Efeito da ativação química ou dual na microdureza knoop de cimentos resinosos

Effect of chemical or dual cure on Knoop microhardness in the resin cements

Rachel Thacyana BERNARDO
Acadêmica do 4º. ano do curso de Odontologia – UNIPAR/Umuarama – Universidade Paranaense – Monitora da disciplina de Materiais Odontológicos – Umuarama – PR- Brasil

Andresa Carla OBICI
Mestre e Doutora em Materiais Dentários pela FOP/UNICAMP – Piracicaba – SP – Docente do Curso de Odontologia da UNIPAR / Umuarama – Universidade Paranaense – Umuarama – PR – Brasil

Mário Alexandre Coelho SINHORETI
Prof. Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, FOP-UNICAMP – Universidade Estadual de Campinas – Piracicaba – SP – Brasil

Resumo

O presente trabalho avaliou a microdureza Knoop de três cimentos resinosos comerciais de dupla ativação quando polimerizados a partir da ativação química ou da dupla ativação. Os cimentos de resina avaliados foram: Rely X Arc (3M ESPE), Bistite II DC (Tokuyama) e Fill Magic Dual Dement (Vigodent). Os corpos-de-prova foram confeccionados em matrizes metálicas com 7 mm de diâmetro interno e 1 mm de espessura. Os materiais foram manipulados segundo recomendações do fabricante e inseridos na matriz metálica e, posteriormente divididos em dois grupos com seis espécimes cada: G1 – o cimento foi fotoativado por 40 segundos e armazenado em recipiente escuro; G2 – espécimes mantidos em recipiente escuro após a manipulação. Após 24±1 hora, o ensaio de microdureza Knoop foi realizado e os dados submetidos à análise de variância e teste de Tukey (5%). Os resultados mostraram que o cimento Rely X ARC não apresentou diferença estatística entre os grupos de ativação química ou dual, bem como obteve os maiores valores de microdureza, comparativamente aos demais materiais testados. O cimento Bistite II DC demonstrou valores superiores no grupo de ativação química, enquanto o Dual Cement não polimerizou somente com a ativação química, porém mostrou valores de microdureza intermediária para o grupo de dupla polimerização. Desta forma é possível concluir que há diferenças no comportamento de polimerização entre cimentos resinosos comercializados como sendo de dupla polimerização.

Unitermos

Cimentos resinosos; microdureza Knoop; polimerização.

Introdução

A cimentação de restaurações indiretas representa uma etapa de grande importância clínica, pois os agentes cimentantes são responsáveis pela união entre o material restaurador indireto e a estrutura dental, sendo que sua escolha depende da situação clínica e do material a ser cimentado.

Os cimentos à base de resina têm demonstrado propriedades superiores, o que resultou em significativo aumento do sucesso clínico na fixação de *inlays, onlays* e próteses *metal-free*[4]. Segundo Prakki e Carvalho[17] (2001) os cimentos resinosos superaram seus antecessores, em especial, os cimentos de fosfato de zinco, devido, principalmente, à adesão à estrutura dental, maior resistência ao desgaste e relativa insolubilidade no meio bucal. Estes são os materiais de eleição para a fixação de restaurações cerâmicas, pois de acordo com Fleming et al[8] (2006), esta associação aumenta a resistência do material cerâmico, favorecendo seu desempenho clínico. Duas teorias foram propostas para explicar este comportamento: a primeira, proposta por Marquis (1992 apud Fleming et al, 2006) sugere que a resina modifica os defeitos da

cerâmica, pelo preenchimento dos mesmos, reduzindo a probabilidade das fissuras se propagarem; a segunda, de Nathanson (1993 apud Fleming et al, 2006) propõe que a contração de polimerização do cimento resinoso fortaleça a cerâmica por induzir tensões compressivas residuais, as quais também reduziriam a probabilidade das fissuras se propagarem.

Os cimentos resinosos disponibilizados comercialmente podem ser classificados de acordo com a ativação em: a) cimentos de ativação química; b) cimentos de ativação física (fotoativados), e; c) cimentos duais, os quais apresentam tanto ativação química quanto a fotoativação [7, 13, 17]. Embora os materiais que apresentam ativação química polimerizem uniformemente mesmo em situações clínicas onde a luz não atinja o material, a manipulação do material pode ocasionar a formação de bolhas de ar que ficam aprisionadas no material, o que pode criar espaços vazios na interface adesiva. Além do mais, a velocidade da reação de polimerização deve ser ajustada de tal forma que permita tempo de trabalho suficiente, bem como tempo de polimerização adequado para que se realize o acabamento da restauração.

Em contrapartida, os cimentos fotoativados apresentam como uma das maiores vantagens, a facilidade de uso, pois não requerem mistura, o que evita o aprisionamento de bolhas de ar, e possuem tempo de trabalho que permite o assentamento da peça e remoção meticulosa dos excessos antes da fotoativação, bem como podem ser acabados após a polimerização. Contudo, o material restaurador indireto, seja cerâmica ou resina, reduzem a quantidade de luz que alcança o cimento resinoso, o que pode comprometer sua polimerização [13]. Contudo, um elevado grau de polimerização é pré-requisito fundamental para que se obtenha estabilidade e biocompatibilidade da restauração, pois resulta em melhor resistência de união e resistência ao desgaste [9, 12], bem como diminui sua degradação química no ambiente bucal [22].

Nesse sentido, os cimentos resinosos duais foram desenvolvidos para combinar vantagens dos materiais ativados quimicamente aos de ativação por luz. A ativação química visa garantir a completa polimerização nas regiões mais profundas da cavidade onde a luz não é capaz de atingir o material em quantidades significativas, enquanto a fotoativação propicia a rápida estabilização da restauração (polimerização inicial) e proporciona condições para que o material seja adequadamente polimerizado junto às margens, permitindo correto acabamento após a exposição à luz [7, 13].

O sucesso do procedimento de cimentação e da restauração propriamente dita depende da obtenção de união forte e durável entre o cimento resinoso e a cerâmica e entre o cimento e a estrutura dental. A resistência destas interfaces dependerá, por sua vez, de alcançar um adequado grau de polimerização do cimento resinoso. Portanto, para que estes materiais atinjam os objetivos para os quais foram desenvolvidos é fundamental que tanto a fotoativação, quanto a polimerização química, sejam efetivas. Contudo, diversos estudos têm revelado que o mecanismo exclusivo de ativação de polimerização química pode ser pouco eficiente [6, 13, 14, 20].

O ensaio de microdureza é muito efetivo para se verificar a eficiência da polimerização do material, já que é uma propriedade mecânica que está associada diretamente ao grau de conversão do material. Assim, o objetivo do presente trabalho foi avaliar a microdureza Knoop de três cimentos resinosos comerciais de dupla ativação quando polimerizados a partir da ativação química ou da dupla ativação.

Material e Método

O ensaio de microdureza Knoop foi realizado com três cimentos resinosos duais. A marca comercial dos cimentos, composição, lote de fabricação e fabricantes encontram-se na Tabela 1.

Os corpos-de-prova foram confeccionados utilizando-se matrizes metálicas com 7 mm de diâmetro interno e 1 mm de espessura. As matrizes foram colocadas sobre tira de poliéster e placa de vidro de 20 mm de espessura. Os materiais foram manipulados em ambiente isento de luz de acordo com as instruções do fabricante. Logo após a manipulação, os cimentos foram colocados no interior das matrizes e sobre o conjunto foi colocada outra matriz de poliéster e uma lâmina de vidro, sendo realizada pressão de modo a extravasar o excesso de material e permitir a obtenção de uma superfície plana. A partir deste momento, os corpos-de-prova de cada material foram separados em dois grupos:

- Grupo 1: os espécimes foram fotoativados por 40 segundos com aparelho Ultralux eletronic (Dabi Atlante), com irradiância de 530 mW/cm^2, aferida por radiômetro RD-7 (Ecel, Ribeirão Preto, Brasil) e, então armazenados em recipiente escuro.
- Grupo 2: os espécimes foram mantidos em recipiente escuro de forma que a luz não entrasse, permitindo assim, apenas a ativação química.

Tabela 1. Cimentos resinosos avaliados.

Cimento	Composição			Lote	Fabricante
	Pasta base	Pasta Catalisadora	Carga		
Rely X ARC	Bis GMA, TEGDMA Peróxido de Benzoíla	Bis GMA, TEGDMA Amina Sistema Fotoativador	Zircônia Sílica * 67,5% p	E GEL	3M ESPE, St Paul, MN, USA
Bistite II DC	Monômero dimetacrilato (UEDMA) Ativador	Monômero dimetacrilato (UEDMA) MAC-10 Iniciador	Sílica-zircônia * 77,0% p	46R.15C	Tokuyama, Tokio, Japan
Fill Magic Dual Cement	Monômero Metacrílico	Monômero Metacrílico	Sílica Carga Radiopaca com Flúor ** 61% p	Base: 016 04 Catalis.: 011 04	Vigodent,

* Informações do fabricante.
** Fonte: ROSENTIEL; LAND; CRISPIN, 1998 [18].

Após 24 ± 1 hora, os corpos-de-prova foram acabados e polidos com lixas d'água de granulação 800 e 1000, imediatamente antes da mensuração da dureza Knoop. Esta manobra permitiu que a camada superficial de material não polimerizado fosse removida antes da mensuração. O ensaio mecânico de microdureza foi realizado através de microdurômetro (Micro Hardness Tester, model HMV 2, Shimadzu, Japão). Foram realizadas cinco marcações por corpo-de-prova e, em seguida, foi calculada a média aritmética do espécime. Cada grupo foi composto por seis corpos-de-prova.

Os dados foram tabulados e submetidos à análise de variância e as médias comparadas através de teste de Tukey, em nível de significância de 5%.

Resultados

Os resultados de microdureza Knoop (KHN) estão apresentados na Tabela 2.

A partir da análise dos dados apresentados na Tabela 2, no que se refere ao tipo de ativação, é possível verificar que o cimento resinoso Rely X ARC não demonstrou diferença estatística entre os grupos de ativação química ou dual; o cimento Bistite II DC apresentou valores médios de microdureza Knoop estatisticamente superiores para o grupo de ativação apenas química e; o cimento Dual Cement não polimerizou quando somente o modo de ativação química foi utilizado.

Tabela 2 - Valores médios de dureza Knoop (KHN) para os cimentos resinosos, de acordo com o grupo de ativação (química ou dual).

Cimentos resinosos	Grupo 1 (dupla ativação)		Grupo 2 (ativação química)	
Rely X ARC	54,91 (6,33)	a, A	47,4 (5,3)	a, A
Bistite II DC	11,87 (1,53)	c, B	22,6 (3,5)	b, A
Dual Cement	34,73 (3,08)	b	---	

( ) desvio padrão.
Médias seguidas de letra minúsculas diferentes mostram diferenças estatísticas na linha.
Médias seguidas de letra maiúsculas diferentes mostram diferenças estatísticas na coluna.

Analisando o grupo 1, o qual representa a dupla ativação, verifica-se que o cimento resinoso Rely X ARC apresentou os maiores valores de microdureza Knoop, seguido pelo Dual Cement e pelo Bistite II DC, sendo que todos foram estatisticamente diferentes entre si. Observa-se a partir da análise do grupo 2 que o cimento Rely X ARC demonstrou os maiores valores de dureza, sendo estatisticamente superior do cimento Bistite II DC, ao passo que o material Dual Cement não apresentou polimerização com a ativação exclusivamente química.

Discussão

É fundamental que os cimentos resinosos utilizados para a fixação de restaurações indiretas alcancem o maior grau de polimerização possível, pois isso determinará seu sucesso e longevidade clínica. A polimerização inadequada pode levar à microinfiltração marginal em virtude de falhas adesivas [11, 21] e redução nas propriedades físicas e mecânicas [7, 9, 13, 16].

Os cimentos resinosos duais foram desenvolvidos com a finalidade de assegurar completa polimerização, mesmo nas áreas onde o material recebe intensidade de luz insuficiente, de modo a obter propriedades finais adequadas clinicamente. Contudo, os resultados do presente trabalho mostraram que, no que se refere a microdureza superficial, apenas o cimento Rely X ARC não apresentou diferença estatística para a ativação dual ou química após 24 horas. Em termos de percentagem, a ativação química do Rely X ARC alcançou 86,32% da dureza quando comparada à dupla ativação. Estes dados estão de acordo com os achados de Fonseca et al[10] (2005), os quais demonstraram que a ativação química obteve 86,2% da resistência à tração diametral comparada a ativação dual para este cimento. Ainda, Attar et al[2] (2003) mostraram que o cimento Rely X ARC apresentou redução significante na resistência flexural e no módulo de elasticidade quando a fotoativação não foi realizada, concluindo que somente a ativação química foi insuficiente para se obter as propriedades mecânicas máximas do material.

O cimento resinoso Bistite II DC demonstrou valores de dureza estatisticamente menores para o grupo de dupla ativação comparada à ativação química. Estes resultados indicam que provavelmente houve alteração na cinética de polimerização quando a luz foi utilizada. No entanto, os motivos para tal fenômeno não estão claros e, portanto, requerem maior investigação, uma vez que não há na literatura dados similares aos observados neste estudo. Especula-se que a ativação inicial pela luz poderia ter limitado a mobilidade dos monômeros, dificultando a complementação da polimerização do material pela ativação química. Por outro lado, analisando a composição das pastas base e catalisadora verifica-se que o monômero acídico e o iniciador estão acondicionados na mesma embalagem, o que pode levar à inativação do iniciador. Esta pode ser a causa da pequena polimerização desencadeada pela ativação por luz, porém esta hipótese e a hipótese da limitação da mobilidade dos monômeros precisam ser investigadas. Foxton et al[11] (2002) verificaram que a durabilidade da adesão entre o cimento Bistite II DC e a superfície cerâmica é dependente da estratégia de polimerização do material, sendo o grau de polimerização uma das variáveis a ser analisada. Seus resultados mostraram que a resistência adesiva após 24 horas para o grupo que recebeu fotoativação por 20 segundos foi menor comparado ao grupo que não recebeu luz. Entretanto, os autores relacionam outros fatores que também podem estar envolvidos.

No cimento Dual Cement não houve polimerização mensurável pelo ensaio de microdureza Knoop para a ativação química, pois o material permaneceu amolecido transcorridas 24 horas da manipulação, evidenciando que esta forma de ativação não é efetiva para o material. A análise da Tabela 1 mostra que o fabricante não fornece informações sobre o agente de iniciação química, o que dificulta a identificação de possíveis motivos para os resultados encontrados.

A utilização clínica de material, cuja ativação química não seja adequada, pode representar grande risco quando empregado sob materiais que dificultem ou impeçam a passagem de luz, o que resulta em significante redução nas propriedades mecânicas [2, 3, 5, 9], ou mesmo a não polimerização, caso não seja fotoativado, comportamento este verificado no cimento Dual Cement. De acordo com os resultados do trabalho de Tashiro et al[21] (2004), a irradiância sofreu uma redução de 78% a 85% quando mensurada através de discos de resina indireta na espessura de 1 mm, na cor DA3. Estes dados demonstram a importância do material apresentar uma adequada ativação química.

O estudo comparativo entre os cimentos, considerando-se apenas o grupo 1 (dupla ativação), revelou diferenças estatísticas entre os três materiais, sendo que o cimento Rely X ARC obteve os maiores valores e o Bistite II DC os menores. Na avaliação do grupo 2 (ativação química), também foi possível observar diferenças significativas, mostrando que o cimento Rely X ARC também alcançou os maiores valores de

dureza, sendo estatisticamente superior ao Bistite II DC, ao passo que o material Dual Cement não apresentou polimerização.

A variação no comportamento dos cimentos estudados está relacionada à formulação dos mesmos, no que se refere às características de composição como: tipo, quantidade e relação entre diferentes monômeros [16] e, tipo e quantidade de partículas de carga [13]. Estas diferenças na composição são inerentes aos materiais e não podem ser compensadas pelo método de polimerização.

Era de se esperar que a substituição de BisGMA e TEGDMA por UEDMA no cimento Bistite II DC resultasse em aumento nas propriedades mecânicas, dentre elas a dureza superficial, já que a maior flexibilidade das ligações de uretano propiciam menor viscosidade ao monômero, o que facilita a migração de radicais livres e o aumento do grau de ligações cruzadas [1]. Porém o mesmo não foi observado em nosso estudo.

Os resultados encontrados no presente trabalho corroboram com os achados de Lee e Um [15] (2001), os quais afirmam que os cimentos resinosos duais apresentam diferenças marcantes na taxa de fotoativação comparada à ativação química, porque a taxa de polimerização é dependente da raiz quadrada da concentração de iniciador ou da intensidade de luz absorvida e, portanto, dependem marcadamente da composição determinada pelos fabricantes, bem como da intensidade de luz que atinge o material. Neste sentido, a intensidade de luz do aparelho utilizado para a fotoativação dos cimentos resinosos atende o que determina Rueggeberg et al[19] (1994), ou seja, intensidade de luz acima de 400 mW/cm^2, assim como tempo de exposição à luz de 40 segundos.

Conclusão

A partir dos resultados obtidos neste estudo, foi possível concluir que os cimentos resinosos demonstraram diferentes comportamentos frente ao tipo de ativação, sendo que:

- O cimento Rely X ARC apresentou os maiores valores de microdureza Knoop tanto para a ativação química quanto a dual, sem diferenças entre elas;
- O cimento Bistite II DC mostrou microdureza maior para a ativação química comparada à dupla ativação;
- O cimento Dual Cement não polimerizou a partir da ativação química, demonstrando valores intermediários para a dupla ativação.
- Os cimentos resinosos de dupla polimerização demonstraram diferenças de comportamento para a ativação dual ou apenas química.

Abstract

This study evaluated the Knoop microhardness of three dual-cured resin cements available in the market, when polymerizated with chemical activation or dual-cure activation. The resin cements evaluated was Rely X Arc (3M ESPE), Bistite II DC (Tokuyama) and Fill Magic Dual Dement (Vigodent). The specimens were prepared in circular brass mold of an inner diameter of 7 mm and height of 1 mm. The cements were handled according to manufacturer instructions, placed into the mold and then separated in two groups: G1 – the cement was photoativated for 40 seconds and stored in a dark container; G2 – the specimens were stored in a dark container after handling. After 24±1 hour, the Knoop microhardness test was performed and the data submitted to analysis of variance and Tukey's test (5%). The results showed that the Rely X ARC cement presented no statistical differences between the chemical activation or dual-cure activation groups, as well as this material obtained the highest Knoop microhardness values. The Bistite II DC cement demonstrated higher values to chemical activation group than dual-cure activation group, while the Dual Cement was no polymerized with chemical activation, but showed intermediate microhardness values for dual-cure activation group. It was concluded that the resin cements available in the market as dual-cure present behavior different of polymerization.

Uniterms

Resin cements; knoop microhardness; polymerization.

Referências

1. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. Dent Mater. 1998 Jan.;18(1):51-6.
2. Attar N, Tam LE, McComb D. Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. J Prosthet Dent. 2003 Mar./Apr.;89(2):127-34.
3. Blackman R, Barghi N, Duke E. Influence of ceramic thickness on the polymerization of light-cured resin cements. J Prosthet Dent. 1990 Mar.;63(3):295-300.
4. Burrow MF, Nikaido T, Satoh M, Tagami J. Early bonding of resin cements to dentin – effect of bonding environment. Oper Dent. 1996 Sept./Oct.;21(5):196-202.
5. Cardash HS, Baharav H, Pilo R, Ben-Amar A. The effect of percelain color on the hardness of luting composite resin cement. J Prosthet Dent. 1993 Jun.;69(6):620-3.
6. Darr AH, Jacobsen PH. Conversion of dual cure luting cements. J Oral Rehabil. 1995 Jan.;22(1):43-7.
7. Dutra-Corrêa M, Ribeiro CF, Cunha LA, Pagani C. Resistência à flexão de cimentos resinosos. Cienc Odontol Bras 2006 Jan./Mar.;9(1):93-8.
8. Fleming GJP, Maguire FR, Bhamra G, Burke FM, Marquis PM. The strengthening mechanism of resin cements on porcelain surface. J Dent Res. 2006 May./Jun.;85(3):272-6.
9. Fonseca RG, Cruz CAS, Adabo GL. The influence of chemical activation of dual-curing resin cements. Braz Oral Res. 2004 Jul./Sept.;18(3):228-32.
10. Fonseca RG, Santos JG, Adabo GL. Influence of activation modes on diametral tensile strength of dual-curing resin cements. Braz Oral Res. 2005 Oct./Dez.;19(4):267-71.
11. Foxton RM, Pereira PNR, Nakajima M, Tagami J, Miura H. Durability of the dual-cure resin cement/ceramic bond with different curing strategies. J Adhes Dent. 2002 Jan./Mar.;4(1):49-59.
12. Frazier KB, Scarret DC. Wear resistence of dual-cured resin luting agents. Am J Dent. 1995 Jul./Aug.;8(4):161-4.
13. 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.
14. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. Int J Prosthodont. 2004 May./Jun.;17(3):357-63.
15. Lee IB, Um CM. Thermal analysis on the cure speed of dual cured resin cements under porcelains inlays. J Oral Rehabil. 2001 Feb.;28(2):186-97.
16. Peutzfeldt A. Dual-cure resin cements: in vitro wear and effect of quantity of remaining double bonds, filler volume, and light curing. Acta Odontol Scand. 1995 Jan./ Mar.;53(1):29-34.
17. Prakki A, Carvalho RM. Cimentos resinosos duais: características e considerações clínicas. PGR-Pós-Grad Rev Fac Odontol São José dos Campos 2001 Jan./Abr.;4(1):21-6.
18. Rosentiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: a review of the current literature. J Prosthet Dent. 1998 Sept.;80(3):280-301.
19. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis Jr JW. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. Oper Dent. 1994 Jan.;19(1):26-32.
20. Rueggeberg FA, Caughman WF. The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. Oper Dent 1993 Mar./Apr.;18(2):48-55.
21. Tashiro H, Inai N, Nikaido T, Tagami J. Effects of light intensity through resin inlays on the bond strength of dual-cured resin cement. J Adhes Dent. 2004 Jul./Sept.; 6(3):233-8.
22. Yap AU, Tan SH, Wee SS, Lee CW, Lim EL, Zeng KY. Chemical degradation of composite restoratives. J Oral Rehabil. 2001 Nov.;28(11):1015-21.

Recebido em 23/07/08
Aprovado em 09/09/08

Correspondência:
Profa. Andresa Carla Obici
Rua Bahia, 4545 Centro
CEP 875091-430 Umuarama/PR
e-mail: andresaobici@yahoo.com ou obici@unipar.br