

AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO E DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CIMENTOS RESINOSOS POLIMERIZADOS SOB SISTEMAS CERÂMICOS.

Caroline Vieira Maluf, Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia,
carolinemaluf@hotmail.com

Camila de Carvalho Almança Lopes, Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia,
milalopes_81@hotmail.com

Renata Borges Rodrigues, Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia,
renataborges4@hotmail.com

Paulo Cezar Simamoto Júnior, Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia,
psimamoto@foufu.ufu.br

Carlos José Soares, Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia,
carlosjsoares@umuarama.ufu.br

Sinésio Domingues Franco, Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de
Uberlândia, sdfranco@ufu.br

Veridiana Resende Novais, Universidade Federal de Uberlândia, veridianaresende@hotmail.com

Resumo. O objetivo deste estudo foi avaliar o grau de conversão (GC), dureza Vickers (HV) e módulo de elasticidade (E) de cimentos resinosos polimerizados com e sem a interposição de sistemas cerâmicos. Foram avaliados quatro cimentos resinosos: um cimento resinoso auto polimerizável; e três cimentos resinosos duais, fotoativados após 5 minutos, diretamente ou sob três tipos de cerâmica, por 120 segundos. A mensuração do grau de conversão foi realizada pelo Espectroscópio de Transmissão Infravermelha Transformada de Fourier. Para a realização da dureza Vickers e do módulo de elasticidade, as amostras foram levadas a um indentador dinâmico de microdureza. Os dados foram analisados por 2-way ANOVA/ Tukey ($\alpha=0,05$). Também foi realizada correlação entre as variáveis resposta por meio do teste de Correlação de Pearson. Para o GC, houve significância para o fator cimento ($P<0,001$). No entanto, o fator cerâmica ($P=0,703$), e a interação entre os fatores ($P=0,056$) não foram significativos. Já para HV, houve significância para o fator cimento, cerâmica ($p<0,001$) e para a interação cimento x cerâmica ($p=0,045$). Para E, houve significância para o fator cimento, no entanto, o fator cerâmica ($p=0,287$) e a interação cimento x cerâmica ($p=0,259$) não foram significativas. Correlação de Pearson entre HV e E apresentou coeficiente $r = 0,804$, indicando alta correlação, diretamente proporcional, e significativa ($p<0,001$). Conclui-se que o sistema cerâmico não interferiu no GC dos cimentos resinosos, enquanto que o cimento quimicamente ativado apresentou os menores valores para o GC. O cimento químico que não depende da luz para polimerizar, apresentou os menores valores de HV independentemente do tipo de cerâmica. Para o E, os cimentos duais não apresentaram diferenças significativas nos valores médios e todos resultaram em valores significativamente maiores que o cimento químico, independentemente do tipo de cerâmica.

Palavras chave: Cimentos resinosos, cerâmicas, grau de conversão, dureza Vickers, módulo de elasticidade.

1. INTRODUÇÃO

A composição do cimento resinoso é semelhante à de resinas compostas, porém em diferentes proporções (Beloti et al., 2000).

O teste de dureza é comumente utilizado por ser considerado um método simples e confiável como indicador do grau de conversão dos cimentos resinosos (Darr & Jacobsen, 1995). Outra propriedade importante é o módulo de elasticidade (E), que descreve a rigidez relativa de um material, medida pela inclinação da reta da região elástica do diagrama tensão – deformação. (Anusavice, 2003). É desejado que o cimento possua um módulo de elasticidade de valor intermediário entre o da estrutura dentária e o do material restaurador, uma vez que isso pode reduzir a concentração de tensão interfacial (Li & White, 1999).

A avaliação do grau de conversão para esses materiais tem apresentado valores médios superiores aos das resinas compostas (55-72%) (Ferracane & Greener, 1984), sendo que tal achado pode estar associado à menor viscosidade dos cimentos resinosos, o que permite uma maior difusão dos radicais livres durante o processo de polimerização (Caughman et al., 2001).

Um cimento odontológico ideal deveria apresentar resistência adequada à dissolução no ambiente bucal, aderir à estrutura dentária e à restauração tanto química quanto mecanicamente, ter propriedades mecânicas suficientes para resistir às forças transmitidas ao cimento através da restauração, como resistência à tensão e compressão. Além disso, deve possuir altos valores de dureza e módulo de elasticidade, ser biocompatível e exibir boas propriedades de manipulação como tempo de trabalho e de presa aceitáveis (Rosenstiel et al., 1998; Prakki & Carvalho, 2001; Pegoraro et al., 2007).

Diante desse contexto, torna-se relevante avaliar as propriedades de cimentos resinosos polimerizados diretamente e sob restaurações cerâmicas. Dessa forma, gera-se a hipótese de que o tipo de cerâmica utilizada irá influenciar o grau de conversão, a dureza Vickers e o módulo de elasticidade dos cimentos resinosos.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Grupos experimentais

Foi confeccionado 1 disco de cerâmica para cada uma das cerâmicas estudadas com 1,5 mm de espessura e 10,0 mm de diâmetro (espessura de coroa). O disco da cerâmica feldspática (Noritake EX 3 Kuraray, Miyoshi, Japan) foi confeccionado seguindo a sequência: em uma placa de vidro, com a superfície limpa e utilizando uma espátula, foi feita a mistura entre o pó e o líquido do material. A proporção pó/líquido é de 1:1, obtendo uma massa úmida e homogênea. Essa massa foi aplicada com um pincel na superfície da matriz, em seguida o material foi condensado e com o auxílio de um lenço de papel foi removido o excesso de umidade. Após a condensação do material na matriz, foi feita a queima da cerâmica em forno (EDG Alumini-press 2, Brasil) a uma temperatura inicial de 575°C e permanece dentro do mesmo até que a temperatura chegue a 980°C (temperatura final).

A confecção do disco da cerâmica reforçada com dissilicato de lítio (IPS E-max Press– Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi feita por um técnico em prótese dentária da seguinte maneira: um padrão de cera foi obtido a partir de uma matriz de silicone com as dimensões específicas para as amostras. O padrão foi obtido com cera tipo II (Thowax, Labordental, São Paulo, Brasil) liquefeita e vertida no interior da matriz de silicone. Em seguida, o formador de conduto de alimentação foi fixado no padrão de cera e adaptado num cilindro plástico formador do cadinho. Um anel de silicone (Ivoclar- Vivadent Schaan, Liechtenstein) foi adaptado na base formadora do cadinho. O padrão de cera foi incluído com revestimento à base de fosfato IPS PressVest Speed (Ivoclar Vivadent Schaan, Liechtenstein). Após a presa, o cilindro de silicone formador do conduto de alimentação e a base foram removidos e o bloco de revestimento foi levado ao forno elétrico para eliminação da cera. Depois do período de aquecimento, o bloco foi retirado do forno e uma pastilha da cerâmica IPS E.max Press foi posicionada no conduto, juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio e levado ao forno. Após a inclusão o forno foi desligado e, quando o bloco de revestimento atingiu a temperatura ambiente, a amostra foi retirada seccionando-se o bloco de revestimento ao meio.

A confecção do disco da cerâmica reforçada por zircônia foi feita por um técnico em prótese dentária, em que um bloco de zircônia foi fresado (Lava All-Ceramic System - 3M/ESPE) através do sistema CAD/CAM (Computer Assisted Design – Computer Assisted Manufacture). A espessura deste disco foi de 0,7mm, onde se quis simular um coping cerâmico. E depois este disco foi recoberto com cerâmica feldspática (Noritake EX 3 Kuraray, Miyoshi, Japan) até atingir a espessura de 1,5mm. Para todas as cerâmicas foram empregadas lixas nas granulações 320, 600, 800 e 1200 para gerar superfície lisa, polida e uniforme, padronizando assim a superfície da amostra, em seguida foram glazeadas e armazenadas em ambiente seco à temperatura ambiente.

Após a confecção dos 3 discos de cerâmica foram confeccionadas as amostras de cimento, formando 5 grupos (n=50): Va, Cimento resinoso de presa dual Variolink II (Ivoclar-Vivadent); Mu, Cimento resinoso autopolimerizável Multilink (Ivoclar Vivadent); Ac, Cimento resinoso de presa dual Allcem (FGM), e; Ru, Cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem (3M-ESPE); Controle, sem a interposição de disco cerâmico.

Para a cimentação das amostras foi confeccionada uma matriz de silicone em que era posicionada sobre uma placa de vidro, sobre uma tira de poliéster, para evitar a adesão do cimento resinoso com a placa de vidro. A seguir, a primeira matriz de teflon também era posicionada. Para cada tipo de cimento, o cimento resinoso foi manipulado em uma placa de vidro, de acordo com as recomendações do fabricante, e em seguida aplicado sobre a matriz de silicone. Sobre o cimento, foi posicionada uma tira de poliéster, para evitar a inibição da reação de polimerização pelo oxigênio. Em seguida os discos de cerâmica e a matriz de teflon 2 foram posicionados sobre o cimento e, aguardava-se 5 minutos da presa química. No grupo controle a cerâmica não foi posicionada sobre a amostra de cimento resinoso.

2.2. Grau de Conversão

Os espectros de cada corpo-de-prova foram obtidos pelo programa OPUS, instalado no computador acoplado ao Espectroscópio de Transmissão Infravermelha Transformada de Fourier. Os dados coletados foram abertos no programa e os modos vibracionais entre 1550 cm⁻¹ e 1700 cm⁻¹ foram selecionados. O cálculo do grau de conversão dos cimentos resinosos foi realizado a partir da área dos picos localizados em 1638 cm⁻¹ e 1608 cm⁻¹, que correspondem, respectivamente, ao modo vibracional das bandas alifáticas e aromáticas. Segundo Rawls e Esquivel-Upshaw (2005) a eficiência da polimerização pode ser analisada pela proporção (R) dos grupos metacrilatos não reagidos, antes e depois da polimerização, sendo o grau de conversão (GC) expresso em porcentagem dos grupos metacrilatos consumidos de acordo com a fórmula:

$$GC = (1-R) \times 100$$

2.3. Dureza Vickers e Módulo de Elasticidade

Para a realização da microdureza Vickers, as amostras de cimento resinoso foram posicionadas em uma placa de vidro previamente. Um metalon 2 polegadas foi posicionado sobre as amostras e em seu interior foi vertido resina de cura a frio. Após a cura do material de inclusão, a base do metalon contendo os espécimes incluídos em resina, foi lixada com lixas de carbureto de silício. Em seguida foram empregados discos de feltro associados à pasta diamantada de granulometria para gerar superfície lisa, polida e uniforme. Após o polimento das amostras, estas foram levadas a indentador dinâmico de microdureza CSM Micro Indentation Tester (CSM Instruments, Switzerland) para realização das endentações e posterior mensuração da dureza Vickers. O procedimento de teste foi realizado com força controlada. O carregamento foi aumentado e reduzido a uma velocidade constante entre 0mN e 500mN. O carregamento aumentou de 0mN para 500 mN em intervalo de 20 segundos, sendo o carregamento máximo de 500mN mantido por 5 segundos. Em seguida, o carregamento foi gradualmente removido de 500mN a 0mN em intervalo de 20 segundos. A carga e a profundidade de penetração do indentador foram aferidos continuamente durante carregamento-descarregamento. A dureza Universal é definida pela força do teste dividida pela área aparente da indentação em força máxima. Por uma variação de valores guardados em um banco de dados fornecido pelo fabricante, a conversão de dureza Universal em dureza Vickers foi calculada e executada no software, assim as medidas foram expressas em unidades de dureza Vickers. O módulo de indentação foi calculado pela inclinação da tangente da curva de profundidade em força máxima, sendo este comparável ao módulo de elasticidade do material.

3. RESULTADOS

3.1. Grau de conversão

Atendidos os parâmetros para uso de teste paramétrico, os dados foram analisados através de ANOVA dois fatores, sendo os fatores “cerâmica” e “cimento” Tab. (1). ANOVA mostrou que apenas o fator “cimento” apresentou efeito significativo ($P < 0,001$). Já o fator “cerâmica” ($P = 0,703$) e a interação entre os fatores ($P = 0,056$) não foram significativos. Usou-se um nível de significância de 5% em todas as análises.

As médias e desvio padrão para o grau de conversão foram obtidos a partir dos valores fornecidos pelo software OPUS acoplado ao FTIR. Esses valores encontram-se descritos na Tab. (1).

Tabela 1. Média (DP) de grau de conversão em %.

| Cimento | Presença ou Ausência de Cerâmica | | | | Média agrupada |
|--------------|----------------------------------|------------|------------------------|------------|----------------|
| | Feldspática | E-max | Zircônia + Feldspática | Controle | |
| All-Cem | 87.7 (0.8) | 87.9 (1.2) | 87.5 (1.5) | 85.7 (2.2) | 87,2 (1,42) A |
| Variolink II | 68.1 (1.8) | 60.5 (7.5) | 63.0 (5.9) | 66.6 (4.7) | 64,55 (4,97) C |
| RelyX U200 | 70.3 (2.8) | 70.8 (5.6) | 70.6 (2.9) | 66.3 (3.6) | 69,50 (3,72) B |
| Multilink | 57.8 (4.1) | 60.9 (2.2) | 56.7 (7.9) | 61.3 (3.6) | 59,17 (4,45) D |

*Para média agrupada, letras distintas indicam diferença estatística ao teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

3.2. Dureza Vickers

Análise de variância (ANOVA fatorial) foi realizada para comparação dos valores de dureza Vickers frente aos fatores tipo de cimento e tipo de cerâmica Tab. (3). Houve significância estatística para os fatores: tipo de cimento ($p < 0,001$), tipo de cerâmica ($p < 0,001$) e para a interação entre estes dois fatores ($p = 0,045$).

As médias e desvio padrão para a Dureza Vickers foram obtidos a partir dos valores fornecidos pelo software acoplado ao indetador dinâmico de microdureza. Esses valores encontram-se descritos na Tab. (2).

Tabela 2. Média (N/mm^2) e desvio padrão dos valores de dureza

| Cimento | Presença ou Ausência de Cerâmica | | | |
|---------|----------------------------------|-------|------------|----------|
| | Feldspática | E-max | Zircônia + | Controle |

| | Feldspática | | | |
|--------------|-----------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| All-Cem | 70,61(8.23) Aab | 67,48 (13.60) ABb | 71,11 (4.28) ABab | 74,47 (4.72) Aa |
| Variolink II | 59,08 (5.46) Bb | 55,94 (4.43) Bb | 67,95 (4.06) Ba | 60,73(7.65) Bab |
| RelyX U200 | 67,60 (8.10) Ab | 70,78 (8.02) Aab | 76,22 (10.57) Aa | 70,03 (10.40) Aab |
| Multilink | 44,41(5.01) Ca | 42,61(3.29) Ca | 43,70 (4.88) Ca | 44,07 (6.36) Ca |

*Letras diferentes indicam diferenças significativas ao teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Letras maiúsculas usadas para comparação na vertical (Tipo de cimento) e letras minúsculas na horizontal (Tipo de cerâmica).

3.3. Módulo de elasticidade

Análise de variância (ANOVA fatorial) foi realizada para comparação dos valores de módulo de elasticidade frente aos fatores tipo de cimento e tipo de cerâmica Tab. (5). Houve significância estatística para o fator cimento ($P<0,001$), no entanto não houve para o fator cerâmica (0,287) nem para a interação entre eles (0,259).

As médias e desvio padrão para o módulo de elasticidade foram obtidos a partir dos valores fornecidos pelo software acoplado ao indetador dinâmico de microdureza. Esses valores encontram-se descritos na Tab. (3).

Tabela 3. Média (MPa) e desvio padrão dos valores do módulo de elasticidade

| Cimento | Presença ou Ausência de Cerâmica | | | | Média agrupada |
|------------|----------------------------------|--------------|------------------------|--------------|----------------|
| | Feldspática | E-max | Zircônia + Feldspática | Controle | |
| All-Cem | 10,34 (0,62) | 8,93 (2,18) | 10,04 (0,64) | 10,57 (0,51) | 9,97 (0,98) A |
| Variolink | 9,61 (1,15) | 9,98 (0,73) | 9,89 (0,62) | 9,51 (0,59) | 9,74 (0,77) A |
| RelyX U200 | 10,35 (0,71) | 10,09 (0,90) | 10,06 (0,63) | 10,11 (1,06) | 10,15 (0,82)A |
| Multilink | 8,54 (0,66) | 7,99 (0,67) | 8,21 (0,67) | 8,07 (1,18) | 8,20 (0,79) B |

*Para média agrupada, letras distintas indicam diferença estatística ao teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

A Tabela (4) apresenta o coeficiente de Correlação de Pearson entre grau de conversão, dureza Vickers e módulo de elasticidade.

Tabela 4. Correlação de Pearson entre grau de conversão, dureza e módulo de elasticidade

| Variável | Coeficiente de Correlação de Pearson | Significância Estatística |
|----------|--------------------------------------|---------------------------|
| GC X HV | 0,594 | $p<0,0001$ |
| GC X E | 0,389 | $p<0,0003$ |
| HV X E | 0,804 | $P<0,0001$ |

4. CONCLUSÃO

De acordo com os resultados deste estudo, pôde-se concluir que o tipo de cimento e o tipo de cerâmica interferem nas propriedades dos cimentos resinosos ativados sob sistemas cerâmicos. Os cimentos resinosos duais se comportaram estatisticamente melhor para todas as propriedades estudadas em relação ao cimento resinoso autopolimerizável. O ensaio de microdureza foi mais sensível do que a espectroscopia de infravermelho para detectar pequenas alterações na conversão de monômero após a cura do cimento resinoso. E as propriedades apresentaram uma correlação positiva entre si.

5. REFERÊNCIAS

- Anusavice, K.J., Phillip's Science of Dental Materials. 11. Ed. St. Louis: Saunder Elsevier; 2003.
- Beloti, A. M., Varjão, F.M., Segalla, J. C. M., Andrade, L. E. H. "Avaliação da espessura de película de cimentos resinosos". J bras odontol clín. 2000;4:33-6.
- Caughman, W. F., Chan, D. C.; Rueggeberg, F. A. "Curing potential of dual-polymerizable resin cements in simulated clinical situations". J Prosthet Dent. 2001; 86(1): 101-6.
- Darr, A. H., Jacobsen, P. H. "Conversion of dual cure luting cements". J Oral Rehabil. 1995; 22(1): 437.
- Ferracane, J. L., Greener, E. H. "Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins - methods comparison". J Dent Res. 1984; 63(8): 1093-5.
- Pegoraro, T. A., Silva, N. R., Carvalho, R. M. "Cements for use in esthetic dentistry". Dental Clin N Am. 2007, 51: 453-71.
- Prakki, A., Carvalho, R. M. "Cimentos resinosos duais: características e considerações clínicas". Revista da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Pós-graduação. 2001 (4)1:22-27.
- Rawls, H.R.; Esquivel-upshaw, J. Resinas restauradoras. In: Anusavice, K. J. Phillips materiais dentários. Trad. de Alessandro Dourado et al. 11. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005. cap. 15, p. 375-417
- Rosentiel, S., Land, M.; Crispin, B. "Dental luting agents: A review of the current literature". The Journal of Prosthetic Dentistry. 1998, 80(3): 280-301.

6. AGRADECIMENTOS

À CNPq, pelo apoio financeiro por meio da bolsa de iniciação científica (CNPQ2012-SAU011). Ao Laboratório Laboratório de Atrito e Desgaste – LTAD da Faculdade de Engenharia Mecânica da UFU onde foi realizado o ensaio de microdureza.

7. ABSTRACT

The aim of this study is to evaluate the properties the degree of conversion (GC),hardness Vickers(HV) and elastic modulus(E) of resin cements polymerized under different ceramic systems. Were evaluated four resin cements: one chemical-cured resin cement; and three dual-cured resin cement, photo activated, after 5 minutes, direct or under three types of ceramics, for 120 seconds. The measurement of the degree of conversion was performed by Spectroscopy Transmission Fourier Transform Infrared (FTIR). To perform the hardness Vickers and modulus of elasticity of the samples were brought to a dynamic indenter microhardness. The data were analyzed for 2-way ANOVA/ Tukey($\alpha=0,05$). It was also performed correlation between the response variables using the Pearson correlation test. For the GC, it was significant for the cement factor ($P < 0.001$). However, the factor ceramic ($P = 0.703$), and the interaction between the factors ($P = 0.056$) were not significant. For HV, there was a significant for cement factor, ceramic($p < 0,001$) and to the interaction cement x ceramic ($p=0,045$). To E, it was significant for cement factor, however, the ceramic factor ($p = 0.287$) and the interaction ceramic x cement ($p = 0.259$) were not significant. Correlation Pearson between HV and E presented coefficient $r = 0.804$, indicating high correlation, directly proportional, and significant ($p < 0.001$). Was concluded that the ceramic system did not affect the GC of resin cements, while the chemically activated cement showed the lowest values for the GC. The chemical cement which does not require light to polymerize showed the lowest values to HV regardless of the type of ceramic. For E, the dual cements no significant difference in the mean values and all resulted in significantly higher values than the chemical cement, regardless of the type of ceramic.

8. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.