

Investigação das propriedades mecânicas de cimentos resinosos duais convencionais e autoadesivos em macro e nanoescala

Investigation of mechanical properties of conventional and self-adhesive resin cements in macro and nanoscale

Ana Paula Gebert de Oliveira Franco¹, Marco André Argenta², Paulo Soares³, Osnara Maria Mongruel Gomes⁴, Mildred Ballin Hecke⁵, Rui Fernando Mazur⁶

RESUMO

Objetivo: O objetivo desse estudo foi avaliar e comparar as propriedades mecânicas dos cimentos resinosos duais convencionais e autoadesivos em macro e nanoescala. **Métodos:** Foram confeccionados 15 espécimes de cada marca de cimentos resinosos, AllCem (FGM), RelyX ARC (3M/ESPE) e RelyX U200 (3M/ESPE), para cada teste realizado (flexão de três pontos, compressão e nanoindentação) de acordo com as instruções dos fabricantes. Os espécimes foram fotoativados com aparelho Optilux Demetron (Kerr) por 40 segundos e armazenados em frascos escuros a 37°C por 24 horas. Foram obtidos os resultados de resistência flexural, resistência à compressão, dureza e de módulo de Young para os diferentes testes mecânicos. Os dados foram avaliados pelos testes ANOVA, múltiplas comparações de Tukey HSD para análise dos valores de resistência, dureza e módulo de elasticidade entre os diferentes cimentos resinosos e ANOVA dois critérios e múltiplas comparações de Games Howell para análise dos módulos de Young entre os diferentes experimentos.

Resultados: Os resultados revelaram que o AllCem obteve os maiores valores de resistência flexural e compressão axial (129±22,01 MPa; 243,71±29,75, respectivamente) e o RelyX U200 os menores valores (82,35±19,83 MPa; 134,57±48,93 MPa, respectivamente). Os valores de dureza não diferiram entre os cimentos estudados. No teste de flexão os valores de módulo de Young não diferiram entre os cimentos resinosos. No teste de compressão axial o AllCem apresentou módulo de Young estatisticamente maiores que dos demais cimentos. Para nanoindentação AllCem e RelyX U200 apresentaram maiores valores de módulo de Young que RelyX ARC. Os valores de módulo de Young diferiram significativamente entre todos os experimentos ($p < 0.05$). **Conclusão:** Os valores das propriedades dos cimentos resinosos podem ser influenciados pelo tipo de experimento (macro- ou nanoescala) realizado.

Descritores: Cimentos de Resina - Análise. Testes de dureza. Força compressiva.

Recebido em: 17 de abril de 2017.

Aprovado em: 02 de outubro de 2017.

INTRODUÇÃO

Os cimentos resinosos são muito utilizados na fixação de restaurações estéticas indiretas. Esses cimentos possuem melhores propriedades mecânicas se comparados aos cimentos convencionais¹. Os

cimentos resinosos duais são agentes com presa dupla, ou seja, por meio da reação química entre as pastas base e ativadora, e da fotoativação. Eles são muito utilizados em situações clínicas nas quais existe uma maior espessura da restauração protética e dificuldades de polimerização por meio da fotoativação, porém

¹ Doutora em Odontologia pela Pontifícia Universidade Católica do Paraná (PUCPR), Curitiba, Paraná, Brasil.

² Professor adjunto da Engenharia Civil da Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba, Paraná, Brasil.

³ Professor adjunto da Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica do Paraná (PUCPR), Curitiba, Paraná, Brasil.

⁴ Professor titular de Dentística da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), Curitiba, Paraná, Brasil.

⁵ Professor associado da Engenharia Civil da Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba, Paraná, Brasil.

⁶ Professor Associado de Dentística Restauradora da Unidade Central de Educação Faem Faculdades (UCEFF), Chapecó, Santa Catarina e União de Ensino do Sudoeste do Paraná (UNISEP-FEFB), Francisco Beltrão, Paraná, Brasil.

Autor correspondente: Ana Paula Gebert de Oliveira Franco. Endereço: Rua Francisco Rocha, 62. Sala 502. Batel. Curitiba. Paraná. CEP: 80.420-130. Telefone: 41-999566070. Fax: 41-33436757.

Contatos: anapaula.gebert@gmail.com, marco.argenta@gmail.com, pa.soares@pucpr.br, osnaramgomes@uol.com.br, mildredhecke@gmail.com, ruimazur@gmail.com

possuem como desvantagem associação com sistemas adesivos que apresentam maior número de passos. Para minimizar esse problema, foram desenvolvidos cimentos resinosos duais autoadesivos. Esses cimentos não requerem a necessidade de pré-tratamento dentinário, reduzindo assim o número de passos para o procedimento adesivo e, conseqüentemente, o tempo operatório. Eles também são indicados para dentes vitais com preparos cavitários profundos, pois reduzem a sensibilidade pós-operatória².

Existe pouca informação disponível sobre a comparação das propriedades mecânicas em macro^{3,4} e nanoescala^{5,6} entre os cimentos resinosos duais e os autoadesivos.

Tradicionalmente as propriedades dos materiais tem sido obtidas por testes de macroescala como de resistência flexural e à compressão^{1,3,4,7-11}, e na microescala como os testes de microdureza¹²⁻¹⁴. Recentemente a utilização de testes de nanoescala como a nanoindentação têm se tornado muito populares. As propriedades mais comuns medidas por meio da nanoindentação são a dureza e o módulo de Young. A nanoindentação permite a investigação das propriedades mecânicas utilizando pequenas quantidades de material, baseado nos dados de força-deslocamento das indentações na escala submicrométrica¹⁵. Para a realização do teste de nanoindentação existe a necessidade de confecção de uma amostra especial e não existem problemas com o alinhamento do espécime na máquina de ensaios^{16,17,18,19}.

Uma das mais valiosas vantagens é que a nanoindentação possibilita testar materiais *in situ*⁵.

Os testes de resistência flexural e à compressão são importantes pelo fato de que quando as restaurações indiretas são submetidas às cargas mastigatórias, elas são requeridas nessas condições. A nanodureza determina a resistência dos materiais à deformação plástica¹⁶. O método desenvolvido por Oliver e Pharr¹⁹ permite a determinação da dureza e do módulo de Young a partir de dados de força-deslocamento. Essas propriedades permitem informações sobre a

capacidade do cimento resinoso resistir a tensões sem que haja deformação permanente e fratura. Nos testes mecânicos é possível obter os valores de resistência à fratura dos materiais que geralmente estão relacionados às tensões e deformações pela aplicação de forças. Essas falhas podem ocorrer quando a força aplicada excede a resistência coesiva do material ou por fadiga e enfraquecimento progressivo localizado dos materiais. O teste de nanoindentação fornece valores de dureza que são relacionados com a relação entre a força aplicada e a deformação plástica produzida. Essa informação também é importante para a análise do desgaste dos materiais dentários¹⁶.

O objetivo desse estudo foi avaliar e comparar as propriedades mecânicas dos cimentos resinosos duais convencionais e autoadesivos em macro e nanoescala.

MATERIAL E MÉTODOS

TESTE DE RESISTÊNCIA FLEXURAL

Os três cimentos resinosos testados estão descritos na Tabela 1. Quinze espécimes na forma de palitos com dimensões 25 x 2 x 2 mm foram preparados para o teste de resistência flexural de três pontos de acordo com a ISO 4049. Quantidades iguais de pastas base e ativadora dos cimentos resinosos foram manipuladas em uma placa de vidro. Os espécimes foram confeccionados pela inserção do cimento resinoso no interior de moldes metálicos. Uma tira de poliéster transparente e uma lâmina de vidro foram posicionadas sobre os moldes durante a fotoativação. Os espécimes foram expostos à fotoativação por meio do aparelho de lâmpada halógena Optilux Demetron 500 (Demetron/Kerr, Danbury, CT, USA) a 600 mW/cm² durante 40 segundos. Após 15 minutos os espécimes foram removidos dos moldes. O excesso de material foi removido com papel abrasivo de granulação 1.500 (3M, St. Paul, MN, EUA). As dimensões dos espécimes foram confirmadas por meio de um paquímetro digital IP66 (Paquímetro IP66, Mitutoyo America Corp., Japan) com acurácia de 0,01 mm.

Tabela 1 – Descrição dos cimentos resinosos utilizados

Resin Cements	Tipo	Fabricante	Número do Lote
RelyX ARC	Resinoso dual convencional	3M ESPE, St Paul, MN	GN8JK
All-Cem	Resinoso dual convencional	FGM, Joinville, BR	131107
RelyX U200	Resinoso dual autoadesivo	3M ESPE, St Paul, MN	303574

Os espécimes foram armazenados em frascos escuros contendo água destilada a 37°C durante 24 horas^{20,21}.

Em seguida, os espécimes foram submetidos ao teste de resistência flexural de três pontos em uma máquina universal de ensaios EMIC (EMIC, São

José dos Pinhais, PR, BR). O aparato consistiu de dois apoios circulares inferiores montados paralelos a uma distância de 20 mm entre si e outro superior centralizado para aplicação de força. Os espécimes foram testados a uma velocidade de 1 mm/min até a

fratura. A resistência flexural (σ_f) foi determinada pela seguinte equação:

$$\sigma_f = 3PL/2bh^2 \quad (1)$$

onde P é a força medida exercida no espécime no ponto de fratura, L é a distância entre os suportes, b é o valor médio de largura do espécime, e h é o valor médio do comprimento do espécime.

O módulo de Young (E_f) foi calculado pela equação:

$$E_f = PL^3/4bh^3\delta \quad (2)$$

onde P é a força no limite elástico, L é a distância entre os suportes, b é o valor médio de espessura do espécime, h é o valor médio do comprimento do espécime e δ é a deflexão no centro do espécime.

Os dados foram analisados estatisticamente utilizando o teste ANOVA e teste de múltiplas comparações de Tukey HSD ($p < 0,05$).

TESTE DE COMPRESSÃO AXIAL

O teste de compressão axial foi realizado utilizando-se os mesmos cimentos resinosos descritos anteriormente. Quinze espécimes cilíndricos foram confeccionados por meio de moldes de nylon com dimensões 8 mm de comprimento e 4 mm de diâmetro. Os cimentos foram manipulados de acordo com as recomendações dos fabricantes sobre placas de vidro e inseridos no interior de moldes de nylon posicionados sobre outra placa de vidro e uma tira de poliéster sendo coberto por uma tira de poliéster e uma lâmina de vidro. Os espécimes foram fotoativados com a mesma fonte de luz descrita para o teste de resistência flexural de três pontos durante 40 segundos. Após 15 minutos os espécimes foram removidos dos moldes. O excesso de material foi removido com papel abrasivo de granulação 1.500. As dimensões dos espécimes foram confirmadas por meio de um paquímetro digital IP66 com acurácia de 0,01 mm.

Os espécimes foram armazenados em frascos escuros contendo água destilada a 37°C durante 24 horas²².

Os espécimes foram submetidos ao teste de compressão axial a uma velocidade de 1 mm/min até a fratura em uma máquina universal de ensaios EMIC. A resistência à compressão (σ_c) foi determinada pela seguinte equação:

$$\sigma_c = P/1/4\pi d^2 \quad (3)$$

onde P é a medida da força exercida no espécime no ponto de fratura, d é o diâmetro do espécime.

O módulo de Young foi calculado pela equação:

$$E_f = PL/S\delta \quad (4)$$

onde P é a força no limite elástico, L é o comprimento, S é o valor médio da área do espécime, e δ é a deflexão da porção central do espécime.

Os dados foram analisados estatisticamente utilizando os testes ANOVA e de múltiplas comparações de Tukey HSD ($p < 0,05$).

NANOINDENTAÇÃO

Espécimes na forma de disco foram preparados para cada cimento resinoso selecionado para o estudo com dimensões de 8 mm de diâmetro e 2 mm de espessura.

Os moldes cilíndricos de nylon foram posicionados sobre uma placa de vidro e tira de poliéster e os cimentos resinosos, manipulados conforme instruções dos fabricantes, com quantidades iguais de pastas base e ativadora, foram inseridos no interior desses moldes. Os moldes foram cobertos com uma tira de poliéster e lâmina de vidro. Os espécimes foram fotoativados com aparelho Optilux Demetron 500 por 40 segundos. Após 15 minutos os espécimes foram removidos dos moldes. O excesso de material foi removido com papel abrasivo de granulação 1.500. As dimensões dos espécimes foram confirmadas por meio de um paquímetro digital IP66 com acurácia de 0,01 mm.

Os espécimes foram armazenados em frascos escuros contendo água destilada a 37°C durante 24 horas²³.

Nove indentações foram realizadas em cada espécime. O módulo de Young e a dureza dos cimentos resinosos foi determinada por curvas força-deslocamento. As indentações foram realizadas com uma ponta Berkovich com força máxima de 400 mN (40 gf), com um tempo de pico de 30 segundos e tempo de aplicação de força de 5 segundos no equipamento Nano Indenter[®] XT (MTS[®], MN, EUA).

A dureza (Kg/mm^2) foi determinada de acordo com o estudo de Oliver e Pharr¹⁹, que definiu como pressão média de contato, a área de contato do indentador expressa por:

$$H = F/A_p \quad (5)$$

onde F é a força aplicada, A_p a área de contato projetada para aquela carga.

O módulo de elasticidade do material testado, foi calculado por meio da utilização do E_r :

$$1/E_r = (1-n)^2/E + (1-n_i)^2/E_i \quad (6)$$

onde E_r é o módulo de elasticidade reduzido do indentador, E é o módulo do indentador Berkovich (1141 GPa)²⁴, onde E_i é o módulo de elasticidade do material compósito (0,31). O coeficiente de Poisson (0,31)²⁵ foi obtido de uma média de três materiais investigados para determinar um valor genérico para as resinas compostas dentais.

Os dados foram analisados estatisticamente utilizando os testes ANOVA e de múltiplas comparações de Tukey HSD ($p < 0,05$).

Para as comparações dos módulos de elasticidade entre os diferentes experimentos foi utilizada a análise de variância a dois fatores, modelo fatorial completo, uma vez que a variável dependente módulo de elasticidade apresentou distribuição normal para os dois fatores combinados (3 tipos de experimentos e 3 cimentos) envolvendo 9 tratamentos.

A verificação de normalidade foi realizada por meio do teste de normalidade de Kolmogorov-Smirnov. O nível de significância adotado foi de 0,05.

Quando a ANOVA indicou existir diferença entre os valores médios da variável dependente módulo de elasticidade segundo os dois fatores envolvidos, utilizou-se para identificar quais tratamentos diferiram entre si o teste de múltiplas comparações de Games Howell para variâncias heterogêneas, uma vez que o teste de homogeneidade de Variâncias de Levene acusou variâncias heterogêneas na variável dependente módulo de elasticidade segundo experimento e cimento. O nível de significância adotado foi de 0,05.

RESULTADOS

Os resultados para o teste de 24 horas de resistência flexural de três pontos, resistência à compressão axial e seus respectivos módulos de Young estão descritos nas Tabelas 2 e 3. Para o teste de resistência flexural foram encontradas diferenças significativas entre os três cimentos resinosos avaliados. O AllCem mostrou maiores valores de resistência flexural (129,00±22,01 MPa), seguido

pelo RelyX ARC (109,13±22,18 MPa) e RelyX U200 (82,35±19,83 MPa) ($p<0,05$). Os cimentos resinosos duais e autoadesivos não mostraram diferenças significativas para os valores de módulo de Young flexural (AllCem 6,00±0,98 GPa; RelyX ARC 6,64±0,95 GPa; RelyX U200 6,43±1,28 GPa) ($p<0,05$). Para a resistência à compressão axial o AllCem (243,71±29,75 MPa) obteve diferenças significativas quando comparado com o RelyX ARC (145,64±32,76 MPa) e RelyX U200 (134,57±48,93 MPa), que não diferiram entre si ($p<0,05$). O AllCem mostrou diferenças significativas para os valores de módulo de Young à compressão (2,78±0,28 GPa) se comparado ao RelyX ARC (2,03±0,39 GPa) e RelyX U200 (1,92±0,42 GPa) ($p<0,05$).

No teste de nanoindentação o RelyX U200 demonstrou os maiores valores de dureza (0,59±0,31 GPa) seguido pelo AllCem (0,53±0,03 GPa) e RelyX ARC (0,45±0,03 GPa) que não diferiram estatisticamente entre si ($p<0,05$) (Tabela 2). Para os valores de módulo de Young no teste de nanoindentação o cimento Rely X ARC (10,37±0,30 GPa) apresentou diferenças estatísticas significativas quando comparado ao RelyX U200 (11,57±0,53 GPa) e AllCem (11,08±0,37 GPa) ($p<0,05$) (Tabela 3).

Tabela 2 – Valores de resistência à flexão de três pontos, à compressão e dureza.

Cimentos Resinosos	Resistência Flexural (MPa)	Resistência à Compressão (MPa)	Dureza (GPa)
RelyX ARC	109,13(22,18) ^a	145,64(32,76) ^a	0,45(0,03) ^a
All-Cem	129,00(22,01) ^b	243,71(29,75) ^b	0,53(0,03) ^a
RelyX U200	82,35(19,83) ^c	134,57(48,93) ^a	0,59(0,31) ^a

*Letras diferentes representam diferenças estatísticas na coluna ($p<0,05$).

Tabela 3 – Valores de média (desvio padrão) de módulo de Young para os cimentos resinosos nos testes de resistência flexural, resistência à compressão e nanoindentação.

Cimentos Resinosos	Módulo de Young Flexural (GPa)	Módulo de Young à Compressão (GPa)	Módulo de Young na nanoindentação (GPa)
RelyX ARC	6,64(0,95) ^{A,a}	2,03(0,39) ^{A,b}	10,37(0,39) ^{A,c}
All-Cem	6,00(0,98) ^{A,a}	2,78(0,28) ^{B,b}	11,08(0,37) ^{B,c}
RelyX U200	6,43(1,28) ^{A,a}	1,92(0,42) ^{A,b}	11,57(0,53) ^{B,c}

*Letras maiúsculas diferentes representam diferenças estatísticas na coluna, letras minúsculas diferentes representam diferenças estatísticas na linha ($p<0,05$).

Os valores de módulo de Young diferiram significativamente para todos os testes (resistência flexural, resistência à compressão e nanoindentação) ($p<0,05$) (Tabela 3).

DISCUSSÃO

O presente estudo foi desenhado para investigar as propriedades mecânicas dos cimentos resinosos convencionais e autoadesivos. No teste de resistência flexural observou-se diferenças significativas entre os cimentos resinosos

estudados. AllCem apresentou os maiores valores (129,00±22,01 MPa) seguido pelo RelyX ARC (109,13±22,18 MPa) e RelyX U100 (82,35±19,83 MPa) estando de acordo com estudos anteriores^{3,11}. Os valores encontrados para o RelyX ARC estão de acordo com o estudo de Kang et al.²² Dados obtidos da literatura^{1,3,8,11} mostram algumas variações para os resultados de resistência flexural para o RelyX ARC que podem estar relacionadas às condições de tempo e substância de armazenamento, técnica de fotoativação (convencional, step, ramp ou pulso

tardio) e tipo de aparelho fotoativador (luz halógena ou LED-light emitting diode) dos espécimes.

Os maiores valores de resistência à compressão axial foram encontrados para o cimento resinoso dual convencional AllCem. O cimento resinoso dual convencional apresentou valores superiores quando comparado ao autoadesivo RelyX U200 diferindo do estudo de Kumbuloglu et al.¹¹ Segundo os autores o cimento autoadesivo possui metacrilatos fosforulados que geram reações ácido-base com partículas de vidro, que eventualmente podem produzir uma matriz com elevado grau de conversão do monômero. Relatam que isso pode ter influenciado os elevados valores de resistência à compressão e dureza entre os cimentos estudados.

Comparações pareadas post-hoc realizadas por meio do teste de Tukey HSD (Tabela 3) mostraram diferenças significativas para o módulo de Young no teste de compressão axial entre o RelyX ARC e AllCem; AllCem e RelyX U200 ($p < 0,05$).

No teste de flexão a análise de Tukey não revelou diferenças significativas para os valores de módulo de Young entre os três cimentos resinosos estudados ($p < 0,05$). No teste de nanoindentação o RelyX ARC mostrou valores significativamente menores que o AllCem e RelyX U200 ($p < 0,05$). Os resultados obtidos dos experimentos mostraram menores valores de módulo de Young no teste de resistência flexural que na nanoindentação ($p < 0,05$). Essa redução foi entre 31,09% e 47,34% o que está em concordância com outros estudos^{24,25}. Chung et al.²⁵ relatam que essas diferenças se devem aos diferentes campos de estresse desenvolvidos no interior do material sujeito a diferentes modos de carregamentos. No teste de flexão de três pontos o módulo de Young medido foi devido ao momento de flexão e deformação de cisalhamento. Enquanto que no teste de microindentação a deformação ao redor do indentador é muito mais complexa com o campo de esforço de deformação resultante compreendendo compressão, tração e cisalhamento. Drumond²³ confirmou o mesmo comportamento no teste de nanoindentação. Segundo os autores no teste de flexão a distância de 20 mm entre os suportes permite maior flexibilidade e deflexão sob carregamento, proporcionando uma menor rigidez. Portanto, o teste flexural é mais susceptível a erros devido à célula de carga e à deformação de contato entre os suportes e o espécime. Além disso, o tamanho do espécime permite uma maior susceptibilidade à falhas como a formação de bolhas.

No teste de nanoindentação os valores de módulo de Young apresentaram-se mais elevados quando comparados com os valores do teste de compressão. Assim como nos testes mecânicos convencionais, a nanoindentação fornece os valores de propriedades mecânicas por meio de medições de força, deslocamento e tempo. Os dados de força-

deslocamento obtidos deveriam, teoricamente, ser semelhantes aos obtidos por meio do teste de compressão axial. A maior diferença é a geometria de contato entre o sistema de força e a amostra. No teste de compressão de espécimes cilíndricos, a área de contato é considerada constante durante todo o teste. Durante a aplicação da carga pode ser observada deformação elástica e, em seguida, deformação plástica. No descarregamento as deformações elásticas são recuperadas. Na nanoindentação o comportamento é intrinsecamente diferente devido à variação contínua da área de contato quando a ponta é introduzida e removida da amostra.

Além do comportamento do ensaio, é possível afirmar que os polímeros são dependentes da porosidade. Para 10% de porosidade, o módulo de Young é decrescido em 20%²⁶.

Outro efeito de considerável importância no módulo de Young de materiais poliméricos é a presença de microfissuras, que diminuem a energia elástica armazenada e reduzem o módulo de Young efetivo. A presença de microfissuras pode afetar a inclinação da curva tensão-deformação²⁶.

A presença de bolhas também pode influenciar nos valores de módulo de Young. A explicação para diferentes valores de módulo de Young obtidos para os testes de compressão e nanoindentação é que no espécime de compressão as propriedades mecânicas do material são testadas de maneira integral. No teste de nanoindentação o operador seleciona microscopicamente a melhor área superficial da amostra que geralmente está livre de bolhas, microfissuras, porosidades e defeitos. A nanoindentação é um teste local e a compressão é realizada na totalidade da amostra considerando todas as suas características e defeitos.

O método de nanoindentação apresenta uma tendência a superestimar o módulo de Young para materiais viscoelásticos como os polímeros. Simulações de elementos finitos de indentações com indentadores cônicos, com a mesma relação área de profundidade como a Berkovich e Vickers, têm mostrado que o módulo pode ser superestimado em aproximadamente 30% e a dureza em 60%^{27,28}. A maior razão é que durante o descarregamento, o deslocamento não acompanha a redução da carga, devido ao aumento da carga de nanoindentação aplicada e ao efeito memória do material tempo-dependente^{15,24}. Além disso, a nanoindentação fornece informações em uma escala muito menor e sob uma carga muito reduzida que está sujeita a variabilidades adicionais devido às diferenças nos tamanhos e composição das partículas de sílica, à possibilidade da aplicação do indentador sobre uma dessas partículas e do posicionamento da ponta indentadora na interface carga/matriz²³.

Os resultados do teste de nanoindentação estão de acordo com a investigação de Peluccio et al.⁶ com resultados de dureza que variam de 0,45 a 0,59 GPa e módulo de Young de 10,37 a 11,57 GPa para os cimentos resinosos.

Muitos estudos de Métodos dos Elementos Finitos^{29,30,31} frequentemente utilizam dados de módulo de elasticidade presentes na literatura. Os pesquisadores devem ter o cuidado de selecionar valores que correspondem às situações clínicas que desejam reproduzir e às condições nas quais os materiais são submetidos visando minimizar erros de interpretação das tensões analisadas.

CONCLUSÃO

Baseado nos resultados encontrados e considerando-se as limitações do estudo pode-se concluir que:

- O cimento resinoso AllCem apresentou maiores valores de resistência flexural que o RelyX ARC e RelyX U200;
- O cimento resinoso AllCem revelou maiores valores de resistência à compressão axial que o RelyX ARC e RelyX U200;
- Os valores de dureza foram semelhantes para os três cimentos resinosos estudados;
- O módulo de elasticidade apresentou-se de maneira semelhante para os cimentos avaliados à resistência flexural;
- No teste de compressão axial o AllCem mostrou maiores valores de módulo de elasticidade que o RelyX ARC e RelyX U200;
- Os cimentos AllCem e RelyX U200 revelaram maiores valores de módulo de elasticidade que o RelyX ARC no teste de nanoindentação;
- Os valores de módulo de Young apresentaram-se significativamente diferentes entre todos os experimentos realizados no presente estudo, sendo que os maiores valores foram encontrados para a nanoindentação, seguido pelo teste de resistência flexural e de compressão axial;
- O módulo de Young pode ser influenciado pelo tipo de experimento realizado (macro- e nanoescala).

ABSTRACT

Aim: The aim of this study was to evaluate and compare the mechanical properties of conventional and self-adhesive dual resin cements in macroscale and nanoscale. **Methods:** Fifteen specimens of each brand of resin cement – AllCem (FGM), RelyX ARC (3M/ESPE), and RelyX U200 (3M/ESPE) – were made for each test performed in this study (three point bending, compression, and nanoindentation) according to the

manufacturer's instructions. The specimens were photoactivated with Optilux Demetron (Kerr) for 40 seconds and stored in the dark at 37°C for 24 hours. Subsequently, they were submitted to flexural strength and axial compression tests at a speed of 1 mm/min, as well as to the Berkovich nanoindentation test. The results of flexural strength, compressive strength, hardness, and Young's modulus were obtained for the different mechanical tests. Data were evaluated by ANOVA tests; multiple comparisons of Tukey HSD to analyze the values of strength, hardness, and Young's modulus among the different resin cements; and ANOVA two criteria and multiple comparisons of Games Howell to analyze the Young's modulus within the different experiments. **Results:** The results showed that AllCem obtained the highest values of flexural strength and axial compression (129±22.01, 243.71±29.75 MPa, respectively), while RelyX U200 presented the lowest values (82.35 ± 19.83, 134.57 ± 48.93 MPa, respectively). The hardness values did not differ among the studied cements. In the flexural test, the Young's modulus values did not differ between the resin cements. In the axial compression test, AllCem presented a Young's modulus that was statistically higher than the other cements. In the nanoindentation test, AllCem and RelyX U200 presented higher values for Young's modulus than RelyX ARC. Young's modulus values differed significantly among all experiments (p <0.05). **Conclusion:** The values of resin cement properties can be influenced by the type of experiment (macroscale and nanoscale) performed. **Uniterms:** Resin Cements – Analysis. Hardness tests. Compressive strength.

REFERÊNCIAS

1. Attar N, Tam LE, McComb D. Mechanical and physical properties of contemporary dental luting agents. *J Prosthet Dent.* 2003;89:127-34.
2. Peumans M, Munck J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, VanMeerbeek B. Two-year clinical evaluation of a self-adhesive luting agent for ceramic inlays. *J Adhes Dent.* 2010;12:151-61.
3. Saskalauskaite E, Tam LE, McComb D. Flexural strength, elastic modulus, and pH profile of self-etch resin luting cements. *J Prosthodont.* 2008;17:262-8.
4. 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;54:59-64.
5. Ceballos L, Garrido MA, Fuentes V, Rodríguez J. Mechanical characterization of resin cements used for luting fiber posts by nanoindentation. *Dent Mater.* 2007;23:100-5.

6. Peluccio MS, Bignardi C, Lombardo S, Montevecchi FM, Carossa S. Comparative study of nanomechanical properties of cements used in teeth restoration. *J Phys, Condens Matter*. 2007;19:395003-10. Parte inferior do formulário
7. Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B. Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil*. 2001;28:1022-8.
8. Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *J Oral Rehabil*. 2002;29:257-62.
9. Maia LG, Vieira LC. Cimentos resinosos: uma revisão de literatura. *J Bras Dent Estét: JBD*. 2003;2:258-62.
10. Irie M, Suzuki K, Watts DC. Marginal and flexural integrity of three classes of luting cement, with early finishing and water storage. *Dent Mater*. 2004;20:3-11.
11. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Valittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. *Int J Prosthodont*. 2004;17:357-63.
12. Hooshmand T, Mahmoodi N, Keshvad A. Microhardness of a resin cement polymerized by light-emitting diode and halogen lights through ceramic. *J Prosthodont*. 2009;18:411-6.
13. Cadenaro M, Navarra CO, Antiolli F, Mazzoni A, Di Lenarda R, Rueggeberg FA, et al. The effect of curing mode on extent of polymerization and microhardness of dual-cured, self-adhesive resin cements. *Am J Dent*. 2010;23:14-8.
14. Yan YL, Kim YK, Kim KH, Kwon TY. Changes in degree of conversion and microhardness of dental resin cements. *Oper Dent*. 2010;35:203-10.
15. Sadr A, Shimada Y, Lu H, Tagami J. The viscoelastic behavior of dental adhesives: A nanoindentation study. *Dent Mater*. 2009;25:13-9.
16. Brotzen F, Pharr G. Propriedades nanomecânicas de superfícies, filmes finos e revestimentos. 13. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 6. Seminário de Materiais do Setor Elétrico; 1998; Curitiba, Brasil.
17. Hay JL, Pharr GM. Instrumented indentation testing. In: Kuhn H, Medlin D, editores. *ASM handbook, mechanical testing and evaluation*. 10th ed. Ohio: ASM International; 2000. p. 232-43.
18. Fischer-Cripps AC. *Nanoindentation*. 3rd ed. New York: USA; 2011.
19. Oliver WC, Pharr GM. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res*. 2004;19:3-20.
20. Cassina G, Fischer J, Rohr N. Correlation between flexural and indirect tensile strength of resin composite cements. *Head Face Med*. 2016;12:29.
21. Morresi AL, D'Amario M, Rengo C, Grassi FR, Capogreco M. Effects of critical thermal cycling on the flexural strength of resin composites. *J Oral Sci*. 2015;57:137-43.
22. Kang E-S, Jeon Y-C, Jeong C-M, Huh J-B, Yun M-J, Kwon Y-H. Effect of solution temperature on the mechanical properties of dual-cure resin cements. *J Adv Prosthodont*. 2013;5:133-9.
23. Drummond JL. Nanoindentation of dental composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2006;78:27-34.
24. Ilie N, Hickel R. Macro-, micro- and nano-mechanical investigations on silorane and methacrylate-based composites. *Dent Mater*. 2009; 25:810-9.
25. Chung SM, Yap AU, Tsai KT, Yap FL. Elastic modulus of resin-based dental restorative materials: A microindentation approach. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005;72:246-53.
26. Meyers MA, Chawla KK. *Mechanical behavior of materials*. 2nd ed. Cambridge: USA; 2008.
27. Bolshakov A, Pharr GM. Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *J Mat Res*. 1998;13:1049-58.
28. Cheng, YT, Cheng CM. Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening. *J Appl Phys*. 1998;84:1284-94.
29. Ha SR. Biomechanical three-dimensional finite element analysis of monolithic zirconia crown with different cement type. *J Adv Prosthodont*. 2015;7:475-83.
30. Silva NR, Aguiar GCR, Rodrigues MP, Bicalho AA, Soares PBF, Veríssimo C, Soares CJ. Effect of resin cement porosity on retention of glass-fiber posts to root dentin: An experimental and finite element analysis. *Braz Dent J*. 2015;26:630-6.
31. González-Lluch C, Rodríguez-Cervantes P-J, Forner L, Barjau A. Inclusion of the periodontal ligament in studies of fiber post-retained restorations: an in vitro study and three-dimensional finite element analysis. *Proc Inst Mech Eng H*. 2016;230:230-8.