



## **O EFEITO DAS PARTÍCULAS INORGÂNICAS E A MORFOLOGIA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE CIMENTOS RESINOSOS AUTO-ADESIVOS**

### **XXIX CONGRESSO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA**

**Palavras-Chave: Cimento Resinoso, Propriedades Mecânicas, Partículas.**

Gabriela Soffner\*, Marina Rodrigues Santi\*, Rodrigo Barros Esteves Lins\*, Beatriz Ometto Sahadi\*, Prof. Luís Roberto Marcondes Martins (orientador)\*

**\*Faculdade de Odontologia de Piracicaba – Universidade Estadual de Campinas**

---

#### **INTRODUÇÃO:**

Os cimentos resinosos autoadesivos (SARCs) têm ganhado popularidade devido à fácil aplicação, pois esta categoria de cimento não requer nenhum tipo de pré-tratamento com ácido fosfórico, primer e adesivo para obtenção da adesão. (1) Além da fácil aplicação, os SARCs são indicados na maioria dos procedimentos clínicos por possuírem propriedades mecânicas aprimoradas e menor solubilidade. (2) No entanto, existem controvérsias na literatura onde autores relatam que os cimentos resinosos convencionais apresentam melhores propriedades mecânicas que os SARCs por não possuírem alta complexidade de composição. (3)

A complexidade do material se deve aos principais componentes encontrados em todos os cimentos resinosos autoadesivos que são: monômeros ácidos funcionais, monômeros de metacrilato convencionais, partículas de carga inorgânicas e sistemas ativador-iniciador, sendo que o mecanismo de adesão é encontrado através do equilíbrio entre cada componente. (1) O que difere as marcas comerciais são os monômeros ácidos funcionais de escolha e a concentração de cada composto. (2) Os monômeros ácidos podem variar entre cadeia carboxílica ou fosfórica, e a concentração deve ser balanceada para atingir a desmineralização do substrato dentário, mas ao mesmo tempo evitar hidrofiliabilidade excessiva durante a formação do polímero, pois a água na rede polimérica pode atuar como plastificante e diminuir a longevidade do material. (3) Desta forma, o teste de sorção e solubilidade tem sido amplamente utilizado para indicar os efeitos da absorção de água e o equilíbrio hidrofílico e hidrofóbico do material. (4)

As partículas inorgânicas são utilizadas para neutralizar a acidez do cimento fornecendo íons durante a reação de polimerização, porém, para que isso ocorra, é necessária uma combinação especialmente de vidro, quartzo e sílica coloidal. (4) Além disso, deve-se considerar que a quantidade, a forma e o tamanho das partículas de carga variam de acordo com o fabricante, podendo influenciar no estresse transmitido às estruturas dentárias durante as forças mastigatórias que levam a fraturas coesivas e adesivas. (5) Portanto, um parâmetro básico para avaliação do comportamento mecânico dos SARCs é a resistência à flexão e o módulo de elasticidade. (6)

Outro fator relacionado à fratura e a soltura de peças cimentadas com SARC, como no caso dos pinos de fibra de vidro, é a polimerização incompleta devido à presença de monômeros funcionais ácidos residuais. (4,7,8) As condições de baixo pH presentes nos componentes ácidos dos SARCs podem comprometer a formação de radicais e sais quando peróxido de benzoíla e aminas terciárias são utilizados como ativadores de reação. (4) Desta forma, o teste de microdureza tem sido utilizado com sucesso como um indicador relativo da extensão da polimerização. (7)

Devido à tecnologia avançada, muitos produtos estão disponíveis comercialmente, mas com composições diferentes, portanto, pesquisas sobre as propriedades mecânicas são necessárias para que os clínicos entendam e classifiquem esta categoria de cimentos resinosos.

## **METODOLOGIA:**

Foram selecionados três cimentos resinosos auto-adesivo: Calibra Universal (CAL-DentsplySirona); MaxCemElite (MAX-Kerr), e RelyX Unicem 2 (RUN-3M Oral Care).

### *2.1 Resistência Flexural e Módulo de Elasticidade*

Espécimes retangulares (2x2x25mm) foram preparados (n=12) de acordo com as normas da ISO4049. As amostras foram fixadas para o teste flexural de três pontos em uma máquina universal (Instron-Norwood, MA, USA), com a velocidade de 1.0mm/mim até a ocorrência da fratura. (1,6,10)

### *2.2 Microdureza Knoop*

Amostras com o formato de disco (10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura) foram preparadas para cada SARC (n = 6). Cinco endentações foram feitas na parte superior e inferior de cada corpo de prova sob carga de 50g, com tempo de permanência de 10s no equipamento de microdureza digital (FM-ARS 900, Future-Tech Corp., Tokyo, Japan) para obtenção da média da dureza Knoop (kgf/mm<sup>2</sup>). (1,11)

### *2.3 Sorção e Solubilidade*

Os testes de sorção e solubilidade de água foram realizados de acordo com a ISO4049: 2000. As amostras foram preparadas (n=5) em um molde de silicone com 6 mm de diâmetro e 1mm de espessura. Para o cálculo da massa (M), após a fotopolimerização, as amostras foram protegidas da luz e mantidas por 24h a 36 °C e pesadas (M1), em seguida foram imersas em água por 24h e pesadas novamente (M2), e por fim, após a secagem foram novamente pesadas (M3). (1,5,12)

### *2.4 Caracterização de partículas*

Aproximadamente 1g de cada SARC não polimerizado foi imerso em diferentes solventes orgânicos. O pó resultante foi dividido em dois grupos de acordo com a análise microscópica. Para análise da morfologia das partículas (n=3), o pó foi colocado sobre stubs metálicos que foram revestidos com ouro para serem analisados em microscopia eletrônica de varredura com imagens em 1.200x e 3.000x. Para identificar os elementos químicos (n = 3), o pó foi colocado em stubs de plástico e revestido por carbono (e a análise de energia dispersiva de raios-X (EDX) foi realizada com um espectro de 100s (tensão: 15kV; tempo morto 20–25%; distância de trabalho 20 mm). (14)

## *3. Análise Estatística*

Os dados foram analisados em distribuição normal e homocedasticidade (Kolmogorov-Smirnov e Levene, respectivamente). A resistência flexural, módulo de elasticidade, e sorção e solubilidade foram analisados por ANOVA um fator e teste post-hoc de Tukey. A microdureza Knoop foi analisada por teste t pareado. Todas as análises estatísticas foram realizadas pelo SPSS 21.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, EUA), com nível de significância de 5%.

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO:**

Os cimentos resinosos autoadesivos possuem propriedades diferenciadas devido à variedade de conteúdo no material. Para o módulo de elasticidade do material ser ideal e resistir

as forças mastigatórias, é necessário que ocorra uma deformação semelhante à da dentina. (1,6,18) De acordo com a tabela 1, o SARC-RUN apresentou o maior valor (8,14 GPa), sendo o mais próximo do módulo de dentina (12 a 20GPa), seguido de MAX e CAL. Por outro lado, o SARC-CAL apresentou o maior valor de resistência flexural, e esse fato pode ser atribuído à quantidade de partículas inorgânicas, pois esse cimento resinoso possui um maior percentual de volume em relação ao MAX e RUN.

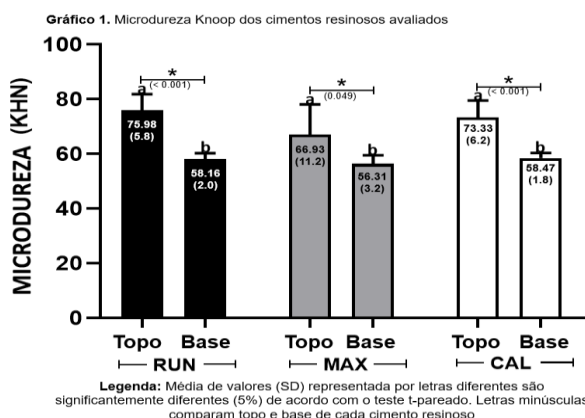
**Tabela 1.** Média (SD) Resistencia Flexural (MPa) e Módulo de Elasticidade (GPa) dos cimentos resinosos avaliados.

	Resistencia Flexural(MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)
RUN	87.58 (5.7) b	8.14 (0.8) a
MAX	71.20 (4.3) c	4.82 (0.5) b
CAL	96.47 (6.4) a	5.02 (0.7) b

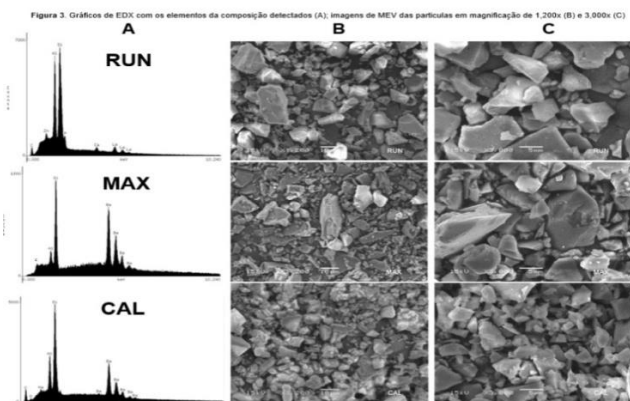
Legenda: Valores representados com letras diferentes apresentam diferença estatística significativa (5%), de acordo com ANOVA um fator e post-hoc test de Tukey. Letras minúsculas comparam os cimentos resinosos (coluna).

As partículas utilizadas em SARCs estão presentes em uma faixa de 43 a 49% do volume. (4,5,14) Essas partículas podem ser liberadas localmente e/ou serem parcialmente dissolvidas para neutralizar a acidez dos monômeros ácidos funcionais, pois a acidez residual pode desequilibrar a reação química, causando a inibição do iniciador de amina e, conseqüentemente, comprometendo a polimerização e as propriedades mecânicas, como resistência à flexão. (2,4) Como outra opção além da neutralização da reação com partículas, para evitar o desequilíbrio da acidez, diferentes fotoiniciadores foram incluídos no material para elevar a taxa de conversão monomérica, como o p-toluenossulfonato de sódio presente no RUN e o hidroperóxido de tetrametilbutila no MAX. Portanto, pode-se supor que além da porcentagem em volume das partículas inorgânicas de carga, os diferentes fotoiniciadores também podem influenciar na resistência à flexão.

Em relação ao modo de cura, o teste de microdureza knoop é um indicador relativo da extensão da polimerização, e fatores como a composição química dos materiais também devem ser considerados para discutir os achados. (8) Neste estudo, a microdureza knoop presente na figura 1, foi diferente entre o topo e base de cada cimento resinoso. Portanto, pode-se supor que a formação de um polímero é dependente do processo de reação na reflexão e espalhamento da luz, que são influenciados pela quantidade de partículas presentes na composição. (7,13) Além disso, as tensões mecânicas geralmente se concentram em protuberâncias, ângulos e irregularidades da interface partícula/matriz resinosa, assim, as trincas podem se iniciar neste local, justificando os menores valores de dureza KHN para cimentos com partículas maiores. (16)

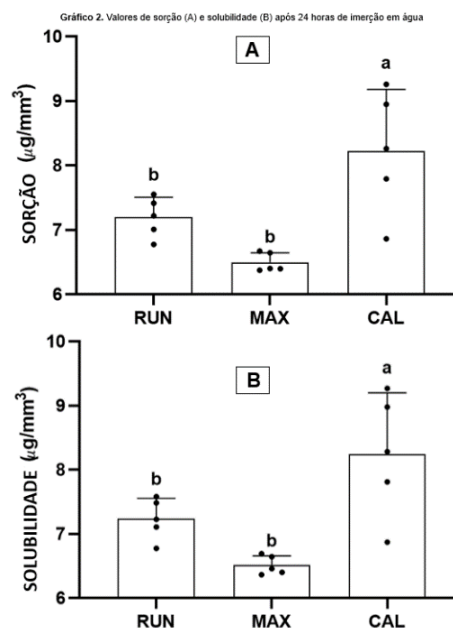


Por outro lado, os valores de microdureza podem ser aumentados quando o cimento resinoso apresenta partículas inorgânicas pequenas e semelhantes, aprimorando a ligação com a matriz resinosa. (14,17) A imagem representativa de morfologia (Figura 2) mostra que o SARC-CAL apresentou as menores e mais regulares partículas tanto em formato quanto em tamanho e, conseqüentemente, o maior valor de resistência à flexão. Já os cimentos MAX e RUN apresentaram partículas irregulares com tamanhos variados, e a combinação dos tamanhos pode causar redução do espaço e aumento da quantidade máxima de partículas em uma matriz de resina.



Apesar da forma e do tamanho, a ligação estabelecida entre as partículas inorgânicas e a matriz de resina, também é fornecida por um agente de acoplamento de silano e principalmente partículas de vidro reativos na composição. (16,18,19) De acordo com a análise EDS, todos os SARCz apresentaram C, Si e Al, que são os principais componentes para formar uma rede de vidro. O elemento bário (Ba) está presente em MAX e CAL, e geralmente é adicionado devido à alta absorção da radiação de raios-X de comprimento de onda curto e para desenvolver radiopacidade, assim como o Lantânio (La) e Zinco (Zn) para RUN. (19,20) O SARC-RUN apresentou Fosfor (P) e Cálcio (C), elementos com alto potencial de indução de mineralização, o que pode ser atribuído à baixa sensibilidade pós-operatória demonstrada em outros estudos. (21,22)

A avaliação dos elementos presentes na composição também é importante para discutir a sorção e a solubilidade, pois o caráter hidrofílico excessivo pode causar inchaço, comprometendo a resistência mecânica, bem como a estabilidade dimensional. Neste trabalho, observou-se que a quantidade de partículas pode resultar em valores diferentes. (4,23) O SARC-CAL apresenta um volume de carga de 48,7% enquanto o MAX apresentou 46%, portanto, seriam esperados valores menores de  $W_{sp}$  e  $W_{sl}$  do CAL. No entanto, a figura 3 mostra que os resultados de MAX apresentam os valores mais baixos. Assim, apesar do volume de partículas, os resultados também podem ser correlacionados com as diferentes concentrações de monômeros na composição



## CONCLUSÃO:

Os cimentos resinosos autoadesivos não devem ser categorizados apenas pelo potencial do mecanismo de adesão, mas também pelas partículas inorgânicas e sua morfologia, pois cada componente dos SARC's tem uma função especializada explicando suas propriedades mecânicas.

## BIBLIOGRAFIA:

- (1) Madruga FC, Ogliari FA, Ramos TS, Bueno M, Moraes RR. Calcium hydroxide, pH-neutralization and formulation of model self-adhesive resin cements. *Dent Mater.* 2013;29(4):413-418. doi:10.1016/j.dental.2013.01.004
- (2) Manso AP, Carvalho RM. Dental Cements for Luting and Bonding Restorations: Self-Adhesive Resin Cements. *Dent Clin North Am.* 2017;61(4):821-834. doi:10.1016/j.cden.2017.06.006
- (3) Miotti LL, Follak AC, Montagner AF, Pozzobon RT, da Silveira BL, Susin AH. Is Conventional Resin Cement Adhesive Performance to Dentin Better Than Self-adhesive? A Systematic Review and Meta-Analysis of Laboratory Studies. *Oper Dent.* 2020;45(5):484-495. doi:10.2341/19-153-L
- (4) Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil.* 2011;38(4):295-314. doi:10.1111/j.1365-2842.2010.02148.x
- (5) Pan Y, Xu X, Sun F, Meng X. Surface morphology and mechanical properties of conventional and self-adhesive resin cements after aqueous aging. *J Appl Oral Sci.* 2018;27:e20170449. Published 2018 Nov 8. doi:10.1590/1678-7757-2017-0449
- (6) Saskalauskaite E, Tam LE, McComb D. Flexural strength, elastic modulus, and pH profile of self-etch resin luting cements. *J Prosthodont.* 2008;17(4):262-268. doi:10.1111/j.1532-849X.2007.00278.x
- (7) Ramos MB, Pegoraro TA, Pegoraro LF, Carvalho RM. Effects of curing protocol and storage time on the micro-hardness of resin cements used to lute fiber-reinforced resin posts. *J Appl Oral Sci.* 2012;20(5). doi: 10.1590/S1678-77572012000500011
- (8) Pedreira AP, Pegoraro LF, de Góes MF, Pegoraro TA, Carvalho RM. Microhardness of resin cements in the intraradicular environment: effects of water storage and softening treatment. *Dent Mater.* 2009;25(7):868-876. doi:10.1016/j.dental.2009.01.096
- (9) International Organization for Standardization, Technical Committee. ISO/TC 106/SC 1. Dentistry-polymer-based restorative materials (ISO 4049). 4th ed. Geneva: ISO; 2009.
- (10) Nakamura T, Wakabayashi K, Kinuta S, Nishida H, Miyamae M, Yatani H. Mechanical properties of new self-adhesive resin-based cement. *J Prosthodont Res.* 2010;54(2):59-64. doi:10.1016/j.jpor.2009.09.004
- (11) Velo MMAC, Nascimento TRL, Scotti CK, et al. Improved mechanical performance of self-adhesive resin cement filled with hybrid nanofibers-embedded with niobium pentoxide. *Dent Mater.* 2019;35(11):e272-e285. doi:10.1016/j.dental.2019.08.102
- (12) Aguiar TR, André CB, Ambrosano GM, Giannini M. The Effect of Light Exposure on Water Sorption and Solubility of Self-Adhesive Resin Cements. *Int Sch Res Notices.* 2014;2014:610452. Published 2014 Oct 29. doi:10.1155/2014/610452
- (13) Araújo-Neto VG, Sebald M, Castro EF, Feitosa VP, Giannini M. Evaluation of physico-mechanical properties and filler particles characterization of conventional bulk-fill, and bioactive resin-based composites. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2012; 115:104288. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.104288
- (14) Aguiar TR, Di Francescantonio M, Bedran-Russo AK, Giannini M. Inorganic composition and filler particles morphology of conventional and self-adhesive resin cements by SEM/EDX. *Microsc Res Tech.* 2012;75(10):1348-1352. doi:10.1002/jemt.22073
- (15) Vrochari AD, Eliades G, Hellwig E, Wrbas KT. Curing efficiency of four self-etching, self-adhesive resin cements. *Dent Mater.* 2009;25(9):1104-1108. doi:10.1016/j.dental.2009.02.015
- (16) Sabbagh J, Ryelandt L, Bachérius L, et al. Characterization of the inorganic fraction of resin composites. *J Oral Rehabil.* 2004;31(11):1090-1101. doi:10.1111/j.1365-2842.2004.01352.x
- (17) Kim KH, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent.* 2002;87(6):642-649. doi:10.1067/mpr.2002.125179
- (18) Polydorou O, König A, Hellwig E, Kümmerer K. Long-term release of monomers from modern dental-composite materials. *Eur J Oral Sci.* 2009;117(1):68-75. doi:10.1111/j.1600-0722.2008.00594.x
- (19) Gerth HU, Dammaschke T, Züchner H, Schäfer E. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites--a comparative study. *Dent Mater.* 2006;22(10):934-941. doi:10.1016/j.dental.2005.10.004
- (20) Salazar DC, Dennison J, Yaman P. Inorganic and prepolymerized filler analysis of four resin composites. *Oper Dent.* 2013;38(6):E201-E209. doi:10.2341/12-474-L
- (21) Timmons S, Cobb D, Stanford C, Dawson D, Denehy J, Vargas M, et al. Post-operative sensitivity of bonded ceramic posterior inlays and onlays. *J Dent Res* 2004;83(Spec Iss A):Abstr 1538.
- (22) Cobb D, Timmons S, Stanford C, Dawson D, Denehy G, Vargas M, et al. Clinical outcomes of ceramic inlays/onlays luted with two bonding systems. *J Dent Res* 2004;83(Spec Iss A):Abstr 1539.
- (23) Kim KH, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent.* 2002;87(6):642-649. doi:10.1067/mpr.2002.125179
- (24) Marghalani HY. Sorption and solubility characteristics of self-adhesive resin cements. *Dent Mater.* 2012;28(10):e187-e198. doi:10.1016/j.dental.2012.04.037
- (25) Tanaka J, Hashimoto T, Stansbury JW, Antonucci JM, Suzuki K. Polymer properties on resins composed of UDMA and methacrylates with the carboxyl group. *Dent Mater J.* 2001;20(3):206-215. doi:10.4012/dmj.20.206