

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA - MESTRADO
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: DENTÍSTICA RESTAURADORA**

ANTONIO SETSUO SAKAMOTO JUNIOR

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TRANSLUCIDEZ DAS CERÂMICAS SOBRE O
GRAU DE CONVERSÃO E MICRODUREZA DE UM CIMENTO RESINOSO DUAL**

**PONTA GROSSA
2012**

ANTONIO SETSUO SAKAMOTO JUNIOR

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TRANSLUCIDEZ DAS CERÂMICAS SOBRE O
GRAU DE CONVERSÃO E MICRODUREZA DE UM CIMENTO RESINOSO DUAL**

Dissertação apresentada como requisito para defesa da dissertação para obtenção do título de Mestre na Universidade Estadual de Ponta Grossa no curso de Mestrado em Odontologia - Área de concentração em Dentística Restauradora.

Orientador: Prof. Dr. João Carlos Gomes.

Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Osnara Maria Mongrue
Gomes.

**PONTA GROSSA
2012**

ANTONIO SETSUO SAKAMOTO JUNIOR

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TRANSLUCIDEZ DAS CERÂMICAS SOBRE O
GRAU DE CONVERSÃO E MICRODUREZA DE UM CIMENTO RESINOSO DUAL**

Dissertação apresentada para a obtenção do título de Mestre na Universidade Estadual de Ponta Grossa, no curso de Mestrado em Odontologia - Área de concentração em Dentística Restauradora.

Ponta Grossa, 24 de fevereiro de 2012.

Prof. Dr. João Carlos Gomes – Orientador
Universidade Estadual de Ponta Grossa

Profª. Dra. Osnara Maria Mongruel Gomes
Universidade Estadual de Ponta Grossa

Prof. Dr. César Augusto Galvão Arrais
Universidade de Guarulhos

AGRADECIMENTOS

Agradeço a **Deus** por todas as coisas maravilhosas que me foram concedidas. Por me guiar e dar confiança para não temer o desconhecido, sabedoria e perseverança para superar os obstáculos. Fico grato pelas pessoas abençoadas que Ele colocou em minha vida.

Aos meus pais, **Antonio S. Sakamoto** e **Fumiko Nanci Sakamoto**, por ter me ensinado os valores e crenças na qual possuo, pelos incentivos e apoio para eu alcançar meus objetivos. Igualmente agradeço às minhas irmãs **Suemi** e **Midori**, pois também foram responsáveis pela minha índole. Gostaria de me desculpar por ser um filho, irmão e tio ausente e de não expressar o grande amor e orgulho que sinto por vocês! Assim gostaria de dizer que sou eternamente grato a vocês, minha família. Amo vocês!

Me considero uma pessoa de sorte, por ter uma pessoa amada na minha vida, **Amanda Alberici**, na qual tenho orgulho e apreço, pela sua personalidade e caráter. Obrigado por ser compreensiva e paciente comigo, Te amo minha AMAnDA!

Ao meu orientador e reitor da Universidade Estadual de Ponta Grossa **prof. Dr. João Carlos Gomes**, exemplo de pessoa e profissional, pois mesmo com sua vida atarefada como reitor, é dedicado e preocupado com seus alunos. Obrigado pela oportunidade de realizar o curso de Mestrado e pela confiança e liberdade depositada em minha pessoa para o desenvolvimento e execução deste trabalho.

À minha co-orientadora e coordenadora do curso de Mestrado em Odontologia da UEPG, **prof^a. Dr^a. Osnara Maria Mongruel Gomes**, na qual admiro pela sua determinação, humildade e dedicação não só pelos seus orientados mas com todos seus “filhos” da grande família UEPG.

À Coordenação de Aperfeiçoamentos de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da bolsa de estudos.

Ao **prof. Dr. Gerson Kniphoff da Cruz**, responsável pelo Laboratório de Usinagem da UEPG, sempre prestativo e simpático, contribuiu no planejamento, aperfeiçoamento e execução da matriz utilizada no estudo.

Ao Laboratório de Prótese Studio Dental de Curitiba e aos colegas **Alexandre dos Santos, Iverson Neves e Darlos Soares Santos**, pela contribuição confeccionando os discos cerâmicos utilizados no trabalho.

Ao Laboratório Multi Usuário e laboratório de microscopia ótica do Departamento de Engenharia de Materiais, localizados no Centro Interdisciplinar de Pesquisa e Pós-Graduação (CIPP) da UEPG, pela utilização dos equipamentos para a execução deste trabalho.

Ao **Nilson Biagini Sabino, Luzia Chaves Simão e Éder Souza**, pela contribuição na realização deste trabalho, compartilhando seus conhecimentos e sempre dispostos à ajudar.

Ao **Luiz César Miranda de Lima Junior**, vulgo Vermelho, pela ajuda na execução do teste de microdureza.

À empresa Ivoclar Vivadent, pela doação dos materiais usados na pesquisa.

Ao **prof. Dr. Fábio André dos Santos**, pessoa brilhante e genial que admiro muito, obrigado pela atenção dispensada e explicações sobre estatística.

Aos **professores Dr. Alessandro Loguércio e Dr^a. Alessandra Reis**, pelo conhecimento adquirido nas conversas no estágio docente e clínica de dentística. Pessoas fantásticas na qual estimo muito.

Aos professores do curso de Mestrado em Odontologia da UEPG, **Abraham Lincoln Calixto, Benjamim de Melo Carvalho, Denise Stadler Wambier, Carlos Roberto Berger, Gislaine Denise Czlusniak, Elizabete Brasil**

dos Santos, Gibson Luiz Pilatti, Janaina Habib Jorge, Leide Mara Schmidt, Nara Hellen Campanha, Stella Kossatz Pereira, Ulisses Coelho, Vitoldo Antônio Kozlowski Júnior, pela contribuição na minha formação intelectual na pesquisa e na docência.

Ao **prof. Dr. Ronaldo Hirata**, meu mestre não só na Odontologia, mas também na vida. Obrigado pelos conselhos, ensinamentos e amizade. Espero algum dia poder retribuir tudo que tem feito por mim.

Aos professores **MSc. Sidney Kina** e **Dr. Oswaldo Scopin de Andrade**, que foram meus orientadores na graduação e especialização em dentística, respectivamente, obrigado pela amizade e pelo compartilhamento do conhecimento em prótese dental. O Kina foi um dos responsáveis para eu estar seguindo a carreira docente, pois uma frase que me disse ficou marcada “Dar curso é bom, conhece lugares e pessoas novas. Já ficar só clinicando, você fica que nem o consultório = quadrado”.

Aos amigos **Cristian Higashi** e **Jimmy Liu**, que considero como parceiros, irmãos, sempre à disposição para o quer der e vier. Espero cultivar esta amizade para sempre. Aos amigos da graduação, **Dalvim, Marcelo, Rafael** e demais. Aos amigos de cursos, **Márcio Seto, Cléber Machado**. Segundo Vinícius de Moraes “A gente não faz amigos, reconhece-os”.

Aos colegas de Mestrado, **Alessandra, Ana Cristina, Andrés Felipe, Bruna B, Bruna F, Elize, Fabiane, Felipe, John, Letícia, Ligia, Lucas, Luisa, Márcia, Máx, Reila, Rosana, Thays, Viviane, Wagner**, obrigado pela agradável convivência e amizade durante estes dois anos.

Aos **funcionários e técnicos** da UEPG, fico grato pela colaboração.

Enfim, gostaria agradecer a todos que colaboraram direta ou indiretamente na realização deste trabalho. Muito obrigado!

“Agir, eis a inteligência verdadeira. Serei o que quiser. Mas tenho que querer o que for. O êxito está em ter êxito, e não em ter condições de êxito. Condições de palácio tem qualquer terra larga, mas onde estará o palácio se não o fizerem ali?”

Fernando Pessoa

DADOS CURRICULARES

Antonio Setsuo Sakamoto Junior

NASCIMENTO 08.07.1983	São João do Ivaí, Paraná – Brasil
FILIAÇÃO	Fumiko Nanci Sakamoto Antonio Setsuo Sakamoto
2001 – 2005	Curso de Graduação Universidade Estadual de Maringá (UEM) – Maringá, PR – Brasil.
2005 – 2005	Aperfeiçoamento em Cefalometria Diagnóstico e Planejamento em Ortodontia. Centro Educacional Dental Press - Maringá, PR – Brasil.
2006 – 2006	Curso de Aperfeiçoamento em Odontologia Estética Avançada. Instituto Latino Americano de Pesquisa e Ensino Odontológico (ILAPEO). Curitiba, PR – Brasil.
2007 – 2009	Curso de Especialização em Dentística Restauradora. Centro de Estudos - Treinamento e Aperfeiçoamento em Odontologia (CETAO). São Paulo – SP – Brasil.
2010 – 2012	Curso de Pós-graduação em Odontologia. Área de Concentração em Dentística Restauradora. Nível Mestrado. Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG). Ponta Grossa, PR – Brasil.

RESUMO

Sakamoto Jr, AS. **Influência de diferentes translucidez das cerâmicas sobre o grau de conversão e microdureza de um cimento resinoso dual.** Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2012.

A proposição deste trabalho foi avaliar a influência de cerâmicas de diferentes translucidez sobre o grau de conversão (GC) e microdureza Knoop de um cimento resinoso dual. Foram confeccionados 150 corpos de prova do cimento resinoso dual Variolink II (cor A3; 5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura) interpondo discos cerâmicos com 8 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura variando-se a translucidez da cerâmica (IPS e.max HT, HO, ZirPress HT e IPS d.SIGN). O grupo controle foi confeccionado sem interposição da cerâmica. Os grupos experimentais foram fotoativados em 3 diferentes tempos: 20, 40 e 60 segundos. Para o grau de conversão (%) foram utilizados 75 corpos de provas, onde foram mensurados através da Espectroscopia por infra vermelho por transformação de Fourier (FTIR). Para o teste de microdureza foram usados 75 corpos de prova, onde estes foram lixados sob irrigação de água com lixas de carbetto de silício de granulação 320, 400, 600, 1000, 1200, finalizando-os com pano de feltro e pasta diamantada com granulação de 1 e $\frac{1}{4}$ μ m. Cada corpo de prova foi dividido em 4 quadrantes e realizado uma indentação em cada quadrante e em seguida foi calculado a média destas indentações. Os valores do grau de conversão e de microdureza Knoop foram submetidos à análise de variância de dois fatores (tipo de cerâmica e tempo), pós-teste de Bonferroni com nível de significância de 5% e à correlação de Spearman. Os valores de GC para as cerâmicas de alta translucidez foram semelhantes ao grupo controle, o grupo HO apresentaram os menores valores de GC, porém obteve um aumento de 63,9% quando o tempo de fotoativação foi triplicado de 20 para 60 segundos. Já os valores de microdureza superficial foram maiores para as cerâmicas com maior translucidez sem infraestrutura (IPS d.SIGN), as cerâmicas com infraestrutura à base de dissilicato de lítio (e.max HT e HO). Os efeitos negativos da maior opacidade da cerâmica sobre o cimento resinoso dual podem ser evitados com aumento no tempo de fotoativação.

Palavras chave: Materiais dentários. Testes de dureza. Cimentos de resina.

ABSTRACT

Sakamoto Jr, AS. **Influence of different ceramic translucency on the degree of conversion and microhardness of dual resin cement.** Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2012.

The proposition of this study was to evaluate the influence of different ceramic translucency on the degree of conversion and Knoop microhardness of dual resin cement. It was made 150 samples of the resin cement dual cured Variolink II (shade A3; 5 mm in diameter and 1 mm thick) were created with interposing ceramic discs with 8 mm in diameter and 1.5 mm thick varying translucency (IPS e.max HT, HO, ZirPress HT and IPS d.SIGN). The control group was created without the interposition of ceramics. The experimental groups were photoactivated in three different times: 20, 40 and 60 seconds. 75 specimens were measured by Fourier transformed infrared spectroscopy (FTIR) to assess the degree of conversion (%). Another 75 specimens were used for the microhardness test, previously they were ground under water irrigation with grit silicon carbide granulation 320, 400, 600, 1000, 1200, finishing them with felt cloth and diamond paste with grain 1 and ¼ micrometers. Each sample was divided into four quadrants and conducted an indentation in each quadrant and then was calculated the average of these indentations. The values of the degree of conversion and Knoop hardness were analyzed by two-way ANOVA (type of ceramic and time of photoactivation), Bonferroni's multiple comparison tests with a significance level of 5% and the Spearman correlation. The degree of conversion values of ceramic with high translucency were similar to the control group, the HO group presented the lowest conversion values, however when the curing time has tripled from 20 to 60 seconds, the values increased 63.9%. Translucent ceramic without infrastructure (IPS d.SIGN) presented higher microhardness values than ceramics with lithium disilicate infrastructure-based (e.max HT and HO). The negative effects of increased opacity of the ceramic on the dual resin cement can be avoided with increased time of photoactivation.

Keywords: Dental materials. Hardness tests. Resin cements.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 4.1	Desenho esquemático dos grupos experimentais e quantidade de corpos de prova confeccionados (n=5)	62
Figura 4.2	Fluxograma ilustrando o destino dos corpos de prova confeccionados	62
Figura 4.3	Desenho esquemático da matriz bipartida de Teflon para confecção dos cp	64
Figura 4.4	Balança analítica de precisão (a); pesagem de base e catalisador na mesma proporção (b, c), espatulação do cimento por 10 segundos (d) e inserção do material na matriz (e). Acomodação de tira de poliéster recortada (f), posicionamento do disco cerâmico (g,h) e fotoativação com a ponta encaixada na matriz (i). Remoção do cp da matriz (j)	65
Figura 4.5	Pesagem de brometo de potássio (Kbr) em balança analítica de precisão (a), moagem do Kbr com grau e pistilo até torná-lo mais fino (b, c, d); (e) acessórios para confecção da pastilha na dimensão do porta amostra do FTIR; acomodação do Kbr no anel metálico (f) e encaixe do pistilo, mola e pistão (g); Prensa hidráulica Shimadzu (h); Prensagem do Kbr por 5 minutos com carga de 80 kN (i, j); Acessório para remoção dos pistilos no anel metálico (k); Pastilha de Kbr (l), sendo acomodada no porta amostra (m, n); Em (o) porta amostra sendo posicionada no compartimento do FTIR para leitura	67
Figura 4.6	Cp sendo moído com auxílio de grau e pistilo (a); pesagem de 2 a 4 mg do cp (d); mistura do pó do cp e Kbr (e, f, g); Prensagem para confecção de pastilha (h); Pastilha pronta (i) e inserida no porta amostra (j); Porta amostra posicionado no compartimento do FTIR para leitura (k, l)	68
Figura 4.7	Na janela superior demonstra o espectro do cp que foi interposto com o disco cerâmico e-max Press HT + e-max Ceram A2. Na janela inferior, maior aumento das bandas desejadas	69
Figura 4.8	Comparação dos espectros; os dois espectros (verde e marron) com as bandas mais elevadas de absorção representam o cimento não polimerizado, já o espectro menor (roxo) representa o cimento fotopolimerizado sem a interposição dos discos cerâmicos. O espectro amarelo representa o cp que foi interposto o disco cerâmico e-max Press HT + e-max Ceram A2	70
Figura 4.9	Janela superior: determinando a linha base com o software do IR Prestige 21, Shimadzu. Janela inferior: espectro com linha base traçado	71

Figura 4.10	Espectro do cp interposto com o disco emax Press HT + emax Ceram exportado em formato txt para o programa Origin 8.0 (a); Seleção das bandas desejadas (b); Delimitação das bandas (alifática e aromática) para determinação das áreas (c, d, e, f, g, h, i, j)	73
Figura 4.11	Tubo de PVC (25 mm de diâmetro e 15 mm de comprimento) preenchido com resina acrílica autopolimerizável (a, b), divisão do PVC em quatro quadrantes e fixação de cinco cp com cianocrilato (c, d); Em (e) cp sendo lixado com lixas de granulação n. 320, 400, 600, 1000 e 1200 sob irrigação constante de água, com auxílio de um peso de aço; As superfícies dos cp foram observados com auxílio de lupa binocular de 40X para analisar se estavam lisas e planas (f); Polimento com pasta de diamante de 1 e ¼ µm em pano de feltro por 5 minutos (cada pasta) (g, h, i)	74
Figura 4.12	Desenho esquemático do posicionamento das quatro indentações	75
Quadro 4.1	Materiais, marca comercial, fabricante, composição e número do lote	58
Gráfico 5.1	Correlação entre Grau de Conversão (%) e Microdureza Knoop (KHN) do cimento resinoso dual (Variolink II – Ivoclar Vivadent). p<0.0001, Correlação de Spearman	80

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Grau de conversão (%) do cimento resinoso dual Variolink II, variando o tipo de cerâmica e tempo de fotoativação (média $\pm$ desvio padrão; n=5)	77
Tabela 2	Microdureza Knoop do cimento resinoso dual Variolink II, variando o tipo de cerâmica e tempo de fotoativação (média $\pm$ desvio padrão; n=5)	79

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ADA	American Dental Association
Al	Alumínio
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
ATR	Reflexão total atenuada
Ba	Bário
BHT	Butil xidroxitolueno
bis-GMA	Bis-Fenol A-Glicidil Metacrilato
CaO	Óxido de cálcio
cm	Centímetro
cp	Corpo de prova
EGDMA	Dimetacrilato de etileno glicol
F	Flúor
FTIR	Espectroscopia por infra vermelho
g	Gramas
GC	Grau de conversão
GPa	Giga Pascal
h	Hora
H ₂	Gás Hidrogênio
HEMA	2-hidroxietil metacrilato
HVN	Dureza Vickers
ISO	Organização Internacional para Padronização
J	Joule
Kbr	Brometo de potássio
kgf	Kilograma-força
KHN	Dureza Knoop
K ₂ O	Óxido de potássio
kN	Kilo Newton
LED	Diodo emissor de luz
Li ₂ O	Óxido de lítio
LSD	Least Square difference (teste estatístico)
MDP	10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato
mg	Miligrama
min	minuto
mm	Milímetro
MMA	Metacrilato de metila
mN	Milnewtons
MPa	Mega Pascal
mW/cm ²	Miliwatts por centímetro quadrado
N	Newton
n	Número amostral
n.	Número
Na ₂ O	Óxido de sódio
nm	Nanômetro
O ₂	Gás Oxigênio
-OH	Hidroxila
p	Significância
PVC	Cloreto de polivinila
P ₂ O ₅	Pentóxido de difósforo

rpm	Rotação por minuto
s	Segundo
Si	Silício
SiO ₂	Dióxido de silício
TEGDMA	Trietilenoglicol dimetacrilato
USPHS	Serviço de saúde pública dos Estados Unidos
UDMA	Uretano dimetacrilato
x	Versus
YTF	Trifluoreto de itérbio
ZrO ₂	Óxido de zircônio
µm	Micrômetro
5-MASA	N-metacriloil-5-aminossalicílico

LISTA DE SÍMBOLOS

~	Aproximadamente
X	Aumento da lente óptica
°C	Grau Celsius
Φ	Grupo aromático
=	Igual
±	Mais ou menos
>	Maior
<	Menor
α	Nível de significância
%	Porcentagem
®	Registrado

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
2	REVISÃO DE LITERATURA	20
2.1	CIMENTOS RESINOSOS	20
2.2	ATENUAÇÃO DA POLIMERIZAÇÃO CAUSADAS PELAS PEÇAS INDIRETAS EM CERÂMICAS	25
2.3	ENSAIOS LABORATORIAIS: GRAU DE CONVERSÃO E MICRODUREZA	33
3	PROPOSIÇÃO	57
3.1	PROPOSIÇÃO GERAL	57
3.2	PROPOSIÇÃO ESPECÍFICA	57
4	MATERIAL E MÉTODOS	58
4.1	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E MATERIAIS UTILIZADOS	58
4.2	CONFEÇÃO DOS DISCOS CERÂMICOS COM O SISTEMA IPS E-MAX E IPS D.SIGN.....	59
4.2.1	Confeção dos discos cerâmicos IPS e.max Press e e.max ZirPress	59
4.2.2	Confeção do disco cerâmico com IPS d.SIGN sobre refratário	61
4.3	CONFEÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	61
4.4	AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS DO CIMENTO RESINOSO	66
4.4.1	Ensaio laboratorial de grau de conversão	66
4.4.2	Ensaio laboratorial de microdureza	73
4.5	ANÁLISE DOS DADOS	76
5	RESULTADOS	77
5.1	GRAU DE CONVERSÃO	77
5.2	MICRODUREZA KNOOP	78

5.3	CORRELAÇÃO	80
6	DISCUSSÃO	81
7	CONCLUSÕES	86
	REFERÊNCIAS	87
	APÊNDICE A - Médias dos valores de Grau de Conversão (%) submetidos ao teste de normalidade Kolmogorov-Smirnov, análise de variância de dois fatores e pós-teste de Bonferroni com nível de significância de 5%	93
	APÊNDICE B - Médias dos valores de Microdureza Knoop (KHN) submetidos ao teste de normalidade Kolmogorov-Smirnov, análise de variância de dois fatores e pós-teste de Bonferroni com nível de significância de 5%	96
	APÊNDICE C - Médias dos valores de Grau de Conversão (%) e Microdureza Knoop (KHN) do cimento resinoso dual (Variolink II – Ivoclar Vivadent) submetidos ao teste de correlação de Spearman	99

1 INTRODUÇÃO

É crescente a demanda por restaurações indiretas livres de metal, pois apresentam excelentes propriedades óticas e mimetizam o dente natural. É inegável que o grau de exigência estética tanto do clínico quanto do paciente está elevado atualmente, pelo fato da sociedade moderna cultuar o belo e harmônico. Assim, com o advento e avanço da Odontologia Adesiva, a maior parte dos procedimentos executados nas diversas especialidades estão calcados nos princípios adesivos.

A utilização de cimento resinoso para a fixação de restaurações indiretas está se popularizando, pois sabe-se que este material possui melhor desempenho comparado ao cimento de fosfato de zinco e ao cimento de ionômero de vidro (Hofmann et al.¹ 2001, Bindl et al.² 2006), sendo recomendado para a cimentação adesiva de diferentes tipos de restaurações cerâmicas livre de metal. (Gu, Kern³ 2003).

Assim sendo, os cimentos resinosos podem ser classificados quanto ao tipo de ativação em: 1) química (auto ativação); 2) física (fotoativado) e 3) dual (física e química) (Hofmann et al.¹ 2001, Jivraj et al.⁴ 2006). O cimento quimicamente ativado não depende da luz para iniciar a reação de polimerização, sendo indicado para restaurações opacas que impossibilitam a passagem total ou parcial da luz. No entanto, este possui como desvantagem a impossibilidade de controle do tempo de trabalho (Hofmann et al.¹ 2001).

Os cimentos fotoativados contém o fotoiniciador: canforoquinona, que ativa-se pela luz azul no comprimento de onda por volta de 470 nm (Neumann et al.⁵ 2005). No entanto, há atenuação na intensidade da luz pela distância entre a ponta do fotopolimerizador e o cimento ou pela absorção e reflexão no material restaurador indireto (Arrais et al.⁶ 2008, Ilie, Hickel⁷ 2008).

Desta forma, para amenizar este inconveniente, os fabricantes aperfeiçoaram os materiais resinosos para polimerização dual, tendo em sua formulação canforoquinona, amina terciária e alifática (base) e peróxido de benzoíla (catalisador) (Hasegawa et al.⁸ 1991, Lu et al.⁹ 2005). O cimento resinoso dual possui a vantagem de ter um tempo de trabalho adequado e os excessos grosseiros podem ser removidos previamente à fotoativação.

Por outro lado, a espessura da restauração cerâmica seja ela uma inlay/onlay, laminado ou coroa total livre de metal, reduz o alcance da luz na região mais profunda do preparo (Linden et al.¹⁰ 1991, Cardash et al.¹¹ 1993, Tango et al.¹² 2007), podendo comprometer a polimerização do cimento resinoso, pois a adequada fotoativação é imprescindível para a estabilidade e biocompatibilidade da restauração (Hofmann et al.¹ 2001). Outro fator que interfere na polimerização do cimento resinoso dual é a translucidez do material restaurador cerâmico, devido à sua composição (Linden et al.¹⁰ 1991, Uctasli et al.¹³ 1994, Ilie, Hickel⁷ 2008, Valentino et al.¹⁴ 2010).

Sabe-se que o tempo padrão de fotoativação para cavidades de 2,0 a 2,5 mm de profundidade é de 20 segundos para aparelhos fotoativadores que possuem 800 mW/cm² de potência. Desta forma, em aparelhos que emitem 400 mW/cm² de potência, para uma adequada polimerização de um incremento de resina composta com 2 mm de espessura, recomenda-se fotoativar por 40 segundos (Malhotra, Mala.¹⁵ 2010).

Com a mesma premissa, visando reduzir problemas que podem ser causados pela indesejada atenuação da intensidade de luz, os fabricantes dos aparelhos fotoativadores desenvolveram aparelhos com alta potência de luz. Estudos têm demonstrado melhoria na propriedade física do cimento resinoso dual quando fotoativado com aparelho de alta potência sob as restaurações cerâmicas (Hooshmand et al.¹⁶ 2009) e quando fotoativado por maior tempo (Linden et al.¹⁰ 1991, Rasetto et al.¹⁷ 2001, Ilie, Hickel⁷ 2008, Hooshmand et al.¹⁶ 2009).

Logo, há diversas variáveis relacionadas à polimerização do cimento resinoso sob as restaurações indiretas, da mesma forma, existem diferentes testes para avaliar a microdureza e grau de conversão do mesmo, onde cada teste possui vantagens e desvantagens. Assim cabe ao pesquisador selecionar e associar métodos adequados para o estudo, visando reunir maiores informações referente às propriedades físicas do material avaliado sob as mesmas variáveis.

Portanto, a proposição deste trabalho foi avaliar a influência de diferentes translucidez de cerâmica sobre o grau de conversão e microdureza Knoop de um cimento resinoso dual.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Os significativos avanços que ocorreram na ciência dos materiais restauradores odontológicos diretos e indiretos em suas propriedades físico-mecânicas fizeram com que surgisse o sentimento paradigmático no momento da seleção do material dos procedimentos restauradores, devido a elevada exigência dos pacientes por materiais que mimetizem a estrutura dental perdida. Hoje em dia, há uma grande demanda em substituições de restaurações antigas, devido à falha do material, causada pela manipulação imprópria deste. Assim, deve-se atentar aos detalhes e ao manuseio destes materiais para que se obtenha longevidade adequada destas restaurações (Jivraj¹⁸ 2006).

Com o lançamento de novos materiais restauradores indiretos, cimentos resinosos e aparelhos de fotoativação no mercado odontológico, torna-se necessário estudos que envolvam estes materiais e equipamentos para avaliar o efeito final destas interações.

Desta forma, a revisão de literatura deste trabalho foi dividida em 3 partes para melhor compreensão englobando as variáveis selecionadas no presente estudo: 1) caracterização dos cimentos resinosos; 2) atenuação da fotoativação causadas pelas restaurações indiretas; 3) ensaios laboratoriais: grau de conversão e microdureza.

2.1 CIMENTOS RESINOSOS

Atualmente há a tendência de utilizar a tecnologia adesiva para os procedimentos de cimentação de próteses fixas. A cimentação adesiva envolve a inserção de um agente cimentante entre a restauração e o substrato dental, que possui escoamento por entre as superfícies e se polimeriza dentro de um certo tempo. Este material não só sela o espaço, como também melhora a retenção da prótese (Shen¹⁹ 2005).

Os cimentos resinosos ganharam notoriedade na dentística contemporânea devido à sua capacidade de união entre as superfícies das restaurações indiretas e estruturas dentais (Peumans et al.²⁰ 2000). Eles foram inicialmente baseados na química da resina acrílica e após evolução e

aperfeiçoamento têm se baseado na química das resinas compostas e sistemas adesivos (Christensen²¹ 1993). Desta forma, os cimentos resinosos são essencialmente resinas compostas com baixa viscosidade e com menor quantidade de carga (Shen¹⁹ 2005, Haddad et al.²² 2011).

Observa-se que existe uma variedade de cimentos resinosos disponíveis no mercado com diferentes mecanismos de polimerização, ativação e indicações. Assim torna-se de suma importância, no momento da escolha do cimento, que se tenha conhecimento das características e do comportamento do material individualmente, bem como do comportamento quando se integra à restauração (Manso et al.²³ 2011).

Assim, o cimento resinoso contém duas fases distintas, sendo uma (1) orgânica e outra (2) fase inorgânica:

(1) A matriz resinosa é composta pela mistura de monômeros dimetacrilatos aromáticos e/ou alifáticos, como o Bis-GMA (Bis-Fenol A-Glicidil Metacrilato), TEGDMA (triétilenoglicol dimetacrilato) e UDMA (uretano dimetacrilato) (Rawls, Esquivel-Upshaw²⁴ 2005). A molécula de Bis-GMA por apresentar dois grupos –OH formam pontes de hidrogênio entre os monômeros, apresenta uma elevada viscosidade, sendo necessário a combinação de um monômero diluente, o TEGDMA, pois este apresenta baixa viscosidade (Rawls²⁵ 2005, Rawls, Esquivel-Upshaw²⁴ 2005). Ainda que este monômero seja o composto mais comumente usado para controlar a viscosidade, há outros monômeros que podem ser incorporados ao material com o mesmo propósito, como o MMA (metacrilato de metila) e o EGDMA (dimetacrilato de etileno glicol) (Imai, Ikeda²⁶ 1997).

(2) Já a porção inorgânica é composta por partículas inorgânicas de vidro ou sílica e/ou sílica coloidal (Shen¹⁹ 2005). Estas partículas são produzidas pelo processo de moagem ou fresagem do quartzo ou vidro, resultando em partículas com tamanhos de 0,1 a 100 µm. Micropartículas de sílica de tamanho coloidal (~0,04 µm) são obtidas por um processo de precipitação ou pirolítico, em ambos o composto de sílica é queimado em uma atmosfera de O₂ e H₂, para formar cadeias de macromoléculas de SiO₂ (dióxido de silício) (Rawls, Esquivel-Upshaw²⁴ 2005). Estas partículas promovem a resistência mecânica do material e reduz a quantidade de matriz resinosa. Várias propriedades são melhoradas pelo aumento na quantidade de carga, como: aumento na dureza e redução do desgaste; redução na contração de polimerização; redução da expansão e contração térmica; redução

de sorção de água, amolecimento e manchamento e aumento de radiopacidade (Rawls, Esquivel-Upshaw²⁴ 2005).

A incorporação de partículas de carga na matriz resinosa melhora as propriedades do material, no entanto o conjunto entre partículas e matriz devem estar bem unidas, caso contrário, podem enfraquecer o material (Rawls, Esquivel-Upshaw²⁴ 2005). Esta união é promovida pelos agentes de união, como titanatos, zirconatos e organossilanos, sendo este último mais utilizado. O organossilano mais usado é o γ -metacriloxipropil trimetoxissilano, este é uma molécula bifuncional que em uma extremidade possui características de um radical metacrilato, enquanto que na outra possui o grupo silanol que é capaz de se unir às superfícies cerâmicas (Rawls, Esquivel-Upshaw²⁴ 2005).

Os cimentos podem ser divididos em três categorias de acordo com a forma de ativação: A) química; B) física (fotoativado) e C) dual (física e química) (Hofmann et al.¹ 2001, Jivraj et al.⁴ 2006).

A) Os cimentos quimicamente ativados são fornecidos em sistemas de dois componentes (base e catalisador) ou pó e líquido (Shen¹⁹ 2005), sendo indicado para cimentação de pinos, núcleos e coroas totais com sub-estruturas opacas, onde há pouca ou nenhuma passagem de luz. Nesta modalidade de cimento, o clínico não possui o controle sobre o tempo de trabalho, pois no momento que ambos componentes são misturados inicia-se a reação de polimerização e o tempo de presa é longo (el-Badrawy, el-Mowafy.²⁷ 1995), necessitando estabilizar a restauração de forma adequada para que não se movimente e fique desadaptada. Apesar de apresentarem uma polimerização uniforme, deve-se atentar à manipulação das pastas para evitar a incorporação de bolhas de ar que podem ficar na interface adesiva, podendo prejudicar sua performance (Bernardo et al.²⁸ 2008). O exemplo de cimento químico é o Panavia 21 (Kuraray, Osaka, Japão) composto por: bis-GMA, MDP (10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato), quartzo, peróxido de benzoíla, fosfato, iniciadores, monômeros, amina, sulfato e estabilizador. O adesivo ED Primer do sistema Panavia possui: HEMA (2-hidroxietil metacrilato), 5-MASA (N-metacrilóil-5-aminossalicílico), MDP, água, catalisador (Uludag et al.²⁹ 2009).

B) Já os cimentos resinosos fotoativados são sistemas de componente único, como as resinas compostas (Shen¹⁹ 2005). Possuem vantagens como: maior tempo de trabalho, menos porosidade, pelo fato de não precisar misturar, consequentemente não há incorporação de bolhas de ar ao cimento,

facilidade de remoção do excesso de cimento e estabilidade de cor, pois não possui amina terciária em sua composição (Peumans et al.²⁰ 2000, Haddad et al.²² 2011, Manso et al.²³ 2011). São indicados para cimentação de restaurações estéticas como laminados e inlays delgadas, pois a espessura e cor da restauração pode interferir na capacidade de transmissão da luz, afetando a adequada polimerização do cimento resinoso (Peumans et al.²⁰ 2000, Rasetto et al.³⁰ 2004, Pick et al.³¹ 2010).

C) Os cimentos resinosos duais são sistemas de dois componentes e necessitam de mistura similar ao cimento químico. Uma das pastas contém uma amina de redução e um fotoiniciador e outra contém peróxido de benzoíla (Manso et al.²³ 2011). Estes possuem a associação das vantagens dos cimentos fotoativados e químicos (El-Mowafy, Rubo³² 2000). Oferecem melhor controle durante o procedimento de cimentação e promovem melhor polimerização em áreas mais profundas onde a luz não atinge adequadamente o cimento (Hofmann et al.¹ 2001). Desta forma, são indicados para cimentação de restaurações que possuam características que possam inibir a transmissão de luz suficiente para polimerizar o cimento (Rasetto et al.³⁰ 2004). Assim, restaurações que possuam espessura superior a 2,5 mm devem ser cimentadas com cimentos quimicamente ativados (Shen¹⁹ 2005).

Estudos tem sido realizados para avaliar a efetividade destas modalidades de cimentos disponíveis no mercado, Sjögren et al.³³ (2004) realizaram um estudo de acompanhamento clínico de 10 anos. Foram confeccionados 66 restaurações indiretas tipo inlay em molares e pré-molares, em 27 pacientes e cimentados aleatoriamente com 2 tipos de cimentos resinosos: um cimento resinoso dual (Vita Cerec Duo Cement - Coltène Whaledent) e um cimento de presa química (Cavex Clearfil F2 - Cavex), onde cada paciente recebeu no mínimo uma restauração inlay cimentada com cimento dual e outra fixada com cimento químico. Assim após 10 anos, três avaliadores (os próprios autores) foram calibrados para realizar a avaliação referente a satisfação do paciente e a ocorrência de algum problema pós-operatório, utilizando o critério modificado USPHS (serviço de saúde pública dos Estados Unidos). O teste estatístico Kaplan-Meier foi utilizado para analisar a taxa de sobrevida das restaurações, enquanto que a durabilidade dos dois agentes cimentantes foram comparados utilizando o teste de McNemar. Dos 27 pacientes inicialmente tratados, 25 (93%) pacientes com 61 (92%) restaurações

foram reavaliados, onde 54 dos inlays foram considerados adequados (89%), sendo 23 cimentados com cimento resinoso dual e 31 com cimento químico. 11% (7 inlays) foram substituídas por fratura ou problema endodôntico. A taxa de sobrevivência das restaurações após 10 anos foi de 89%, sendo 77% para os inlays cimentados com cimento dual e de 100% para os fixados com cimento químico.

A fotoativação imediata na cimentação com cimento resinoso dual garante uma estabilidade inicial para suportar as tensões clínicas e concomitantemente a reação da parte química irá garantir a polimerização onde a luz não atinge adequadamente (Pereira et al.³⁴ 2010).

Alguns estudos indicam que a fotoativação imediata em alguns cimentos resinosos duais interfere no grau de conversão final (Pegoraro et al.³⁵ 2007, Arrais et al.⁶ 2008).

Pereira et al.³⁴ (2010) investigaram a mobilidade molecular e a extensão da polimerização em função de diferentes protocolos de fotopolimerização de quatro cimentos resinosos duais: Enforce (Dentsply), DuoLink (BISCO), Panavia F 2.0 (Kuraray) e Variolink II (Ivoclar Vivadent). Estes foram manipulados conforme instruções do fabricante e utilizou-se um fotoativador com lâmpada halôgena (Optilux 401, Demetron) por 40 segundos, com intensidade de 500 mW/cm². Todos os espécimes foram irradiados na presença de oxigênio, em temperatura ambiente (22 °C) e padronizou-se a posição da ponta do fotoativador, sempre perto da superfície da amostra. Posteriormente, os espécimes foram armazenados em estufa a 37°C por 24 h protegidos da luz. Assim 3 espécimes foram confeccionadas de cada cimento para os 3 diferentes protocolos: Protocolo I - mistura da base e catalisador (sem fotoativar); Protocolo II - fotoativação imediata e após armazenamento por 24 h; Protocolo III - 5 minutos de espera para a fotoativação, para serem avaliados com equipamento de imagem de ressonância Magnética (STRAFI-MRI – Stray-Field Magnetic Resonance Imaging). As médias e desvio padrão foram calculadas e foram analisadas pela análise de variância de um fator com nível de significância de 5%. Os cimentos Enforce, Duolink e Panavia F 2.0 apresentaram a extensão de polimerização cerca de 45%, 50% e 51% respectivamente e não mostraram diferença significativa entre os protocolos de ativação. O valor mais baixo foi do cimento Variolink II cerca de 10%. Concluíram que os cimentos resinosos apresentaram comportamentos distintos referente à presa química, sugerindo que a fotoativação imediata seja melhor para cimentos que

apresentam uma quantidade maior de carga (Panavia F 2.0 e Variolink II) e que a espera de 5 minutos para a fotoativação não promoveu aumento significativo no grau de polimerização.

2.2 ATENUAÇÃO DA POLIMERIZAÇÃO CAUSADA PELAS PEÇAS INDIRETAS CERÂMICAS

Neste item será feita uma explanação sobre os fenômenos ópticos bem como a interação da luz na matéria para melhor compreensão.

A luz é definida como uma radiação eletromagnética, onde esta radiação é composta por grupos ou pacotes de energia denominados fótons. A intensidade da radiação ou irradiância é expressa em watts por medida de área, corresponde à energia que está sendo transmitida por uma unidade de tempo através de uma área unitária que é perpendicular à direção da propagação (Callister³⁶ 2002).

Quando a luz segue de um meio para outro (por exemplo, do ar para um sólido), uma parte da radiação luminosa pode ser transmitida, absorvida ou refletida na interface dos dois meios. Assim, a intensidade do feixe incidente (I_0) sobre a superfície do meio sólido deve ser igual à soma das intensidades dos feixes transmitidos (I_T), absorvido (I_A) e refletido (I_R) (Equação 1) (Callister³⁶ 2002).

$$\text{Equação 1: } I_0 = I_T + I_A + I_R$$

Desta forma, os materiais considerados transparentes, são capazes de transmitir luz com taxa de absorção e reflexão bem baixa. Enquanto que os materiais translúcidos, a luz é transmitida de forma difusa no interior do material, onde os objetos não são nitidamente distinguíveis quando observados através de uma amostra deste material. Já os materiais opacos são aqueles que são impenetráveis à transmissão de luz visível (Callister³⁶ 2002).

Quando a luz é transmitida para o interior de materiais transparentes, ocorre a refração, que é o fenômeno da diminuição da velocidade da luz. O índice de refração (n) de um material é definido pela razão entre a velocidade da luz no vácuo (c) e a velocidade da luz no meio (v) (Equação 2). A magnitude (n) dependerá do comprimento de onda da luz. Este efeito pode ser demonstrado pela dispersão da luz branca quando passa através de um prisma de vidro, onde cada

cor é defletida segundo uma intensidade diferente na medida em que a luz passa para dentro e para fora do vidro, o que resulta na separação das cores (Callister³⁶ 2002).

$$\text{Equação 2: } n = \frac{c}{v}$$

Quando a radiação luminosa passa de um meio para outro com índice de refração diferente, uma parte da luz é dispersada na interface entre os dois meios, mesmo se ambos os materiais forem transparentes. A Refletividade ou refletância (R) representa aquela fração da luz incidente que é refletida na interface (I_R/I_O), onde I_O e I_R representam as intensidades dos feixes incidente e refletido, respectivamente. Se a luz incide em direção normal ou perpendicular à interface aplica-se a equação 3, onde n_1 e n_2 são os índices de refração dos dois materiais (Callister³⁶ 2002).

$$\text{Equação 3: } R = \left(\frac{n_2 - n_1}{n_2 + n_1} \right)^2$$

Quando a luz é transmitida do vácuo ou do ar para o interior de um sólido (s), tem-se a seguinte equação 4, uma vez que o índice de refração do ar é muito próximo à unidade. Desta forma, quanto maior o índice de refração de um sólido maior será sua refletividade. (Callister.³⁶ 2002)

$$\text{Equação 4: } R = \left(\frac{n_s - 1}{n_s + 1} \right)^2$$

O grau de translucidez e opacidade de um material dependem em grande parte de suas características internas de refletância e transmitância. Quando um feixe de luz transmitido tem sua direção defletida, exibe uma aparência difusa, como resultado de múltiplos eventos de espalhamento. A opacidade advém quando o espalhamento é tão intenso que virtualmente nenhuma fração do feixe incidente é transmitida, sem deflexão para a porção mais profunda (Callister³⁶ 2002).

O espalhamento da luz também ocorre em materiais bifásicos em que uma fase está finamente dispersa no interior da outra. A dispersão do feixe ocorre através dos contornos entre as fases quando existe uma diferença no índice de refração para as duas fases, quanto maior for esta diferença, maior será o espalhamento. Na confecção ou processamento do material, podem causar poros

residuais, que também espalham a radiação luminosa de maneira efetiva. (Callister³⁶ 2002).

Com base nestes conceitos sobre a propriedade óptica dos materiais, a transmissão de luz nos materiais odontológicos é um fator relevante para os procedimentos adesivos como por exemplo a polimerização dos cimentos resinosos sob as restaurações indiretas.

Brodbelt et al.³⁷ (1980) avaliaram a translucidez de cinco cerâmicas com 1 mm de espessura (Ceramco B.F., Vita VMK 68, Neydium, Willceram e Steeles APCO) pelos métodos de transmitância direta e transmitância total. Foram avaliadas cinco tonalidades das cerâmicas, seguindo o guia de cor Bioform: 59, 62, 65, 67 e 91. Quatro amostras de cada tom de cerâmica (n=4) foram preparadas. Cada espécime foi preparado com 0,08 g da cerâmica, que foram transferidos para um molde de aço inoxidável (9,5 mm de diâmetro por 29 mm de espessura) e com auxílio de uma prensa hidráulica foi comprimida com 20 MPa. Em seguida, a amostra foi desencluída do molde e acomodada sobre uma folha de platina e foi levada ao forno para sinterizar. A sinterização foi em três etapas: pré-aquecimento, sinterização e glaze. Todas cerâmicas foram sinterizadas conforme instruções do fabricante. Para as medições da transmissão direta foi utilizado um porta-amostra de alumínio (1,25 cm x 1,25 x 4,5 cm) com orifício de 8,5 mm, a intensidade de transmitância direta foi mensurada pelo espectrofotômetro de feixe duplo (Beckman Acta C III UV-visible spectrophotometer) com o ar de referência. Para a transmitância total, uma esfera integradora e padrões de sulfato de bário foram usados para completar a esfera de integração. Para ambos tipos de medições a intensidade do feixe que passa pela amostra foi registrada continuamente no comprimento de onda de 400 a 700 nm. Não houve diferença significativa de translucidez entre os espécimes do mesmo grupo. A única diferença significativa na translucidez foi entre a cerâmica Neydium 91 (38,14%), com relação as cerâmicas: Vita 65 (20,39%), Willceram 67 (19,03%) e Vita 67 (18,05%). Concluíram que a transmissão de luz através das cerâmicas é dependente da espessura, quando a espessura está dentro de uma faixa estreita, em torno de 1 mm, a quantidade de luz transmitida pode ser aproximada quando avaliada pelo método de transmissão direta e total.

Linden et al.¹⁰ (1991) avaliaram a influência da opacidade da cerâmica, catalisador químico e tempo de fotopolimerização na microdureza Knoop

dos cimentos resinosos duais (Porcelite – Kerr e Heliolink – Vivadent). Amostras dos cimentos resinosos com e sem catalisador foram confeccionados com auxílio de um molde dimensionando os cp com 5 mm de diâmetro e 0,75 mm de espessura, sendo fotopolimerizadas com diferentes tempos (30, 60, 90 e 120 s) com a interposição de discos cerâmicos de diferentes opacidades (Ceramco IIG – opaco, 75% de Ceramco IIG com 25% de Ceramco translúcido e 50% de Ceramco IIG com 50% de Ceramco translúcido) com espessuras de 0,7 mm. Totalizando 48 grupos experimentais (n=3). Foram realizadas três indentações em cada amostra com o microdurômetro Micromet II (Buehler) 30 min após fotopolimerização, em seguida foram armazenadas a seco em recipiente à prova de luz para a segunda mensuração após 24 h. Os valores de dureza foram submetidos à análise de variância com o programa estatística SAS (SAS Institute). O uso do catalisador, tempo de fotopolimerização e tempo da mensuração foram significantes ($p<0.0001$). A opacidade da cerâmica não interferiu na dureza superficial. Entretanto, os dados indicaram que o uso do catalisador e fotopolimerização por maior tempo pode ser essencial para o sucesso clínico.

Cardash et al.¹¹ (1993) avaliaram o efeito da cor da cerâmica sobre o grau de conversão dos cimentos resinosos através do teste de dureza Knoop. Para isto foram confeccionadas discos de cerâmicas (10 mm de diâmetro e 2 mm espessura) conforme instruções do fabricante. Foram usadas as cerâmicas (Vita) nas cores: A1, A4, B1, B4, C1, C4, D2 e D4. Para a confecção dos corpos de prova foram utilizados os cimentos resinosos: Mirage (Chameleon Dental Products) fotoativado e dual na cor A4. No grupo controle (fotoativado) o material foi acomodado em uma matriz metálica com orifício de 5 mm de diâmetro com 1 mm de profundidade. Duas lamínulas de vidro foram colocadas, uma em cada superfície (topo e base) e foi fotoativado (Elipar 2 - ESPE) por 48, 72 ou 120 segundos. Para o cimento dual as duas pastas foram misturadas por 35 segundos e foi fotoativado com o mesmo protocolo acima. Para os grupos experimentais os discos cerâmicos foram interpostos no lugar da lamínula e foram fotoativados pelos três diferentes tempos (n=2). Em seguida, foram armazenados em estufa a 37 °C com humidade de 100% por 24 h. Os espécimes foram submetidos ao microdurômetro (DMH2, Matsuzawa) com carga de 10 g por 10 segundos. Três indentações foram realizadas em cada superfície (topo e base) no total de seis indentações por amostra e os dados obtidos foram submetidos à análise de variância de três fatores ($\alpha=0,05$). Os

valores mais baixos de microdureza Knoop foram para os grupos de cimento fotoativado com interposição de cerâmica com cor A4 e C4 por 48 segundos. Houve uma diferença estatística significativa ($p < 0.001$) nos valores de microdureza entre os grupos fotoativados através do vidro e da cerâmica referente as variáveis tipo de cimento, cor de cerâmica e tempo de fotoativação. Concluíram que a espessura de 2 mm da cerâmica interfere na microdureza do cimento fotoativado e os maiores valores de dureza foram encontradas no grupo do cimento resinoso dual. O aumento do tempo de fotoativação e a cor da cerâmica não afetaram a dureza do cimento dual, porém afetaram os grupos do cimento fotoativado.

Rasetto et al.³⁰ (2004) avaliaram a transmissão de luz através de diferentes cerâmicas quando fotoativadas por três tipos de fotoativadores: um aparelho com lâmpada halógena convencional (3M Unitek), Arco de plasma (Apollo 95E) e halógena de alta intensidade (Kreativ Kuring Light model 2000). O estudo foi dividido em duas fases. A fase 1 foi avaliado a transmissão de luz no sistema Procera com discos com 10 mm de diâmetro e 0,25 mm; 0,40 mm e 0,60 mm de espessura dos copings. Foram confeccionados 2 discos para cada espessura testada, conforme instruções do fabricante. A transmissão de luz foi mensurada pela interposição do disco cerâmico entre o radiômetro do aparelho Kreativ e a ponta do fotoativador por 10 segundos na configuração de alta potência de cada equipamento, as intensidades das luzes foram avaliadas antes de cada mensuração com o próprio radiômetro do Kreativ e por um segundo radiômetro (Cure Lite) para conferir a precisão. A média das duas leituras de todos os grupos foram submetidas à análise de variância de um fator e pós-teste de Scheffé ($\alpha = 0,05$). Na fase 2 foram avaliados a transmissão de luz de três cerâmicas: feldspática (Ceramco II), reforçada por alumina (Vitadur Alpha) e prensada (IPS Empress). Foram confeccionadas dois discos de cada sistema cerâmico. Para comparar os dados desta fase com os dados do grupo de Procera os copings de duas espessuras (0,25 e 0,60 mm) foram aplicadas cerâmicas de cobertura para obtenção de disco com 1 mm de espessura. Para a mensuração da transmissão de luz da fase 2 seguiu-se o mesmo protocolo da fase 1. Nos grupos dos copings de Procera, os dados demonstraram que a transmissão de luz diminuiu ao passo que a espessura foi aumentando, para os 3 tipos de fotoativadores. Não houve diferença estatística na transmissão da luz nas cerâmicas dos 5 grupos experimentais da fase 2 utilizando os três fotoativadores ($p = 0,180$). Concluíram que a polimerização efetiva do cimento

resinoso é definida pelo tipo de fotoativador, sistema cerâmico e espessura do coping.

Meng et al.³⁸ (2006) investigaram a dureza Knoop de três cimentos resinosos duais (Linkmax HV - GC Corp., Nexus 2 - Kerr, e Variolink II HV – Ivoclar Vivadent) fotopolimerizados (Candelux VL-5 – J Morita, com 800 mW/cm² por 40 segundos) através ou não de diferentes espessuras (1 a 5 mm) de uma cerâmica usinada. A dureza foi mensurada, após a fotopolimerização, em diferentes intervalos de tempo de até cinco dias e os dados foram submetidos ao teste de variância (SPSS 10.0) com 95% de intervalo de confiança. A transmissão de luz foi mensurado com auxílio de um radiômetro (Cure Rite – Dentsply) com comprimento de onda de 450 ± 50 nm. Observaram que a cerâmica com apenas 0,5 mm de espessura reduziu a intensidade de luz para 485 mW/cm² e quando a espessura foi aumentada para 2,5 e 3 mm a intensidade de luz foi menor que 100 mW/cm². Já na espessura de 5 mm quase nenhuma luz foi transmitida. O aumento da dureza foi observado na mensuração dos 30 minutos, depois continuou em uma taxa baixa até a dureza máxima ser atingida. Espessura da cerâmica teve influência significativa sobre a dureza em todos os cimentos resinosos, especialmente quando a espessura de cerâmica foi maior do que 4 mm. Além disso, observou-se que a polimerização do cimento resinoso Nexus 2 pareceu ser mais dependente da exposição à luz em comparação aos outros dois cimentos. Variolink II HV e Linkmax HV, por outro lado, pareceu indicar uma possível compensação pela parte química do cimento.

Peixoto et al.³⁹ (2007) avaliaram a influência da cor e espessura da cerâmica na transmissão da luz de dois fotoativadores (Optilux modelo 401 e 403). Foram confeccionados 128 discos cerâmicos com o sistema Duceram (Degussa) com quatro espessuras diferentes (1,5; 2,0; 3,0; 4,0 mm) e oito cores (A1, A4, B1, B4, C1, C4, D2, D4). Primeiramente, foi misturado pó e líquido e a mistura foi acomodada em uma seringa de plástico, sob vibração, obtendo quatro cilindros com 10 mm de diâmetro e 20 mm de cada cor estudada, em seguida foram sinterizadas conforme instruções do fabricante. Depois os cilindros foram cortados com disco de adamantina montado em peça de mão, sob refrigeração, para obter os espécimes na forma de disco, as amostras foram lixadas com lixa n. 80 até chegarem as dimensões propostas, sendo aferidas com paquímetro digital, ao final em uma superfície foi realizado o glaze e em outro foi condicionado com ácido fluorídrico a 10% por 4 minutos. A mensuração da luz transmitida foi realizada com um

dispositivo de mensuração da potência da luz (Optical Power Meter Newport, modelo 835). Para a leitura da potência dos dois fotoativadores, sem a interposição dos discos a distância da ponta do equipamento foi padronizada. Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância e ao teste LSD. Para todas as cores, a porcentagem de transmissão de luz diminuiu significativamente com o aumento da espessura da cerâmica, com exceção das amostras com cor A4 e C4, estas não apresentaram diferença estatística com o aumento na espessura de 3,0 para 4,0 mm. Dentro da mesma espessura, para as diferentes cores houve diferença estatística significativa na transmissão de luz, onde os tons mais claros transmitiram mais luz que os escuros. No entanto, não houve diferença significativa entre as amostras de 2,0 mm na taxa de transmissão entre a cor A1, C1 e D2, cerca de 5,5% da luz incidente, já nos tons A4 e C4, a taxa foi aproximadamente 0,9%, embora o primeiro grupo A4 foi significativamente maior do que o C4. Assim, concluíram através dos dados obtidos que a redução da porcentagem da transmissão de luz está relacionada com o aumento da espessura da cerâmica e menos com a cor da cerâmica em amostras delgadas.

Ilie e Hickel.⁷ (2008) avaliaram a relação da translucidez da cerâmica sobre a polimerização do cimento resinoso, variando-se o tempo de fotoativação, tipo e espessuras de cerâmica. Inicialmente, foram confeccionados amostras finas (200µm) somente da base do cimento Variolink II (Ivoclar Vivadent) e fotoativados com o LED Bluephase 16i® com 1600 mW/cm² (Ivoclar Vivadent) por três diferentes tempos: 5, 10, 15 segundos, a ponta do equipamento foi posicionado diretamente sobre a superfície da amostra para assegurar que toda potência da luz atingisse a amostra, no total de seis corpos de prova por grupo. Em seguida foram armazenados em água destilada por 24h a 37°C. Posteriormente, foram confeccionados amostras do cimento resinoso base e catalisador misturados seguindo o protocolo acima, interpondo quatro discos de cerâmicas diferentes (ProCAD E100, ProCAD bleach, e.maxCAD MO1, e.maxCAD MO4) com quatro espessuras (0,5; 1,0; 2,0 e 3,0 mm). A combinação destes parâmetros resultaram em 48 grupos (n=6). Após tempo de armazenamento, as amostras foram submetidas ao teste de microdureza Vickers (Fischerscope H100C), onde a carga aumentou e diminuiu automaticamente em uma velocidade constante entre 0.4 a 30 mN, foram realizadas seis indentações por amostra. A cor e refletância das cerâmicas foram mensuradas de acordo com a escala de cores CIELab em relação

ao padrão D65 no espectrofotômetro de reflexão (Color Eye 7000A). Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância e pós teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Em todos os grupos, a dureza aumentou significativamente quando houve aumento do tempo de fotoativação de 5 para 10 e 15 segundos. Foi observado que os fatores (tempo de fotoativação, tipo de cerâmica, espessura da cerâmica e translucidez) são altamente significativos sobre a dureza do cimento resinoso. Onde o maior efeito foi do tempo de fotoativação, seguido da translucidez, tipo de cerâmica e espessura da cerâmica. Desta forma, concluíram através dos dados coletados que mesmo possuindo um fotoativador com alta potência, este não foi capaz de obter uma polimerização adequada com 5 segundos, sendo necessário fotoativar por 15 segundos para atingir maiores valores de dureza superficial. Além disso, o fotoativador foi eficaz sem reduzir os valores de dureza em cerâmicas de até 2 mm de espessura.

Bueno et al.⁴⁰ (2011) avaliaram o efeito da exposição de luz através de discos cerâmicos simulando restaurações indiretas sobre a dureza Knoop de três cimentos resinosos duais: Eco-Link (Ivoclar Vivadent), RelyX ARC (3M ESPE) e Panavia F (Kuraray) no tempo imediato e 24 h após a fotoativação. Para a confecção dos corpos de prova, os cimentos foram manipulados conforme instruções do fabricante e foram acomodados em uma matriz de acrílico para conformá-las em amostras com 4 mm de diâmetro e 1 mm de espessura. Em seguida foi colocado uma tira de poliéster e depois uma placa de vidro, sobre o conjunto foi colocado um peso de 500 g por 30 segundos para criar uma superfície plana. Não foram utilizados os sistemas adesivos dos cimentos resinosos testados, mesmo sendo um requisito a associação destes. Para simular as restaurações indiretas foram confeccionados discos com 2 e 4 mm de espessura com a cerâmica IPS Empress (Ivoclar Vivadent) na cor A3, um dispositivo com formato modificado foi confeccionado para cobrir a amostra e também os lados, tendo aproximadamente 1,6 mm ao redor. Foi utilizado o fotoativador Optilux 501 (Kerr) com 700 mW/cm^2 , fotoativando por 40 segundos o topo e ambos os lados, simulando a fotoativação nas faces oclusal, lingual e vestibular, totalizando 120 segundos por espécime. No grupo controle foi realizado o mesmo protocolo, porém sem interposição do disco cerâmico, totalizando 6 grupos com 10 amostras em cada ($n=10$). Em seguida os espécimes foram submetidos ao teste de dureza com 25 g de carga e 5 segundos no tempo imediato e depois foram armazenados por 24 h a 37°C , para depois serem

avaliados novamente. Em cada amostra foi realizado cinco indentações. Os dados foram submetidos à análise de variância de dois fatores (espessura da cerâmica e intervalo de avaliação) e pós-teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Para o cimento EcoLink os valores mais baixos foram observados quando fotoativados com interposição das cerâmicas ($p=0,00126$), independente da espessura e intervalo de avaliação. Não houve diferença estatística significativa na dureza entre os grupos experimentais interpondo cerâmicas de 2 e 4 mm de espessura, todos os valores obtidos após 24 h foram maiores do que os imediatos ($p=0,00022$). Através dos dados obtidos, concluíram que a sobre-fotopolimerização por 120 segundos não compensa a atenuação da luz provocada pela restauração cerâmica para os cimentos resinosos testados, pois os valores de dureza dos grupos com cerâmicas interpostas não atingiram os valores de dureza exibidas do grupo controle, que tiveram exposição de luz diretamente.

2.3 ENSAIOS LABORATORIAIS: GRAU DE CONVERSÃO E MICRODUREZA

O grau de conversão é uma medida do percentual de duplas ligações de carbono que foram convertidas em ligações simples de carbono para formar uma cadeia polimérica. As resinas compostas possuem de 50% a 60% de grau de conversão, porém isto não implica que 40% a 50% das moléculas de monômeros não foram convertidas em polímeros, pois um dos dois grupamentos metacrilatos por molécula de dimetacrilato pode ainda ter reagido e se ligado de forma covalente com a estrutura do polímero. Assim o grau de conversão depende de vários fatores como a composição da resina, a transmissão de luz através do material restaurador e a concentração de fotoiniciador, iniciador e inibidor. Desta forma, quanto maior a taxa de conversão, melhores são as propriedades mecânicas, refletindo na performance do material (Rawls²⁵ 2005).

As resinas compostas quimicamente ativadas ou fotoativadas, que contém a mesma formulação de monômeros, possuem o grau de conversão total semelhante, desde que sejam submetidas a uma fotoativação adequada. Os valores de conversão são de 50% a 70% em temperatura ambiente para ambos os sistemas (Rawls²⁵ 2005).

Logo, o grau de conversão dos cimentos resinosos podem ser mensurados por meio de ensaios laboratoriais diretos, que utilizam equipamentos específicos (espectroscópio infra-vermelho [IR] ou o Raman) (Miyazaki et al.⁴¹ 2003, Ozturk et al.⁴² 2005, Tezvergil-Mutluay et al.⁴³ 2007, Arrais et al.⁶ 2008, Navarra et al.⁴⁴ 2009, Miletic et al.⁴⁵ 2009, Yan et al.⁴⁶ 2010, Noronha Filho et al.⁴⁷ 2010) e indiretos, que relacionam ensaios laboratoriais mecânicos com o grau de conversão (Linden et al.¹⁰ 1991, Rasetto et al.¹⁷ 2001, Kumbuloglu et al.⁴⁸ 2004, Ozturk et al.⁴² 2005, Meng et al.³⁸ 2006, Soares et al.⁴⁹ 2006, Ilie, Hickel⁷ 2008, Meng et al.⁵⁰ 2008, Pazin et al.⁵¹ 2008, Reges et al.⁵² 2009, Yan et al.⁴⁶ 2010, Pick et al.³¹ 2010, Valentino et al.¹⁴ 2010, Giráldez et al.⁵³ 2011, Kilinc et al.⁵⁴ 2011)

Para o método direto, a determinação do grau de conversão é realizado pela interpretação do espectro gerado pela mensuração na região de interesse compreendida entre 1500 cm^{-1} e 1800 cm^{-1} , onde ficam localizadas as bandas das frequências dos grupos alifático (C=C e C=O) e aromático (Φ) dos monômeros e das cadeias de ligações cruzadas, estas bandas que irão fornecer as referências para o cálculo do grau de conversão do polímero em estudo. Desta forma, a vibração C=C sempre será observada na frequência 1640 cm^{-1} e a C=O geralmente em torno de 1720 cm^{-1} . Para os sistemas resinosos que contém vibrações de ligações aromáticas, duas bandas são observadas: um menos intenso em 1582 cm^{-1} e outro mais intenso a 1610 cm^{-1} (Shin et al.⁵⁵ 1993). O cálculo do grau de conversão utilizado no presente trabalho será explicado detalhadamente no capítulo de materiais e método.

Quanto ao método indireto de verificação do grau de conversão, existem diversos ensaios laboratoriais para avaliar a propriedade mecânica do material, dentre elas a microdureza é vastamente utilizada (Yan et al.⁴⁶ 2010).

A dureza é uma propriedade empregada para se prever a resistência ao desgaste de um material e sua capacidade de desgastar estruturas dentais opostas (Anusavice⁵⁶ 2005).

O conceito para dureza aplicada à odontologia é a de “resistência à penetração”. Assim calcula-se a dureza do material pela medida do desenho que é estampada na superfície após a penetração por um ponta fina com determinada carga e velocidade. O conhecimento da dureza dos materiais é útil pois fornece informações para o profissional que irá usá-lo. Os testes de dureza são incluídos em várias especificações da ADA (American Dental Association) para os materiais

dentários. Existem vários tipos de teste de dureza superficial, onde os mais utilizados nos materiais dentários são: *Barcol*, *Brinell*, *Rockwell*, *Shore*, *Vickers* e *Knoop* (Anusavice⁵⁶ 2005).

O teste de dureza Vickers, uma pirâmide com base quadrada. O método para o cálculo da dureza Vicker (HVN) é realizada pela divisão da carga pela área projetada da penetração, assim os comprimentos das diagonais da penetração são mensurados e multiplicados para obtenção da área. Este teste é mais adequado para quantificar a dureza de materiais friáveis (Anusavice⁵⁶ 2005).

O teste de dureza Knoop, apresenta um penetrador de diamante, cujo desenho da penetração é de um losango e mensura-se o comprimento da maior diagonal. A área projetada é dividida pela carga aplicada para determinar a dureza Knoop (KHN). Por causa do formato do penetrador Knoop, há uma recuperação elástica do formato da penetração projetada após remoção do penetrador, que ocorre inicialmente no longo eixo da menor diagonal. As tensões produzidas no ensaio são distribuídas de tal modo que somente a dimensão do eixo menor fica sujeita às alterações por relaxamento. Em vista disso, o valor de dureza independe da ductilidade do material testado. Além do mais, a carga pode variar de 0,1 kgf a mais de 1kgf, sendo este teste adequado para materiais excessivamente duros ou macios (Anusavice⁵⁶ 2005).

Rueggeberg e Craig⁵⁷ (1988) compararam as sensibilidades dos testes FTIR, dureza Knoop, sorção de água e lixiviação da resina na capacidade de caracterizar as diferenças entre as amostras de resina composta fotopolimerizada através de diferentes espessuras (0,5; 1,0 e 2,0 mm) de restaurações indiretas de resina. O método desenvolvido permitiu a confecção de amostras de resina composta fotopolimerizável controlando as variáveis testadas para a conversão polimérica. O grau de conversão foi monitorado pela análise da banda em 1637 cm^{-1} (ligação alifática) e a banda em 1608 cm^{-1} (ligação aromática) através do FTIR (60SX – Nicolet Analytical), foi utilizado célula de reflectância total atenuada com o cristal KRS-5. Para o teste de dureza Knoop foram realizadas 10 indentações (Tukon modelo MO – Wilson Instruments) em cada amostra com carga de 25 g. Os valores obtidos foram submetidos à análise de variância de um fator e teste Scheffé com intervalo de confiança de 95%. Os testes FTIR e dureza Knoop foram os mais sensíveis, enquanto que a lixiviação de resina provou ter moderada sensibilidade e sorção de água nenhuma. A dureza Knoop mostrou ser o melhor preditor de

conversão, seguido pela lixiviação de resina e absorção de água. Valores da absorção de água não variaram com as mudanças na conversão das amostras.

Hofmann et al.¹ (2001) investigaram a eficiência da ativação química dos cimentos resinosos duais nos dois modos de ativação: física (luz) e dupla (química e física), para isto foram selecionados quatro cimentos resinosos duais: Variolink II (Ivoclar Vivadent); Cerec Vita DuoCement (Còltene Whaledent); SonoCem (ESPE); Nexus (Kerr) e um cimento químico: Panavia 21 (Kuraray) por meio dos testes de resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza superficial. Os espécimes dos cimentos foram preparados em molde de aço inoxidável (2 x 2 x 25 mm para os testes de resistência à flexão e módulo de elasticidade) e um molde de silicone com 5 x 5 mm e 2 mm de espessura (para o teste de microdureza Vickers), entre lâminas de microscópio de acordo com cinco diferentes protocolos (n=10): I) ativação química: quantidades iguais de base e catalisador foram misturados por 30 segundos; II) dupla ativação: após a mistura das pastas por 30 segundos, este foi fotoativado por 40 segundos com luz halógena (Translux CL – Heraeus Kulzer, 950 mW/cm²); III) dupla ativação com interposição de restauração cerâmica: os espécimes foram confeccionados como descrito acima e antes da fotoativação foi posicionado uma restauração cerâmica (IPS Empress – Ivoclar Vivadent) com espessura de 2,5 mm; IV) Ativação física: espécimes foram confeccionados conforme descrito anteriormente, porém somente com a base dos cimentos resinosos duais; V) Ativação física com interposição de restauração cerâmica: os espécimes foram confeccionados como descrito anteriormente, mas antes de fotoativar foi interposto restauração cerâmica. Os espécimes foram armazenados protegidos da luz ambiente por 24 horas em estufa à 37°C. Para os testes de resistência à flexão de três pontos e módulo de elasticidade foi utilizado a máquina de ensaio universal com velocidade 0,75 mm/min. Para o ensaio de dureza superficial, foram realizados três indentações em cada amostra com carga de 4,905 N por 30 segundos. As médias e desvios padrões foram calculados, diferenças entre as médias foram analisadas pelo teste Mann-Whitney e Bonferrone-Holm com nível de significância de 5%. Para todos os cimentos testados o modo de dupla ativação apresentou maiores valores na resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza Vickers (p<0.05) comparado ao grupo de fotoativação somente da pasta base, independentemente da fotoativação ser direta ou com interposição da cerâmica com 2,5 mm. Concluíram que para os materiais testados a eficiência da ativação química

foi verificada e que o modo dupla ativação compensa a atenuação da irradiação da luz através da cerâmica.

Rasetto et al.¹⁷ (2001) avaliaram a eficiência de três diferentes fontes de luz (halógena convencional: Optilux, halógena de alta intensidade: Kreativ Kuring Light Model 2000, Arco de plasma: Apollo 95E) para polimerizar um cimento resinoso (somente a base do Variolink II) sob três tipos de cerâmica: Ceramco II (Ceramco Inc.), IPS Empress (Ivoclar North America Inc.), Vitadur Alpha (Vident Inc.). Foram confeccionados 144 espécimes, com seguinte protocolo de fotoativação: para a unidade de luz halógena convencional os tempos foram 20, 40, 60 e 80 segundos; para as unidades de alta intensidade de luz foram 5, 10, 15, 20 segundos. Uma pequena quantidade da base do cimento foi inserida no molde de teflon com 8 mm de diâmetro e 1 mm de espessura, apoiada sobre um placa de vidro limpa e com fundo escuro, sobre o cimento foi colocado uma tira de poliéster e o disco de cerâmica, em seguida fotoativou-se seguindo os protocolos de fotoativação. Os espécimes foram submetidos ao teste de microdureza Knoop (Tukon Tester, Wilson Instrument Division) com 50 g de carga por 60 segundos. A superfície que ficou em contato com o vidro foi submetido ao teste de microdureza pois possuía a superfície mais plana, foram realizadas seis indentações em cada amostra e as médias foram submetidas à análise de variância e pós-teste de Scheffé ($p < 0.05$). Os dados demonstraram que o valor de dureza superficial varia de acordo com o tipo de fonte de luz, material restaurador e tempo de fotoativação, o valor de dureza aumentou proporcionalmente com o aumento do tempo de fotoativação. A unidade de luz Kreativ demonstrou diferença significativa entre os tempos de fotoativação testados ($p < 0.05$). Para o Apollo 95E não houve diferença estatística significativa para os grupos do tempo de fotoativação de 15 e 20 segundos, nos outros tempos houve diferença estatística significativa ($p < 0.05$). Para o Optilux não houve diferença estatística significativa nos valores de dureza nos tempos de 60 e 80 segundos. Assim, concluíram que a alta intensidade de luz pode polimerizar o cimento através das cerâmicas por um tempo consideravelmente menor do que a luz halógena convencional, sendo o tempo mínimo de 10 segundos para a unidade de luz Apollo 95E e de 15 segundos para o Kreativ para alcançar uma polimerização adequada do cimento, independente do tipo de restauração cerâmica testada.

Kumbuloglu et al.⁴⁸ (2004) avaliaram a microdureza, resistência à flexão e compressão de cinco cimentos (quatro cimentos resinosos: Panavia F -

Kuraray, Variolink II – Ivoclar Vivadent, RelyX Unicem Aplicap – 3M ESPE e RelyX ARC – 3M ESPE; e um cimento de poliacrilato: Durelon - ESPE [grupo controle] e compararam o grau de conversão do cimento resinoso dual com os cimentos resinosos autoadesivos. Para a confecção das amostras, os materiais foram manipulados conforme instruções do fabricante e em seguida foram inseridos no molde apropriado de cada ensaio laboratorial e foram fotoativados com o equipamento Optillux 501 com 800 mW/cm² (Kerr) por 40 segundos. Os espécimes do cimento Durelon, foram preparados com uma porção de pó para duas unidades de líquido para o tempo de presa normal. Depois todos os espécimes foram armazenados em água destilada à 37±1°C por 1 semana. Para o teste de resistência à flexão, foram confeccionados seis corpos de prova de cada cimento (2 x 2 x 25mm) de acordo com a ISO 4049 e submetidos ao teste de resistência à flexão (teste de três pontos) na máquina de ensaio (Lloyds LRX) com velocidade de 1 mm/min. Para o teste de resistência à compressão, foram preparados 20 corpos de prova de cada grupo de acordo a ISO 9917 e foram submetidos ao teste de compressão na máquina de ensaio (Lloyds LRX) com velocidade de 1 mm/min e foi utilizado o software NEXYGEN 4.0 para o cálculo da resistência à compressão. Para o teste de microdureza Vickers foram confeccionados 3 corpos de prova (2 mm x 2 mm x 25 mm) de cada cimento, foram realizados cinco indentações com carga de 0.1 N por 10 segundos. Para o grau de conversão, foram confeccionados 6 cilindros de cada grupo de cimento (1,8 mm de altura e 3,6 de diâmetro), três foram autopolimerizados (sem luz) e três fotopolimerizados (com luz) de cada tipo de cimento. O grau de conversão foi mensurado pelo espectrômetro (Spectrum One) com acessório de reflectância total, com oito leituras e resolução de 4cm⁻¹, avaliando as bandas em 1638 cm⁻¹ e 1608 cm⁻¹ para o cálculo através da razão destas faixas

utilizando a equação: $GC\% = 1 - \left(\frac{P_{alifatico} / P_{aromatico}}{NP_{alifatico} / NP_{aromatico}} \right) 100\%$, onde $P_{alifatico}$ = banda de

absorção da amostra fotopolimerizada em 1638 cm⁻¹, $P_{aromatico}$ = banda de absorção da amostra fotopolimerizada em 1608 cm⁻¹; $NP_{alifatico}$ = banda de absorção da amostra não polimerizada em 1638 cm⁻¹ e $NP_{aromatico}$ = banda de absorção da amostra não polimerizada em 1608 cm⁻¹. Todos os dados obtidos foram submetidos a análise de variância de um fator para cada teste ($\alpha=0,05$) e pós-teste de Dunnett T3 para comparações múltiplas. O grupo que obteve o maior valor de resistência foi

do cimento Variolink II (90 MPa), enquanto que o menor foi do cimento de policarboxilato Durelon (28 MPa). O cimento autoadesivo RelyX Unicem demonstrou o maior valor de dureza (44 HVN) e o Variolink II o menor (32 HVN). Quanto a resistência à compressão o maior valor foi do cimento RelyX Unicem (145 MPa) e o menor foi o Durelon (41 MPa). Desta forma, concluíram que o método de polimerização influenciou o grau de conversão dos cimentos testados.

Ozturk et al.⁴² (2005), avaliaram o grau de conversão e dureza Vickers do cimento resinoso dual Variolink II (Ivoclar Vivadent) simulando a cimentação de uma restauração cerâmica com três diferentes fontes de luz: halógena convecional, halógena de alta intensidade e LED. O cimento foi proporcionado com a mesma quantidade de base e catalisador, manipulado conforme instrução do fabricante e acomodado em um molde de teflon com orifício de 5 mm de diâmetro e 1 mm de profundidade, sobre o cimento foi posicionado uma tira de poliéster e pressionou-se levemente, um molde de silicone foi utilizado para apoiar o conjunto da matriz do cimento resinoso e disco cerâmico para diminuir a reflexão. O disco de cerâmica (IPS Empress 2 – Ivoclar Vivadent de 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, sendo 1 mm de estrutura e 1 mm de cobertura cor B3) simulando a restauração foi posicionado para a confecção de todos cp nas diferentes formas de ativação avaliadas. Foram confeccionados 10 espécimes de cada grupo. A intensidade de cada aparelho foi mensurado antes de cada procedimento no radiômetro do Optilux 501. Os espécimes foram armazenados em caixa abrigada da luz por 24 horas. Cada espécime foi pulverizado até ficar um pó fino com auxílio de grau e pistilo, 50 microgramas de pó do cp foram misturados com 5 mg de brometo de potássio e foi prensado para confecção de disco, a banda de absorvância foi mensurado utilizando difusor de reflexão do FTIR (Perkin-Elmer, 1600). Os espectros do cimento não polimerizado também foram mensurados espalhando-se um pouco de cimento sobre o disco de brometo. O grau de conversão esta diretamente relacionado a diminuição da absorção da banda em 1637 cm^{-1} . Para o teste de microdureza, 10 espécimes de cada grupo foram confeccionados e foram armazenados por 24 horas em estufa a 37°C em caixa a prova de luz. Foi utilizado a máquina de ensaio MHT2 (Matsuzawa Seiki). Aplicou-se 200 N de carga por 15 segundos e três mensurações em cada espécime. Foi utilizado mediana, 1(25%) e 3(75%) percentil. Os resultados foram analisados pelo teste Kruskal-Wallis com análise de variância de um fator, separadamente. A

diferença entre os grupos foi analisado com teste de Mann-Whitney U. com nível de variância $p < 0.05$. Todo cálculo foi realizado no software SPSS 10. O Grupo Optilux 501 (20 s) obteve maior grau de conversão com relação aos demais grupos (Kruskal-Wallis, $p < 0,05$). Não houve diferença significativa entre os grupos Hilux 550 (40 s), Optilux 501 (10 s), Elipar FreeLight (20 s), e Elipar FreeLight (40 s) (Mann-Whitney, $p > 0,05$). Quanto à dureza, Os valores obtidos pelas diferentes unidades de fotoativação apresentaram diferenças significativas (Kruskal-Wallis, $p < 0,05$), assim Optilux 501 (20 s) produziu o maior valor de dureza. Não houve diferença significativa entre os grupos Hilux 350 (40 s), Optilux 501 (10 s), Elipar FreeLight (20 s) e Elipar FreeLight (40 s) (Mann-Whitney, $p > 0,05$). Os autores concluíram que a lâmpada halógena de alta intensidade (Optilux 501) utilizado no modo “ramp” (20 s) produziu superfícies mais duras do cimento do que as de halogéno convencional (Hilux 550) (40 s), halógena de alta intensidade (Optilux 501) utilizadas no modo convencional (10 s) e sistema LED (Elipar FreeLight) (20, 40 s), quando fotoativado através de uma simulação de restauração de cerâmica. Não houve diferença estatisticamente significativa no grau de conversão e dureza superficial entre Hilux 550 (40 s), Optilux 501 (10 s), FreeLight Elipar (20 s) e FreeLight Elipar (40 s).

Soares et al.⁴⁹ (2006) avaliaram a influência da espessura e diferentes cores da cerâmica feldspática sobre a microdureza do cimento resinoso. Noventa e cinco incisivos bovinos extraídos foram selecionados, limpos e armazenados em solução de timol a 0,2%. As raízes foram seccionadas na junção cimento-esmalte e as coroas foram embutidas em tubo de PVC com resina de poliestireno. Após polimerização, as superfícies palatinas expostas foram lixadas com lixa de carbeto de silício até a obtenção de uma superfície de dentina plana, onde foram realizados preparos cavitários padronizados com 4 mm de diâmetro e 1 mm de profundidade com ponta diamantada 3053 (KG Sorensen). Foram confeccionados discos com a cerâmica feldspática Noritake EX-3 com diâmetro de 4 mm em diferentes espessuras (1, 2 e 4 mm) com as cores A1, A2, A3, A3.5, A4.. O cimento resinoso dual (RelyX ARC – 3M ESPE) foi manipulado e inserido na cavidade do preparo dental e uma tira de poliéster foi acomodado sobre o cimento e foi fotoativado por 40 segundos com luz halógena (XL 3000 – 3M ESPE) com intensidade de 600 mW/cm^2 , nas distâncias (0, 1, 2 e 4 mm) sem interposição dos discos, somente com o dispositivo metálico para confecção do grupo controle, totalizando 18 grupos experimentais. Os espécimes foram armazenados a seco em

estufa à 37 °C por 24 h. Em seguida, os espécimes foram submetidos ao teste de microdureza Vickers (Future Tech) com carga de 50 g por 30 s, foram realizadas cinco indentações em cada espécime. Os dados foram submetidos à análise de variância de dois fatores e teste de Tukey ($p < 0.05$). Os valores apresentaram significância entre as variáveis estudadas e as interações entre elas ($p < 0.0001$). A cor A1 e A2 com espessura de 4 mm apresentaram valores de dureza superiores à outras cores, no entanto somente a cor A1 apresentou dureza semelhante ao grupo controle de 4 mm. Assim concluíram que a dureza do cimento resinoso sofre influência da espessura e cor da cerâmica e que restaurações com espessuras de 1 e 2 mm não prejudicam a dureza do cimento.

Tango et al.¹² (2007) avaliaram a influência da cerâmica feldspática e diferentes fontes de luzes sobre a dureza Knoop do cimento resinoso Enforce (Dentsply). Foram confeccionados 60 discos de cerâmica Heracera (Heraeus Kulzer) com 7 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura. Foram utilizados cento e vinte incisivos bovinos extraídos e seccionados suas raízes, a porção coronal foi embebido em um molde plástico com resina de poliestireno, com a vestibular da coroa voltada para superfície. Em seguida foram lixados sob refrigeração de água com lixas de carbetto de silício até expor uma área de dentina com no mínimo de 25 mm². Depois foi realizado o condicionamento com ácido fosfórico 37% e hibridizado com o adesivo Prime & Bond 2.1 (Dentsply) e vinte espécimes foram fotopolimerizados com luz halógena (XL2500 – 3M ESPE) por 10 s com 700 mW/cm²; outros vinte espécimes foram fotoativados com LED (Ultrablue Is – DMC Equip.) por 10 s com 440 mW/cm²; e vinte espécimes com luz de arco de plasma (Apollo 95E – DMD Equip.) por 3 s com 1600 mW/cm². Os discos cerâmicos foram condicionados com ácido fluorídrico a 10% e silanizados. Para a cimentação foi confeccionado um molde de borracha (5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura) que foi posicionado na área da dentina hibridizada e o cimento foi depositado no molde e o disco cerâmico foi acomodado e pressionado levemente para extravazar o excesso e foi ativado pelos modos: dual e físico (somente a base do cimento), os espécimes foram expostos a irradiação de luz LED e halógena por 40 s e de 3 s por arco de plasma. O grupo controle foi fotoativado sem a interposição do disco cerâmico, totalizando 12 grupos (n=10). Os espécimes foram armazenados a seco em estufa a 37 °C por 24 horas, em seguida foram seccionados longitudinalmente com disco diamantado e as superfícies foram lixadas com lixas de granulação n.

400, 600 e 1200. Cinco indentações foram realizadas em cada espécime com carga de 50 g por 15 s no microdurômetro (HVM 2000, Shimadzu). Os dados foram submetidos à análise de variância de três fatores e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Os maiores valores de dureza Knoop foram obtidos pela luz LED, para ambos modos de ativação. O menor valor de dureza foi obtido pelo arco de plasma no modo físico. A fotoativação com luz halógena (grupo de ativação física) resultou em valores de dureza semelhante ao de arco de plasma no modo dual. Assim concluíram que a cerâmica pode influenciar na dureza superficial do cimento resinoso.

Tezvergil-Mutluay et al.⁴³ (2007) investigaram o grau de conversão de quatro cimentos resinosos: RelyX ARC (3M ESPE), RelyX Unicem (3M ESPE), Panavia F 2.0 (Kuraray) e Variolink II (Ivoclar Vivadent) em uma simulação de um procedimento de cimentação, desta forma os cimentos foram fotoativados através de vários materiais restauradores. Os cimentos testados foram manipulados conforme instruções do fabricante e foram inseridos em um molde de aço inoxidável (6,5 mm de diâmetro e 0,6 mm de espessura) sobre o difusor de reflexão (ATR), depois foi acomodado o disco simulando os diferentes tipo de restauração (1,5 mm de espessura e 6,5 mm de diâmetro) representando uma restauração: metálica, de resina (Sinfony DA3), resina reforçada por fibra (0,5 de Everstick + 1,0 mm da resina Sinfony A3) ou através da dentina e foram fotoativados por 40 segundos (Optilux 501, 800 mW/cm²), para o grupo controle o cimento foi fotoativado sem a interposição de restauração. Foram confeccionados 5 espécimes (0,6 mm de espessura) de cada grupo. Os dados foram submetidos à análise de variância de dois fatores (tipo de cimento e tipo de restauração) e para as interações foi utilizado análise de variância de um fator e teste de Tukey com nível de significância de $p<0.05$. Houve diferença significativa entre os cimentos resinosos testados ($p<0.001$) e os tipos de restaurações ($p<0.001$). RelyX ARC apresentou o maior grau de conversão após 15 minutos da mistura e o Panavia F 2.0 e RelyX Unicem apresentaram o menor valor. Concluíram que os cimentos resinosos duais podem apresentar características de polimerização diferentes, dependendo de sua composição e o tipo de restauração que estão sobre eles.

Meng et al.⁵⁰ (2008) avaliaram a influência da espessura da cerâmica sobre as propriedades mecânicas de três cimentos resinosos: Linkmax (GC), Nexus (Kerr), Variolink II (Ivoclar Vivadent). Foram confeccionados discos com a cerâmica GN-1 (GC) cor A3 com espessuras de 1,0; 2,0 e 3,0 mm. Para os

ensaios laboratoriais: resistência à flexão e módulo de elasticidade, foram confeccionados 5 espécimes em forma de barra com 2 x 2 x 25 mm para cada condição: 1) irradiação direta; 2) irradiação através dos discos de cerâmicas (1, 2 e 3 mm); 3) sem irradiação. Primeiro foi fotoativado com o Candelux VL-5 (800mW/cm²) o centro da amostra e depois as duas extremidades, totalizando 3 x 40 s. Em seguida, foram armazenados por 24 h à 37±1 °C em recipientes à prova de luz. Os espécimes foram submetidos ao teste de três pontos na máquina de ensaio (model 5566S, Instron) com velocidade de 1 mm/min para determinar a resistência a flexão (MPa). No teste de microdureza, foi utilizado um molde de acrílico opaco (2 x 4,5 mm) e foi acomodado uma lamínula (espessura de 0,15 mm) para formar uma superfície plana e seguiu-se o mesmo protocolo de confecção dos espécimes para teste de flexão e compressão, em seguida foram armazenado secos por 24 h a 37 °C. Depois foram submetidos ao teste de microdureza (MVK-E, Akashi) com 25 g de carga por 30 s (KHN1). Posteriormente, as amostras foram armazenadas em solução de etanol a 100% por mais 24h a 37 °C e foram mensuradas novamente a microdureza Knoop (KHN2) para avaliação da densidade das ligações cruzadas. Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância de um fator para cada cimento resinoso testado. O teste Student-Newman-Keuls foi usado para comparações múltiplas (p=0.05). Para os três cimentos no modo de ativação dual os valores dos testes de resistência à flexão, módulo de elasticidade, microdureza antes (KHN1) e depois (KHN2) diminuíram com o aumento da espessura da cerâmica. Houve correlação entre as propriedades do cimento Linkmax e Variolink II, exceto entre a resistência à flexão e módulo de elasticidade. Assim, concluíram que as variáveis testadas comportaram-se de forma diferente, quando a espessura da cerâmica foi aumentada, os componentes da polimerização química não compensaram significativamente e a propriedade mecânica e estrutura do polímero dos cimentos duais dependem da intensidade da luz.

Moraes et al.⁵⁸ (2008) avaliaram o grau de conversão de um cimento resinoso dual: RelyX ARC (3M ESPE) cor A3 sob disco cerâmico de diferentes espessuras. Foram confeccionados discos de cerâmicas de IPS Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent) cor A3 com 8 mm de diâmetro e três espessuras: 0,7; 1,4 e 2,0 mm. Quantidades iguais de base e catalisador foram misturados por 15 s e acomodado sobre o cristal do espectrocópio infra-vermelho (Prestige21, Shimadzu) e sobre este uma tira de poliéster e o disco cerâmico, em seguida fotoativou-se por

40 s com lâmpada halógena (XL3000 – 3M ESPE). O grupo controle de modo de ativação dupla (com luz) foi realizada com a fotoativação direta do cimento sem a interposição dos discos cerâmicos, já o grupo controle do modo de ativação químico (sem luz) foi realizado protegendo o cimento do contato com a luz e um grupo adicional foi confeccionado com a fotoativação tardia após 5 minutos da mistura das pastas. Após a fotoativação, foram mensurados o grau de conversão nos intervalos: imediato, 1, 2, 4, 6, 8 e 10 minutos, vinte leituras foram realizadas, com resolução de 4 cm^{-1} e o cálculo do grau de conversão foi realizado pelas mudanças das bandas de absorção de 1635 cm^{-1} e 1608 cm^{-1} das amostras polimerizadas e não polimerizadas. Os dados foram submetidos à análise de variância de dois fatores e teste de Tukey ($p<0.05$). A diminuição da irradiância foi observada com o aumento da espessura da cerâmica. Os valores de grau de conversão foram maiores em todos os grupos no intervalo de 10 minutos em comparação ao imediato. Não houve diferença significativa no grupo controle dual em relação aos grupos com interposição de discos cerâmicos. Os valores do grupo de ativação química foram menores do que os valores de ativação dupla. Também não houve diferença significativa na fotoativação tardia de 5 minutos nos intervalos testados. Assim, concluíram que o cimento resinoso testado foi dependente do tempo e exposição da luz para obtenção de grau de conversão adequado.

Pazin et al.⁵¹ (2008) investigaram a influência da espessura da cerâmica e tipo de luz (halógena: XL2500 – 3M ESPE com 905 mW/cm^2 ou LED: Ultralume 5 – Ultradent com 1585 mW/cm^2) na transmissão de luz através das cerâmicas na polimerização do cimento resinoso dual: Variolink II (Ivoclar Vivadent), cor A3. Discos de cerâmicas de IPS Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent) foram confeccionados com as espessuras de 0,7; 1,4 e 2,0 mm e depois foram lixados e polidos com lixa de carbeto de silício sob refrigeração até atingirem a espessura desejada. Foi confeccionado um molde de silicone de adição (Express – 3M ESPE) com 5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura, onde a mistura do cimento foi depositada, depois foi acomodado uma tira de poliéster e o disco de cerâmica, sobre o conjunto foi colocado um peso de 250 g por 2 min, em seguida fotopolimerizou-se a amostra por 40 s (halógena ou LED), a ponta do fotoativador ficou encostada na superfície do disco de cerâmica. Foram confeccionados amostras controle para os três métodos de ativação. Em seguida os espécimes foram armazenados em recipientes à prova de luz por 24 h a 37°C ($n=5$). Antes de serem submetidas ao

teste de dureza superficial, as amostras foram embebidas em resina epóxica e lixadas com lixas de carbeto de silício sob refrigeração com água, para planificar e alisar a superfície das amostras. Depois foi mensurado a microdureza Knoop (HMV-2 Shimadzu) com 50 g por 15 s e foram realizadas cinco indentações nas duas superfícies (topo e base). As médias dos espécimes foram submetidos à análise de variância de três fatores e teste de Tukey para comparações da dureza da superfície do topo e da base da mesma amostra ($p < 0.05$). A transmissão da luz das duas unidades de fotoativação através das cerâmicas foram mensuradas com o espectrômetro (USB 200, Ocean Optics) e comparadas com o controle (sem interposição das cerâmicas). As amostras fotoativadas através da cerâmicas com espessuras de 1.4 e 2.0 mm apresentaram menores valores de dureza comparado aos outros grupos, exceto para o grupo controle de ativação química. Não houve diferença significativa entre a luz LED e halógena ($p = 0.609$) e também não houve diferença estatística na dureza da superfície do topo e base ($p = 0.777$), independente da espessura da cerâmica. Em conclusão, a polimerização do cimento resinoso dual é afetada pela espessura da cerâmica, enquanto que o tipo de luz não interfere.

Arrais et al.⁵⁹ (2009) avaliaram o grau de conversão (GC), taxa máxima de polimerização ($R_p^{\max}$) e potencial de conversão (razão de conversão do modo auto-polimerizável em relação ao modo dual; PC_{AD}) de cinco cimentos resinosos duais: Duolink (BISCO), Nexus 2 (Kerr), Lute-it (Pentron Corp), Calibra (Dentisply Caulk), RelyX ARC (3M ESPE) nos intervalos de 5 e 10 minutos após sua mistura utilizando espectroscopia infra vermelho. Os materiais foram manipulados e depositados sobre o diamante horizontal do atenuador de reflectância total (ATR) do espectroscópio (FTS-40 – Digilab LLC/Biorad), para padronizar a espessura (100-120 μm) dos espécimes uma fita adesiva foi colada em torno do diamante para servir de espaçador, em seguida o cimento foi coberto com uma tira de poliéster e uma placa de vidro (1 mm de espessura) e fotopolimerizou-se (XL3000 – 3M ESPE; 600 mW/cm^2) por 40 s (modo dual) ou aguardou-se o tempo de presa sem ativação com a luz (modo auto-polimerizável) ($n=5$). Os espectros foram coletados na faixa de 1680 cm^{-1} e 1500 cm^{-1} com uma leitura por segundo e resolução de 2 cm^{-1} . O GC (%) foi calculado através das mudanças das bandas de absorção alifática e aromática (1636 cm^{-1} / 1608 cm^{-1}) dos espectros dos cimentos polimerizados e não polimerizados. A taxa máxima de polimerização ($R_p^{\max}$) foi calculada através das diferenças entre os valores de grau de conversão sequencial, intervalos de 1

segundo ao longo de 10 minutos da análise de cada amostra. Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância de dois fatores e pós-teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Todos os grupos auto-polimerizados apresentaram menores valores de GC (%) e $R_p^{\max}$ do que os grupos de dupla polimerização ($p<0.001$) e os maiores valores de GC (%) foram para o intervalo de 10 minutos somente para os grupos do modo de auto-polimerização. O cimento Duolink apresentou a maior taxa de polimerização ($R_p^{\max}$) dentre os grupos de dupla polimerização, enquanto que os cimentos Lute-It e Calibra apresentaram os valores mais baixos de $R_p^{\max}$ e o maior potencial de conversão ($PC_{A/D}$). Concluíram que o grau de conversão dos cimentos resinosos testados apresentaram maiores valores no modo de dupla polimerização em relação ao modo auto-polimerizável. No entanto, os valores de $R_p^{\max}$ e $PC_{A/D}$ variaram entre os diferentes fabricantes. O GC (%) foi maior no intervalo de 10 minutos em relação à 5 minutos para todos os materiais testados, apenas para os grupos do modo auto-polimerizável (sem luz).

Hooshmand et al.¹⁶ (2009) avaliaram a eficiência da fotopolimerização por lâmpada halógena (Coltolux 75 – Còltene Whaledent, com 800 mW/cm² por 40 s modo contínuo) e LED (radii – SDI, com 1100 mW/cm² por 20 e 40 s no modo “ramp”) através da interposição da cerâmica IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent) com 2 mm de espessura (1 mm de infra-estrutura e 1 mm de cerâmica de cobertura) na microdureza Vickers do cimento resinoso Variolink Ultra (base e catalisador de alta viscosidade cor A3 – Ivoclar Vivadent). Os cp foram confeccionados com dimensão de 5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura com auxílio de um molde de politetrafluoretileno (PTFE) acomodado sobre uma placa de vidro. Entre o cimento e o disco cerâmico foi acomodado uma tira de poliéster para evitar a adesão entre os materiais. Cada grupo experimental possuía cinco espécimes ($n=5$). As superfícies do topo das amostras foram lixadas com água com lixa de carbetto de silício com granulação 1200 para remover a camada não polimerizada. Todas amostras foram armazenados em água destilada e em recipientes à prova de luz por 24 h à 37°C. Posteriormente, realizou-se a mensuração da microdureza com três indentações na superfície do topo e base com o microdurômetro Micromet 2100 (Buehler) com 25 g de carga por 10 s. Os valores coletados foram submetidos à análise de variância e pós-teste de Bonferroni (SPSS para Windows) com nível de significância de $p<0.05$. A microdureza da superfície do topo e da base do cimento resinoso dual não apresentou diferença estatisticamente

significativa entre a luz LED e halógena por 40 segundos ($p > 0,05$). Observaram que a eficácia da luz LED de alta intensidade é comparável à luz halógena de alta intensidade, quando os cp foram fotopolimerizados por maior tempo. E que a fotopolimerização com LED sob restauração cerâmica com 2 mm de espessura por 20 s não é recomendado.

Moraes et al.⁶⁰ (2009) investigaram a influência da fotoativação imediata ou tardia sobre o cimento resinoso dual. O cimento estudado apresenta os seguintes componentes, base: bisfenol glicidil dimetacrilato (bis-GMA), trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA), canforoquinona, dimetil-p-toluidina, butil hidroxitolueno (BHT) e catalisador: bisfenol-A etoxilato dimetacrilato (bis-EMA), TEGDMA, peróxido de benzoíla e BHT. As pastas foram misturas por 15 segundos, acomodada entre tiras de poliéster formando um filme de material do cimento com 50 μm e foram ativadas seguindo sete protocolos diferentes sobre o cristal do FTIR (Prestige 21, Shimadzu) com o acessório atenuador de reflectância total (ATR): fotoativação imediata utilizando baixa (5 J/cm^2) ou alta (20 J/cm^2) dose de energia, por 10 ou 40 segundos com o fotoativador de luz halógena (XL3000 – 3M ESPE) com intensidade de 500 mW/cm^2 ; fotoativação tardia por 10 ou 40 segundos após 2 minutos da mistura (curto tempo) usando baixa ou alta dose de energia; fotoativação tardia por 10 ou 40 segundos após 10 minutos (longo tempo) com dose de energia baixa ou alta; e auto-polimerização (sem fotoativação). Foram confeccionados 5 espécimes de cada protocolo de ativação, a reação de polimerização foi monitorada em absorvância em tempo real por 30 minutos usando apodização Happ-Genzel, mensurando o espectro na região de 1680 a 1540 cm^{-1} , com resolução de 8 cm^{-1} , configurada para fazer leitura a cada segundo. O grau de conversão foi determinado usando a técnica da linha base das intensidades das bandas em 1635 cm^{-1} e 1608 cm^{-1} dos cimentos polimerizados e não polimerizados, utilizando a equação:

$$GC\% = \left\{ 1 - \left[\frac{Abs(alifático) / Abs(aromático)_{polimero}}{Abs(alifático) / Abs(aromático)_{monomero}} \right] \right\} \times 100. \text{ As médias de conversão}$$

vs tempo foram plotados usando regressões de três parâmetros não lineares de Hill, o dado de conversão (em 30 minutos) e a taxa de polimerização máxima (R_p^{max}) foram submetidos separadamente à análise de variância de um fator e ao teste de Student-Newman-Keuls ($p < 0.05$). O menor grau de conversão foi apresentado pelos grupos: auto-polimerizado e de fotoativação imediata (baixa potência), enquanto que

os grupos: fotoativação imediata e tardia (curto tempo) ambas com alta potência apresentaram os maiores valores de conversão. Concluíram que a autopolimerização do cimento resinoso foi influenciada pela energia da luz que chega ao material e que é dependente da potência da luz e o momento em que é aplicada.

Reges et al.⁵² (2009) avaliaram a dureza Knoop de quatro diferentes cores de um cimento resinoso dual: Variolink II (Ivoclar Vivadent) após fotoativação com luz halógena e LED nos intervalos de 15 minutos e 24 horas. Foi confeccionado disco com cerâmica feldspática (8 mm de diâmetro e 2 mm de espessura) e os cimentos resinosos nas cores: XL, A2, A3 e opaco, as pastas base e catalisador de cada cor foram misturados e inserido em um molde de teflon preto com orifício de 5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura, uma tira de poliéster foi posicionada sobre o molde e o disco cerâmico sobre o conjunto, fotoativou-se por 40 segundos com luz halógena (XL2500 – 3M ESPE) e LED (DMC Equip.) com irradiância de 615 e 610 mW/cm², respectivamente. Foram confeccionados quarenta espécimes de cada cor de cimento, que foram separados em dois grupos de acordo com a fonte de luz e metade foram testados no intervalo de 15 minutos e outra metade foram armazenados a seco em estufa a 37⁰C por 24 horas em recipiente a prova de luz (n=10). Para mensurar a dureza no microdurômetro (HMV 2, Shimadzu), os espécimes foram fixados com cera em molde de resina acrílica e foram lixados com lixas de carbeto de silício com granulação n. 320, 400, 600 e 1200. Foram realizados quatro indentações em cada espécime com carga de 50 g por 15 segundos. Os dados foram submetidos à análise de variância de três fatores e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Os valores de dureza superficial fotoativados com luz halógena foram maiores do que os grupos de LED ($p<0.05$). Os valores de dureza dos grupos com luz LED e halógena no intervalo de 24 horas foram maiores do que no intervalo de 15 minutos, quando comparados com a mesma cor de cimento. Concluíram que a dureza Knoop depende do tipo de luz e do tempo pós-polimerização. A cor opaca apresentou os menores valores de dureza do que as outras cores testadas para ambos tipos de luzes e tempos.

Aguiar et al.⁶¹ (2010) avaliaram o grau de conversão nos intervalos de 5, 10 e 15 minutos após a polimerização de três cimentos resinosos (dois autoadesivos: RelyX Unicem – 3M ESPE e BisCem – BISCO e um convencional: Panavia F 2.0 – Kuraray), quando polimerizados no modo químico (sem luz) ou físico (com luz). Os materiais foram manipulados conforme instruções do fabricante e foram

aplicados sobre o cristal do espectrômetro (FTIR Spectrometer 520, Nicolet Instrument Corp), sobre o cimento foi acomodado uma tira de poliéster e pressionada levemente para espalhar o material sobre o cristal. O espectro do cimento não polimerizado foi mensurado e depois foram fotoativados com luz halógena (XL 3000 – 3M ESPE) por 40 segundos (600 mW/cm^2) ou polimerizado sem luz (modo químico), cada espécime foi mensurado o grau de conversão nos intervalos de 5, 10 e 15 minutos após a mistura ($n=5$). Os espectros foram obtidos na faixa de 4000 cm^{-1} e 750 cm^{-1} com resolução de 4 cm^{-1} . A conversão do monômero foi calculada de acordo com a mudança na relação entre as bandas de absorvância correspondente ao alifático (1638 cm^{-1}) e aromático (1608 cm^{-1}) antes de polimerizar e depois nos intervalos de 5, 10 e 15 minutos. Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância de dois fatores e teste Tukey ($\alpha=0,05$). Os grupos do modo químico (sem luz) apresentaram os menores valores de grau de conversão comparados aos grupos com fotoativação para os cimentos RelyX Unicem e BisCem ($p<0.05$). O grau de conversão do cimento Panavia F 2.0 não foi afetado pelo modo de ativação ($p>0.05$). Os maiores valores de grau de conversão foram após 15 minutos e uma diferença significativa no grau de conversão foi observada entre o valor de 5 minutos e 10 minutos, exceto para o cimento BisCem que no modo químico não teve diferença significativa entre os dois intervalos de tempo. Concluíram que a fotoativação é relevante para proporcionar um maior grau de conversão dos cimentos auto-adesivos e após 15 minutos, todos os cimentos testados apresentaram aumento no grau de conversão, independente do modo de polimerização.

Yan et al.⁴⁶ (2010) avaliaram as mudanças sucessivas no grau de conversão e dureza de seis cimentos resinosos (fotoativados, químico e dual) nas primeiras horas e até sete dias. Dois cimentos resinosos fotoativados: Choice 2 (BISCO) e RelyX Veneer (3M ESPE), dois cimentos quimicamente ativados: Multilink (Ivoclar Vivadent) e C&B Cement (BISCO) e dois cimentos duais: Calibra (Dentsply) e RelyX ARC (3M ESPE) foram investigados neste estudo. Utilizou-se um disco de resina Esthet X (Dentsply) cor A2 com 5 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura para simular restauração. Foi utilizado o fotoativador Elipar TriLight com 750 mW/cm^2 (3M ESPE), fotoativou-se por 40 s com a ponta encostada no disco de resina. Para os grupos de cimentos químicos e duais, porções iguais de base e catalisador foram misturadas por 10 s, porém não foi fotoativado o grupo dos

cimentos quimicamente ativados. Foram confeccionados 15 espécimes de cada material. Os espécimes foram submetidos ao teste de grau de conversão no espectrômetro FTIR (IRPrestige 21, Shimadzu) equipado com o ATR (attenuated total reflectance). Foram realizadas 10 leituras por amostra na faixa de 1670-1550 cm^{-1} com resolução de 4 cm^{-1} . Para o teste de microdureza, os 15 espécimes foram confeccionados com auxílio de uma matriz de teflon (5 mm de diâmetro e 2,5 mm de profundidade) e foram cobertas com tira de poliéster e o protocolo de fotopolimerização foi igual ao do teste de grau de conversão. Utilizou-se o microdurômetro (HNV-2, Shimadzu) com 100 g de carga por 10 s e foram realizadas três indentações com 0,5 mm de distância entre elas, na superfície do topo de cada espécime. Depois foram calculados as médias dos valores obtidos. Os espécimes de ambos testes foram armazenados secos em recipientes à prova de luz a 37 °C entre as observações. Todos os dados foram submetidos à testes não-paramétricos ($\alpha=0,05$). O teste de Wilcoxon foi usado para os dados do mesmo cimento não homogêneos entre o grau de conversão e microdureza em cada período de tempo específico até o final de sete dias. O cimento Calibra exibiu alterações estatísticas semelhante ao dos dois cimentos quimicamente ativados ($p>0,05$), enquanto que o RelyX ARC atingiu o valor de grau de conversão semelhante nos intervalos de 5 minutos e 7 dias ($p>0,05$). O cimento Choice 2 (fotoativado) e RelyX ARC (dual) apresentaram aumento gradual na microdureza até 15 minutos, sem sofrer alteração ao longo do tempo restante ($p>0,05$). Concluíram que o teste de microdureza foi mais sensível comparado ao de espectroscopia FTIR para detectar pequenas mudanças na conversão dos monômeros. Independentemente do modo de ativação (químico, fotoativo, dual), a polimerização adequada ocorreu dentro de 24 horas para ambos os testes.

Kuguimiya et al.⁶² (2010) avaliaram o efeito de dois materiais restauradores e dois tipos de fotoativadores sobre a microdureza Vickers de um cimento resinoso dual: RelyX ARC (3M ESPE). Foram confeccionados discos com os materiais restauradores indiretos com 7 mm de diâmetro e 2 mm de espessura da cerâmica feldspática (Noritake) e resina composta laboratorial (Solidex), ambos na cor A2. O cimento foi manipulado por 10 segundos e inserido em um molde de teflon apoiada sobre uma placa de vidro e sobre o molde foi posicionado uma tira de poliéster e sobre este foi acomodado uma das restaurações e foram fotoativados com luz LED: Radii (SDI; 1200-1400 mW/cm^2) ou halógena: Optilight Plus (Gnatus;

400-500 mW/cm²), ambos por 40 e 65 segundos. Para o grupo controle o espécime foi fotoativado sem a interposição das restaurações, assim foram confeccionados trinta e seis espécimes (5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura), totalizando seis grupos (n=6). Em seguida, cada espécime foi protegido em papel alumínio e armazenados a seco em estufa a 37⁰C por 24 horas. Posteriormente, estes foram submetidos ao teste de microdureza Vickers no microdurômetro (Shimadzu) com carga de 50 g por 15 segundos com três indentações em cada superfície (topo e base). Os dados foram submetidos à análise de variância de três fatores e teste de Tukey-Kramer com nível de significância de 5%. Quando comparado os dois tipos de luz na dureza superficial do topo não houve diferenças estatisticamente significativa (p>0.05), no entanto a luz LED proporcionou maior valor de dureza na superfície da base quando foi interposta com disco de cerâmica (p<0.05). As médias dos valores de dureza do grupo controle foram maiores (p<0.01). Assim, concluíram que a dureza da superfície do topo não foi influenciada pelo tipo de material restaurador interposto ou tipo de luz, porém a luz LED aumentou o valor de dureza das camadas mais profundas do cimento resinoso quando interposto com disco cerâmico.

Noronha Filho et al.⁴⁷ (2010) avaliaram o grau de conversão de quatro cimentos resinosos: All Cem (FGM), Enforce (Dentsply), RelyX ARC (3M ESPE) e Variolink II (Ivoclar Vivadent) ativados pelos dois modos: químico e dual, interpondo disco cerâmico de 2 mm de espessura de Empress 2 (Ivoclar Vivadent) para simular restauração indireta. O fotoativador Optilux 501 com 650 mw/cm² (Kerr) por 40 segundos foi utilizado para a confecção dos espécimes com modo de ativação dual. Para a confecção dos espécimes não polimerizados, foram manipulados a mesma proporção da pasta base e catalisador dos cimentos testados e foram comprimidos entre duas tiras de polietileno e duas placas de vidro para formar um filme delgado, após 90 segundos foram armazenados em recipientes a prova de luz (grupo I). Já para os espécimes fotopolimerizados, a mesma quantidade de base e catalisador foram misturados por 10 segundos e foram divididos nos seguintes grupos: grupo II, imediatamente após a mistura o espécime foi fotoativado com a ponta em contato com a tira de poliéster acomodada sobre a mistura das pastas. Grupo III, após a mistura do cimento foi interposto o disco cerâmico (12 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, sendo 1 mm de estrutura e 1 mm de cerâmica de cobertura) e em seguida foi fotoativado. Foram confeccionados 5 espécimes por grupos (n=5), onde foram armazenados por 24h a 37⁰C.

Posteriormente os espécimes foram submetidos ao teste de grau de conversão no espectrômetro FTIR (Varian 3100) equipado com esfera integradora (MIRacle ATR), operando com 120 leituras com resolução de 4 cm^{-1} . Em seguida foi calculado o grau de conversão através da absorvância das bandas em 1638 cm^{-1} (alifática) e do 1608 cm^{-1} (aromática) utilizando a equação: $GC (\%) = 100 \times [1 - R_{\text{polimerizado}}/R_{\text{não polimerizado}}]$, onde R é a razão entre a banda 1638 cm^{-1} e 1608 cm^{-1} . Os valores obtidos foram analisados pelos teste Shapiro-Wilk's e Levene para conferir a normalidade e homogeneidade de variância e depois pelo teste de análise de variância de dois fatores e pós-teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Os dois grupos quimicamente ativados Variolink e All Cem resultaram nos valores mais baixos de grau de conversão (13.6 ± 4.9) e (14.2 ± 2.9), respectivamente. Para todos os cimentos testados o grau de conversão foi significamente maior com a ativação dupla sem cerâmica interposta, seguida pelo grupo de ativação dupla com cerâmica interposta e pelo grupo de ativação química ($p < 0.05$). Os autores concluíram através do dados obtidos que o cimento resinoso dual pode ter sua conversão interferida, quando fotoativado por cerâmica com espessura de 2 mm que tenha a translucidez menor ou igual a da cerâmica Empress 2.

Pick et al.³¹ (2010) avaliaram o efeito da interposição de diferentes materiais restauradores indiretos sobre o grau de conversão, dureza e resistência à flexão de um cimento resinoso dual. Foram confeccionados cinco espécimes (11 mm de diâmetro e 2 mm de espessura) de quatro tipos de materiais restauradores indiretos (cerâmica: IPS Eris – Ivoclar Vivadent; cerâmica reforçada por dissilicato de lítio: Empress 2 – Ivoclar Vivadent; resina laboratorial micro-híbrida: Sinfony – 3M ESPE; resina laboratorial microparticulada: Adoro – Ivoclar Vivadent), a transmissão de luz destes materiais foram determinadas utilizando espectrofotômetro de feixe duplo com esfera integradora (Cintra 10, CBC Scientific Equipament). Foram confeccionados espécimes em forma de barra (10 mm de comprimento x 2 mm de largura x 1 mm de altura) de cimento resinoso dual (Nexus 2 – Kerr) no modo dual e no modo fotoativado (sem o catalisador). Metade das amostras foram fotoativados com lâmpada halógena (Optilux 501 - Kerr) e outra com LED (LEDemetron - Kerr) por 60 segundos, interpondo os discos com os diferentes materiais restauradores. Para o grupo controle os espécimes foram fotoativados sem a interposição dos discos de restaurações, depois os espécimes foram armazenados em recipientes opacos em água destilada a 37°C por 24 horas. Em seguidas foram polidas com lixa

n. 4000 por 2 minutos com irrigação constante e foram submetidas ao teste de grau de conversão (n=3) no FT-Raman (modelo RFS 100/S, Bruker Optics) o espectro foi obtido na faixa de 1000 a 2000 cm^{-1} , com 64 leituras e resolução de 4 cm^{-1} , o grau de conversão foi mensurado pela razão entre as ligações alifáticas (1640 cm^{-1}) e aromática (1610 cm^{-1}) utilizando a equação: $\text{GC}\% = (1 - R_{\text{polimerizado}}/R_{\text{não-polimerizado}}) \times 100$. Para o teste de microdureza Knoop (n=6) as amostras também foram polidas como no teste anterior e em seguida foram submetidas ao teste de dureza no microdurômetro (HMV-2T, Shimadzu) com seis indentações em cada amostra com carga de 100 g por 15 segundos. Para o teste de resistência à flexão de três pontos (n=6) foi utilizado a máquina de ensaio universal (Kratos) com velocidade de 0,5 mm/min. Os dados de transmissão de luz foram submetidos à análise de variância de um fator e os dados dos três testes foram submetidos à análise de variância de três fatores e Tukey para múltiplas comparações ($\alpha=0,05$). A resina Sinfony apresentou a maior transmissão de luz. O grau de conversão foi menor para o modo fotoativado comparado ao modo dual e todos os materiais restauradores testados reduziram os valores de microdureza, quando foram interpostos por discos de restaurações. Os discos de cerâmicas IPS Eris e Empress 2 quando fotoativado com luz halógena e a cerâmica IPS Eris com LED diminuíram a resistência à flexão em ambos modos de ativação quando comparados com controle. O tipo de luz não interfere no grau de conversão e microdureza, exceto quando o cimento foi fotoativado pela cerâmica Empress 2. A dureza superficial não foi afetada com a interposição dos discos de restaurações quando o cimento foi polimerizado no modo dual.

Valentino et al.¹⁴ (2010) investigaram a influência de diferentes composições de cerâmicas sobre a dureza Knoop imediata e 24 horas após polimerização e os efeitos dos métodos de ativação na dureza Knoop de um cimento resinoso dual. Foram confeccionados discos cerâmicos com espessura de 1,2 mm de diferentes composições e fabricantes (Duceram plus, Cergogold, Duceragold, AllCeram, Cercon, Cercon Ceram S – Degussa Dental; IPS Empress, IPS Empress 2, Eris – Ivoclar Vivadent; Procera – Nobel Biocare; In Ceram Alumina, In Ceram Zirconia, VM7 – Vita Zanafabrik). O cimento resinoso Panavia F 2.0 (Kuraray), cor A3, foi manipulado e inserido em um molde de nylon com orifício de 5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura, uma tira de poliéster foi posicionada sobre o molde e foi ativado conforme três diferentes métodos (ativação química, sem luz; dual com fotoativação

direta, sem disco interposto; dual com fotoativação através dos discos cerâmicos). Foi utilizado o fotativador de lâmpada halógena XL2500 (3M ESPE) com 650 mW/cm^2 por 40 segundos. Os dez espécimes de cada grupo foram polidos com lixas de carbetto de silício n. 1.200 e após serem mensurados os valores de microdureza Knoop no microdurômetro (HMV 2, Shimadzu) com três indentações em cada amostra ($n=30$) com 50 g por 15 segundos no tempo imediato, as amostras foram armazenadas a seco em recipientes opacos protegidos da luz por 24 horas a 37°C . Em seguida foi realizado o mesmo protocolo para mensurar os valores de dureza após 24 horas. Os dados foram submetidos à análise de variância de dois fatores e teste de Tukey para múltiplas comparações ($p<0.05$). A ativação direta apresentou o maior valor de dureza Knoop do que a ativação através da cerâmica e ativação química, tanto no intervalo imediato e 24 horas. Os valores de dureza após 24 horas foram superiores ao tempo imediato, exceto para o grupo de ativação direta. As cerâmicas a base de vidro e dissilicato de lítio apresentaram maiores valores de dureza do que as cerâmicas a base de alumina e zircônia, tanto nos intervalos imediato e 24 horas. As cerâmicas reforçadas e opacas apresentaram os menores valores de dureza. A composição da cerâmica influenciou na transmissão da luz, diminuindo a polimerização do cimento resultando em menores valores de dureza e o intervalo de tempo de 24 horas aumentou o valor de dureza, exceto para o modo de ativação direta.

Giráldez et al.⁵³ (2011) avaliaram a microdureza Vickers, como medida de grau de conversão, de sete diferentes cimentos resinosos (um químico: Multilink Automix – Ivoclar Vivadent; dois duais: RelyX ARC – 3M ESPE, Variolink II – Ivoclar Vivadent; quatro autoadesivos: RelyX Unicem – 3M ESPE, MaxCem Elite – Kerr, SmartCem2 – Dentsply, G-Cem – GC Corporation) quando ativado quimicamente e fotoativado por 40 e 80 segundos através de restauração indireta de resina (Filtek Z250 A3, 3M ESPE) com 4 mm de espessura e 6,5 mm de diâmetro. Os materiais foram manipulados conforme instruções do fabricante e foram dispensados dentro de um molde metálico com orifício de 6,5 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura, sobre uma lâmina de microscópio e uma tira de poliéster e uma segunda tira foi posicionada sobre o molde, uma placa de vidro foi levemente pressionada para remover o excesso de cimento, removeu-se a placa de vidro e o disco de resina simulando a restauração foi posicionado sobre o molde e foram ativados seguindo o protocolo de três diferentes grupos: I) ativação química; II)

fotoativação por 40 segundos com fotoativador LED com 1200 mW/cm^2 (Bluephase – Ivoclar Vivadent); III) fotoativação por 80 segundos com mesmo fotoativador. Os espécimes foram removidos do molde após 20 minutos e submetidos ao teste de dureza superficial no microdurômetro (Buehler 2101) com carga de 100 g por 30 segundos, foram realizadas 10 indentações em cada espécime. Os dados foram submetidos à análise de variância de dois fatores e pós-teste de Student Newman-Keuls ($\alpha=0,05$). A dureza superficial apresentou influência pelos cimentos resinosos testados ($p<0.0001$), modo de ativação ($p<0.0001$) e suas interações ($p<0.0001$). O cimento RelyX ARC apresentou os maiores valores de dureza, independentemente do modo de ativação. A fotoativação aumentou significativamente os valores de microdureza dos cimentos estudados e aumentaram ainda mais quando o tempo foi dobrado. RelyX Unicem apresentou alta sensibilidade à irradiação de luz, apresentando baixos valores para o modo de ativação química. Após a fotoativação de 40 e 80 segundos, o cimento MaxCem Elite apresentou os menores valores de dureza comparados aos outros cimentos testados. Concluíram que a microdureza é influenciada pela marca e que os cimentos duais devem ser fotoativados por tempo maior do que o recomendado pelo fabricante.

Kilinc et al.⁵⁴ (2011) avaliaram a microdureza Vickers de cimentos resinosos (Appeal – Ivoclar Vivadent, Calibra – Dentsply, Nexus 2 – Kerr), fotopolimerizados através de discos cerâmicos do sistema IPS Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent) com diferentes espessuras (1, 2, 3 e 4 mm e 11 mm de diâmetro) e tonalidades. Os espécimes foram conformados com 5 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura com auxílio de uma matriz metálica. Os cimentos resinosos foram avaliados no modo fotoativado e dual. Uma tira de poliéster previamente recortada no formato da matriz foi posicionada no topo e base, em contato com o cimento para confeccionar uma superfície plana e lisa. O disco cerâmico foi acomodado sobre o conjunto e ao redor foi encaixado um anel metálico para estabilizá-los. Os cp foram fotopolimerizados por 40 s (LED Flashlite 1401 – Discus Dental com 800 mW/cm^2) em contato direto com o disco cerâmico e para o grupo controle foi fotoativado sem a interposição dos discos cerâmicos, totalizando 510 espécimes ($n=5$). Após armazenagem dos cp em água deionizada em estufa a 37°C por 24 h, foram submetidos ao teste de microdureza Vickers com três indentações com 30 g por 15 s. Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância e pós teste Tukey. A transmissão de luz diminuiu ao passo que foi aumentado a espessura e saturação

da cerâmica, a quantidade luz transmitida teve efeito estatisticamente significativo sobre os valores de microdureza ($p=0.000$). A espessura da cerâmica e o tipo de polimerização influenciaram significativamente nos valores de microdureza de todos os grupos ($p<0.0001$). Concluíram que cerâmica com espessura superior a 3 mm pode prejudicar a polimerização adequada do cimento.

3 PROPOSIÇÃO

3.1 PROPOSIÇÃO GERAL

O propósito deste estudo foi avaliar a influência da interposição de diferentes translucidez de cerâmicas no grau de conversão e microdureza de um cimento resinoso dual.

3.2 PROPOSIÇÃO ESPECÍFICA

1. Avaliar o grau de conversão e microdureza Knoop do cimento resinoso dual após fotoativar por 20, 40 e 60 segundos, com lâmpada LED sem nenhum obstáculo entre a ponta do fotoativador e o cimento.

2. Avaliar o grau de conversão e microdureza Knoop do cimento resinoso dual 24 horas após a fotoativação por 20, 40 e 60 segundos, com disco de cerâmica com diferentes grau de translucidez.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL E MATERIAIS UTILIZADOS

Este trabalho foi desenvolvido no Programa de Pós-graduação em Odontologia – Mestrado do Departamento de Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa com o apoio do laboratório de microscopia ótica do Departamento de Engenharia de Materiais e Laboratório Multi Usuário, localizados no CIPP – Centro Interdisciplinar de Pesquisa e Pós-Graduação da Universidade Estadual de Ponta Grossa, Laboratório de Usinagem (UEPG) e do Laboratório de Prótese Studio Dental – Curitiba, PR.

No presente estudo foram utilizados discos de cerâmica do sistema IPS e-max e d.SIGN (Ivoclar Vivadent), simulando as diferentes translucidez e composições do próprio sistema cerâmico. Foi utilizado o cimento resinoso dual Variolink II (base cor A3 e catalisador de baixa viscosidade cor A3) e o fotoativador Bluephase G2. Suas composições e lote estão descritos no quadro 4.1.

Quadro 4.1: Materiais, marca comercial, fabricante, composição e número do lote.

Material	Marca comercial	Fabricante	Composição	Lote
Cerâmica de vidro reforçada por leucita e fluorapatita	IPS d.SIGN	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	50-65% SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , K ₂ O, Na ₂ O, CaO, P ₂ O ₅ , F, Li ₂ O, ZrO ₂ e pigmentos	48982
Cerâmica a base de Dissilicato de lítio	IPS e-max Press	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	>57% SiO ₂ , Li ₂ O, K ₂ O, P ₂ O ₅ , ZrO ₂ , ZnO, Al ₂ O ₃ , MgO, La ₂ O ₃ e pigmentos	HT: N12611 HO: MM0395
Cerâmica a base de Óxido de zircônio	IPS e-max ZirPress	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	>57% SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Na ₂ O, K ₂ O, CaO, ZrO ₂ , P ₂ O ₅ , F e pigmentos	K23643
Cerâmica a base de cristais de nano-fluorapatita	IPS e-max Ceram	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	> 50% SiO ₂ , CaO, Al ₂ O ₃ , CeO ₂ , Na ₂ O, K ₂ O, B ₂ O ₃ , ZnO, F, Li ₂ O, ZrO ₂ , P ₂ O ₅ , SrO, TiO ₂ e pigmentos	N61144
Cimento resinoso	Variolink II	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Monômero: Bis-GMA, UDMA, TEGDMA Carga: 75.3 (% peso), tamanho médio das partículas 0.7 µm, vidro de Ba, YTF, vidro de Ba-Al-F-Si	Base: N44255 Catalisador: N40774
Fotoativador	Bluephase G2	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	LED intensidade de luz 1200 mW/cm ²	214770

Fonte: Informações do Fabricante

4.2 CONFEÇÃO DOS DISCOS CERÂMICOS COM O SISTEMA IPS E-MAX E IPS D.SIGN

Foram confeccionados discos cerâmicos com 8 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura (Tango et al.¹² 2007), para simular restaurações cerâmicas com diferentes translucidez e composição, como estrutura de dissilicato de lítio com alta translucidez e opacidade, HT e HO respectivamente, estrutura de zircônia translúcida (HT) e cerâmica reforçada por leucita na cor A2.

4.2.1 Confeção dos Discos Cerâmicos IPS e-max Press e e-max ZirPress

Para a confecção do disco de cerâmica com coping translúcido (e-max Press HT) foi utilizado a técnica da cera perdida, assim foi necessário a utilização de uma matriz em silicone de condensação (Zetalabor, Zhermack, Rovigo, Itália), para padronizar os padrões de cera. Para isto, foi usinado uma réplica metálica em alumínio em torno mecânico com dimensões de 8 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura, em seguida foi misturado proporções iguais de base e catalisador do silicone de condensação até a mistura ficar homogênea e foi acomodado sobre a réplica metálica do disco em uma bancada plana e lisa. Aguardou-se a presa e a réplica foi removida manualmente com o auxílio de uma espátula romba.

Posteriormente, a cera (Renfert, OdontoMega Import, Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) foi aquecida com uma lamparina a álcool e espalhada na cavidade do molde de silicone previamente confeccionado. Após o resfriamento, os excessos foram removidos com auxílio de uma espátula LeCron e o padrão de cera foi conectado ao canal de alimentação de cera (sprues). Em seguida, este foi fixado em uma base plástica de forma cilíndrica, formadora do conduto de alimentação padronizado para a acomodação das pastilhas e da punção. Acomodou-se um anel de silicone à base plástica, formando um cilindro estabilizado inferiormente pela base, foi manipulado o revestimento IPS PressVEST Speed (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) a vácuo por 1 minuto e preencheu-se o cilindro sobre uma plataforma vibratória para evitar a incorporação de bolhas. Após a presa do revestimento o conjunto foi levado ao forno (700-5P; EDG Equipamentos Ltda, São Carlos, Brasil) para volatilizar a cera e em seguida todo conjunto, cilindro de revestimento, haste do êmbolo e pastilha HT - IPS e-max Press (Ivoclar Vivadent,

Schaan, Liechtenstein) foram transferidos para o forno (EP500, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e injetados automaticamente conforme as instruções do fabricante. Após o resfriamento à temperatura ambiente, desincluiu-se o disco com auxílio de brocas montadas em motor elétrico e de jateamento com óxido de alumínio de 50 µm. Para padronização, o disco foi regularizado com kit de brocas Shofu Dentomax (Shofu Dental Corporation, São Marcos, Califórnia, EUA) seguindo a sequência de granulação estipulada pelo fabricante. Posteriormente lavou-se em cuba ultrassônica com líquido IPS e-max Press Invex (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) por 10 minutos e seco. Em seguida, o pó da cerâmica e-max Ceramcor A2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi misturado com água destilada numa placa de vidro, aplicou-se a pasta com auxílio de um pincel sobre o disco de dissilicato de lítio com uma espessura superior a 1 mm para compensar a contração da cerâmica e em seguida foi sinterizada. Realizou-se polimento da superfície com lixas de carvão de silício com granulações de 400, 600 e 800 sob refrigeração por água, resultando em um disco cerâmico com 8 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura total, sendo 0,5 mm de coping e 1,0 mm de cerâmica de cobertura, em seguida foi aplicado o glaze sobre a superfície do disco e foi realizado a sinterização. Ao final foi mensurado o disco com auxílio de um paquímetro digital (100.170, Digimess Instrumentos de Precisão Ltda, São Paulo, Brasil).

Para a confecção do disco de cerâmica com coping opaco, realizou-se o mesmo procedimento descrito anteriormente, no entanto no momento da injeção foi inserido a pastilha HO – IPS e-max Press (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e na sequência foi repetido o procedimento até a finalização do disco cerâmico com a dimensão de 8 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura.

Da mesma forma procedeu-se para a confecção do disco cerâmico com coping de zircônia, sendo injetada a pastilha e-max ZirPress HT (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e repetido todo procedimento já citado acima, para obtenção do disco com a mesma dimensão de 8 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura.

4.2.2 Confeção do disco cerâmico com IPS d.SIGN sobre refratário

Foi usada uma réplica do disco em metal com a dimensão de 13 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, para compensar a contração da sinterização da cerâmica, em seguida foi confeccionada uma matriz de silicone conforme procedimento realizado anteriormente. O pó da cerâmica IPS d.SIGN A2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi manipulado com água destilada numa placa de vidro, a matriz de silicone confeccionada previamente foi preenchida com a massa de cerâmica com vibração para evitar incorporação de bolhas de ar, o excesso de água foi removido com papel absorvente. Em seguida, removeu-se o disco da matriz e acomodou-se sobre uma base refratária e foi levada ao forno VACUMAT 40 (VITA, Bad Säckingen, Alemanha) para sinterização pelo tempo e temperatura recomendado pelo fabricante. Após este processo, o disco cerâmico foi regularizado com brocas montadas em motor elétrico e polido com lixas de granulação 320, 400, 600 e 800 sob refrigeração por água até obter 1,5 mm de espessura. Em seguida lavou-se na cuba ultrassônica em álcool etílico a 25% por 10 minutos e seco. E depois foi realizado o glazeamento e sinterização, para obter um disco de 8 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura.

4.3 CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Foram confeccionados cento e cinquenta corpos de prova (cp) com o cimento resinoso Variolink II (pasta base na cor A3 e catalisador de baixa viscosidade na cor A3 - Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) sendo setenta e cinco cp destinados para o teste de microdureza e outros setenta e cinco para o teste de grau de conversão, cinco cp para cada grupo experimental (n=5) (figuras 4.1 e 4.2) (Aguiar et al.⁶¹ 2010, Noronha Filho et al.⁴⁷ 2010).

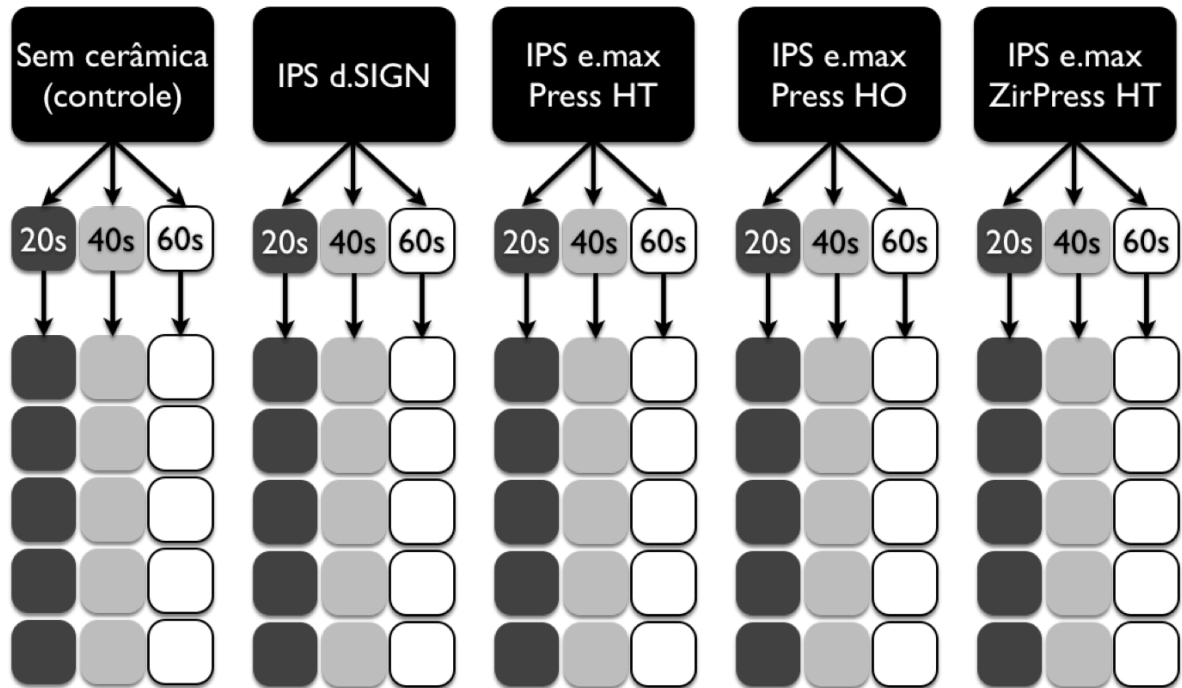


Figura 4.1 - Desenho esquemático dos grupos experimentais e quantidade de corpos de prova confeccionados (n=5).

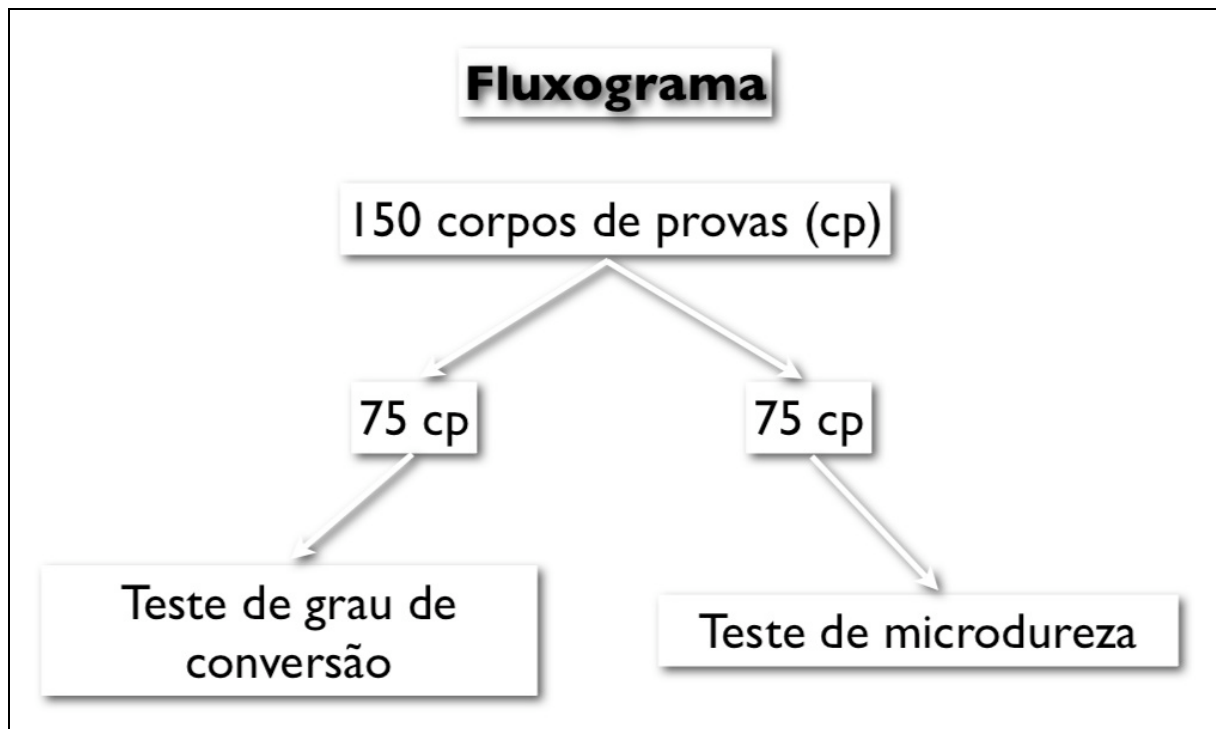


Figura 4.2 - Fluxograma ilustrando o destino dos corpos de prova confeccionados.

Com auxílio de uma balança analítica de precisão (Shimadzu, modelo AW220, Japão. Fabrica nas Filipinas) quantificou-se a mesma quantidade de base e catalisador (0,03 g de cada) do cimento resinoso. A espatulação foi realizada

por 10 segundos (Meng et al.³⁸ 2006, Yan et al.⁴⁶ 2010, Kuguimiya et al.⁶² 2010, Noronha Filho et al.⁴⁷ 2010), com movimento leve para evitar a incorporação de bolhas de ar, em seguida foi dispensado numa matriz bipartida de Teflon (Ozturk et al.⁴² 2005, Yan et al.⁴⁶ 2010, Kuguimiya et al.⁶² 2010) conformando o cp em um disco de 5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura (figura 4.3) (Ozturk et al.⁴² 2005, Pazin et al.⁵¹ 2008, Hooshmand et al.¹⁶ 2009, Reges et al.⁵² 2009, Valentino et al.¹⁴ 2010) (figura 4.3), sobre o cimento foi acomodado uma tira de poliéster com espessura de 0,05 mm (Quimidrol, Joinville, Santa Catarina, Brasil) (Hooshmand et al.¹⁶ 2009, Kilinc et al.⁵⁴ 2011), previamente recortada com auxílio de uma tesoura, na forma circular com diâmetro de 8 mm e sobre esta foi acomodado o disco de cerâmica (d.SIGN ou e-max Press + e-max Ceram ou e-max ZirPress + E-max Ceram) (figura 4.4). Para o grupo HO (coping opaco) foi interposto o disco de cerâmica e-max Press HO + e-max Ceram e dividido em três subgrupos de acordo com o tempo de irradiação 20, 40 ou 60 segundos, fotopolimerizou-se com o aparelho fotoativador Bluephase G2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) na função “HIGH” (intensidade alta e constante), com a ponta posicionada a uma distância de 2 mm do cimento resinoso (distância padronizada na matriz), totalizando 15 cp em cada grupo (n=5). Para o grupo HT (coping translúcido) realizou-se o mesmo procedimento descrito anteriormente, no entanto foi interposto o disco de cerâmica e-max Press HT + e-max Ceram. Para o grupo ZHT (coping zircônia) foi interposto disco cerâmico e-max Zir Press HT + e-max Ceram e realizou-se o mesmo procedimento descrito acima. Para o grupo CSR (cerâmica sobre refratário) foi interposto disco cerâmico d.SIGN e realizou-se o mesmo procedimento descrito acima. Para o grupo controle não foi interposto o disco de cerâmica e a ponta do fotoativador ficou posicionada a 2 mm de distância e fotopolimerizou-se por 20 ou 40 ou 60 segundos, dependendo do subgrupo.

Não foi utilizado o sistema adesivo do cimento resinoso testado, mesmo sendo um requisito a associação deste (Bueno et al.⁴⁰ 2011).

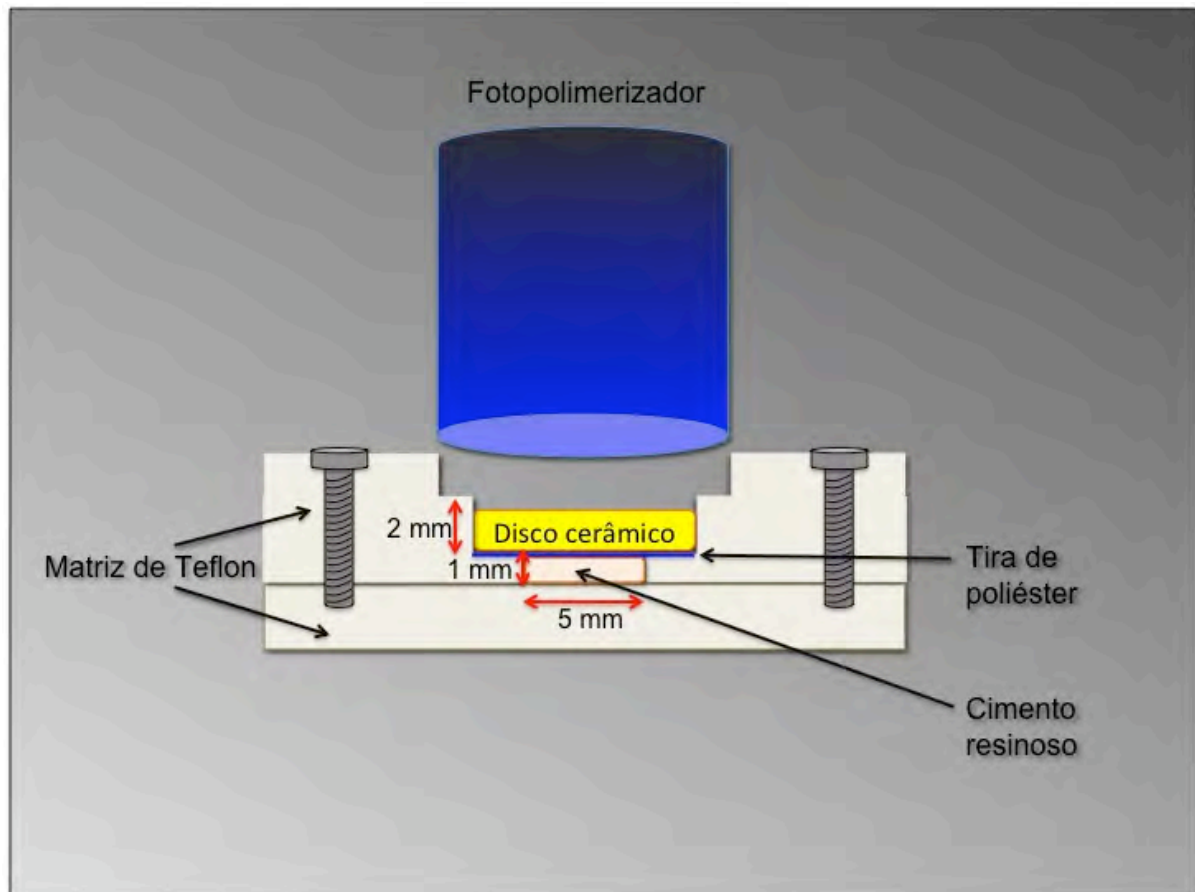


Figura 4.3 - Desenho esquemático da matriz bipartida de Teflon para confecção dos cp.

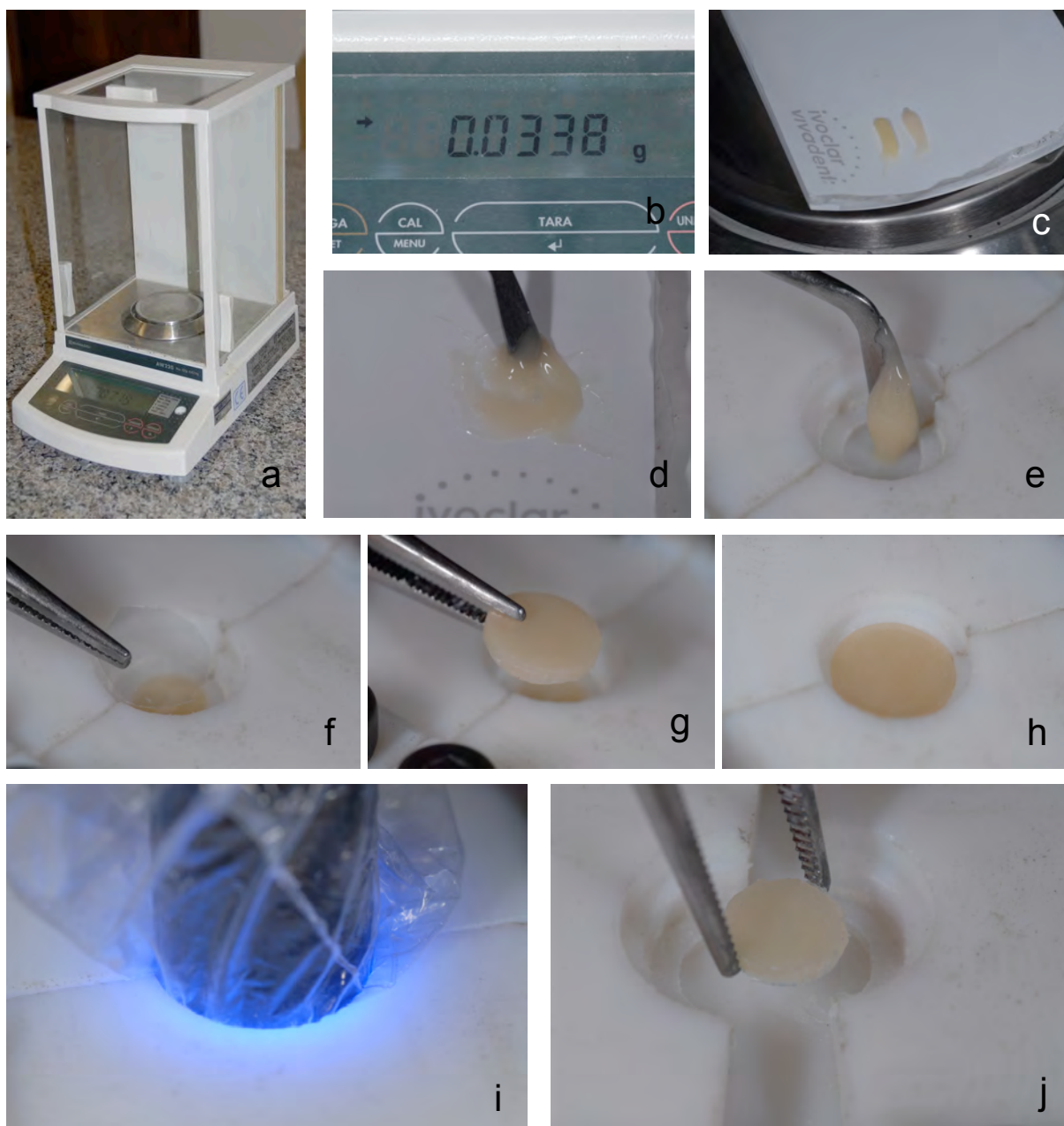


Figura 4.4 - Balança analítica de precisão (a); pesagem de base e catalisador na mesma proporção (b, c), espatulação do cimento por 10 segundos (d) e inserção do material na matriz (e). Acomodação de tira de poliéster recortada (f), posicionamento do disco cerâmico (g,h) e fotoativação com a ponta encaixada na matriz (i). Remoção do cp da matriz (j).

Após a confecção dos cp, estes foram armazenados em ependorfes com água destilada (Ilie, Hickel⁷ 2008, Hooshmand et al.¹⁶ 2009, Pick et al.³¹ 2010), em recipiente opaco a prova de luz, por 24 horas em estufa a 37 °C (Hofmann et al.¹ 2001, Ozturk et al.⁴² 2005, Ilie, Hickel⁷ 2008, Meng et al.⁵⁰ 2008, Pazin et al.⁵¹ 2008, Hooshmand et al.¹⁶ 2009, Reges et al.⁵² 2009, Kuguimiya et al.⁶² 2010, Noronha Filho et al.⁴⁷ 2010, Pick et al.³¹ 2010, Valentino et al.¹⁴ 2010).

4.4 AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS DO CIMENTO RESINOSO

Para a avaliação das propriedades físicas do cimento, foram selecionados os ensaios laboratoriais de grau de conversão pelo método FTIR e microdureza Knoop.

4.4.1 Ensaio Laboratorial de grau de conversão

Inicialmente foi pesado 200 mg de brometo de potássio (KBr) com auxílio de balança analítica de precisão (Shimadzu, modelo AW220, Japão. Fabrica nas Filipinas) para a realização do “background” ou branco. Assim foi moído com grau e pistilo para torná-lo mais fino e em seguida acomodado em um anel e pistilos metálicos para a prensagem na prensa hidráulica (Shimadzu, Japão) com carga de 80 kN por 5 minutos para a confecção da pastilha de brometo de potássio com dimensão do porta amostra do espectrômetro por infra vermelho, FTIR (Fourier transformation infrared spectroscopy) (figura 4.5). Esta primeira leitura da pastilha de “background” contém as absorções das moléculas presentes no ar, este espectro será subtraído automaticamente pelo programa ao realizar a leitura da pastilha com a mistura da amostra, ficando exclusivamente as bandas de absorção da amostra estudada.

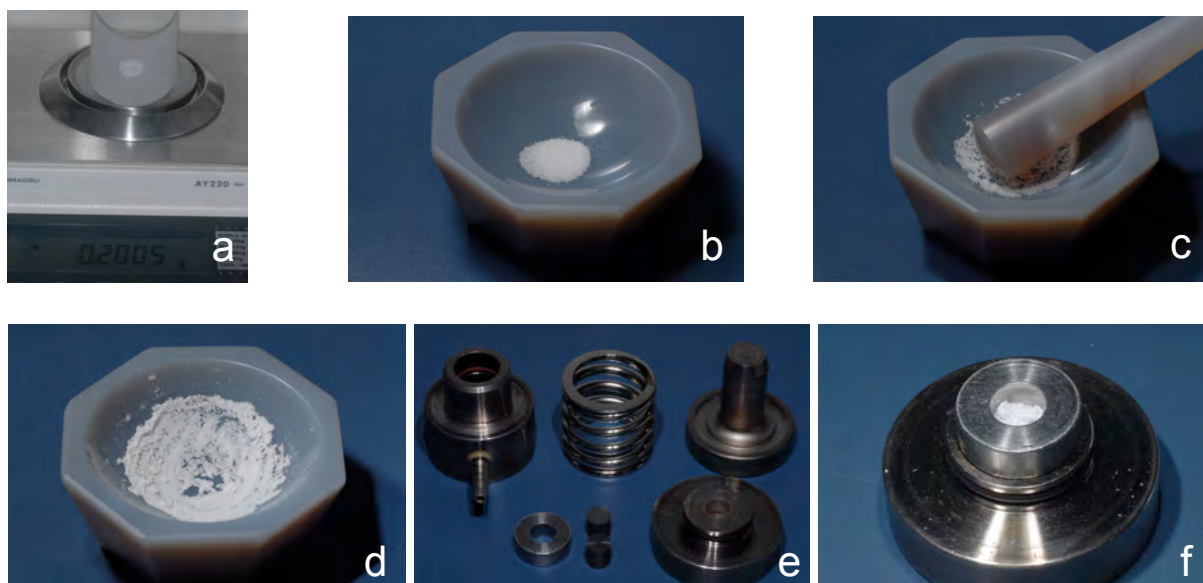


Figura 4.5 - Pesagem de brometo de potássio (KBr) em balança analítica de precisão (a), moagem do KBr com grau e pistilo até torná-lo mais fino (b, c, d); (e) acessórios para confecção da pastilha na dimensão do porta amostra do FTIR; acomodação do KBr no anel metálico (f). (Continua).

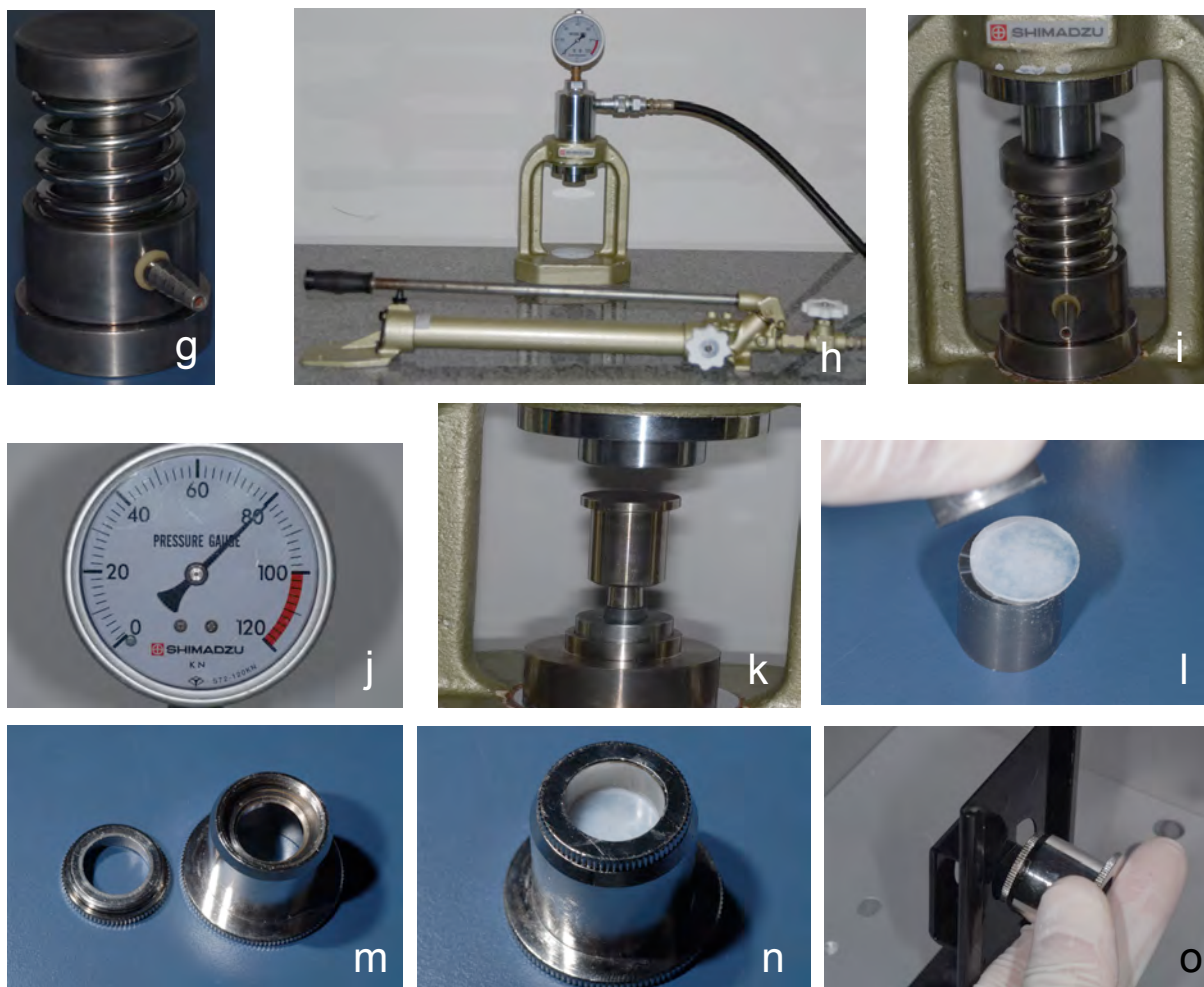


Figura 4.5 - Encaixe do pistilo, mola e pistão (g); Prensa hidráulica Shimadzu (h); Prensagem do Kbr por 5 minutos com carga de 80 kN (i, j); Acessório para remoção dos pistilos no anel metálico (k); Pastilha de Kbr (l), sendo acomodada no porta amostra (m, n); Em (o) porta amostra sendo posicionada no compartimento do FTIR para leitura.

Após período de armazenamento, os cp de cada grupo experimental foram triturados com auxílio de um grau e pistilo até serem transformados em um pó fino.

Foi misturado de 2 a 4 mg do pó do corpo de prova a ser testado com 200 mg de brometo de potássio para a confecção de disco com 13 mm de diâmetro e espessura de 0,5 mm, tamanho do porta amostra, através da prensagem com carga de 80 kN por 5 minutos em prensa hidráulica (figura 4.6).

No total foram confeccionados 5 pastilhas por condição experimental (n=5). Posteriormente, foram mensurados a absorvância destes espécimes de cada grupo, pelo espectrômetro por infra vermelho (IR Prestige 21, Shimadzu, Japão) na faixa de comprimento de onda entre 400 a 4000 nm, com resolução de 4 cm^{-1}

(Aguiar et al.⁶¹ 2010, Yan et al.⁴⁶ 2010, Noronha Filho et al.⁴⁷ 2010, Pick et al.³¹ 2010), apodização Happ-Genzel (Moraes et al.⁶⁰ 2009) e com 64 leituras (Pick et al.³¹ 2010).

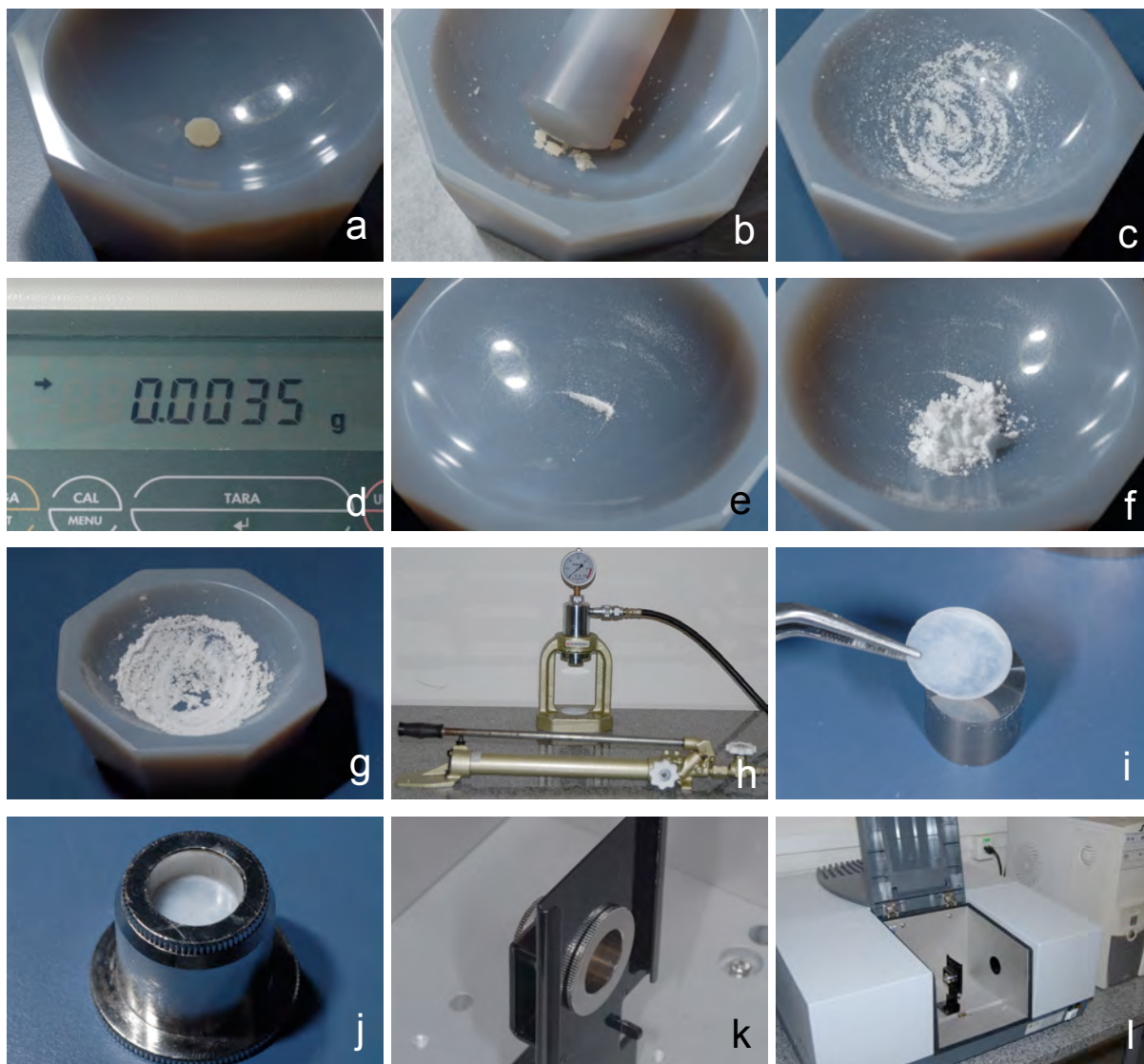


Figura 4.6 - Cp sendo moído com auxílio de grau e pistilo (a); pesagem de 2 a 4 mg do cp (d); mistura do pó do cp e KBr (e, f, g); Prensagem para confecção de pastilha (h); Pastilha pronta (i) e inserida no porta amostra (j); Porta amostra posicionado no compartimento do FTIR para leitura (k, l).

Para determinação do cálculo do percentual do grau de conversão (GC) foi realizado a análise do cimento resinoso não polimerizado, para isto confeccionou-se uma pastilha de KBr através da prensagem com 80 kN por 5 minutos, e sobre este o cimento recém manipulado foi acomodado em uma fina camada e foi inserido no porta amostra e levado ao FTIR (Ozturk et al.⁴² 2005).

O número das ligações dupla vinílicas restantes da amostra exposta à irradiação foi determinada pela área da intensidade da banda em 1638 cm^{-1} referente ao estiramento C=C do grupo vinil (grupo alifático) (figura 4.7). O GC (%) está diretamente relacionado à diminuição da absorção de 1638 cm^{-1} nos espectros FTIR, assim para a obtenção do GC (%) realizou-se o cálculo da razão entre a área da banda de estiramento da ligação alifática de carbono (1638 cm^{-1}) e a área da ligação do anel aromático (1608 cm^{-1}) (figura 4.8). Através desta comparação entre as razões do cimento resinoso polymerizado e do cimento resinoso não polymerizado calculou-se o grau de conversão em porcentagem utilizando a seguinte equação: (Kumbuloglu et al.⁴⁸ 2004, Tezvergil-Mutluay et al.⁴³ 2007, Moraes et al.⁶⁰ 2009, Yan et al.⁴⁶ 2010, Noronha Filho et al.⁴⁷ 2010, Pick et al.³¹ 2010)

$$\text{GC} = [1 - (\text{R polymerizado} / \text{R não polymerizado})] \times 100$$

Onde R = razão entre a área da banda em 1638 cm^{-1} e da banda de 1608 cm^{-1} .

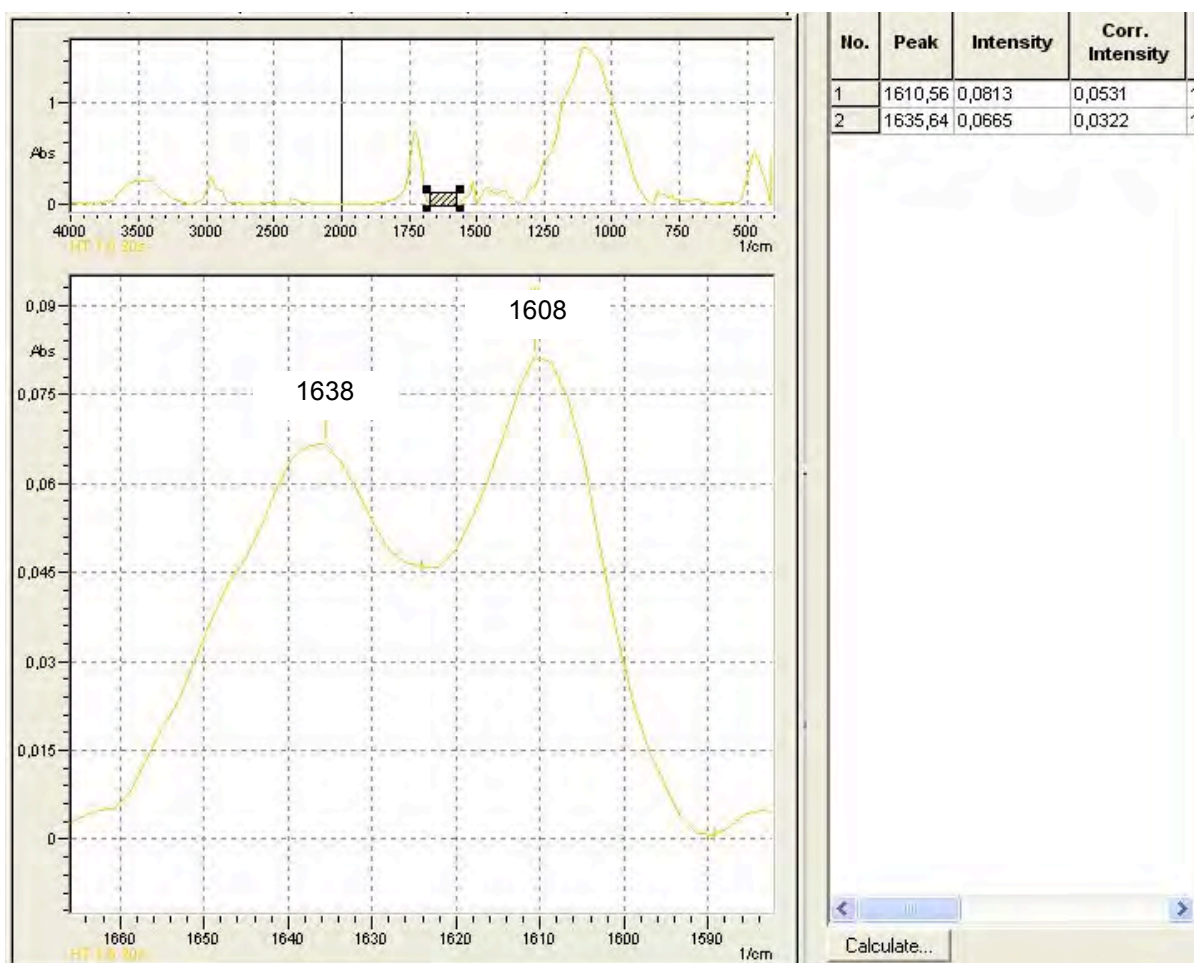


Figura 4.7 - A janela superior demonstra o espectro do cp que foi interposto com o disco cerâmico e-max Press HT + e-max Ceram A2. Na janela inferior, maior aumento das bandas desejadas.

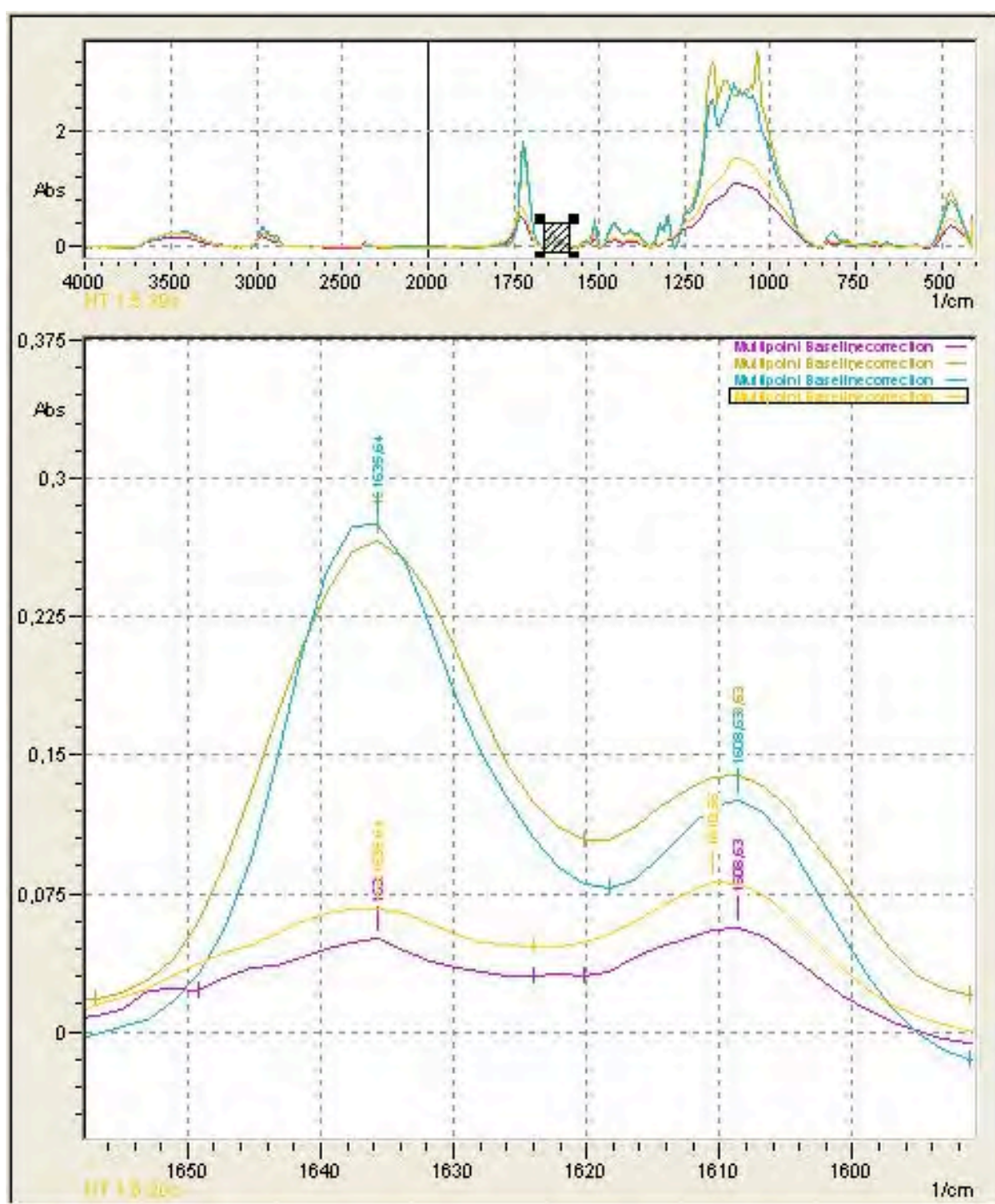


Figura 4.8 - Comparação dos espectros; os dois espectros (verde e marron) com as bandas mais elevadas de absorção representam o cimento não polimerizado, já o espectro menor (roxo) representa o cimento fotopolimerizado sem a interposição dos discos cerâmicos. O espectro amarelo representa o cp que foi interposto o disco cerâmico e-max Press HT + e-max Ceram A2.

Para determinação da área das respectivas bandas dos espectros, foi traçado manualmente a linha base, com o próprio software do FTIR, pelos pontos mais baixos de cada espectro obtido (figura 4.9). Em seguida, estes dados foram

exportados no formato txt para ser acessado no software Origin 8.0 para o sistema operacional Windows para o cálculo da área da banda em 1638 cm^{-1} e 1608 cm^{-1} (figura 4.10).

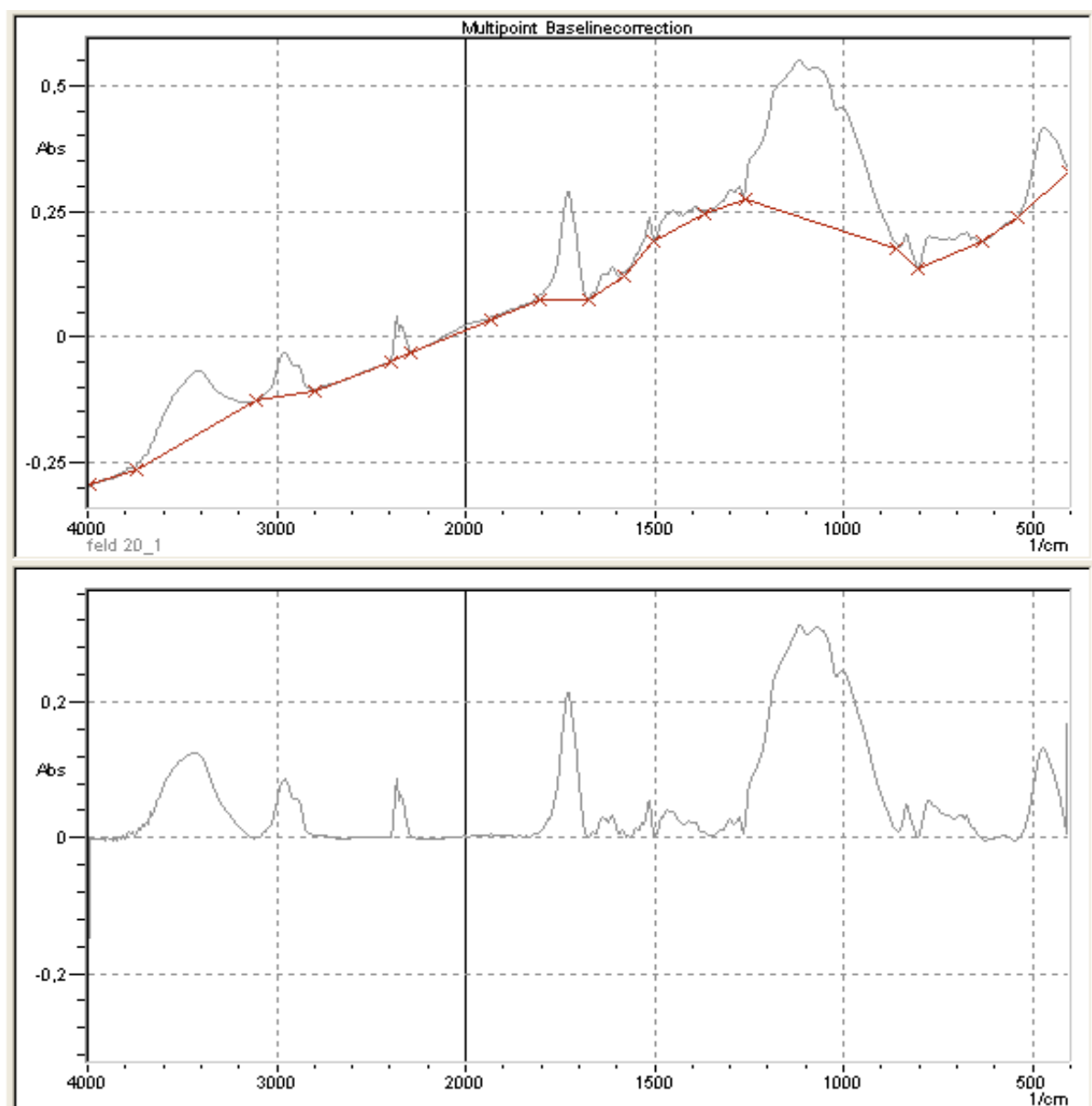


Figura 4.9 - Janela superior: determinando a linha base com o software do IR Prestige 21, Shimadzu. Janela inferior: espectro com linha base traçado.

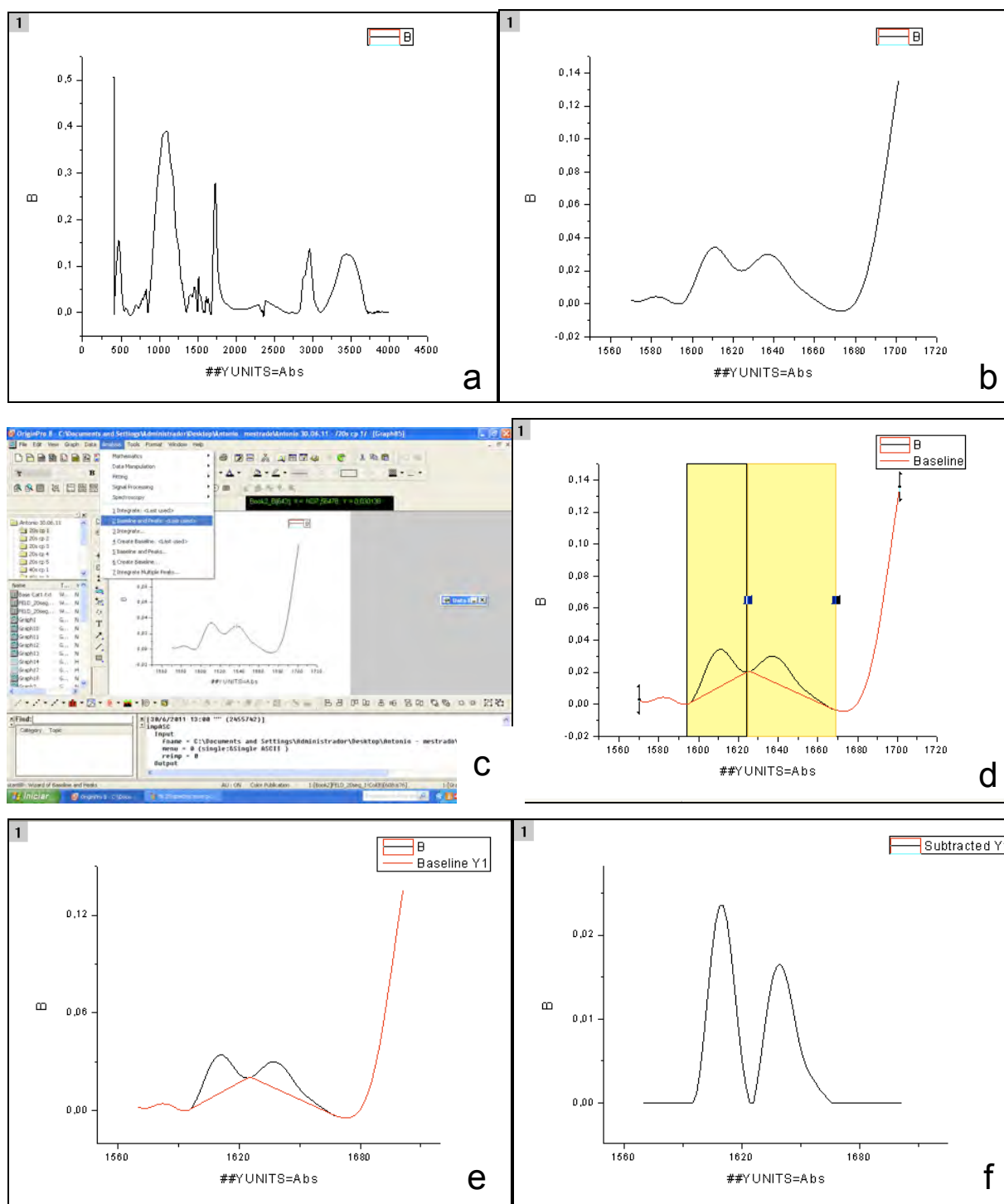


Figura 4.10 - Espectro do cp interposto com o disco emax Press HT + emax Ceram exportado em formato txt para o programa Origin 8.0; Seleção das bandas desejadas (b); Delimitação das bandas (alifática e aromática) para determinação das áreas (c, d, e, f, g, h, i, j). (Continua)

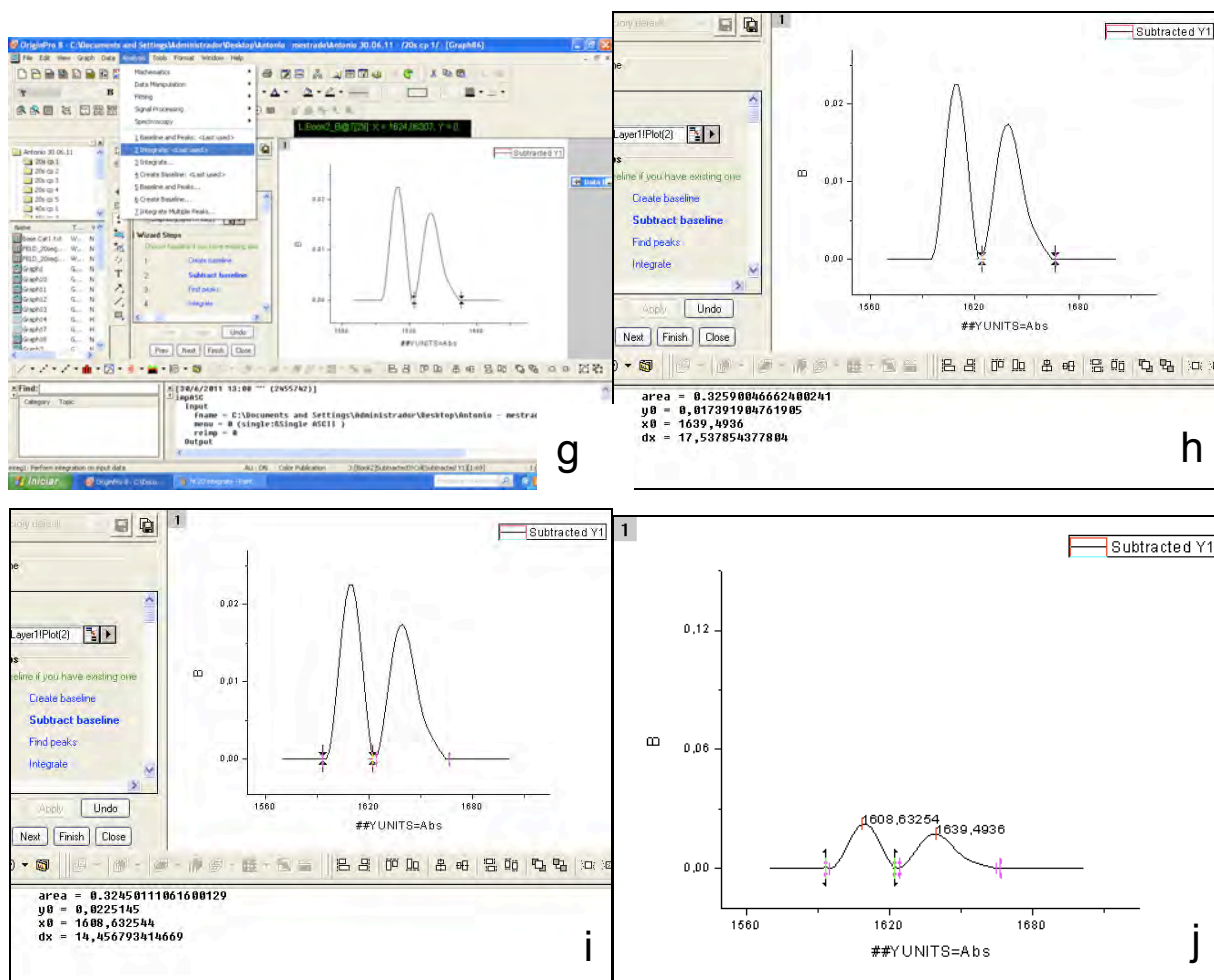


Figura 4.10 - Delimitação das bandas (alifática e aromática) para determinação das áreas (c, d, e, f, g, h, i, j).

4.4.2 Ensaio laboratorial de microdureza

Após o período de armazenamento, os setenta e cinco cp foram fixados com cianocrilato (Loctite Super Bonder, Henkel, Madison Heights, EUA) sobre tubos de PVC preenchidos com resina quimicamente ativada (JET, Clássico, São Paulo, Brasil), 5 cp por PVC (um grupo por PVC), com a face irradiada voltada para cima, esta foi polida em uma politriz (Aropol-E, Arotec, Cotia, São Paulo, Brasil) sob irrigação de água constante por dois minutos com velocidade de 50 rpm, com as lixas d'água de carvão de silício de granulação 320, 400, 600, 1000 e 1200 (Pazin et al.⁵¹ 2008, Reges et al.⁵² 2009), conferindo a superfície com lupa binocular de 40X (LEB-3, Lambda, ATTO Instruments Co., Hong Kong, China), para observar se apresentava plana e lisa. Em seguida, os cp foram finalizados com pano de feltro

(Arotec, Cotia, São Paulo, Brasil) com pasta diamantada de granulação de 1 μm e $\frac{1}{4}$ μm (Arotec, Cotia, São Paulo, Brasil) por 5 minutos a 50 rpm com cada pasta (figura 4.11).

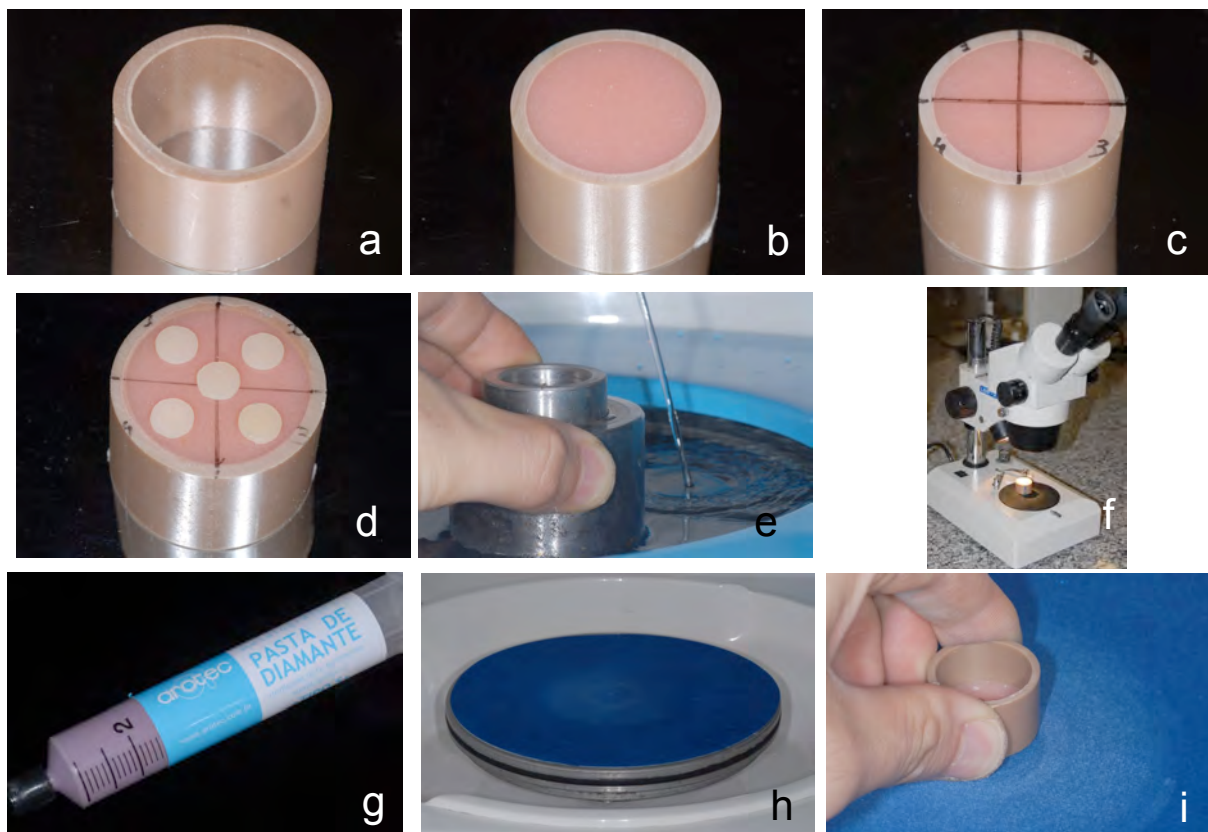


Figura 4.11 - Tubo de PVC (25 mm de diâmetro e 15 mm de comprimento) preenchido com resina acrílica autopolimerizável (a, b), divisão do PVC em quatro quadrantes e fixação de cinco cp com cianocrilato (c, d); Em (e) cp sendo lixado com lixas de granulação n. 320, 400, 600, 1000 e 1200 sob irrigação constante de água, com auxílio de um peso de aço; As superfícies dos cp foram observados com auxílio de lupa binocular de 40X para analisar se estavam lisas e planas (f); Polimento com pasta de diamante de 1 e $\frac{1}{4}$ μm em pano de feltro por 5 minutos (cada pasta) (g, h, i).

As superfícies planas e polidas dos cp foram submetidas ao ensaio de microdureza Knoop, realizou-se 4 indentações em cada cp (Reges et al.⁵² 2009), para isto o cp foi dividido em quatro quadrantes, realizando uma indentação no centro de cada quadrante, conforme figura 4.12, sob uma carga de 50 gramas por 15 segundos (Tango et al.¹² 2007, Reges et al.⁵² 2009, Kuguimiya et al.⁶² 2010, Valentino et al.¹⁴ 2010), no microdurômetro HMV-2T (Shimadzu, Tóquio, Japão). Após a aplicação da carga foi observado cada uma das penetrações em um aumento de 40X e foi mensurado a maior diagonal e o próprio software do aparelho converteu o valor encontrado para valor em dureza Knoop.

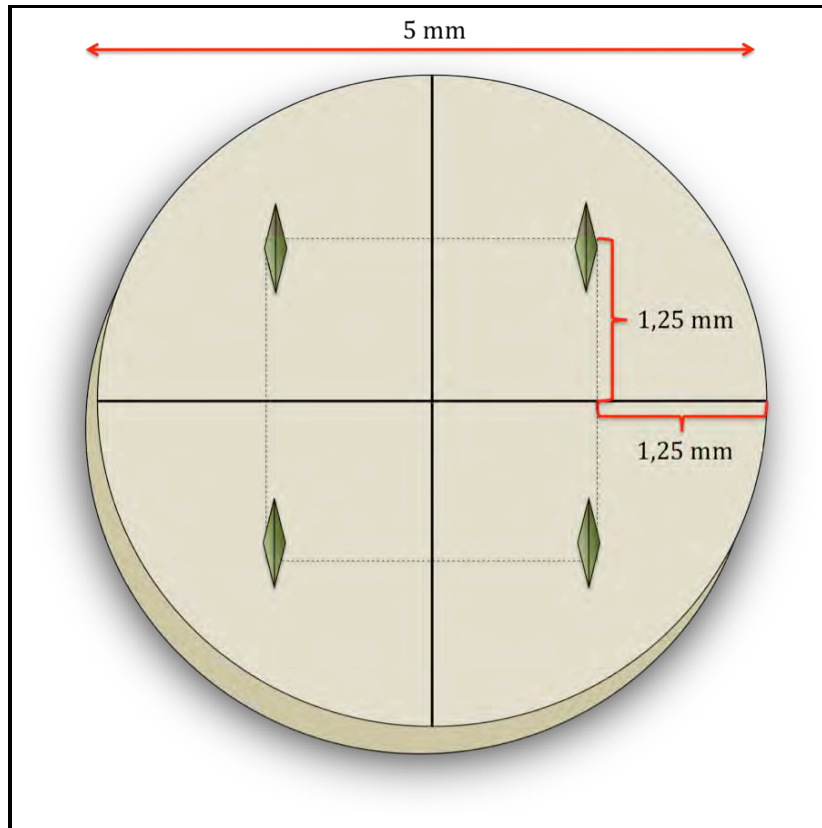


Figura 4.12 - Desenho esquemático do posicionamento das quatro indentações.

4.5 ANÁLISE DOS DADOS

As médias dos valores de grau de conversão e microdureza Knoop foram submetidos ao teste de normalidade Kolmogorov-Smirnov, à análise de variância de dois fatores (tipo de cerâmica e tempo de fotoativação) e ao pós-teste de Bonferroni para múltiplas comparações com nível de significância de 5%.

Para correlacionar as médias dos valores de GC (%) e microdureza Knoop, estes foram submetidos ao teste de Correlação de Spearman visto que os dados apresentaram não normal, com nível de significância de 5%.

Os testes estatísticos aplicados foram realizados com o programa de bioestatística GraphPad Prism 5.0.

5 RESULTADOS

Este capítulo será dividido em três partes, conforme o ensaio laboratorial utilizado: I) Grau de conversão pelo método FTIR, II) Microdureza Knoop e III) Correlação.

5.1 GRAU DE CONVERSÃO

Os valores das médias e os desvios padrões do grau de conversão do cimento Variolink II na cor A3 (Ivoclar Vivadent) fotopolimerizado por diferentes tempos através de diferentes cerâmicas foram mensurados e estão apresentados na Tabela 1.

A análise de variância dos valores de GC (%) do cimento resinoso dual, detectou significância nas variáveis tempo de fotopolimerização e tipo de cerâmica ($p < 0.0001$) e houve interação entre estas variáveis ($p < 0.0001$).

Tabela 1. Grau de conversão (%) do cimento resinoso dual Variolink II, variando o tipo de cerâmica e tempo de fotoativação (média $\pm$ desvio padrão; $n=5$).

Tipos de cerâmicas	Tempo de fotoativação		
	20 s	40 s	60 s
Controle (sem cerâmica)	82,38 (5,09) ^{Aa}	85,88 (1,78) ^{Aa}	83,64 (4,70) ^{Aa}
d.SIGN (CSR)	72,82 (3,95) ^{ABa}	84,16 (2,64) ^{Aa}	80,98 (5,89) ^{Aa}
e-max Press HT + e-max Ceram (HT)	71,62 (6,54) ^{Ba}	77,48 (5,84) ^{Aa}	79,56 (8,11) ^{Aa}
e-max Press HO + e-max Ceram (HO)	22,82 (4,31) ^{Ca}	37,28 (4,22) ^{Bb}	63,32 (4,09) ^{Bc}
e-max ZirPress HT + e-max Ceram (ZHT)	67,86 (9,05) ^{Ba}	71,90 (1,57) ^{Aa}	71,76 (2,77) ^{ABa}

* Horizontalmente, letras minúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa para a mesma cerâmica ($p < 0.05$). Verticalmente, letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa para o mesmo tempo de fotopolimerização ($p < 0.05$). ANOVA 2 fatores com pós-teste de Bonferroni.

Como pode ser observado na Tabela 1, no grupo controle, não houve diferença significativa nos valores do grau de conversão entre os diferentes tempos. No grupo CSR (cerâmica sobre refratário) o menor valor de GC (%) foi encontrado no tempo de 20 s (72,82%), porém sem diferença estatística com os outros tempos de 40 e 60 s (84,16% e 80,98% respectivamente) ($p > 0.05$).

No grupo HT, quando o tempo de fotopolimerização foi dobrado (40 s) houve aumento de 7,6% na média do GC (%) e quando foi triplicado (60 s) houve uma tendência de aumento em aproximadamente 10%, porém sem diferença significativa ($p > 0.05$).

Observa-se que o grupo HO (alta opacidade) apresentou o menor valor de GC (%) no tempo de 20 (22,82%), seguido pelo tempo de 40 s (37,28%) e de 60 s (63,32%) ($p < 0.05$). Quando o tempo de fotopolimerização foi dobrado o valor de GC (%) aumentou 38,8% e quando foi triplicado o aumento foi de 63,9%

No grupo ZHT não houve diferença significativa ($p > 0.05$) entre os diferentes tempos de fotoativação, mesmo havendo um leve aumento de 5,6% e 5,4% quando o tempo foi dobrado e triplicado, respectivamente.

No tempo de 20 s de fotoativação o grupo HO apresentou o menor valor de GC (%) (22,82%) e os grupos CSR e controle apresentaram os maiores valores de GC (%) 72,82% e 82,38%, respectivamente, sem apresentar diferença significativa entre ambos ($p > 0.05$).

Para o tempo de 40 s os grupos: controle, CSR, HT e ZHT não apresentaram diferença significativa em seus valores de GC (%) ($p > 0.05$) e o menor valor foi encontrado no grupo HO (37,28%) ($p < 0.05$).

Já no tempo de 60 s os valores dos grupos: controle, CSR, HT e ZHT não apresentaram diferença significativa ($p > 0.05$). O menor valor foi encontrado no grupo HO (63,32%) seguido do grupo ZHT (71,76%) sem diferença significativa entre ambos ($p > 0.05$).

5.2 MICRODUREZA KNOOP

A microdureza do cimento resinoso Variolink II fotopolimerizado por diferentes tempos através de diferentes cerâmicas foram analisados e os valores das médias e desvios padrões estão apresentados na Tabela 2.

A análise de variância dos valores de Microdureza Knoop do cimento resinoso dual, detectou significância nas variáveis tempo de fotopolimerização e tipo de cerâmica ($p < 0.0001$) e houve interação entre estas variáveis ($p < 0.0001$).

Como pode ser observado na Tabela 2 os grupos: controle e CSR não apresentaram diferença significativa entre os três tempos de fotopolimerização avaliados ($p > 0.05$).

No grupo HT o menor valor de microdureza Knoop foi observado no tempo de fotopolimerização de 20 s ($22,49 \pm 1,10$ KHN) ($p < 0.05$), seguido pelos tempos 40 e 60 s ($36,93 \pm 3,25$ KHN e $38,60 \pm 4,06$ KHN respectivamente), onde ambos não apresentaram diferença significativa entre si ($p > 0.05$). No entanto,

quando o tempo foi aumentado de 40 s para 60 s, houve um aumento de 4,3% na microdureza.

Tabela 2. Microdureza Knoop do cimento resinoso dual Variolink II, variando o tipo de cerâmica e tempo de fotoativação (média $\pm$ desvio padrão; n=5).

Tipos de cerâmicas	Tempo de fotoativação		
	20 s	40 s	60 s
Controle (sem cerâmica)	63,59 (2,98) ^{Aa}	62,30 (2,31) ^{Aa}	62,55 (2,84) ^{Aa}
d.SIGN (CSR)	57,54 (2,74) ^{Ba}	54,92 (6,10) ^{Ba}	58,42 (4,60) ^{Aa}
e-max Press HT + e-max Ceram (HT)	22,49 (1,10) ^{Ca}	36,93 (3,25) ^{Cb}	38,60 (4,06) ^{Bb}
e-max Press HO + e-max Ceram (HO)	24,73 (3,18) ^{Ca}	23,39 (1,43) ^{Da}	48,67 (5,27) ^{Cb}
e-max ZirPress HT + e-max Ceram ZHT)	47,73 (6,25) ^{Da}	49,93 (5,88) ^{Bb}	53,23 (7,91) ^{Ab}

* Horizontalmente, letras minúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa para a mesma cerâmica ($p < 0.05$). Verticalmente, letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa para o mesmo tempo de fotopolimerização ($p < 0.05$). ANOVA 2 fatores com pós-teste de Bonferroni.

O grupo HO apresentou o maior valor de microdureza no tempo de 60 s ($48,67 \pm 5,27$) comparado aos tempos de 20 e 40 s ($24,73 \pm 3,18$ KHN e $23,39 \pm 1,43$ KHN respectivamente) sem diferença estatisticamente significativa entre ambos ($p > 0.05$).

No grupo ZHT houve diferença significativa entre os tempos 20 e 40 s ($p < 0.05$) e 20 e 60 s ($p < 0.05$), já entre os tempos de 40 e 60 s não houve diferença estatisticamente significativa ($p > 0.05$), mas quando o tempo de fotopolimerização foi aumentado de 40 para 60 s houve aumento de 6,2% na microdureza superficial.

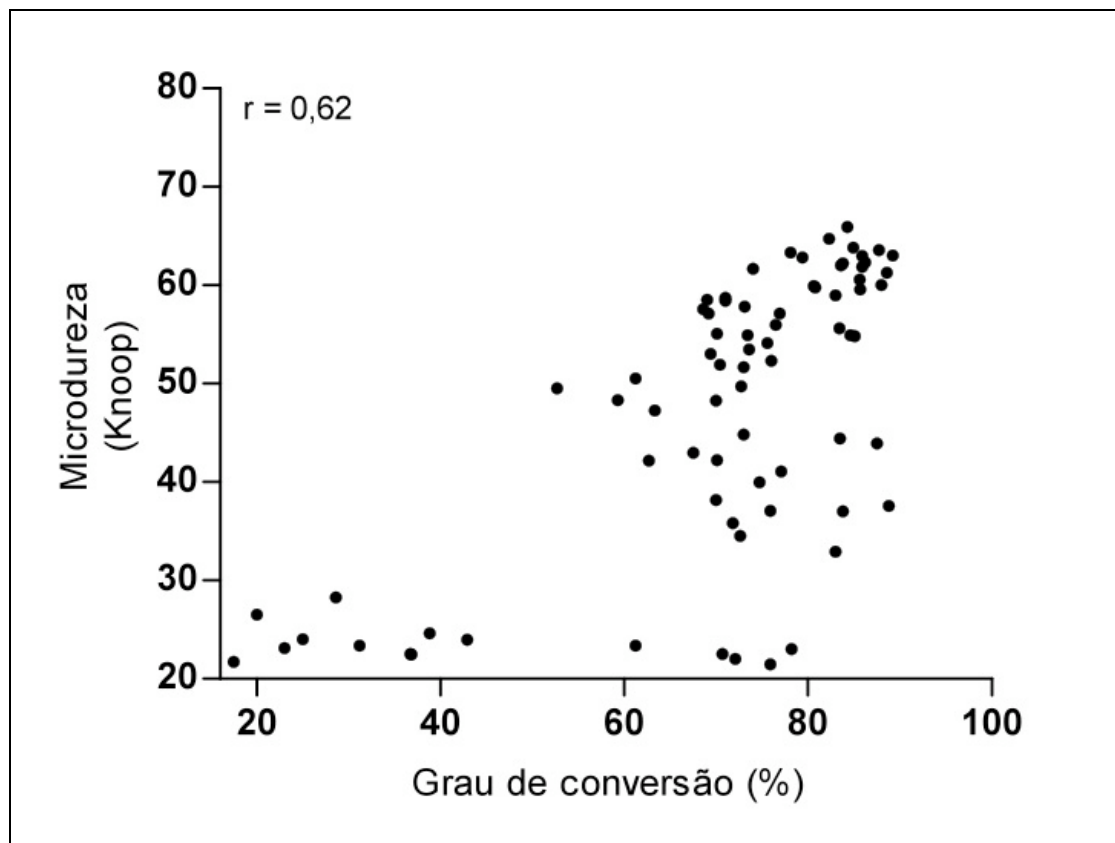
Nos tempos de 20 e 40 s de fotopolimerização todos os grupos experimentais apresentaram valores de microdureza inferiores ao controle ($p < 0.05$). Sendo os grupos: HT e HO com os menores valores de microdureza no tempo de 20 s e somente o grupo HO no tempo de 40 s.

No tempo de 60 s, o maior valor de microdureza foi encontrado no grupo controle ($62,55 \pm 2,84$ KHN), seguido do CSR ($58,42 \pm 4,60$ KHN), ZHT ($53,23 \pm 7,91$ KHN), HO ($48,67 \pm 5,27$ KHN) e HT ($38,60 \pm 4,06$ KHN) ($p < 0.05$).

2.3 CORRELAÇÃO

As médias obtidas com os ensaios laboratoriais de grau de conversão e microdureza Knoop foram submetidos à análise de correlação de Spearman com nível de significância de 5%. Verificou-se que houve correlação positiva entre os testes utilizados ($r=0,62$; $p<0.0001$) (gráfico 5.1).

Gráfico 5.1 - Correlação entre Grau de Conversão (%) e Microdureza Knoop (KHN) do cimento resinoso dual (Variolink II – Ivoclar Vivadent). $p<0.0001$, Correlação de Spearman.



6 DISCUSSÃO

Sabe-se que para obtenção do sucesso clínico, estabilidade, biocompatibilidade e longevidade da restauração indireta é imprescindível a adequada polimerização do agente cimentante (Hofmann et al.¹ 2001, Ozturk et al.⁴² 2005, Tezvergil-Mutluay et al.⁴³ 2007).

Durante a cimentação da restauração indireta há uma atenuação na intensidade da luz causada pela cerâmica, reduzindo a quantidade de fótons que atingem o cimento resinoso, consequentemente reduzindo o GC (%) (Ozturk et al.⁴² 2005, Peixoto et al.³⁹ 2007, Ilie, Hickel⁷ 2008, Kilinc et al.⁵⁴ 2011).

Logo, há diversos ensaios laboratoriais para analisar a taxa de conversão dos monômeros em polímeros descritos na literatura. A espectroscopia micro-Raman e espectroscopia por infravermelho (FTIR) são os ensaios laboratoriais de mensuração direta mais utilizados para analisar o grau de conversão dos materiais poliméricos (Ozturk et al.⁴² 2005, Tezvergil-Mutluay et al.⁴³ 2007, Arrais et al.⁶ 2008, Navarra et al.⁴⁴ 2009, Aguiar et al.⁶² 2010, Yan et al.⁴⁶ 2010, Noronha Filho et al.⁴⁷ 2010, Pick et al.³¹ 2010). É essencial ter o conhecimento do ensaio que melhor traduza as propriedades que deseja coletar do material pesquisado, utilizando o mais adequado. A espectroscopia por infravermelho com transformação de Fourier (FTIR), a metodologia difere do micro-Raman, por analisar a amostra em condição *in vitro*, por exemplo se o foco é analisar o grau de conversão de um cimento resinoso, confecciona-se o espécime simulando a restauração em ambiente laboratorial, tendo um controle maior das variáveis de interesse (Kumbuloglu et al.⁴⁹ 2004, Ozturk et al.⁴² 2005, Tezvergil-Mutluay et al.⁴³ 2007, Arrais et al.⁶ 2008, Aguiar et al.⁶¹ 2010, Yan et al.⁴⁶ 2010, Noronha Filho et al.⁴⁷ 2010).

Também existe a forma indireta de avaliar o grau de conversão de cimentos resinosos, com a utilização de ensaios laboratoriais físico-mecânicos. Logo, a microdureza vem sendo utilizada para este fim (Linden et al.¹⁰ 1991, Rasetto et al.¹⁷ 2001, Kumbuloglu et al.⁴⁸ 2004, Ozturk et al.⁴² 2005, Meng et al.³⁸ 2006, Soares et al.⁴⁹ 2006, Ilie, Hickel⁷ 2008, Meng et al.⁵⁰ 2008, Pazin et al.⁵¹ 2008, Reges et al.⁵² 2009, Yan et al.⁴⁶ 2010, Pick et al.³¹ 2010, Valentino et al.¹⁴ 2010, Giráldez et al.⁵³ 2011, Kilinc et al.⁵⁴ 2011). Dentre os vários tipos de teste de dureza superficial existentes, os mais utilizados nos materiais dentários são: *Vickers* e *Knoop* (Anusavice⁵⁸ 2005). Tendo diversos trabalhos na literatura que utilizam tanto a dureza Vickers (Kumbuloglu et al.⁴⁸ 2004, Ozturk et al.⁴² 2005, Ilie, Hickel⁷ 2008, Yan

et al.⁴⁶ 2010, Giráldez et al.⁵³ 2011, Kilinc et al.⁵⁴ 2011) quanto Knoop (Linden et al.¹⁰ 1991, Rasetto et al.¹⁷ 2001, Meng et al.³⁸ 2006, Meng et al.⁵⁰ 2008, Pazin et al.⁵¹ 2008, Reges et al.⁵² 2009, Pick et al.³¹ 2010, Valentino et al.¹⁴ 2010) para avaliar a microdureza do cimento resinoso. Segundo Anusavice⁵⁶ (2005) o teste Vickers é mais adequado para quantificar a dureza de materiais friáveis e o teste Knoop adequado para materiais excessivamente duros ou macios, por causa do formato do indentador Knoop, há uma recuperação elástica do formato da penetração projetada após remoção do penetrador, que ocorre inicialmente no longo eixo da menor diagonal, as tensões produzidas no ensaio são distribuídas de tal modo que somente a dimensão do eixo menor fica sujeita às alterações por relaxamento. Em vista disso, o valor de dureza independe da ductilidade do material testado.

É sabido que o teste de dureza pode predizer o grau de conversão do polímero (Rueggeberg, Craig⁵⁷ 1988), no entanto a análise das ligações C=C para determinar o GC (%) parece ser mais representativo (Noronha Filho et al.⁴⁷ 2010).

Desta forma, no presente estudo *in vitro* foi avaliado o GC (%) e a microdureza Knoop do cimento resinoso dual fotopolimerizado por diferentes tempos através de discos cerâmicos com 1,5 mm de espessura. Foi possível observar que a translucidez do material restaurador interferiu na taxa de conversão e microdureza superficial do cimento resinoso dual estudado ($p < 0.0001$). Dado também observado em estudos recentes (Soares et al.⁴⁹ 2006, Tezvergil-Mutluay et al.⁴³ 2007, Ilie e Hickel.⁷ 2008, Meng et al.⁵⁰ 2008, Moraes et al.⁵⁸ 2009, Pazin et al.⁵¹ 2008, Noronha Filho et al.⁴⁷ 2010, Valentino et al.¹⁴ 2010, Bueno et al.⁴⁰ 2011, Kilinc et al.⁵⁴ 2011). Porém, há estudos que observaram que a dureza superficial do cimento resinoso não foi afetada pelo tipo de restauração interposto (Kuguimiya et al.⁶² 2010, Pick et al.³¹ 2010) e nem pela opacidade da cerâmica (Linden et al.¹⁰ 1991).

Através da simulação de cimentação de restaurações indiretas de cerâmicas de diferentes translucidez do mesmo fabricante, pôde-se avaliar o grau de conversão do cimento resinoso dual e comparar com o valor de microdureza Knoop superficial, pois foi estudado somente um tipo de cimento, não tendo variabilidade na composição quanto ao tipo de monômero, quantidade e tipo de carga.

Para a confecção dos cp optou-se em utilizar fotopolimerizador com lâmpada LED pois este tipo de aparelho esta sendo vastamente utilizado para os procedimentos clínicos adesivos e possui vantagens como baixa manutenção,

equipamentos menores e mais silenciosos. Estudos comparando com outros equipamentos fotopolimerizadores (por exemplo luz halógena), quanto ao desempenho clínico da polimerização de cimentos resinosos através de diversos materiais restauradores indiretos, demonstraram que não houve diferença significativa entre os tipos de luzes (Ozturk et al.⁴² 2005, Pazin et al.⁵¹ 2008, Hooshmand et al.¹⁶ 2009, Kuguimiya et al.⁶² 2010, Pick et al.³¹ 2010), ao contrário do que relataram outros estudos (Rasetto et al.¹⁷ 2001, Rasetto et al.³⁰ 2004, Tango et al.¹² 2007, Reges et al.⁵² 2009).

Tanto para a avaliação de GC (%) e dureza superficial, optou-se em realizar a mensuração após 24 h, pois estudos demonstraram que após este tempo a conversão do polímero estabiliza (Meng et al.³⁸ 2006, Yan et al.⁴⁶ 2010).

Para o teste de microdureza Knoop superficial, foi realizado somente indentações na superfície de contato com a luz (topo), pois há trabalhos que demonstraram que não houve diferença significativa na dureza da superfície da base e do topo (Pazin et al.⁵¹ 2008, Hooshmand et al.¹⁶ 2009).

Observando os dados coletados as cerâmicas translúcidas sem infra-estrutura (IPS d.SIGN) apresentaram valores de GC (%) inferiores ao grupo controle, nos três tempos de fotoativação, no entanto sem diferença significativa ($p>0.05$), indicando que o tempo de fotoativação por 20 s com LED de alta intensidade é suficiente para uma adequada polimerização do cimento resinoso dual sob este tipo de restauração cerâmica com alta translucidez, apesar de ter uma tendência no aumento do GC (%) com o aumento do tempo de fotoativação (40 e 60 s), porém sem diferença significativa ($p>0.05$).

Já os grupos HT e ZHT que possuem infra-estruturas os valores de GC (%), quando fotopolimerizados por 20 s, foram inferiores em comparação ao grupo controle, porém sem diferença significativa entre ambos ($p>0.05$), demonstrando que a transmissão de luz foi menor por causa do coping, pois há diferença na transmissão de luz devido a composição dos materiais (Valentino et al.¹⁴ 2010). Nos tempos de 40 e 60 s os valores de GC (%) aumentaram e mesmo assim foram ligeiramente inferiores ao controle, mas sem diferença significativa ($p>0.05$), estando de acordo com estudos prévios (Aguiar et al.⁶¹ 2010, Giráldez et al.⁵³ 2011) que relataram aumento do GC (%) com o aumento do tempo de fotopolimerização.

O menor valor de GC (%) do cimento resinoso dual testado, foi encontrado no grupo HO, tanto nos tempos de 20 e 40 s, sendo necessário fotopolimerizar pelo menos 60 s para obter uma maior taxa de polimerização. O coping com alta opacidade bloqueou a passagem de luz e observou-se que a parte química do cimento resinoso dual não foi capaz de compensar a atenuação da luz, pois o cimento estudado possui a capacidade de polimerização da parte química deficiente, sendo dependente da luz para uma adequada polimerização (El-Mowafy, Rubo³² 2000, Kumbuloglu et al.⁴⁸ 2004), estando em desacordo com os estudos realizados previamente que testaram a capacidade da polimerização química dos cimentos resinosos duais e relataram que a ativação química compensa a atenuação da luz (Linden et al.¹⁰ 1991, Hofmann et al.¹ 2001, Meng et al.³⁸ 2006).

Para o ensaio laboratorial de microdureza Knoop as variáveis testadas (tipo de cerâmica e tempo de fotopolimerização) apresentaram significância e houve interação entre elas ($p < 0.0001$). Os grupos experimentais apresentaram valores de dureza Knoop inferiores ao grupo controle, no entanto somente os grupos HT e ZHT, fotopolimerizados por 60 s, não apresentaram diferença significativa entre ambos e quando comparados com o grupo controle ($p > 0.05$), estudo prévio (Meng et al.³⁸ 2006) demonstrou que os valores de dureza superficial diminuíram ao passo que a translucidez diminuía, através do aumento da espessura da cerâmica interposta. No entanto, há estudos que demonstram que a atenuação causada pelas restaurações indiretas podem ser compensadas pelo aumento do tempo de fotopolimerização para obter maior taxa de conversão (Linden et al.¹⁰ 1991, Rasetto et al.¹⁷ 2001, Ilie e Hickel.⁷ 2008, Hooshmand et al.¹⁶ 2009, Giráldez et al.⁵³ 2011), já outros estudos relataram que o aumento do tempo na fotopolimerização de cimentos resinosos não afetou a microdureza superficial (Cardash et al.¹¹ 1993, Bueno et al.⁴⁰ 2011).

Os grupos cerâmicos compostos pela infra-estrutura a base de dissilicato de lítio (HT e HO) apresentaram os menores valores de microdureza superficial quando fotopolimerizados por 20 s, sem apresentar diferença estatisticamente significativa entre ambos ($p > 0.05$), estando de acordo com estudos prévios (Hooshmand et al.¹⁶ 2009, Valentino et al.¹⁴ 2010). Entretanto, quando o tempo de fotopolimerização foi triplicado os valores KHN dos grupos HT e HO aumentaram 41,7% e 49,2%, respectivamente ($p < 0.05$).

Observa-se que o valor de dureza do grupo com coping com alto opacidade (HO) foi maior que do grupo com coping mais translúcido (HT), a possível explicação seria pelo fato do teste de microdureza ser um teste sensível, pois na etapa da confecção do cp, no momento da espatulação o material está susceptível à incorporar de bolhas de ar, que consequentemente provoca porosidades e estas imperfeições podem interferir no valor de dureza (Meng et al.⁵⁰ 2008).

Com relação à correlação entre os valores de GC (%) e microdureza superficial Knoop foi comprovado através da análise de Correlação de Spearman ($r=0,62$; $p<0.0001$), estando de acordo com trabalho executado por Ozturk et al.⁴² (2005). No trabalho conduzido por Pick et al.³¹ (2010) observaram que quanto maior a transmitância do material restaurador, maior a intensidade de luz alcança a superfície do cimento resinoso e consequentemente aumenta os valores de GC e as propriedades mecânicas deste.

Baseado nos dados coletados no presente estudo, recomenda-se maior tempo de fotopolimerização para cerâmicas que apresentam maior opacidade e materiais translúcidos o tempo de 40 s é suficiente para uma adequada polimerização do cimento resinoso dual, através de restaurações com até 1,5 mm de espessura, como em casos de cimentação de laminados e inlays cerâmicos.

Entretanto é necessário complementar os dados coletados no presente estudo, com outros ensaios laboratoriais *in vitro* e *in situ*, para se predizer o desempenho do material na cavidade bucal e também avaliar as diversas combinações de materiais para o procedimento de cimentação, pois há diversas opções de materiais e equipamentos disponíveis no mercado odontológico (tipo de cimentos resinosos, cerâmicas e fotopolimerizadores). Pois, somente com os valores de GC (%) e microdureza Knoop não podem ser atribuídos à performance e sucesso clínico dos cimentos resinosos duais.

7 CONCLUSÕES

- Concluiu-se que o agente cimentante estudado fotoativado diretamente sem interposição de material restaurador cerâmico produziram os maiores valores de GC (%) e KHN, sem diferença estatística entre os tempos avaliados.

- Observou-se que as variáveis tipo de cerâmica e tempo de fotopolimerização foram significativas e houve interação entre ambos, tanto no ensaio de grau de conversão e microdureza Knoop. Assim, os efeitos negativos da maior opacidade pode ser evitados com aumento no tempo de fotoativação.

REFERÊNCIAS *

- 1- 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 Nov;28(11):1022-8.
- 2- Bindl A, Lüthy H, Mörmann WH. Strength and fracture pattern of monolithic CAD/CAM-generated posterior crowns. Dent Mater. 2006 Jan;22(1):29-36.
- 3- Gu XH, Kern M. Marginal discrepancies and leakage of all-ceramic crowns: influence of luting agents and aging conditions. Int J Prosthodont. 2003 Mar-Apr;16(2):109-16.
- 4- Jivraj SA, Kim TH, Donovan TE. Selection of luting agents, part 1. J Calif Dent Assoc. 2006 Feb;34(2):149-60.
- 5- Neumann MG, Miranda WG Jr, Schmitt CC, Rueggeberg FA, Correa IC. Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiators and light curing units. J Dent. 2005 Jul;33(6):525-32.
- 6- 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 Jun;36(6):418-26.
- 7- Ilie N, Hickel R. Correlation between ceramics translucency and polymerization efficiency through ceramics. Dent Mater. 2008 Jul;24(7):908-14.
- 8- Hasegawa EA, Boyer DB, Chan DC. Hardening of dual-cured cements under composite resin inlays. J Prosthet Dent. 1991 Aug;66(2):187-92.
- 9- Lu H, Mehmood A, Chow A, Powers JM. Influence of polymerization mode on flexural properties of esthetic resin luting agents. J Prosthet Dent. 2005 Dec;94(6):549-54.
- 10- Linden JJ, Swift EJ Jr, Boyer DB, Davis BK. Photo-activation of resin cements through porcelain veneers. J Dent Res. 1991 Feb;70(2):154-7.

* De acordo com as normas do programa de Mestrado em Odontologia da UEPG, baseada no modelo Vancouver. Abreviaturas dos periódicos em conformidade com o Medline.

- 11-Cardash HS, Baharav H, Pilo R, Ben-Amar A. The effect of porcelain color on the hardness of luting composite resin cement. *J Prosthet Dent.* 1993 Jun;69(6):620-3.
- 12-Tango RN, Sinhoreti MA, Correr AB, Correr-Sobrinho L, Henriques GE. Effect of light-curing method and cement activation mode on resin cement knoop hardness. *J Prosthodont.* 2007 Nov-Dec;16(6):480-4.
- 13-Uctasli S, Hasanreisoglu U, Wilson HJ. The attenuation of radiation by porcelain and its effect on polymerization of resin cements. *J Oral Rehabil.* 1994 Sep;21(5):565-75.
- 14-Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Vishal J, Martins LR, Correr-Sobrinho L. Dual resin cement knoop hardness after different activation modes through dental ceramics. *Braz Dent J.* 2010;21(2):104-10.
- 15-Malhotra N, Mala K. Light-curing considerations for resin-based composite materials: a review. Part II. *Compend Contin Educ Dent.* 2010 Oct;31(8):584-8, 590-1; quiz 592, 603.
- 16-Hooshmand T, Mahmoodi N, Keshvad A. Microhardness of a resin cement polymerized by light-emitting diode and halogen lights through ceramic. *J Prosthodont.* 2009 Jul;18(5):411-6.
- 17-Rasetto FH, Driscoll CF, von Fraunhofer JA. Effect of light source and time on the polymerization of resin cement through ceramic veneers. *J Prosthodont.* 2001 Sep;10(3):133-9.
- 18-Jivraj SA. Material selection in restorative dentistry. *J Calif Dent Assoc.* 2006 Feb;34(2):115-6.
- 19-Shen C. Cimentos Odontológicos. In: Anusavice KJ. *Phillips Materiais Dentários*. 11a ed. Rio de Janeiro: Elsevier Ltda; 2005. p. 419-468.
- 20-Peumans M, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers: a review of the literature. *J Dent.* 2000 Mar;28(3):163-77.
- 21-Christensen GJ. The rise of resin for cementing restorations. *J Am Dent Assoc.* 1993 Oct;124(10):104-5.

- 22-Haddad MF, Rocha EP, Assunção WG. Cementation of prosthetic restorations: from conventional cementation to dental bonding concept. *J Craniofac Surg*. 2011 May;22(3):952-8.
- 23-Manso AP, Silva NR, Bonfante EA, Pegoraro TA, Dias RA, Carvalho RM. Cements and adhesives for all-ceramic restorations. *Dent Clin North Am*. 2011 Apr;55(2):311-32.
- 24-Rawls HR, Esquivel-Upshaw J. Resinas Restauradoras. In: Anusavice KJ. *Phillips Materiais Dentários*. 11a ed. Rio de Janeiro: Elsevier Ltda; 2005. p. 375-417.
- 25-Rawls HR. Polímeros Odontológicos. In: Anusavice KJ. *Phillips Materiais Dentários*. 11a ed. Rio de Janeiro: Elsevier Ltda; 2005. p.135-159.
- 26-Imai Y, Ikeda Y. Effect of adding ethylene glycol dimethacrylate to resin cements: durability against thermal stress of adhesion to titanium. *Dent Mater J*. 1997 Jun;16(1):74-7.
- 27-el-Badrawy WA, el-Mowafy OM. Chemical versus dual curing of resin inlay cements. *J Prosthet Dent*. 1995 Jun;73(6):515-24.
- 28-Bernardo RT, Obici AC, Sinhoreti MAC. Efeito da ativação química ou dual na microdureza knoop de cimentos resinosos. *Cienc Odontol Bras* 2008 out./dez.; 11 (4): 80-85.
- 29-Uludag B, Ozturk O, Ozturk AN. Microleakage of ceramic inlays luted with different resin cements and dentin adhesives. *J Prosthet Dent*. 2009 Oct;102(4):235-41.
- 30-Rasetto FH, Driscoll CF, Prestipino V, Masri R, von Fraunhofer JA. Light transmission through all-ceramic dental materials: a pilot study. *J Prosthet Dent*. 2004 May;91(5):441-6.
- 31-Pick B, Gonzaga CC, Junior WS, Kawano Y, Braga RR, Cardoso PE. Influence of curing light attenuation caused by aesthetic indirect restorative materials on resin cement polymerization. *Eur J Dent*. 2010 Jul;4(3):314-23.
- 32-El-Mowafy OM, Rubo MH. Influence of composite inlay/onlay thickness on hardening of dual-cured resin cements. *J Can Dent Assoc*. 2000 Mar;66(3):147.

- 33-Sjögren G, Molin M, van Dijken JW. A 10-year prospective evaluation of CAD/CAM-manufactured (Cerec) ceramic inlays cemented with a chemically cured or dual-cured resin composite. *Int J Prosthodont*. 2004 Mar-Apr;17(2):241-6.
- 34-Pereira SG, Fulgêncio R, Nunes TG, Toledano M, Osorio R, Carvalho RM. Effect of curing protocol on the polymerization of dual-cured resin cements. *Dent Mater*. 2010 Jul;26(7):710-8.
- 35-Pegoraro TA, da Silva NR, Carvalho RM. Cements for use in esthetic dentistry. *Dent Clin North Am*. 2007 Apr;51(2):453-71.
- 36-Callister Jr WD. *Ciência de Engenharia de Materiais: uma introdução*. 5a ed. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A.; 2002.
- 37-Brodbelt RH, O'Brien WJ, Fan PL. Translucency of dental porcelains. *J Dent Res*. 1980 Jan;59(1):70-5.
- 38-Meng X, Yoshida K, Atsuta M. Hardness development of dual-cured resin cements through different thicknesses of ceramics. *Dent Mater J*. 2006 Mar;25(1):132-7.
- 39-Peixoto RT, Paulinelli VM, Sander HH, Lanza MD, Cury LA, Poletto LT. Light transmission through porcelain. *Dent Mater*. 2007 Nov;23(11):1363-8.
- 40-Bueno AL, Arrais CA, Jorge AC, Reis AF, Amaral CM. Light-activation through indirect ceramic restorations: does the overexposure compensate for the attenuation in light intensity during resin cement polymerization? *J Appl Oral Sci*. 2011 Jan-Feb;19(1):22-7.
- 41-Miyazaki M, Onose H, Iida N, Kazama H. Determination of residual double bonds in resin-dentin interface by Raman spectroscopy. *Dent Mater*. 2003 May;19(3):245-51.
- 42-Ozturk N, Usumez A, Usumez S, Ozturk B. Degree of conversion and surface hardness of resin cement cured with different curing units. *Quintessence Int*. 2005 Nov-Dec;36(10):771-7.
- 43-Tezvergil-Mutluay A, Lassila LV, Vallittu PK. Degree of conversion of dual-cure luting resins light-polymerized through various materials. *Acta Odontol Scand*. 2007 Aug;65(4):201-5.

- 44-Navarra CO, Cadenaro M, Codan B, Mazzoni A, Sergo V, De Stefano Dorigo E, Breschi L. Degree of conversion and interfacial nanoleakage expression of three one-step self-etch adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2009 Aug;117(4):463-9.
- 45-Miletic V, Santini A, Trkulja I. Quantification of monomer elution and carbon-carbon double bonds in dental adhesive systems using HPLC and micro-Raman spectroscopy. *J Dent.* 2009 Mar;37(3):177-84.
- 46-Yan YL, Kim YK, Kim KH, Kwon TY. Changes in degree of conversion and microhardness of dental resin cements. *Oper Dent.* 2010 Mar-Apr;35(2):203-10.
- 47-Noronha Filho JD, Brandão NL, Poskus LT, Guimarães JG, Silva EM. A critical analysis of the degree of conversion of resin-based luting cements. *J Appl Oral Sci.* 2010 Sep-Oct;18(5):442-6.
- 48-Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. *Int J Prosthodont.* 2004 May-Jun;17(3):357-63.
- 49-Soares CJ, da Silva NR, Fonseca RB. Influence of the feldspathic ceramic thickness and shade on the microhardness of dual resin cement. *Oper Dent.* 2006 May-Jun;31(3):384-9.
- 50-Meng X, Yoshida K, Atsuta M. Influence of ceramic thickness on mechanical properties and polymer structure of dual-cured resin luting agents. *Dent Mater.* 2008 May;24(5):594-9.
- 51-Pazin MC, Moraes RR, Gonçalves LS, Borges GA, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Effects of ceramic thickness and curing unit on light transmission through leucite-reinforced material and polymerization of dual-cured luting agent. *J Oral Sci.* 2008 Jun;50(2):131-6.
- 52-Reges RV, Costa AR, Correr AB, Piva E, Puppim-Rontani RM, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Effect of light-curing units, post-cured time and shade of resin cement on knoop hardness. *Braz Dent J.* 2009;20(5):410-3.
- 53-Giráldez I, Ceballos L, Garrido MA, Rodríguez J. Early hardness of self-adhesive resin cements cured under indirect resin composite restorations. *J Esthet Restor Dent.* 2011 Apr;23(2):116-24.

- 54-Kilinc E, Antonson S, Hardigan P, Kesercioglu A. The Effect of Ceramic Restoration Shade and Thickness on the Polymerization of Light- and Dual-cure Resin Cements. *Oper Dent*. 2011 Nov-Dec;36(6):661-9.
- 55-Shin WS, Li XF, Schwartz B, Wunder SL, Baran GR. Determination of the degree of cure of dental resins using Raman and FT-Raman spectroscopy. *Dent Mater*. 1993 Sep;9(5):317-24.
- 56-Anusavice KJ. Propriedades mecânicas dos materiais dentários. In: Anusavice KJ. *Phillips Materiais Dentários*. 11a ed. Rio de Janeiro: Elsevier Ltda; 2005. p. 69-97.
- 57-Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res*. 1988 Jun;67(6):932-7.
- 58-Moraes RR, Brandt WC, Naves LZ, Correr-Sobrinho L, Piva E. Light- and time-dependent polymerization of dual-cured resin luting agent beneath ceramic. *Acta Odontol Scand*. 2008 Oct;66(5):257-61.
- 59-Arrais CA, Giannini M, Rueggeberg FA. Kinetic analysis of monomer conversion in auto- and dual-polymerizing modes of commercial resin luting cements. *J Prosthet Dent*. 2009 Feb;101(2):128-36.
- 60-Moraes RR, Faria-e-Silva AL, Ogliari FA, Correr-Sobrinho L, Demarco FF, Piva E. Impact of immediate and delayed light activation on self-polymerization of dual-cured dental resin luting agents. *Acta Biomater*. 2009 Jul;5(6):2095-100.
- 61-Aguiar TR, Di Francescantonio M, Arrais CA, Ambrosano GM, Davanzo C, Giannini M. Influence of curing mode and time on degree of conversion of one conventional and two self-adhesive resin cements. *Oper Dent*. 2010 May-Jun;35(3):295-9.
- 62-Kuguimiya RN, Alves LB, Seabra FR, Sarmento CF, Santos AJ, Machado CT. Influence of light-curing units and restorative materials on the micro hardness Indian *J Dent Res*. 2010 Jan-Mar;21(1):49-53.of resin cements.

APÊNDICE A

Médias dos valores de Grau de Conversão (%) submetidos ao teste de normalidade Kolmogorov-Smirnov, análise de variância de dois fatores e pós-teste de Bonferroni com nível de significância de 5%.

Tabela A1 - Médias dos valores de Grau de Conversão (%) submetidos ao teste de normalidade Kolmogorov-Smirnov.

KS normality test			
KS distance	0,3740	0,3113	0,2728
P value	0,0211	> 0,10	> 0,10
Passed normality test (alpha=0.05)?	No	Yes	Yes
P value summary	*	ns	ns

Tabela A2 - Médias dos valores de Grau de Conversão (%) submetidos ao teste de análise de variância de dois fatores e pós-teste de Bonferroni com nível de significância de 5%. (Continua)

Source of Variation	% of total variation	P value
Interaction	12,05	< 0,0001
Tempo de fotopolimerização	8,24	< 0,0001
Tipos de cerâmicas	73,01	< 0,0001

Source of Variation	P value summary	Significant?
Interaction	****	Yes
Tempo de fotopolimerização	****	Yes
Tipos de cerâmicas	****	Yes

Source of Variation	Df	Sum-of-squares	Mean square	F
Interaction	8	2855	356,8	13,49
Tempo de fotopolimerização	2	1953	976,6	36,92
Tipos de cerâmicas	4	17303	4326	163,5
Residual	60	1587	26,45	

Number of missing values 0

Bonferroni multiple comparisons Number of comparisons: 15

20 vs 40

Tipos de cerâmicas	20	40	Difference	95% CI of diff,
controle	82,38	85,88	3,500	-6,445 to 13,44
CSR	72,82	84,16	11,34	1,395 to 21,28
HT	71,62	77,48	5,860	-4,085 to 15,80
HO	22,82	37,28	14,46	4,515 to 24,40
ZHT	67,86	71,90	4,040	-5,905 to 13,98

Tipos de cerâmicas	Difference	t	P value	Summary
controle	3,500	1,076	P > 0,05	ns
CSR	11,34	3,486	P < 0,05	*
HT	5,860	1,801	P > 0,05	ns
HO	14,46	4,445	P < 0,001	***
ZHT	4,040	1,242	P > 0,05	ns

20 vs 60

Tipos de cerâmicas	20	60	Difference	95% CI of diff,
controle	82,38	83,64	1,260	-8,685 to 11,20
CSR	72,82	80,98	8,160	-1,785 to 18,10
HT	71,62	79,56	7,940	-2,005 to 17,88
HO	22,82	63,32	40,50	30,56 to 50,44
ZHT	67,86	71,76	3,900	-6,045 to 13,84

Tabela A2 - Médias dos valores de Grau de Conversão (%) submetidos ao teste de análise de variância de dois fatores e pós-teste de Bonferroni com nível de significância de 5%.

Tipos de cerâmicas	Difference	t	P value	Summary
controle	1,260	0,3874	P > 0,05	ns
CSR	8,160	2,509	P > 0,05	ns
HT	7,940	2,441	P > 0,05	ns
HO	40,50	12,45	P < 0,0001	****
ZHT	3,900	1,199	P > 0,05	ns
40 vs 60				
Tipos de cerâmicas	40	60	Difference	95% CI of diff,
controle	85,88	83,64	-2,240	-12,18 to 7,705
CSR	84,16	80,98	-3,180	-13,12 to 6,765
HT	77,48	79,56	2,080	-7,865 to 12,02
HO	37,28	63,32	26,04	16,10 to 35,98
ZHT	71,90	71,76	-0,1400	-10,08 to 9,805
Tipos de cerâmicas	Difference	t	P value	Summary
controle	-2,240	0,6886	P > 0,05	ns
CSR	-3,180	0,9776	P > 0,05	ns
HT	2,080	0,6394	P > 0,05	ns
HO	26,04	8,005	P < 0,0001	****
ZHT	-0,1400	0,04304	P > 0,05	ns

APÊNDICE B

Médias dos valores de Microdureza Knoop (KHN) submetidos ao teste de normalidade Kolmogorov-Smirnov, análise de variância de dois fatores e pós-teste de Bonferroni com nível de significância de 5%.

Tabela B1 - Médias dos valores de Microdureza Knoop (KHN) submetidos ao teste de normalidade Kolmogorov-Smirnov.

KS normality test			
KS distance	0,2374	0,2128	0,2067
P value	> 0,10	> 0,10	> 0,10
Passed normality test (alpha=0.05)?	Yes	Yes	Yes
P value summary	ns	ns	ns

Tabela B2 - Médias dos valores de Microdureza Knoop (KHN) submetidos ao teste de análise de variância de dois fatores e pós-teste de Bonferroni com nível de significância de 5%. (Continua)

Source of Variation	% of total variation	P value		
Interaction	11,53	< 0,0001		
Tempo de fotopolimerização	7,98	< 0,0001		
Tipos de cerâmicas	76,67	< 0,0001		
Source of Variation	P value summary	Significant?		
Interaction	****	Yes		
Tempo de fotopolimerização	****	Yes		
Tipos de cerâmicas	****	Yes		
Source of Variation	Df	Sum-of-squares	Mean square	F
Interaction	8	1772	221,6	22,70
Tempo de fotopolimerização	2	1227	613,4	62,86
Tipos de cerâmicas	4	11782	2946	301,8
Residual	60	585,6	9,759	
Number of missing values	0			
Bonferroni multiple comparisons	Number of comparisons: 15			
20 vs 40				
Tipos de cerâmicas	20	40	Difference	95% CI of diff,
controle	63,59	62,30	-1,292	-7,333 to 4,749
CSR	57,42	54,92	-2,496	-8,537 to 3,545
HT	22,49	37,03	14,54	8,501 to 20,58
HO	24,73	23,39	-1,346	-7,387 to 4,695
ZHT	47,74	49,94	2,200	-3,841 to 8,241
Tipos de cerâmicas	Difference	t	P value	Summary
controle	-1,292	0,6539	P > 0,05	ns
CSR	-2,496	1,263	P > 0,05	ns
HT	14,54	7,360	P < 0,0001	****
HO	-1,346	0,6812	P > 0,05	ns
ZHT	2,200	1,113	P > 0,05	ns
20 vs 60				
Tipos de cerâmicas	20	60	Difference	95% CI of diff,
controle	63,59	62,55	-1,046	-7,087 to 4,995
CSR	57,42	58,42	1,004	-5,037 to 7,045
HT	22,49	38,60	16,11	10,07 to 22,15
HO	24,73	48,68	23,94	17,90 to 29,98
ZHT	47,74	55,23	7,496	1,455 to 13,54

Tabela B2 - Médias dos valores de Microdureza Knoop (KHN) submetidos ao teste de análise de variância de dois fatores e pós-teste de Bonferroni com nível de significância de 5%.

Tipos de cerâmicas	Difference	t	P value	Summary
controle	-1,046	0,5294	P > 0,05	ns
CSR	1,004	0,5082	P > 0,05	ns
HT	16,11	8,154	P < 0,0001	****
HO	23,94	12,12	P < 0,0001	****
ZHT	7,496	3,794	P < 0,01	**
40 vs 60				
Tipos de cerâmicas	40	60	Difference	95% CI of diff,
controle	62,30	62,55	0,2460	-5,795 to 6,287
CSR	54,92	58,42	3,500	-2,541 to 9,541
HT	37,03	38,60	1,568	-4,473 to 7,609
HO	23,39	48,68	25,29	19,25 to 31,33
ZHT	49,94	55,23	5,296	-0,7445 to 11,34
Tipos de cerâmicas	Difference	t	P value	Summary
controle	0,2460	0,1245	P > 0,05	ns
CSR	3,500	1,771	P > 0,05	ns
HT	1,568	0,7936	P > 0,05	ns
HO	25,29	12,80	P < 0,0001	****
ZHT	5,296	2,680	P > 0,05	ns

APÊNDICE C

Médias dos valores de Grau de Conversão (%) e Microdureza Knoop (KHN) do cimento resinoso dual (Variolink II – Ivoclar Vivadent) submetidos ao teste de correlação de Spearman.

Tabela C1 - Médias dos valores de Grau de Conversão (%) e Microdureza Knoop (KHN) do cimento resinoso dual (Variolink II – Ivoclar Vivadent) submetidos ao teste de correlação de Spearman.

Number of XY Pairs	75
Spearman r	0,6197
95% confidence interval	0.4515 to 0.7453
P value (two-tailed)	P<0.0001
P value summary	***
Exact or approximate P value?	Gaussian Approximation
Is the correlation significant? (alpha=0.05)	Yes