,3(8,6) Ac
	10 minutos	57,1(10,8) Bb	79,4(6,7) Ab
	15 minutos	67,1(6,8) Ba	86,2(3,4) Aa

Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal; minúsculas na vertical) diferem entre si pela ANOVA e teste de Tukey, $p \leq 0,05$.

Os resultados possibilitaram verificar que a fotoativação promoveu o aumento do grau de conversão para os cimentos resinosos autoadesivos RelyX Unicem *clicker* e o BisCem. O cimento resinoso Panavia F 2.0 não demonstrou diferença estatística quanto ao modo de polimerização. Nos resultados apresentados, o cimento resinoso autoadesivo G-Cem não foi descrito. Como

previamente relatado e demonstrado na Figura 3, o cálculo do grau de conversão foi realizado a partir da altura da absorção máxima dos picos a 1638 cm^{-1} e 1608 cm^{-1} . Neste contexto, durante a leitura monomérica do cimento G-Cem, não foi observado o anel aromático de carbono (pico 1608 cm^{-1}) (Figura 9).

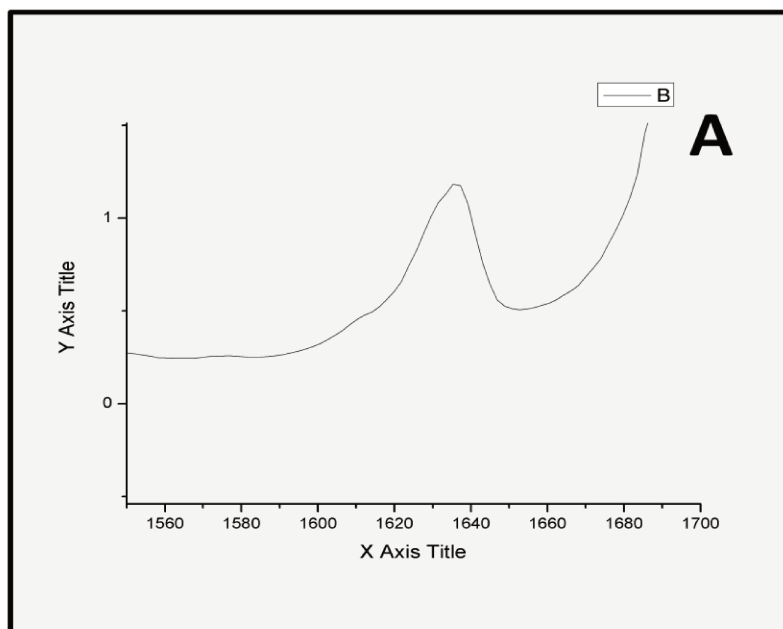


Figura 9 - Imagem demonstrando o espectro do cimento resinoso G-Cem (monômero).

Em relação ao tempo de avaliação, maior grau de conversão foi observado para todos os cimentos estudados após 15 minutos, tanto para a dupla polimerização quanto para a ativação química. Pode-se também inferir, o aumento progressivo do grau de conversão durante o período máximo avaliado (15 minutos), como apresentado na Figura 10.

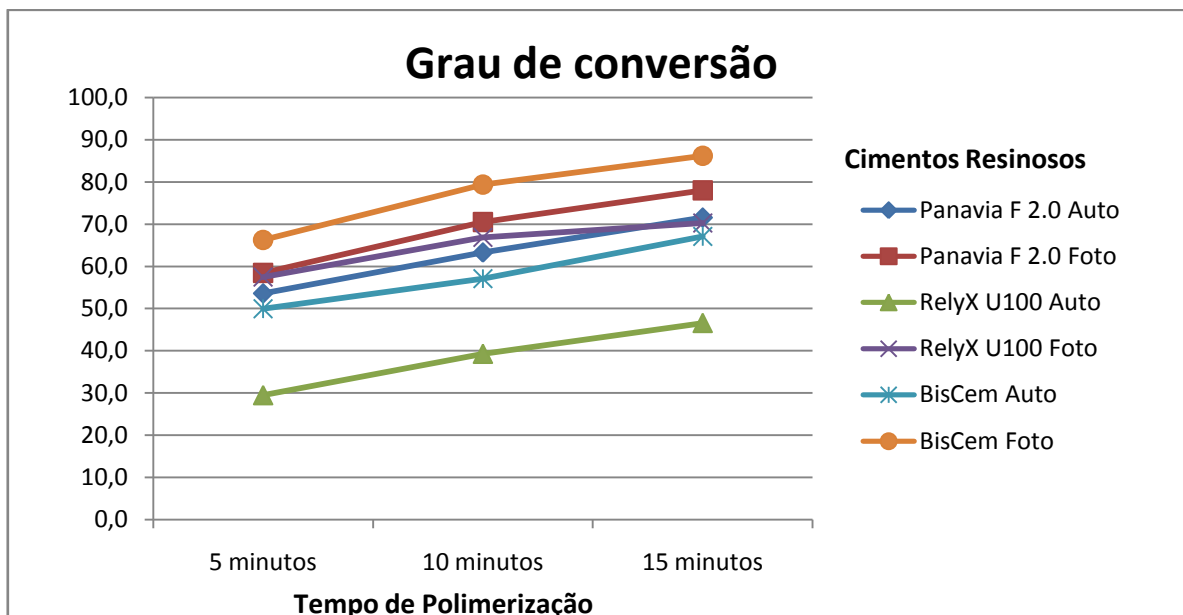


Figura 10 - Gráfico representando o aumento progressivo do grau de conversão (%) dos cimentos Panavia F 2.0, RelyX Unicem *clicker* e BisCem em função do tempo. Cimento resinoso seguido por auto ou foto representa o grupo quimicamente ativado ou de dupla polimerização, respectivamente.

5.2 Resistência Flexural Biaxial

Em relação ao módulo de flexão, houve diferença entre os cimentos ($p<0,0001$) e entre o modo de polimerização ($p<0,0001$). A interação cimento x modo de polimerização não foi significativa ($p=0,8046$) (Tabela 6 e Figura 11).

Tabela 6 - Valores médios (desvio padrão) do módulo de flexão (GPa) para os cimentos resinosos testados.

Cimentos Resinosos	Modo de Polimerização	
	Ativação química	Dupla Polimerização
Panavia F 2.0	6,9 (0,5) Ba	7,6 (0,7) Aa
RelyX Unicem cápsula	6,8 (0,7) Ba	7,8 (0,8) Aa
BisCem	4,0 (1,5) Bb	5,2 (0,6) Ab
G-Cem	6,8 (1,5) Ba	8,0 (1,2) Aa

Médias seguidas de letras distintas diferem entre si (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) (ANOVA e teste de Tukey - $p\leq 0,05$).

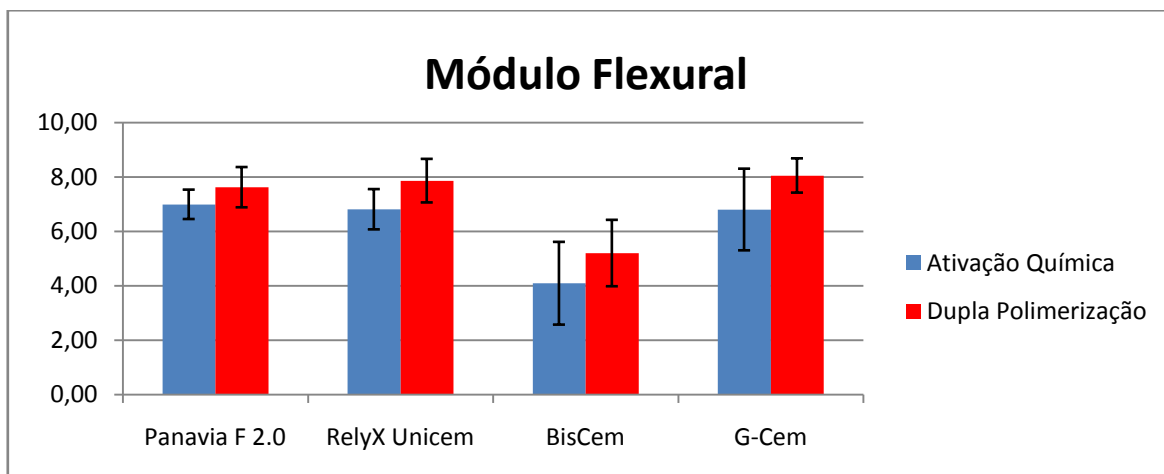


Figura 11 - Valores médios (desvio padrão) do módulo de flexão (GPa) dos cimentos resinosos testados.

Para a resistência à flexão, foi observada diferença entre os cimentos ($p < 0,0001$) e entre o modo de polimerização ($p = 0,0001$). A interação cimento x modo de polimerização não foi significativa ($p = 0,6091$) (Tabela 7 e Figura 12).

Tabela 7 - Valores médios (desvio padrão) da resistência à flexão (MPa) para os cimentos resinosos.

Cimentos Resinosos	Modo de Polimerização	
	Ativação Química	Dupla Polimerização
Panavia F 2.0	102,1 (7,8) Ba	110,5 (10,3) Aa
RelyX Unicem cápsula	58,9 (7,9) Bc	69,6 (6,9) Ac
BisCem	50,2 (6,6) Bd	53,8 (6,8) Ad
G-Cem	68,6 (9,5) Bb	76,8 (11,7) Ab

Médias seguidas de letras distintas diferem entre si (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical) (ANOVA e teste de Tukey - $p \leq 0,05$).

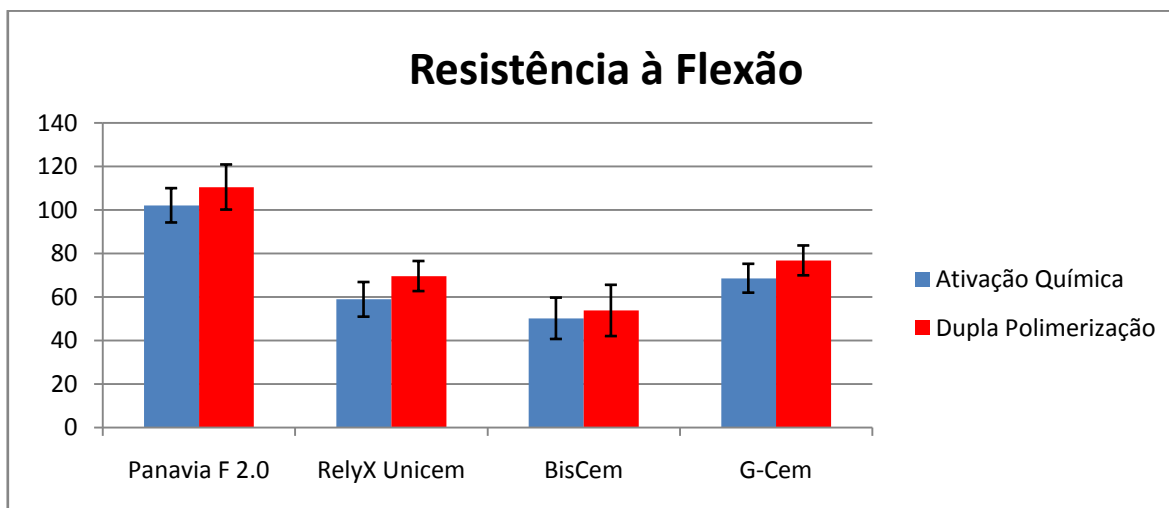


Figura 12 - Valores médios (desvio padrão) da resistência à flexão (MPa) dos cimentos resinosos testados.

Em relação ao modo de polimerização, é relevante considerar valores estatisticamente superiores para os grupos fotoativados, tanto para a resistência à flexão quanto para o módulo de flexão. Entre os materiais testados, o BisCem apresentou menores valores de resistência e módulo de flexão. O cimento resinoso Panavia F 2.0 obteve os maiores valores médios de resistência à flexão e todos os materiais apresentaram médias com diferenças estatísticas nessa avaliação.

5.3 Resistência de União através do ensaio de Microtração

Os resultados médios de cada grupo permitiram observar diferença significativa entre os grupos ($p < 0,0001$), entre o modo de polimerização ($p < 0,0001$) e a interação entre os grupos e o modo de polimerização foi significativa ($p < 0,0001$). Após o desdobramento da interação, foram observados os resultados apresentados na Tabela 8.

Tabela 8 – Valores médios (desvio padrão) de resistência de união (MPa) dos grupos experimentais.

Cimentos resinosos	Modo de Polimerização	
	Ativação Química	Dupla Polimerização
Panavia F 2.0	10,7 (2,5) Ba	15,5 (4,3) Aa
Rely X Unicem <i>clicker</i>	7,3 (1,7) Aab	7,8 (2,7) Ab
G-Cem	6,6 (2,9) Bbc	22,1 (3,3) Aa
BisCem	4,4 (1,4) Ac	5,0 (0,9) Ab

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

Os resultados do ensaio de resistência de união para as peças de resina composta indireta fixadas com diferentes cimentos e modo de polimerização na superfície da dentina foram cimento-dependente. Quando os cimentos foram fotoativados, observou-se aumento da resistência de união somente para os materiais Panavia F 2.0 e G-Cem. Não foi observada influência do modo de polimerização para os cimentos RelyX Unicem e BisCem. Na comparação entre os cimentos duplamente polimerizados, o Panavia F 2.0 e o G-Cem mostraram as maiores médias. Quando somente quimicamente ativados, o Panavia F 2.0 e RelyX Unicem apresentaram as maiores médias, sendo o RelyX Unicem semelhante ao G-Cem.

5.4 Padrão de fratura em Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise descritiva do padrão de fratura, realizadas em Microscópio Eletrônico de Varredura, está sumarizada na Figura 13:

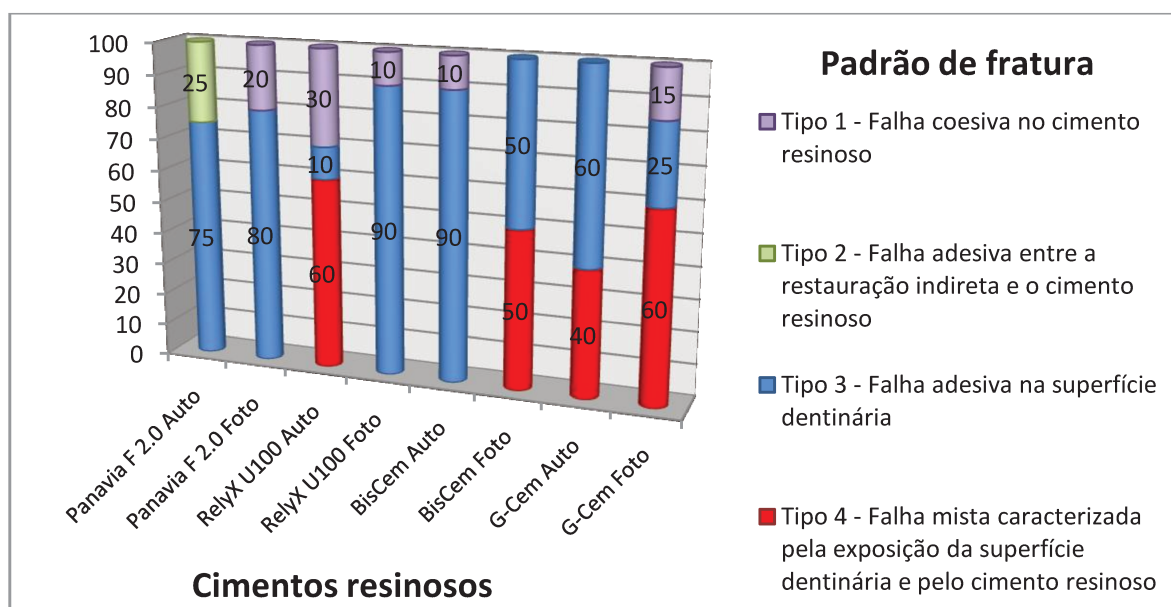


Figura 13 - Distribuição qualitativa do padrão de fratura dos grupos experimentais. Cimento resinoso seguido por Auto ou Foto representa o grupo quimicamente ativado ou de dupla polimerização, respectivamente.

Em síntese, a observação do padrão de fratura mostrou predominância de falha adesiva na superfície dentinária e no cimento resinoso. As falhas mistas envolvendo fraturas adesivas e coesivas no cimento resinoso apresentaram menor frequência, seguindo-se as falhas coesivas no cimento resinoso. Por último, e apenas para o cimento resinoso Panavia F 2.0, quando quimicamente ativado, foi observada falha adesiva entre a restauração indireta e o cimento resinoso.

Analisando separadamente cada cimento resinoso, observa-se que a fotoativação reduziu a predominância de falhas Tipo 3 para os cimentos BisCem e G-Cem. Com isso, nota-se o aumento no número de falhas mistas para o BisCem e falhas mistas e coesiva no cimento resinoso para o G-Cem. Para o cimento RelyX Unicem quimicamente ativado, observa-se maior número de falhas mistas e coesivas no cimento resinoso, enquanto realizado a dupla polimerização tem-se predominância de falha Tipo 3. Em relação ao modo de ativação, tanto o Panavia F 2.0 quimicamente ativado e de dupla polimerização apresentaram maior frequência de falhas Tipo 3.

A Figura 14 ilustra o padrão de fratura Tipo 1 (G-Cem), enquanto a Figura 15 apresenta o Tipo 2 (Panavia F 2.0). O padrão de fratura Tipo 3 está representado na Figura 16 para o cimento resinoso autoadesivo BisCem e, na Figura 17, para o cimento resinoso Panavia F 2.0. Na Figura 18 (RelyX U100), observa-se falha mista envolvendo a superfície dentinária e falha coesiva no cimento resinoso.

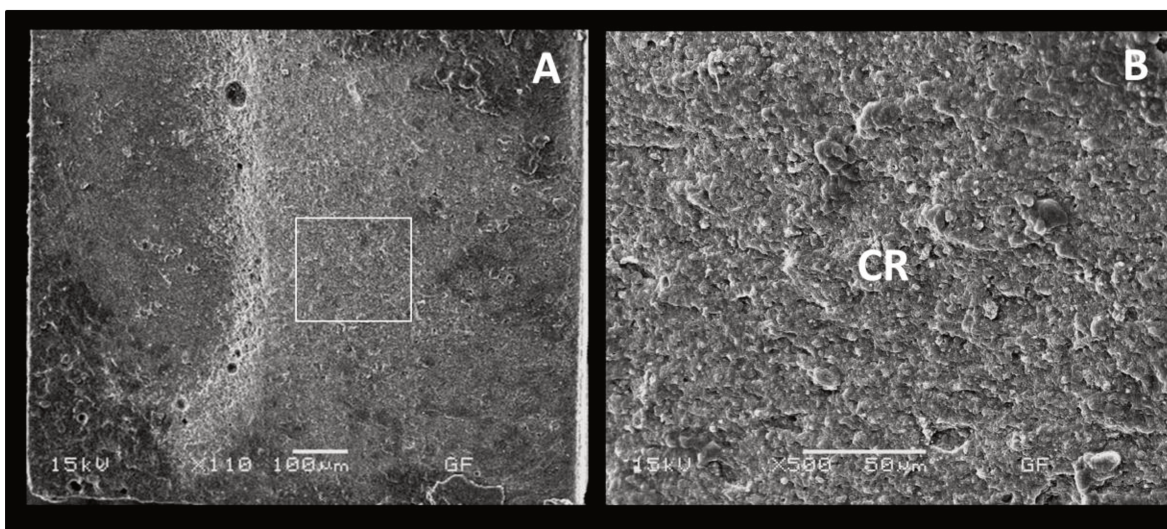


Figura 14 - (A) Fotomicrografia caracterizando falha Tipo 1, demonstrando falha coesiva e presença de bolhas no cimento resinoso G-Cem quando fotoativado (110X). (B) Fotomicrografia em maior aumento da região delimitada em A (500X). (CR – Cimento Resinoso).

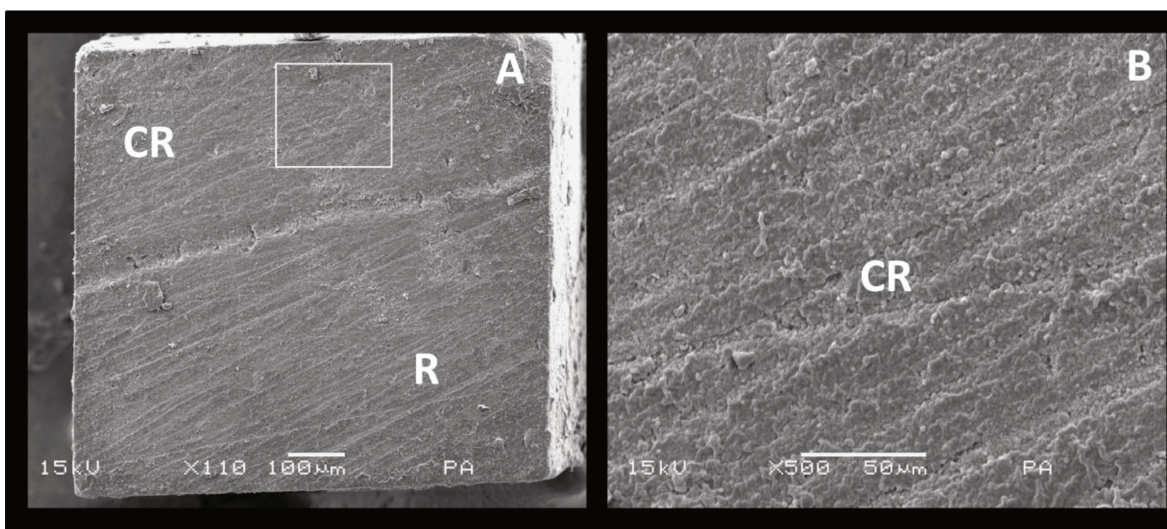


Figura 15 - (A) Fotomicrografia representativa da falha Tipo 2, caracterizada pela fratura adesiva entre a restauração indireta e o cimento resinoso Panavia F 2.0 quando somente ativado quimicamente (110X). (B) Fotomicrografia em maior aumento da região delimitada em A, mostrando a superfície do cimento resinoso (500X). (CR – Cimento Resinoso; R – Restauração Indireta).

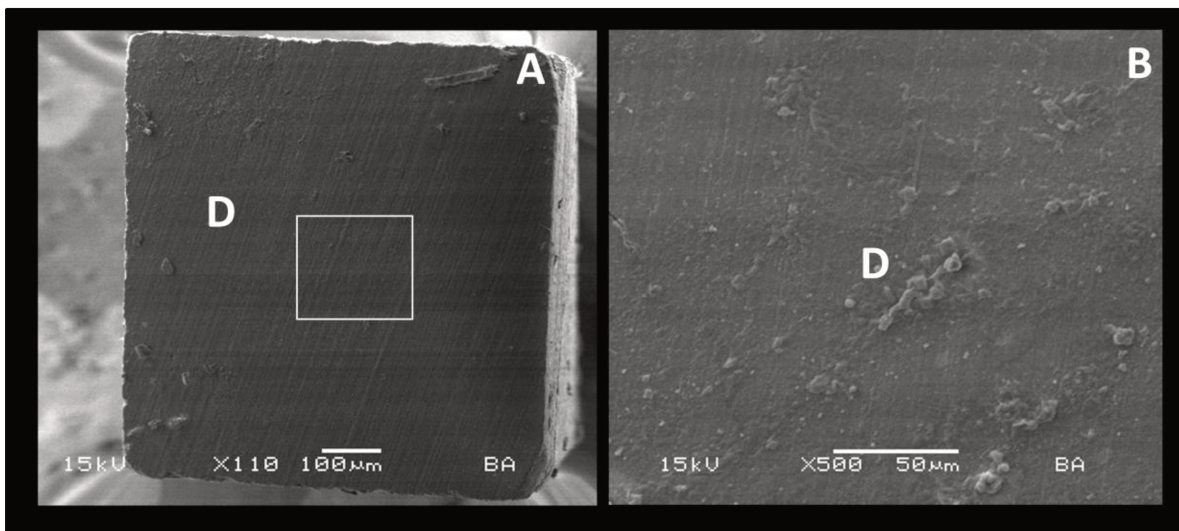


Figura 16 - (A) Fotomicrografia demonstrando falha Tipo 3, apresentada pelo cimento resinoso autoadesivo BisGem (110X). (B) Fotomicrografia em maior aumento da região delimitada em A, mostrando a superfície dentinária (500X). (D – Dentina).

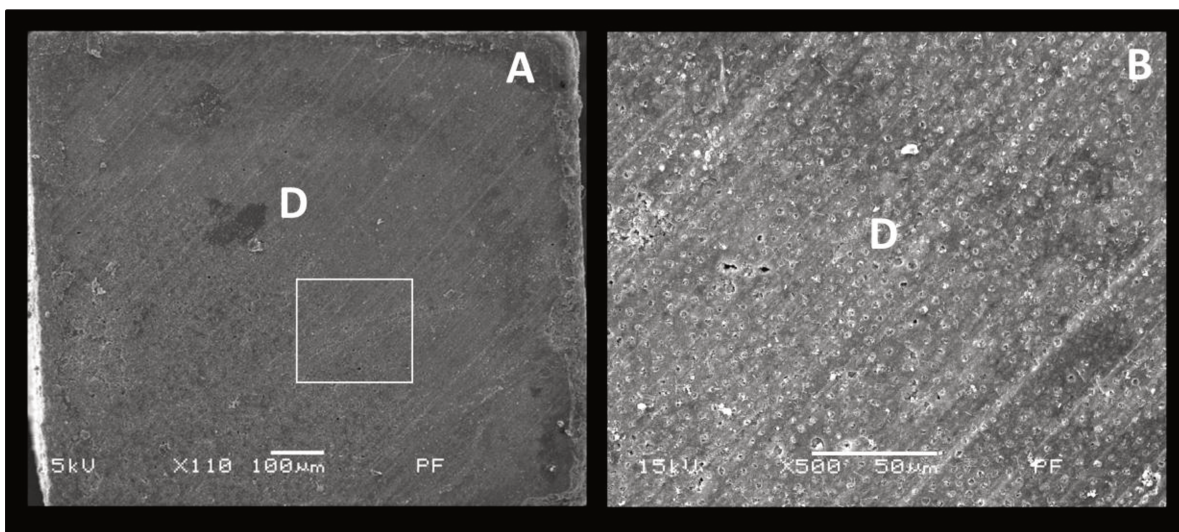


Figura 17 - (A) Fotomicrografia evidenciando falha Tipo 3, apresentada pelo cimento resinoso convencional Panavia F 2.0 (110X). (B) Fotomicrografia em maior aumento da região delimitada em A, demonstrando a superfície dentinária e túbulos dentinários abertos (500X). (D – Dentina).

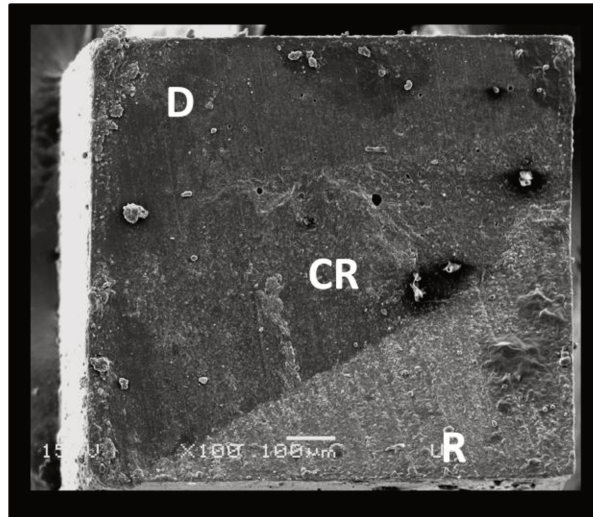


Figura 18 - Fotomicrografia registrando falha Tipo 4, sendo caracterizada por uma falha mista envolvendo a superfície dentinária e o cimento resinoso RelyX U100 quando somente ativado quimicamente (110X). (D – Dentina; CR – Cimento Resinoso; R- Restauração).

6 DISCUSSÃO

A técnica adesiva para fixação de restaurações indiretas utilizando cimentos resinosos autoadesivos dispensa o pré-tratamento do tecido dental, possibilitando reduzir a sensibilidade inerente à técnica, quando comparado ao uso dos cimentos resinosos convencionais, principalmente no que se refere ao controle da umidade previamente à aplicação do sistema adesivo (De Munck *et al.*, 2004; Abo-Hamar *et al.*, 2005; Yang *et al.*, 2006; Goracci *et al.*, 2006; Piwowarczyk *et al.*, 2007; Han *et al.*, 2007). Outra vantagem destes sistemas está relacionada à apresentação comercial em cápsulas pré-dosadas (G-Cem e o RelyX Unicem), *clickers* (RelyX U100) e seringas de auto-mistura (BisCem) que, além de facilitar a manipulação, pode evitar a dosagem incorreta dos componentes, não comprometendo o seu desempenho clínico.

O presente estudo *in vitro* teve como objetivo avaliar a influência do modo de polimerização (dupla polimerização e ativação química) para os cimentos resinosos autoadesivos em relação ao grau de conversão, resistência flexural biaxial e resistência de união. Trabalhos têm destacado a importância do uso de materiais de dupla polimerização nas situações clínicas em que a luz do aparelho de fotoativação não alcança completamente todas as regiões do preparo cavitário, como na região apical do canal radicular, durante a cimentação adesiva de pinos, e nas áreas profundas e internas dos preparos para restaurações adesivas indiretas (Braga *et al.*, 1999, Hofmann *et al.*, 2001, Pfeifer *et al.*, 2003; Piwowarczyk *et al.*, 2007, Arrais *et al.*, 2007). Nessa abordagem, ressalta-se a importância da reação química em complementar a fotoativação para os cimentos resinosos de dupla polimerização, e torna-se fundamental o estudo do comportamento dos novos cimentos resinosos autoadesivos quanto ao modo de polimerização.

6.1 Grau de conversão

O estudo do grau de conversão permitiu verificar que a fotoativação promoveu significativa redução das ligações duplas de carbono não reagidas para os cimentos resinosos, com exceção do cimento resinoso Panavia F 2.0. A importância da fotoativação no grau de conversão dos cimentos resinosos tem sido relatada em alguns estudos (Rueggberg & Caughman, 1993; Kumbuloglu *et al.*, 2004; Arrais *et al.*, 2008). Entretanto, este trabalho não demonstrou diferença estatística entre o modo de polimerização para o cimento Panavia F 2.0, apresentando valores elevados (78% e 71,6%), quando comparado ao estudo realizado por Kumbuloglu *et al.* (2004). Estes autores obtiveram valores médios, após 15 minutos de avaliação, em torno de 65% e 57%, quando fotoativado e quimicamente ativado, respectivamente. Segundo o fabricante (Kuraray Medical Inc.), o ED Primer inicia o mecanismo de ativação química uma vez que tanto o *Primer A*, quanto o *Primer B*, apresentam o dietanol-*p*-toluidina, que promove o aumento na concentração de aminas e, conseqüentemente, a formação da rede polimérica. Além disso, a presença do sal sulfinato de sódio benzênico no *Primer B* promove reação com os monômeros ácidos, permitindo que a polimerização ocorra mesmo na ausência de luz (De Menezes *et al.*, 2006).

Outro importante dado observado foi o aumento progressivo do grau de conversão em função do tempo (5, 10 e 15 minutos) para todos os cimentos, com exceção do cimento resinoso BisCem, quando quimicamente ativado. Este cimento apresentou maior grau de conversão após 15 minutos, entretanto, quando quimicamente ativado não foi observado diferença estatisticamente entre os períodos de 5 e 10 minutos, o que sugere a necessidade de maior tempo para ocorrer a reação química de polimerização do cimento BisCem. Muitos fabricantes recomendam aguardar 5 minutos após a manipulação do cimento para realizar os ajustes oclusais, acabamento e polimento. Entretanto, a avaliação do grau de conversão dos cimentos resinosos, após 10 minutos, tem demonstrado considerável aumento no grau de conversão (Arrais *et al.*, 2008), sendo descrito

na literatura como semelhante à polimerização observada após 24 horas (Rueggeberg & Caughman, 1993). No presente trabalho, o tempo de 15 minutos demonstrou o aumento do grau de conversão para todos os cimentos testados. Nesse sentido, pode-se sugerir o aumento do tempo que antecede o ajuste oclusal e remoção de excessos (Arrais *et al.*, 2008), visando ao aumento progressivo do grau de conversão e, conseqüentemente, obtenção de melhores propriedades mecânicas como resistência à flexão, módulo de elasticidade e resistência à compressão (Kumbuloglu *et al.*, 2004; Saskauskaitė *et al.*, 2007).

Para o cimento resinoso autoadesivo G-Cem, não foi possível realizar o cálculo do grau de conversão a partir do anel aromático de carbono (1608 cm^{-1}), como demonstrado na Figura 9. Sabe-se que a presença do pico referente ao anel aromático de carbono (banda 1608 cm^{-1}) no espectro FTIR é uma importante referência para o cálculo da porcentagem de ligações duplas remanescentes de carbono após polimerização (Ferracane & Greener, 1984). Segundo o fabricante, o cimento resinoso autoadesivo G-Cem apresenta em sua composição os monômeros UDMA (1,5 a 3%) e 4-META (6-10%). As análises dos espectros de FTIR demonstraram existir a sobreposição do pico referente às ligações duplas alifáticas de carbono sobre o pico referente às ligações aromáticas de carbono, dificultando a mensuração da altura deste último. Tal achado pode ser atribuído à baixa quantidade de ligações duplas aromáticas de carbono no produto, uma vez que as mesmas são encontradas apenas no monômero 4-META (Van Landuyt *et al.*, 2007) e por este motivo, torna-se necessário utilizar outro padrão interno como referência (banda 1712 cm^{-1} , referente às ligações C=O) (Moin Jan *et al.*, 2000). Assim, novos trabalhos devem ser realizados para se estabelecer o padrão adequado para a análise do grau de conversão do cimento resinoso G-Cem.

Em relação à metodologia empregada, o estudo foi realizado em temperatura ambiente ($\pm 24^\circ$), o que pode ter interferido na velocidade da reação de polimerização, gerando resultados inferiores quando comparada à temperatura bucal ($\pm 37^\circ$). Além disso, os cimentos resinosos autoadesivos apresentam reação ácido-base com as partículas de vidro, semelhantes aos cimentos de ionômero de

vidro, precisando de maior tempo para produzir uma matriz com maior conversão monomérica (Kumbuloglu *et al.*, 2004). Nesse sentido, o período de 15 minutos, aplicado neste estudo, pode não ter sido suficiente para promover a máxima formação da rede polimérica. Outra limitação pode ser relacionada à aplicação do aparelho de fotopolimerização diretamente sobre os corpos-de-prova, o quê, clinicamente, não é possível.

6.2 Resistência Flexural Biaxial

A avaliação da resistência flexural biaxial permitiu avaliar duas importantes propriedades mecânicas: o módulo de flexão e a resistência à flexão. Na avaliação da resistência flexural biaxial, a fotoativação promoveu o aumento do módulo de flexão e da resistência à flexão para todos os cimentos avaliados. Concordando com os resultados, Attar *et al.* (2003) e Saskauskaitė *et al.* (2007) observaram o aumento da resistência à flexão e da capacidade de resistir à deformação plástica quando os cimentos foram duplamente ativados. Neste estudo, os cimentos não fotoativados mostraram redução na resistência à flexão de cerca de 7,5% para o Panavia F 2.0; 10,6% para o G-Cem; 15,3% para o RelyX Unicem e 7,6% para o BisCem, enquanto para o módulo de flexão, tem-se valores inferiores de, aproximadamente, 8,2% para o Panavia; 15,5% para o G-Cem; 13,3% para o RelyX Unicem e 21,3% para o BisCem.

Para Attar *et al.*, em 2003, a redução da resistência à flexão, quando os cimentos de dupla polimerização não são fotoativados, implica na redução das propriedades mecânicas, estando associado à menor conversão dos monômeros resinosos. Concordando com o exposto, este trabalho demonstra o aumento do grau de conversão e da resistência flexural biaxial quando os cimentos são fotoativados. Diante disso, a fotoativação para os cimentos resinosos autoadesivos de dupla polimerização deve ser realizada objetivando superior conversão monomérica e comportamento mecânico.

Na análise da resistência à flexão, todos os cimentos resinosos apresentaram médias estatisticamente distintas: o cimento resinoso Panavia F 2.0 obteve os maiores valores médios (110,5 MPa para dupla polimerização e 102,1 MPa para ativação química), seguido pelo G-Cem (76,8 MPa e 68,6 MPa), RelyX Unicem (69,6 MPa e 58,9 MPa) e, por último, o BisCem (53,8 MPa e 50,2 MPa).

Para o cimento resinoso Panavia F 2.0 fotoativado, a resistência à flexão (110,5 MPa) foi diferente do trabalho realizado por Kumbuloglu *et al.* (2004) (72 MPa). Estes distintos resultados podem estar relacionados à aplicação do ED *Primer* previamente ao uso do Panavia F neste estudo. A avaliação do módulo de flexão demonstrou menor média para o cimento resinoso BisCem quando fotoativado (5,2 GPa) e ativado quimicamente (4,0 GPa); enquanto os outros cimentos analisados não diferiram estatisticamente entre si.

Para o ensaio de resistência flexural de três-pontos, o RelyX Unicem, quando quimicamente ativado, apresentou 70,2 MPa e, quando fotoativado, 99,4 MPa (Saskauskaitė *et al.*, 2007). No presente estudo tem-se para o RelyX Unicem: resistência à flexão quando quimicamente ativado de 58,9 MPa e quando fotoativado 69,65 MPa. As diferenças nas médias encontradas entre os estudos podem estar associadas às diferenças nas metodologias empregadas. Uma consideração importante, quanto à limitação desse estudo, está relacionada à forma de armazenamento dos corpos-de-prova. Os espécimes quimicamente ativados foram armazenados em recipiente escuro enquanto, os grupos duplamente polimerizados foram expostos a luz ambiente, o que pode ter fotoativados.

De acordo com Han *et al.* (2007), as propriedades mecânicas dos compósitos dentais dependem da concentração e do tamanho das partículas da carga. Pouco ainda se sabe sobre estas características para os cimentos resinosos autoadesivos; entretanto, o referido autor constatou que o percentual de carga para o G-Cem (60,7%) foi inferior ao RelyX Unicem (70,6%), o que sugere melhor comportamento mecânico para o RelyX Unicem em relação ao G-Cem. Discordando do exposto, foi observado melhor desempenho do G-Cem quanto à

resistência à flexão, diferindo estaticamente do RelyX Unicem. Entretanto, quanto ao módulo de flexão foi observado desempenho semelhante entre estes materiais.

6.3 Resistência de União e Padrão de Fratura

Considerando as metodologias empregadas, o ensaio de Microtração avaliou o comportamento de união dos cimentos resinosos autoadesivos ao tecido dentinário. Além disso, o estudo buscou simular uma importante condição clínica representada pela presença ou ausência da fotoativação durante a cimentação adesiva de restaurações indiretas, caracterizando o mecanismo de ativação química ou o de dupla polimerização do cimento resinoso.

Apesar das vantagens atribuídas aos cimentos autoadesivos, ficou evidente que os cimentos autoadesivos analisados não demonstraram elevados valores de resistência de união em dentina, quando comparados ao cimento resinoso Panavia F 2.0. Entretanto, para os cimentos resinosos de dupla polimerização testados, destaca-se que a foto-ativação gerou médias superiores e estatisticamente diferentes de resistência de união para o cimento resinoso Panavia F 2.0 e para o autoadesivo G-Cem. Os cimentos RelyX Unicem e o BisCem não foram influenciados pelo modo de polimerização; entretanto, o RelyX Unicem quimicamente ativado apresentou valores intermediários entre o Panavia F 2.0 e o G-Cem. O BisCem apresentou a menor média em MPa, semelhante estatisticamente ao G-Cem. Autores relatam que elevados valores de resistência de união podem estar associados ao maior grau de conversão dos monômeros em polímeros (Arrais *et al.*, 2007; Arrais *et al.*, 2008); contudo, foi evidenciado que nem todos os cimentos fotoativados mostraram elevados valores de resistência de união, como pode ser observado na Tabela 8.

Monticelli *et al.*, em 2008, avaliaram a capacidade de difusão/descalcificação na interface de união em dentina de alguns cimentos,

entre os quais estavam presentes: Panavia F 2.0, RelyX Unicem, G-Cem e o BisCem. Os autores observaram que cimentos resinosos convencionas, os quais e preconizam o uso do sistema adesivo como o Calibra (Dentsply), apresentam tags de resina na camada híbrida e distinta área de colágeno exposto na interface de união. No entanto, mínima desmineralização e infiltração em dentina, assim como, a presença de estreita faixa de colágeno foram identificadas por Monticelli *et al.* (2008) para o cimento resinoso Panavia F 2.0. Este cimento, quando fotoativado, apresentou valores de resistência de união semelhantes a outros estudos como o De Munck *et al.* (2004) (17,5 MPa), De Menezes *et al.* (2006) (16,8 MPa), Cantoro *et al.* (2008) (13,9 MPa) e Holderegger *et al.* (2008)(14,9 MPa). Para o Panavia F 2.0, a presença do monômero 10-MDP garante uma forte união química com o cálcio presente na estrutura dental, além da existência de grupos hidrofílicos ácidos que promovem a desmineralização no tecido dental (Yoshida *et al.*, 2004). Entretanto, este material, quando não fotoativado, promoveu redução de cerca de 30% na resistência de união.

Na interface cimento autoadesivo e tecido dentinário não foi observado áreas de colágeno exposto, assim como, formação da zona de interdifusão resina/dentina e nem *tags* de resina; entretanto, nota-se íntimo contato cimento/dentina (Monticelli *et al.*, 2008). O cimento resinoso G-Cem apresentou comportamento semelhante ao Panavia F 2.0 quando fotoativados quanto à resistência de união. As características adesivas do cimento resinoso G-Cem estão associadas, principalmente, à presença do éster de ácido fosfórico e do monômero resinoso 4-META. O primeiro provoca desmineralização no tecido dental, enquanto, o monômero 4-META, ao reagir com água, promove uma reação de hidrólise formando o composto 4-MET. Este apresenta união iônica com o cálcio presente no tecido dental, gerando união estável; entretanto, menos intensa quando comparado ao monômero 10-MDP presente no Panavia F 2.0 (Yoshida *et al.*, 2004). Além disso, as características hidrofílicas do G-Cem favorecem a infiltração nos túbulos dentinários.

De acordo com o fabricante, o G-Cem é um cimento híbrido, pois apresenta componentes dos cimentos resinosos e também dos cimentos de ionômero de vidro. O pó deste cimento resinoso é composto por vidros de flúor-alumínio-silicato, semelhante aos cimentos de ionômeros de vidro, enquanto o líquido é composto por água, dimetacrilatos, 4-META, assim como, por monômeros resinosos ácidos funcionais (éster de ácido fosfórico). A reação entre os componentes permite a formação de um gel de sílica hidratado ao redor das partículas de vidro, promovendo rápida maturação, maior estabilidade da matriz, menor expansão e sorção de água. Mazzitelli *et al.* (2008) ressaltaram a presença do mecanismo químico de união; porém, a retenção micromecânica promovida pelos monômeros resinosos deve ser considerada importante, uma vez que a fotoativação permitiu o aumento de cerca de 70%, quando comparada ao mesmo cimento apenas quimicamente ativado.

O fabricante do cimento resinoso BisCem relata união química deste cimento com a dentina e a presença de grupos fosfóricos que promovem união micromecânica ao tecido dental; entretanto, baixos valores de resistência de união foram observados para o grupo de dupla polimerização (5,0 MPa) e quando quimicamente ativado (4,5 MPa). Durante o preparo dos corpos-de-prova para o ensaio de resistência de união houve perda de alguns palitos devido à fraca união promovida por este cimento à dentina. Mesmo assim, foi possível realizar o teste e obter “palitos” dos dentes restaurados. Outros trabalhos relatam a perda prematura dos corpos-de-prova do cimento BisCem (Monticelli *et al.*, 2008; Mazzitelli *et al.*, 2008), sugerindo uma fraca união ao tecido dental.

Os cimentos resinosos autoadesivos apresentam baixo pH imediatamente após a manipulação (Monticelli *et al.*, 2008), o que promove desmineralização do esmalte e da dentina. Contudo, tem sido especulado que a manutenção deste pH por tempo prolongado pode influenciar negativamente a adesão (Han *et al.*, 2007). Nesse sentido, o aumento do pH durante a reação de presa do cimento autoadesivo é desejável. Han *et al.* (2007), observaram valores de pH, após 20 segundos, de 2,0 e 5,0 para o G-Cem e RelyX Unicem; após 90

segundos, notou-se pH de 1,8 e 2,8, respectivamente. Após 48 horas, observou-se pH de 3,6 para o G-Cem e 7,0 para o RelyX Unicem. O comportamento inicial mais ácido para o G-Cem (pH 2,0), quando comparado ao RelyX Unicem (pH 5,0), pode ser responsável pela maior capacidade de modificar a *smear layer* e, conseqüentemente, melhor embricamento micromecânico para o G-Cem como observado neste estudo.

A limitada capacidade de difusão tem sido associada à alta viscosidade dos cimentos autoadesivos (De Munck *et al.*, 2004) e à neutralização dos efeitos ácidos devido à liberação de água durante a reação de presa. Entretanto, melhor embricamento mecânico e adaptação às margens dos preparos tem sido obtido para o sistema RelyX Unicem, quando exercida pressão durante a cimentação e quando esta força é mantida durante a reação química inicial (De Munck *et al.*, 2004; Goracci *et al.*, 2006). Segundo os autores, a pressão pode ter influenciado positivamente o molhamento do cimento resinoso, aumentando o contato deste cimento de alta viscosidade com as superfícies do preparo. Neste estudo, a aplicação de carga constante, durante 5 minutos, buscou padronizar a técnica de cimentação indireta, como realizado em outros trabalhos (De Menezes *et al.*, 2006, Arrais *et al.*, 2007). Para o cimento resinoso RelyX Unicem, os valores de resistência de união encontrados neste estudo (7,8 MPa e 7,3 MPa) são similares aos resultados descritos na literatura: Piwowarczyk *et al.* (2007) (6,2 MPa); Yang *et al.* (2006) (8,2 MPa); Goracci *et al.* (2006) (6,8 MPa) e Holderegger *et al.* (2008) (9,2 MPa). Pequenas variações entre os resultados dos estudos estão associadas às diferenças nas metodologias utilizadas.

Outro fator importante que deve ser considerado está relacionado ao pré-tratamento da restauração indireta. O jateamento da restauração indireta em resina, com partículas de óxido de alumínio 50 µm, torna a superfície irregular, aumentando a retenção mecânica (Soares *et al.*, 2004), enquanto o silano, é uma molécula bifuncional que promove união química entre as partículas inorgânicas do compósito e a matriz orgânica do cimento resinoso (Lin *et al.*, 2000). Diante do exposto, almejando melhor comportamento de união entre o cimento

resinoso/peça protética e visando padronizar a técnica de cimentação, foi utilizado o silano Monobond-S (Ivoclar/Vivadent) após o jateamento com óxido de alumínio, para todos os grupos deste estudo.

Nas observações em Microscopia Eletrônica de Varredura, nota-se predominância de falhas adesivas entre a dentina e o cimento resinoso, com exceção do cimento RelyX Unicem quimicamente ativado e do G-Cem duplamente polimerizado, principalmente quando o cimento não foi fotoativado. Estes dados podem estar relacionados à limitada capacidade de difusão (De Munck *et al.*, 2004) e/ou pela ausência da formação da camada híbrida (Monticelli *et al.*, 2008), o que é decorrente de baixa interação de união entre os sistemas de cimentação e o tecido dental. Os valores de união podem ser considerados baixos quando comparados com os valores de resistência de união observados entre sistemas adesivos/restaurações diretas, resultando em maior frequência de falhas adesivas. Além disso, a presença de falhas coesivas pode estar associada ao baixo grau de conversão desenvolvido pelos cimentos resinosos, principalmente, para o RelyX Unicem quando somente ativado quimicamente.

Os cimentos resinosos autoadesivos são materiais relativamente novos e informações detalhadas sobre sua composição como os componentes responsáveis pela reação química e propriedades adesivas ainda são escassas, o que dificulta uma melhor análise do mecanismo de polimerização para alguns sistemas.

7 CONCLUSÕES

O emprego dos cimentos resinosos de dupla polimerização quando fotoativados permitiu maior conversão dos monômeros. Com isso, observou-se melhor comportamento mecânico e maior resistência de união para alguns sistemas. Variações individuais foram constatadas e podem estar associadas à composição química destes materiais. Para cada metodologia empregada neste estudo podemos concluir que:

- 1.0 Para o grau de conversão, nota-se que o aumento na conversão monomérica quando os cimentos resinosos analisados foram duplamente polimerizados e após o período de 15 minutos;
- 2.0 No teste de resistência flexural biaxial, a fotoativação aumentou os valores médios do módulo de flexão e da resistência à flexão para todos os materiais testados, sendo que o cimento resinoso autoadesivo BisCem apresentou os menores valores médios para ambas propriedades estudadas;
- 3.0 A avaliação da resistência de união em dentina foi considerada material dependente. Os cimentos resinosos Panavia F 2.0 e G-Cem, quando duplamente polimerizados, apresentaram valores superiores; enquanto, os cimentos RelyX Unicem e o BisCem demonstraram comportamento semelhante quando fotoativados.

REFERÊNCIAS¹

Abo-Hamar SE, Hiller KA, Jung H, Federlin M, Friedl KH, Schmalz G. Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. Clin Oral Invest. 2005; 9(3): 161-7.

Anusavice KJ. Phillip`s Science of Dental Materials. 11. Ed. St. Louis: Saunder Elsevier; 2003.

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

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

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

Banks, RG. Conservative posterior ceramic restorations: a literature review. J Prosthet Dent. 1990; 63(6): 619-26.

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.

¹ De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseadas na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

Bottenberg P, Bultmann C, Graber HG. Distribution of fluoride in the oral cavity after application of a bioadhesive fluoride-releasing tablet. *J Dent Res.* 1998; 77(1): 68-72.

Braga RR, Ballester RY, Carrilho MRO. Pilot study on the early shear strength of porcelain-dentin bonding using dual-cure cements. *J Prosthet Dent.* 1999; 81(3):285-9.

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

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

Cantoro A, Goracci C, Papacchini F, Mazzitelli C, Fadda GM, Ferrari M. Effect of pre-cure temperature on the bonding potential of self-etch and self-adhesive resin cements. *Dent Mater.* 2008; 24(5): 577-83.

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

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

De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater.* 2004; 20(10): 963-71.

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.

Fabianelli A, Goracci C, Bertelli E, Monticelli F, Grandini S, Ferrari M. In vitro evaluation of wall-to-wall adaptation of a self-adhesive resin cement used for luting gold and ceramic inlays. *J Adhes Dent*. 2005; 7(1): 33-40.

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

Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res*. 1986; 20(1): 121-31.

Francescantonio M, Aguiar TR, Araújo CTP, Paullilo LAMS, Giannini M, Marchi GM, *et al*. Bond strength evaluation of different adhesive systems with fillers to enamel and dentin. *Rev Odontol UNESP* 2008; 37:171-6.

Frankenberger R, Krämer N, Petschelt A. Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent*. 2000; 25 (4): 324-30.

Furukawa K, Inai N, Tagami J. The effect of luting resin bond to dentin on the strength of dentin supported by indirect resin composite. *Dent Mater*. 2002; 18(2): 136-42.

Giannini M, Arrais CA, Vermelho PM, Reis RS, dos Santos LP, Leite ER. Effects of the solvent evaporation technique on the degree of conversion of one-bottle adhesive systems. *Oper Dent*. 2008; 33(2):149-54.

Goracci C, Cury AH, Cantoro A, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M. Microtensile bond strength and interfacial properties of self-etching and self-adhesive resin cements used to lute composite onlays under different seating forces. *J Adhes Dent.* 2006; 8(5):327-35.

Habekost LV, Camacho GB, Demarco FF, Powers JM. Tensile bond strength and flexural modulus of resin cements — influence on the fracture resistance of teeth restored with ceramic inlays. *Oper Dent.* 2007; 32(5): 488-95.

Han L, Okamoto A, Fukushima M, Okiji T. Evaluation of physical properties and surface degradation of self-adhesive resin cements. *Dent Mater J.* 2007; 26(6); 906-14.

Harashima I, Namota T, Hirasawa T. Degree of conversion of dual-cured composite luting cements. *Dent Mater J.* 1991; 10(1): 8-17.

Harvey W, Le Brocq LF, Rakowski L. The acidity of dental cements. *Br Dent J.* 1994; 77(3): 61-9.

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

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

Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B. Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil.* 2001; 28(11): 1022-8.

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

Hotz P, McLean JW, Sced I, Wilson AD. The bonding of glass ionomer cements to metal and tooth substrates. *Br Dent J.* 1977; 142 (2): 41-7.

Ibarra G, Johnson G, Geurtsen W, Vargas MA. Microleakage of porcelain veneer restorations bonded to enamel and dentin with a new self-adhesive resin-based dental cement. *Dent Mater.* 2007; 23(2): 218-25.

Komine F, Tomic M, Gerds T, Strub JR. Influence of different adhesive resin cements on the fracture strength of aluminum oxide ceramic posterior crowns. *J Prosthet Dent.* 2004; 92(4):359-64.

Kumbuloglu O, Lassila LVJ, 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.

Kydd WL, Nicholls JI, Harrington G, Freeman M. Marginal leakage of cast gold crowns luted with zinc phosphate cement: an in vivo study. *J Prosthet Dent.* 1996; 75(1): 9-13.

Li ZC, White SN. Mechanical proprieties of dental luting cements. *J Prosthetic Dent.* 1999; 81(5): 597-609.

Lin CT, Lee SY, Keh ES, Dong DR, Huang HM, Shih YH. Influence of silanization and filler fraction on aged dental composites. *J Oral Rehabil.* 2000; 27: 919-26.

Luz MA, Arana-Chavez VE, Netto NG. Scanning electron microscopy examination of 3 different adhesive systems. *Quintessence Int.* 2005; 36(9): 687-94.

Marshall GW, Marshal SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate structure and properties related to bonding. *J Dent.* 1997; 25: 441-58.

Mazzitelli C, Monticelli F, Osorio R, Casucci A, Toledano M, Ferrari M. Effect of simulated pulpal pressure on self-adhesive cements bonding to dentin. *Dent Mater.* 2008; 24(9): 1156–63.

Metz JE, Brackett WW. Performance of a glass ionomer luting cement over 8 years in a general practice. *J Prosthet Dent.* 1994; 71(1): 13-5.

Moin Jan C, Nomura Y, Urabe H, Okazaki M, Shintani H. The relationship between leachability of polymerization initiator and degree of conversion of visible light-cured resin. *J Biomed Mater Res.* 2001; 58(1): 42-6.

Monticelli F, Osorio R, Mazzitelli M, Ferrari M, Toledano M. Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements. *J Dent Res.* 2008; 87(10): 974-9.

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

Pashley DH. Dentin: a dynamic substrate in dentistry. *Scan Microsc.* 1989; 3(1): 161-76.

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

Pegoraro TA, Silva NRFA, Carvalho RM. Cements for Use in Esthetic Dentistry. *Dent Clin North Am.* 2007; 51(2): 453–71.

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.

Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneer: a review of the literature. *J. Dent.* 2000; 28(3): 163-77.

Pfeifer C, Shih D, Braga RR. Compatibility of dental adhesives and dual-cure cements. *Am J Dent.* 2003; 16(4): 235-8.

Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent.* 2004; 92(3): 265-73.

Piwowarczyk A, Bender R, Ottl P, Lauer HC. Long-term bond between dual-polymerizing cementing agents and human hard dental tissue. *Dent Mater.* 2007; 23(2): 211-7.

Reis AF, Oliveira MT, Giannini M, De Goes MF, Rueggeberg FA. The effect of organic solvents on one-bottle adhesives' bond strength to enamel and dentin. *Oper Dent.* 2003; 28(6):700-6.

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

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

Ruyter IE, Svendsen AS. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. *Acta Odontol Scand*. 1978; 36 (2): 75-82.

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

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciuchhi B, Carvalho RM *et al*. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a microtensile bond test. *Dent Mater*. 1994; 10(4): 236-40.

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

Shimada Y, Harnirattisai C, Inokoshi S, Burrow MF, Takatsu T. In vivo adhesive interface between resin and dentin. *Oper Dent*. 1995; 20(5): 204-10.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 1999; 78(2): 699-705

Smith, DC. A new dental cement. *Br Dent J*. 1968; 125 (5): 381-4.

Soares CJ, Giannini M, Oliveira MT, Paulillo LAMS, Martins LRM. Effect of surface treatments of laboratory-fabricated composites on the microtensile bond strength to a luting resin cement. *J Appl Oral Sci*. 2004; 12(1): 45-50.

Swift EJ Jr, Bayne SC. Shear bond strength of a new one-bottle dentin adhesive. *Am J Dent*. 1997; 10(4): 184-8.

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

Tay FR, Gwinnett Aj, Wei SH. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. *Dent Mater*, 1996; 12(4): 236-44.

Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater*. 2001; 17(4): 296-308.

Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RH, Itthagarum A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent*. 2002; 30(7-8): 371-82.

Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesives. *J Adhes Dent*. 2003; 5(1): 27-40.

Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM *et al*. Single bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I In vivo evidence. *J Dent*. 2004; 32(8): 611-21.

Tyas MJ. Milestones in adhesion: glass-ionomer cements. *J Adhes Dent*. 2003; 5(4); 259-66.

Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A *et al.* Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*. 2007; 28(26): 3757-85.

Wang Y, Spencer P, Yao X, Brenda B. Effect of solvent content on resin hybridization in wet dentin bonding. *J Biomed Mater Res A* 2007; 82(4): 975–83.

Walter R, Miguez PA, Pereira PNR. Microtensile bond strength of luting materials to coronal and root dentin. *J Esthet Restor Dent*. 2005; 17(3): 165-71.

Wilson AD, Kent BE. A new translucent cement for dentistr. *Br Dent J*. 1972; 132(4): 133-5.

Yang B, Ludwig K, Adelung R, Kern M. Micro-tensile bond strength of three luting resins to human regional dentin. *Dent Mater* 2006; 22(1):45-56.

Yap AUJ, Tan DTT, Goh BKC, Kuah HG, Goh M. Effect of food-simulating liquids on the flexural strength of composite and polyacid-modified composite restoratives. *Oper Dent*. 2000; 25(3): 202-8.

Yoshida K, Tanagawa M, Atsuta M. In-vitro solubility of three types of resin and conventional luting cements. *J Oral Rehabil*. 1998; 25(4): 285-91.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, *et al.* Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res*. 2004; 83(6): 454–8.

ANEXO 1 - Material, fabricante, composição e lotes utilizados no estudo.

Cimento Resinoso (Fabricante)	Composição (número de lote)
Panavia F 2.0 (Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japão)	ED <i>Primer</i> A: HEMA (30-50%), 10-MDP, 5-NMSA, n, n-dietanol-p-toluidina e água (00237A). ED <i>Primer</i> B: 5-NMSA, n, n-dietanol-p-toluidina, sal sulfonato de sódio benzênico e água (00115A). Pasta A: dimetacrilatos hidrófobos e hidrófilos, 10-MDP, sílica coloidal, sílica silanizada, canforoquinona, peróxido de benzoíla (00244A). Pasta B: dimetacrilatos hidrófobos e hidrófilos, vidro de bário silanizado, óxido de titânio silanizado, fluoreto de sódio, sílica coloidal, sal sulfonato de sódio benzênico 2,4,6 triisopropil, n, n-dietanol p-toluidina e pigmentos (00038B).
RelyX Unicem (3M ESPE, Seefeld, Alemanha)	Base: TEGDMA, fibra de vidro, ésteres de ácido fosfórico metacrilato, sílica tratada com silano, persulfato de sódio. Catalisador: dimetacrilato substituto, fibra de vidro, sílica tratada com silano, p-toluenosulfonato de sódio, hidróxido de cálcio (271448).
BisCem (Bisco Inc., Schuamburg, IL, EUA)	Bis (hidroxietil metacrilato) fosfato (base), TEGDMA, dimetacrilatos, partículas de vidro (0600010619).
G-Cem (GC Corp., Tóquio, Japão)	4-META, UDMA, ésteres de ácido fosfórico, vidro de alumino-silicato, pigmento, dimetacrilatos, água destilada, iniciador, canforoquinona (0702231).

Abreviações: HEMA: 2-hidroxietil metacrilato; 10-MDP: 10-Metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato; 5-NMSA: n-metacrilol-5 ácido-aminosalicílico; Bis-GMA: bisfenol-A-glicidil metacrilato; TEGDMA: trietilenoglicol dimetacrilato; UDMA: uretano dimetacrilato; 4-META: 4-metacriloxietil trimelitato anidro.

ANEXO 2 - Certificado do Comitê de Ética em Pesquisa da FOP – UNICAMP.

	COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS	
CERTIFICADO		
O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa "Avaliação das propriedades físico-químicas de cimentos resinosos auto-adesivos", protocolo nº 116/2007, dos pesquisadores MARCELO GIANNINI e THAIANE RODRIGUES AGUIAR, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde – Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 23/01/2008.		
The Ethics Committee in Research of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that the project "Physical and chemical properties of self-adhesive resin luting cement", register number 116/2007, of MARCELO GIANNINI and THAIANE RODRIGUES AGUIAR, comply with the recommendations of the National Health Council – Ministry of Health of Brazil for research in human subjects and therefore was approved by this committee at 23/01/2008.		
<i>Cynthia Pereira Machado Tabchoury</i> Prof. Cíntia Pereira Machado Tabchoury	<i>Jacks Jorge Júnior</i> Prof. Jacks Jorge Júnior	Coordenador CEP/FOP/UNICAMP
Nota: O título do protocolo aparece como fornecido pelos pesquisadores, sem qualquer edição. Notice: The title of the project appears as provided by the authors, without editing.		