



THATIANA DE VICENTE LEITE

“RESISTÊNCIA DE UNIÃO REGIONAL DE PINOS DE FIBRA DE VIDRO
FIXADOS COM CIMENTOS RESINOSOS EXPERIMENTAIS CONTENDO SAL
DE ÔNIO E DIFERENTES AMINAS TERCIÁRIAS”

PIRACICABA

2013



UNICAMP

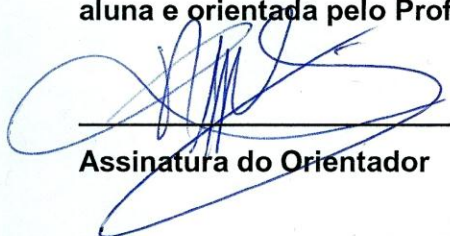
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

**“RESISTÊNCIA DE UNIÃO REGIONAL DE PINOS DE FIBRA DE VIDRO
FIXADOS COM CIMENTOS RESINOSOS EXPERIMENTAIS CONTENDO SAL
DE ÔNIO E DIFERENTES AMINAS TERCIÁRIAS”**

Orientador: Professor Doutor Luis Roberto Marcondes
Martins

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO APRESENTADA À
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
DA UNICAMP PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
MESTRA EM MATERIAIS DENTÁRIOS.

**Este exemplar corresponde à versão final da dissertação defendida pela
aluna e orientada pelo Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins.**



Assinatura do Orientador

PIRACICABA

2013

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
JOSIDELMA F COSTA DE SOUZA – CRB8/5894 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

L536r Leite, Thatiana de Vicente, 1988-
Resistência de união regional de pinos de fibra de vidro
fixados com cimentos resinosos experimentais contendo sal de
ônio e diferentes aminas terciárias / Thatiana de Vicente Leite. --
Piracicaba, SP : [s.n.], 2013.

Orientador: Luis Roberto Marcondes Martins.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Fotopolimerização. 3.
Propriedades mecânicas. 4. Técnica para retentor intra-
radicular. I. Martins, Luis Roberto Marcondes, 1960- II.
Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Regional bond strength of fiber glass posts fixed
with experimental resin cements containing onium salts and different
tertiary amines

Palavras-chave em Inglês:

Dental materials

Photopolimerization

Mechanical properties

Post and core technique

Área de concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestra em Materiais Dentários

Banca examinadora:

Luis Roberto Marcondes Martins [Orientador]

Maria Teresa Atta

Giselle Maria Marchi Baron

Data da defesa: 05-04-2013

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 05 de Abril de 2013, considerou a candidata THATIANA DE VICENTE LEITE aprovada.

A large, stylized handwritten signature in blue ink, consisting of several loops and a long horizontal stroke extending to the right.

Prof. Dr. LUIS ROBERTO MARCONDES MARTINS

A handwritten signature in blue ink, appearing to be "Maria Teresa Atta" in a cursive script.

Profa. Dra. MARIA TERESA ATTA

A handwritten signature in blue ink, appearing to be "Giselle Maria Marchi Baron" in a cursive script.

Profa. Dra. GISELLE MARIA MARCHI BARON

Dedicatória:

A meus pais **Therezinha e José** que foram, são, e continuarão sendo minha base para tudo, minha referência e exemplo de vida. Por todo o esforço feito para tivéssemos sempre o melhor estudo, para sempre nos manter unidos independente de qualquer coisa, por me ensinarem que a família é amar incondicionalmente, por todas orientações, pela educação, pela compreensão, pelo amor, pelo carinho e amizade sempre. Este trabalho com certeza é o fruto que nós colhemos por tudo o que fizeram por mim, e pelo insistente incentivo à busca do conhecimento.

Ao meu irmão **Victor de Vicente Leite** pela amizade, pelo apoio, pela paciência, pelo companheirismo desde sempre. Que você continue brilhante como sempre, que tenha muito sucesso nessa profissão linda que escolheu, porque além da competência e inteligência que todos já sabemos que você tem, você principalmente possui um caráter indiscutível, o que com certeza te fará um homem, um médico, admirável de muito respeito. Tenho muito orgulho de você.

Amo muito vocês!

Agradecimentos Especiais

Ao meu orientador **Professor Doutor Luis Roberto Marcondes Martins**, pela oportunidade a qual me proporcionou para que eu pudesse realizar o curso de mestrado em Materiais Dentários pela Faculdade de Odontologia de Piracicaba, pela confiança em mim depositada, pelas orientações e ensinamentos. Muito Obrigada!!

Ao **Professor Doutor Adriano Fonseca de Lima**, por ter me auxiliado a realizar iniciação científica na área de Dentística há cinco anos atrás, criando em mim o gosto pela carreira acadêmica. Por todas as orientações, ensinamentos, paciência, amizade e tempo dedicado. Muito Obrigada!!

À Professora **Doutora Giselle Maria Marchi Baron**, pela oportunidade que me concedeu na época de graduação para realizar iniciação científica na área de Dentística, que com certeza junto ao Adriano, me fez compreender e ter vontade de continuar estudando, e pesquisando. Muito Obrigada!!

Ao meu namorado, **Diogo Henrique da Silva**, por tudo o que temos vivido. Foi um presente muito grande de Deus ter colocado alguém como você na minha vida. Já construímos muitas coisas, e sei que ainda temos um mundo pra construir, obrigada por sempre estar ao meu lado nos momentos mais felizes, bem como os mais tristes. Obrigada por todo o apoio, carinho, amor e respeito que você me dedica. Obrigada por ter me ajudado na realização desse trabalho, seja com um simples apoio psicológico, seja com a ajuda para solucionar problemas, seja somente estando presente. Obrigada por sempre estar a meu lado, compartilhando momentos felizes. Ainda temos muito para compartilhar. Amo você!

Agradecimentos

À direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas, na pessoa do Diretor **Prof. Dr. Jacks Jorge Junior** e do Diretor Associado **Prof. Dr. Alexandre Augusto Zaia**;

Ao **Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)**, pelo auxílio financeiro na concessão da bolsa;

À **Profa. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia**, coordenadora dos cursos de Pós-Graduação e ao **Prof. Dr. Márcio de Moraes**, coordenador do Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica;

Aos Professores **Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**, **Américo Bortolazzo Correr**, **Maria Cecília Caldas Giorgi**, pela importante colaboração na qualificação deste trabalho;

Aos professores do departamento de Materiais Dentários, **Prof. Dr. Simonides Consani**, **Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**, **Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**, **Prof. Dr. Mário de Góes**, **Profa. Dra. Regina Maria Puppini Rontani**, **Prof. Dr. Marcelo Giannini**, **Prof. Dr. Américo Bortolazzo Correr**, **Prof. Dr. Lucas Zago Naves**, **Profa. Dra. Fernanda Miori Pacon**, **Prof. Dr. Rafael Xediek Consani**, pelos conhecimentos transmitidos que contribuíram para meu crescimento profissional;

À secretária **Selma**, e o engenheiro mecânico **Marcos Blanco Cangiani**, por toda sua disposição e paciência em nos ajudar no que fosse preciso;

À secretária **Mônica**, por ter sido paciente e gentil quando precisei estar no laboratório da dentística;

A todos os familiares que de alguma estiveram presentes e torceram por mim, em especial minhas avós **Dona Conceição e Dona Thereza**, que por mais que não entendessem do que se tratava o mestrado, sempre torceram e tiveram muito orgulho de mim. Tenho muito orgulho das senhoras, obrigada por tudo o que sempre fizeram por nós, por sempre estarem presentes na minha vida me dando muito carinho e amor. Amo muito vocês!

Às companheiras de moradia **Camila, Thais e Livia**, por todos os momentos que dividimos, pelos jantares juntas, pelas conversas, pela harmonia e paciência uma com a outra, obrigada por tornarem nossa casa em um lar de verdade;

Ao amigo **Alan Rodrigo Palialol**, por ter sido sempre solícito e pronto a me ajudar com o que fosse preciso no laboratório, seja esclarecendo dúvidas, e mais dúvidas, seja compartilhando de pensamentos, seja me instruindo, obrigada pela amizade e parceria;

Às queridíssimas amigas dos tempos de graduação **Pamela Saporski, Cindy Dodo, Sthefanie Furlan**, as mais verdadeiras e melhores amigas que tive a felicidade de encontrar no meu caminho logo no primeiro ano de graduação, obrigada a vocês sempre pela parceria indiscutível, por tudo o que já passamos, já nos divertimos, pela força que nos demos quando encontrávamos dificuldades numa cidade que não era a nossa. Nossa amizade é pra sempre, cada uma com seu jeito, não importa a distância ou a direção dos nossos caminhos;

Ao melhor grupo de amigas dos tempos de hoje, **Caroline Hanada Odo, Izabella Pereira, Larissa Rezende, Carolina Ventura, Mabelle Monteiro, Beatriz Porto**, obrigada por sempre estarem tão presentes, principalmente por estarem por perto quando eu mais precisei, por terem transformado meus dias de pós graduação em piracicaba muito mais leves e divertidos, por todas as viagens, por todos os momentos e encontros, amo cada uma de vocês, e torço

pela felicidade de todas, assim como sei que torcem por mim. Obrigada por tudo sempre;

À **Núbia Pini**, por ter sido a pessoa que mais me aproximei como amiga nos últimos tempos, por ser essa pessoa tão indiscutivelmente boa, por ser minha ouvinte pra todas as horas, por estar sempre ao meu lado, por sempre me incentivar e me apoiar, principalmente pelo incentivo de estar onde estou hoje, sou muito grata a você Nubs!

Aos queridos amigos, **José Aziz Neto, Clovis Moura, Lucas Leão, Daniel Sundfeld, Diogo Dressano, Alex Guilguer, Gabriel Lino, João Otávio, Staline Fatuda, Frederico Silva Moura, Bruno Micaroni, Igor Alves da Silva, Dinael Carvalho, Adolfo David**, por todo o carinho que demonstram a mim, por todo o divertimento, por todos encontros e viagens, por todo o apoio, por serem tão amigos em todos os momentos. Levo essa amizade pra sempre;

Aos amigos de pós graduação **Rafael Rocha Pacheco, Camila Sobral Sampaio, Eveline Soares, Raquel Rodrigues, Caio Grohmann, Isabela Lima França, Eduardo Ozerá, Tales Candido, Henrique Heringuer Vieira, Arealice Martins, Juliana Públio, João Paulo, Luis Raposo, Lucas Dantas**, que sempre nos reuníamos nos churrascos pra trocar idéias, jogar conversa fora, o que ajudava muito a passar o tempo em piracicaba de maneira mais gostosa;

À **Maria do Carmo e Erick Copini**, pela gentileza e paciência para me ensinar o funcionamento da máquina de testes universal, muito obrigada por sempre terem sido muito solícitos para responderem minhas dúvidas!

Aos **colegas de mestrado e doutorado** deste e de outros programas;

A todos **os funcionários da FOP**, cada um na sua função colaborando sempre para que tudo aconteça da melhor maneira;

“A arte de escutar é como uma luz que
dissipa a escuridão da ignorância”

Dalai Lama

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar, *in vitro*, a resistência de união (*push-out*) regional (terços cervical, médio e apical) de pinos de fibra de vidro (Reforpost #3, Ângelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A, Londrina, PR) fixados com cimentos resinosos experimentais foto-ativados, contendo diferentes concentrações do sal hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI), variando as aminas terciárias entre EDAB e DMAEMA, e compará-los a um cimento resinoso disponível no mercado em sua versão dual e foto-ativável. Foram utilizadas 80 raízes de incisivos inferiores bovinos com 15 mm de comprimento e diâmetro do canal máximo de 2 mm, as quais foram divididas em 8 grupos experimentais (n = 10). Os grupos experimentais são descritos a seguir: G1 – cimento resinoso experimental, sem adição do sal DFI, contendo 2 mol % de EDAB; G2 – cimento resinoso experimental, com adição de 0,5 mol % do sal DFI, contendo 2 mol % de EDAB; G3 – cimento resinoso experimental, com adição de 1 mol % do sal DFI, contendo 2 mol % de EDAB; G4 – cimento resinoso experimental, sem adição do sal DFI, contendo 2 mol % de DMAEMA; G5 – cimento resinoso experimental, com adição de 0,5 mol % de DFI, contendo 2 mol % de DMAEMA; G6 – cimento resinoso experimental, com adição de 1 mol % de DFI, contendo 2 mol % de DMAEMA; G7 – cimento resinoso comercial Variolink II, versão foto-ativável, utilizando apenas a pasta base; G8 – cimento resinoso comercial Variolink II (Ivoclar-Vivadent), versão dualmente ativável, utilizando as pastas base e catalisadora. Para todos os grupos, o protocolo adesivo utilizado foi, condicionamento ácido, seguido pela aplicação do *primer* e *bond* Scotchbond Multipurpose (3M ESPE). Após a cimentação, o teste de resistência de união *push-out* foi realizado a uma velocidade de 1 mm/min, utilizando uma célula de carga de 200 N e os valores expressos em MPa. A análise do padrão de fratura foi realizada em lupa estereoscópica (LEICA MZ75 50X). Os dados coletados foram submetidos à Análise de Variância a um critério com parcelas subdivididas e teste de Tukey ($\alpha=0.05$). Os resultados obtidos demonstraram que não houve diferença estatística entre o comportamento dos

cimentos devido à influência das diferentes aminas; os cimentos experimentais resinosos que continham o sal DFI (grupos 2,3,5 e 6) apresentaram os maiores valores de resistência de união para todos os terços estudados (cervical, médio e apical), sendo estes estatisticamente semelhantes ao cimento resinoso comercial Variolink II dual (grupo 8). Os menores valores apresentados foram para os cimentos que não continham o sal DFI (grupos 1 e 4) e para o cimento resinoso comercial Variolink II foto-ativável (grupo 7), sendo estes estatisticamente semelhantes no terço apical. O cimento resinoso experimental foto-ativável contendo sal de DFI se mostrou capaz para a cimentação de pinos de fibra de vidro, sendo estatisticamente semelhantes ao cimento resinoso comercial Variolink II Dual, e superiores ao mesmo cimento em sua versão fotoativável. A região apical demonstrou para todos os grupos os menores valores de resistência de união. O tipo de amina terciária e a concentração do sal de DFI (0,5 e 1 mol %) não influenciaram a resistência de união de pinos de fibra de vidro à dentina radicular.

Palavras-chave: sal de ônio, cimento resinoso, pinos de fibra de vidro, resistência de união *push-out*, EDAB, DMAEMA.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate, *in vitro*, the bond strength (*push-out*) of fiber posts fixed with experimental photo-activated resin cements with the addition of different concentrations of hexafluorophosphate diphenyliodonium salt (DFI), also varies between tertiary amines EDAB and DMAEMA in cementation of fiber posts, and compare them to a resin cement available in the market in its dual and photo-activatable version. A total of 80 bovine incisors roots of similar dimensions were used, which were divided into eight experimental groups ($n = 10$). Experimental groups are described below: G1 - experimental resin cement without addition of DFI salt, containing 2 mol% EDAB; G2 - experimental resin cement, with addition of 0.5 mol% of DFI salt containing 2 mol % of EDAB; G3 - experimental resin cement with addition of 1 mol% of DFI salt, containing 2 mol% EDAB; G4 - experimental resin cement without addition of DFI salt, containing 2 mol% DMAEMA; G5 - experimental resin cement, with addition of 0.5 mol% DFI salt, containing 2 mol% DMAEMA; G6 - experimental resin cement with the addition of 1 mol% DFI salt, containing 2 mol% DMAEMA; G7 – commercial resin cement Variolink II, photo-activatable version, using the base paste; G8 - commercial resin cement Variolink II, version dually activatable, using the base and catalyst pastes. For all groups, the adhesive protocol used was, etching, followed by application of primer and bond Scotchbond Multipurpose. After cementation, the bond strength test push-out was conducted at a speed of 1 mm / min, using a load cell of 200 N and the values expressed in MPa. The pattern of fractures was performed by stereoscopy magnifier (LEICA MZ75 50X). The collected data were subjected to ANOVA for a split-plot criterion and the Tukey test ($\alpha = 0.05$). The results showed that there was no statistical difference in the behavior of cements due to influences of the different amines; experimental resin cements containing salt DFI (groups 2,3,5 and 6) showed the highest bond strength for all the studied thirds (cervical, middle and apical), which are statistically similar to the commercial resin cement Variolink II Dual (group 8). The lowest values were submitted to the cements containing no DFI salt (groups

1 and 4) and the commercial resin cement Variolink II photo-activable (group 7), which were statistically similar in the apical third. The experimental resin cements containing DFI salt are capable for fiber glass posts cementation, being statistically similar to the commercial resin cement Variolink II Dual, and even above the cement in the version photo-activable. The variation of tertiary amines did not influence the results of bond strength and there was no statistically difference between the concentrations 0.5 mol% and 1 mol% of DFI salt.

Keywords: onium salt, resin cement, glass fiber post, bond strength test push-out EDAB, DMAEMA.

SUMÁRIO

1. Introdução	01
2. Revisão de Literatura	05
3. Proposição	22
4. Material e Métodos	23
5. Resultados	34
6. Discussão	38
7. Conclusão	44
Referências	45

1. INTRODUÇÃO

Em situações de grande perda de estrutura dental, pinos intrarradiculares podem ser utilizados visando-se alcançar a retenção da restauração. Estes pinos pré-fabricados podem ser metálicos ou de fibra de vidro, carbono. Devido ao aumento na demanda por restaurações livres de metal, os pinos de fibra de vidro vêm sendo amplamente utilizados por sua facilidade de uso, baixo custo, melhor estética. Além disto apresentam módulo de elasticidade (16-40 GPa) semelhante ao da dentina (18.6 GPa), e ao de compósitos (5.7-25 GPa), o que diminui os riscos de fratura da raiz (Schwartz RS, Robbins JW. 2004).

Os pinos de fibra de vidro são fixados no conduto radicular com compósitos resinosos, ou cimentos resinosos (Lui JL, 1994). Existem 3 maneiras de ativação da reação de polimerização dos cimentos resinosos: química, por luz, ou pela junção das outras duas técnicas citadas, denominada dual (Hoffmann, et al 2001). Atualmente, os cimentos resinosos duais são os cimentos de eleição para a cimentação de pinos intrarradiculares e restaurações indiretas. Espera-se que a polimerização por ativação química ocorra nas regiões mais profundas onde o alcance da luz não é tão efetivo, garantindo assim um melhor grau de conversão dos monômeros.

Sabe-se que a obtenção de alta resistência de união após a cimentação está diretamente relacionada a uma polimerização adequada (em que o compósito deve receber uma densidade de energia entre 16 a 24 J/cm²) (Rueggberg et al., 1994) já que as propriedades físicas e mecânicas são altamente dependentes desta etapa (Aksornmuang, et al. 2006; Foxton, et al. 2003), devido à formação de um polímero de melhor qualidade, isto é, com maior densidade de ligações saturadas e cruzadas. Um dos obstáculos enfrentados na técnica de cimentação adesiva de pinos é a dificuldade da passagem de luz uniformemente por toda a extensão do canal. Com o aumento da profundidade do canal há diminuição do grau de conversão dos monômeros, prejudicando assim a polimerização do cimento resinoso (Melo, et al. 2011;

Morgan, et al. 2008; Foxton, et al. 2003). Sendo assim, tal dificuldade se torna mais crítica na região do terço apical da raiz, em que a polimerização deficiente dos sistemas foto-ativáveis pode prejudicar a obtenção de resistência de união nesta região.

Entretanto, os materiais que são ativados exclusivamente por luz apresentam vantagens em relação aos demais, como maior tempo de trabalho e maior estabilidade de cor (Rosenstiel, et al. 1998). Isso é de grande importância, pois dessa maneira, é possível para o operador deter total controle sobre a técnica, com tempo satisfatório para os procedimentos que compõe a etapa da cimentação, como: inserção do cimento no conduto, apropriado posicionamento do pino, remoção dos excessos de cimento, concluindo com a fotoativação do sistema.

A fim de driblar o problema da polimerização ineficaz de cimentos resinosos foto-ativáveis devido à atenuação da luz, algumas maneiras de melhorar a polimerização dos materiais resinosos relacionadas à técnica de fotoativação foram preconizadas como: aumento do tempo de exposição à luz ativadora (Halvorson, et al. 2002), aumento da irradiância da unidade fotoativadora (Komori et al., 2010). Outra alternativa, seria o aumento da reatividade dos compósitos foto-ativados, com o uso de sistemas fotoiniciadores mais eficazes (Crivello JV & Lam JHW, 1977; Ogliari, et 2007; Gonçalves, 2011; de Andrade KM, 2012)

Recentemente, comprovou-se a ação eficaz na cinética de polimerização de um sal de ônio quando incorporado a sistemas adesivos (Ogliari et al., 2007). A adição destes compostos à outros tipos de materiais resinosos seriam de grande interesse, melhorando as propriedades físicas e mecânicas devido à polimerização mais eficiente. Sais de diariliodônio, com um complexo haleto metálico como contra-íon, são eficientes foto-iniciadores de reação de polimerização para sistemas de monômeros que utilizam irradiação UV. Esses compostos possuem uma baixa energia de ligação entre o carbono e o iodo (entre 26 e 27 kcal/mol) presentes em sua molécula, e isso permite que ao serem expostos à luz (absorção na faixa abaixo de 300 nm), o iodônio excitado

se decomponha, gerando um radical-cátion ariliodo, um radical aril reativo e um ânion (Crivello & Lam, 1977). No estudo de Ogliari e colaboradores (2007), mostrou-se que, apesar do sal hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI) não absorver a luz no comprimento de onda azul, na presença de um corante fotossensitivo como a Canforoquinona (a qual é capaz de absorver luz azul), e amina terciária (Etil 4-dimetilaminobenzoato EDAB) um sistema foto-iniciador ternário muito eficaz na polimerização de metacrilatos é formado, aumentando a cinética de reação e grau de conversão.

Dessa maneira, Gonçalves e colaboradores (2011) verificaram que cimentos experimentais com adição do sistema ternário, formado pelo sal DFI, CQ, e a amina terciária dimetilaminoetil de metacrilato (DMAEMA), apresentaram grau de conversão maior do que aqueles que não continham este componente. Não só o grau de conversão foi melhorado, como também maiores valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade foram observados mesmo em baixas concentrações. Sendo assim, tais cimentos experimentais podem ser uma alternativa aos cimentos resinosos duais tratando-se da cimentação de pinos intrarradiculares.

Sabe-se que as aminas terciárias utilizadas nos estudos de Ogliari et al., 2007, e Gonçalves et al., 2011, EDAB e DMAEMA respectivamente, podem ser utilizadas em conjunto com a canforoquinona, como efetivas doadoras de hidrogênio. Contudo, essas aminas possuem diferenças quanto a estrutura molecular. Enquanto EDAB é uma amina terciária aromática, de caráter hidrófobo, possuindo um anel de benzeno em sua formulação, DMAEMA é uma amina terciária alifática, de caráter hidrófilo, apresentando cadeia aberta. Isso faz com que EDAB seja um doador de hidrogênio para a CQ, em seu estado excitado após absorção de luz, com maior facilidade (Emami & Söderholm, 2005).

Visto a possibilidade de utilização dessas duas diferentes aminas EDAB e DMAEMA em sistemas fotoiniciadores ternários, e apesar dos promissores resultados dos cimentos experimentais contendo sal DFI nos testes mecânicos, a efetividade em relação à cimentação de pinos ainda não foi comprovada.

Dessa forma, faz-se pertinente avaliar a eficácia de cimentos resinosos experimentais foto-ativados, com a adição de diferentes concentrações do sal de DFI, variando-se também as aminas terciárias entre EDAB e DMAEMA, na cimentação de pinos pré-fabricados de fibra de vidro, e compará-los a um cimento de ativação tanto por luz, quanto dual disponível no mercado.

2 - REVISÃO DA LITERATURA

2.1. Cimentos Resinosos

F. A. Rueggberg e W. F. Caughman (1993) realizaram um estudo com objetivo de avaliar a influência da exposição à luz sobre a polimerização de cimentos resinosos duais. Testando especificamente a habilidade do componente de polimerização química em alcançar níveis de conversão de monômeros equivalentes àqueles obtidos através da reação de fotopolimerização. Quatro marcas comerciais de cimentos resinosos duais (Ultra-bond, Heliolink, Porcelite e Mirage) foram submetidas à vários tratamentos após a sua manipulação: sem exposição à luz; 60 s de exposição à luz através de uma tira de poliéster somente; 20 ou 60 s de exposição à luz através de uma pastilha de compósito polimerizado com 1,5mm de espessura. Para mensurar o grau de conversão foi utilizada espectroscopia infra-vermelha, em que o espectro infra-vermelho das espécimes tratadas foi registrado em tempos específicos após a manipulação dos cimentos: 2, 5, 10, 30 e 60 minutos e também após 24 horas. Os resultados demonstraram que independente da grande diferença de potencial de polimerização entre as marcas, a reação de polimerização somente química apresentou sempre valores significativamente menores do que quando os espécimes foram expostos a qualquer tratamento com exposição à luz. Os autores concluíram que não há evidências indicando aumento substancial na quantidade de monômeros convertidos entre os tempos 60 minutos e 24 horas, que teria ocorrido por reação de polimerização quimicamente induzida; para a maioria dos sistemas de cimentos resinosos avaliados, a polimerização observada após 10 minutos foi quase equivalente à polimerização após 24 horas.

Em 1994, Uctasli e colaboradores realizaram um estudo com o objetivo de determinar o efeito da interposição de discos de cerâmica de diferentes

espessuras na atenuação da luz e subsequente polimerização de diferentes tipos de cimentos resinosos. Cinco discos de cerâmica feldspática na cor A3 foram confeccionados com 5 mm de diâmetro por 0,5; 1 e 2 mm de espessura. Os cimentos resinosos Dual-Cement Radiopaque (Vivedent) de micropartículas, Porcelite Dual-Cure (Kerr) e Porcelite Light activated (Kerr) ambos híbridos, foram manipulados de acordo com as instruções dos fabricantes e fotoativados com luz halógena através dos discos de cerâmica. No controle, a fotoativação foi realizada sem a interposição dos discos de cerâmica. Os resultados mostraram que com o aumento da espessura da cerâmica, houve uma redução significativa da dureza dos cimentos resinosos. O cimento resinoso microparticulado (Dual-Cement Radiopaque) mostrou-se menos influenciado pela atenuação da luz. Dentre os cimentos híbridos, o que apresentava ativação dupla (Porcelite Dual-Cure) apresentou os maiores valores de dureza.

Em 1998, Rosenstiel e colaboradores, realizaram uma revisão da literatura sobre os cimentos utilizados na Odontologia. Os autores avaliaram um grande número de publicações que discutiam diversos aspectos dos cimentos como: biocompatibilidade, propriedades de resistência mecânica, solubilidade, sorção de água, estabilidade de cor, resistência ao desgaste, entre outros. Foram apresentadas características de um possível cimento ideal, as quais foram comparadas às características dos materiais disponíveis comercialmente, presentes nos estudos avaliados. Foi observado o bom desempenho cimentos resinosos, nas propriedades de resistência, como a resistência à compressão, maior tempo de trabalho e melhor estabilidade de cor, ocorrendo principalmente quando ativados exclusivamente por luz.

Em 2001 Hofmann e colaboradores, com a finalidade de avaliar a eficiência dos três tipos de categorias dos cimentos resinosos disponíveis comercialmente quanto a forma de ativação: fotopolimerizável, química e dual; os autores avaliaram a dureza, o módulo de elasticidade e a resistência à flexão de quatro cimentos duais (Cerec Vita DuoCement, Nexus, Variolink II e

SonoCem) e um quimicamente ativado (Panavia 21). A pasta bas dos cimentos Variolink II e Nexus é apresentada em duas viscosidades, sendo a de alta viscosidade escolhida para as análises. Para o uso destes cimentos apenas na forma fotopolimerizável para a cimentação de facetas, o fabricante recomenda o uso destas pastas forma isolada. Os espécimes confeccionados para o módulo de elasticidade e resistência a flexão foram confeccionados de acordo com a ISO 4049. Após a análise dos resultados, os autores concluíram que a ativação química em conjunto com a fotoativação é eficaz em cimentos duais. Esses cimentos, quando utilizados na forma dual apresentaram melhores propriedades, mesmo com a presença da espessura da porcelana durante a ativação.

Em 2002, Halvorson e colaboradores realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a relação entre a dose de energia aplicada e o tempo de exposição sobre o grau de conversão de compósitos restauradores. Películas entre 50 μm e 75 μm foram confeccionadas entre uma tira de poliéster e uma placa de KBr utilizando quatro compósitos restauradores diretos. Filtros foram utilizados para limitar o comprimento de ondada fotoativação entre 400 nm e 500 nm. Os dados da espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR) foram registrados com 32 varreduras e resolução de 4 cm^{-1} . Observou-se diminuição gradual na conversão quando ocorreu diminuição do fornecimento de energia. Houve diferenças entre ao grau de conversão máximo alcançado pelos compósitos quando a conversão foi representada como fração da conversão no tempo máximo de 24 horas. Entre 5 minutos e 24 horas, os resultados foram similares. Resultados similares de conversão foram obtidos quando os materiais foram submetidos a doses equivalentes de energia, evidenciando a relação recíproca entre a densidade de potência e o tempo de exposição à luz.

Braga e colaboradores (2002) a fim de determinar como o modo de ativação influencia as propriedades mecânicas de cimentos resinosos, realizou um estudo com o objetivo de avaliar a dureza, resistência à flexão e módulo elástico de quatro cimentos resinosos: Enforce e Variolink II (foto-, auto-, e de

polimerização dual); RelyX ARC (auto-, e de polimerização dual); e C&B (auto-polimerizável). Os espécimes foram confeccionados a partir de um molde de aço inoxidável, cada cimento foi manipulado de acordo com os respectivos modos de ativação, para espécimes de polimerização dual e auto-polimerizáveis, quantidades iguais da pasta base e da pasta catalisadora foram misturadas. Já para espécimes somente foto-polimerizáveis, não foi necessária mistura. Para os grupos em que a foto-polimerização era requisitada, foi utilizado anteparo de resina composta de 2 mm de espessura. Os espécimes foram fraturadas utilizando o teste de flexão de 3 pontos. Pré falhas de carga correspondendo aos deslocamentos específicos foram utilizados para cálculo do módulo de flexão. A dureza Knoop foi mensurada sobre os fragmentos obtidos pelo teste de flexão. Os testes foram realizados após 24 hrs de armazenamento à 37°. Para o modo de ativação dual o cimento RelyX ARC apresentou maior resistência à flexão do que os outros grupos. RelyX ARC e Variolink II mostraram que dependem da foto-ativação para alcançar altos valores de dureza. Enforce apresentou dureza similar para tanto para o modo dual quanto para o auto-polimerizável. Não houve correlação entre a resistência à flexão e dureza, concluindo-se que outros fatores além do grau de conversão afetam a resistência à flexão de cimentos resinosos. Além disso não se deve restringir a avaliação de cimentos resinosos à testes que estimam diretamente ou indiretamente o grau de conversão.

Stansbury e colaboradores (2005) realizaram um estudo, o qual o objetivo era avaliar relação entre o desenvolvimento da reação de polimerização e a geração de tensão de contração e seu relaxamento em função do tipo de material e das técnicas de fotoativação. A relação entre o desenvolvimento da rede polimérica e suas propriedades físicas está relacionada com a cinética de polimerização. Métodos como a espectroscopia de infravermelho, previamente empregados pelos autores em outros estudos, podem ser aplicadas diretamente para avaliação da tensão de contração. Uma complexa relação não linear entre a conversão de monômeros em polímeros e a geração de tensão foi demonstrada. Os autores puderam concluir que a modificação nos protocolos de

fotoativação na forma como são aplicados parecem ter potencial limitado de reduzir a geração de tensão quando comparado com os níveis de conversão que são alcançados com o protocolo padrão, embora os resultados destes estudos sejam controversos. Contudo, os resultados demonstrados por esses estudos e aprimoramento constante dos métodos de avaliação dessas propriedades contribuirão para o desenvolvimento de uma técnica de fotoativação ou material que reduza a contração de polimerização e seus efeitos de forma mais eficiente.

Ferracane (2006) com o objetivo de esclarecer os fatores associados aos efeitos higroscópicos e hidrolíticos dos compósitos odontológicos realizou uma ampla revisão da literatura, compreendendo estudos publicados num período de aproximadamente trinta anos. As características hidrófilas dos polímeros estão diretamente relacionadas às estruturas presentes nos monômeros que os compõem. Os monômeros comumente utilizados na Odontologia apresentam componentes suscetíveis à degradação hidrolítica como: uretânos, grupamentos hidroxila e Ester, o qual esta presente no TEGDMA que apresenta papel importante na formação de ligações cruzadas. Dessa maneira, polímeros com grande quantidade de ligações cruzadas podem apresentar sorção de água mesmo que não sejam classificados como hidrófilos. Entretanto, redes poliméricas com alta densidade de ligações cruzadas são menos suscetíveis à ação de solventes e lixiviação de componentes, pela razão da redução do volume livre entre as cadeias poliméricas, considerando que as ligações cruzadas as mantêm próximas. Por essa razão, torna-se um fator relevante a densidade da rede polimérica, porque a água necessita de porosidades para penetrar no compósito. O autor pode concluir que o grau de conversão não é considerado um dos principais responsáveis pela solubilidade desses materiais. Segundo ele, fatores como o tipo e a quantidade de carga inorgânica teriam maior influência sobre essas propriedades. Entretanto, o estudo revelou que 2 a 10% dos monômeros não reagidos podem ser solubilizados e extraídos do compósitos.

Em 2007, Santos e colaboradores (2007) com o objetivo de avaliar a profundidade de polimerização de um compósito odontológico de uso clínico, realizaram um estudo através dos ensaios de dureza Knoop e espectroscopia micro-Raman, utilizando diferentes unidades foto-ativadoras, com luz halógena (ULH) ou diodo emissor de luz (LED). Cinco corpos-de-prova com 4 mm de diâmetro por 4 mm de altura foram confeccionados em matrizes de aço inoxidável. Após a remoção do corpo-de-prova da matriz estes foram armazenados em ambiente seco e livre de luz a 37°C. Após armazenagem, três das cinco amostras foram aleatoriamente selecionadas para mensuração do grau de conversão. O grau de conversão foi determinado no topo da amostra e com 1, 2, 3, 4 e 5 mm de profundidade. Para o teste de dureza Knoop, os corpos-de-prova foram desgastados longitudinalmente com lixas de carbetto de silício de granulação 600 e 1200 e as penetrações realizadas na face lateral, como descrito para micro-Raman num total de 3 penetrações para cada profundidade. Os resultados mostram que a dureza não diminuiu estatisticamente do topo para 1 mm de profundidade, mas diminuiu acentuadamente nos compósitos ativados com ULH e para os corpos-de-prova ativados com LED a partir de 2 mm. O resultado do grau de conversão demonstrou um semelhante comportamento. Foi estabelecida correlação linear entre a dureza e grau de conversão mensurados no topo e a 5 mm de profundidade para as duas unidades fotoativadoras. Os autores concluíram que o maior desempenho da ULH em profundidade se deve ao maior poder de penetração das radiações com comprimentos de onda menores emitidos pela ULH em comparação ao LED que apresenta menor espectro.

Em 2008, Moraes e colaboradores avaliaram a resistência de união ao microcissalhamento de um cimento resinoso comercial fotoativado com diferentes irradiâncias através de um disco de cerâmica de 0,6 mm de espessura, com o objetivo de analisar a correlação da irradiância transmitida através da cerâmica e a resistência de união de cimentos resinosos à dentina. Três corpos-de-prova foram fotoativados sobre superfícies planas de dentina bovina (n=10) ou

fotoativados através de um disco de cerâmica com seis diferentes irradiâncias controladas por um reostato ligado ao fotoativador e aferida por medidor de potência. O teste foi realizado em uma máquina de ensaio com velocidade constante de 0,5 mm/minuto. A redução a irradiância utilizada para a fotoativação do cimento resinoso influenciou negativamente os valores de resistência de união ao cisalhamento. Os autores puderam observar forte correlação linear entre a irradiância transmitida através da cerâmica e a resistência de união ao cisalhamento. A razão para tais resultados encontrados, seria a maior formação de radicais livres obtidas com maiores níveis de irradiância e também a maior geração de calor dentro do compósito durante a fotoativação, que aumenta a mobilidade dos monômeros durante a reação. Esses dois fatores promoveriam maior grau de conversão do cimento resinoso.

Em 2010, Gonçalves e colaboradores estudaram a tensão de polimerização, grau de conversão taxa máxima de polimerização, contração volumétrica, relaxamento da tensão e viscosidade, com o objetivo de estudar a incorporação de diferentes concentrações de TEGDMA a compósitos experimentais à base de Bis-GMA ou UDMA,. Os compósitos foram formulados contendo Bis-GMA/TEGDMA ou UDMA/TEGDMA nas proporções de 20:80, 30:70, 40:60, 50:50, 60:40, 70:30 e 80:20 mol%. A tensão de polimerização foi obtida através de extensômetro acoplado à máquina de ensaio. O módulo de elasticidade e o relaxamento da tensão foram avaliados através do ensaio de resistência à flexão de três pontos. O grau de conversão e a taxa máxima de polimerização foram analisados pela espectroscopia infravermelha próxima, enquanto a viscosidade foi avaliada por viscosímetro. De um modo geral, a tensão de polimerização, contração volumétrica, módulo de elasticidade e grau de conversão diminuíram, enquanto a viscosidade e a taxa máxima de polimerização aumentaram com o aumento da concentração do monômero base. O relaxamento da tensão mostrou forte correlação com a contração volumétrica, grau de conversão e viscosidade. Aumento do módulo de elasticidade dos compósitos com altas concentrações de TEGDMA está

relacionada a maior densidade de ligações cruzadas promovidas nesse monômero.

Gonçalves, 2011, avaliou a influência da incorporação de um sal de hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI) nas propriedades de um cimento resinoso experimental. Um composto base formado pela mistura dos monômeros Bis-GMA e TEGDMA, na proporção de 1:1 mol%, foi obtida e a ela adicionadas concentrações de 0 (controle), 0,25, 0,5, 1 ou 2 mol% de DFI, definindo 5 formulações de cimentos resinosos experimentais. O sistema fotoiniciador dos materiais foi composto por 1 mol% de canforoquinona e 2 mol% de metacrilato de dimetilaminoetil. Como inibidor foi usado 0,1 mol% de hidroxibutil tolueno e 60% em peso de partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato foram incorporadas como carga inorgânica. Após a preparação dos cimentos foram realizados os seguintes ensaios: 1) Cinética da polimerização em tempo real em espectroscopia infravermelha, indicando também o grau de conversão dos cimentos, 2) Resistência à flexão de três pontos e módulo de elasticidade, 3) Sorção e solubilidade em água destilada (21 dias). 4) Tensão da contração de polimerização mensurada em máquina de ensaios mecânicos associada a extensômetro. 5) Dureza Knoop avaliada na base e no topo de corpos-de-prova fotoativados diretamente ou através de discos de cerâmica com 3 espessuras diferentes. Os resultados mostraram que a adição do DFI influenciou as propriedades em todos os ensaios realizados. As formulações de cimentos com adição de DFI apresentaram aumento na cinética da reação, no grau de conversão e na dureza Knoop. Houve aumento significativo na resistência à flexão e no módulo de elasticidade e redução nos valores de sorção de água e perda de massa por solubilidade. Na maioria dos grupos contendo DFI, os valores de tensão da contração de polimerização foram similares ao grupo controle, exceto o grupo 4 com 1 mol% de DFI que apresentou aumento na tensão gerada pela polimerização. Com base nos resultados autores concluíram que a adição do DFI influenciou positivamente as propriedades dos cimentos resinosos experimentais e a concentração de 0,5

mol% parece ser a mais conveniente para a formulação desses cimentos resinosos estudados.

De Andrade KM e colaboradores, em 2012, realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a influência da adição de diferentes concentrações do sal hexafluorofosfato de difeniliodônio (DFI) nas propriedades de cimentos resinosos experimentais fotopolimerizáveis contendo as diferentes aminas terciárias Dimetilaminoetil metacrilato (DMAEMA) e Dimetilaminoetil benzoato (EDAB) em diferentes concentrações. Um composto base foi elaborado pelos monômeros Bis-GMA e TEGDMA (1:1 em peso), ao qual foi adicionado 1 mol% do fotoiniciador canforoquinona (CQ) e 0,1 mol% do inibidor Hidroxitolueno butilado (BHT). A adição dos co-iniciadores variou em 0, 0,5 e 1 mol% de DFI; 1 e 2 mol% de DMAEMA; 1 e 2 mol% de EDAB. Combinando-se cada concentração de amina com cada concentração do sal, obteve-se um total de 12 cimentos experimentais. Após a manipulação da matriz resinosa, adicionou-se 60% em peso de partículas inorgânicas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato. As propriedades analisadas foram sorção (SR) e solubilidade (SL) em água destilada (n=5); Resistência à flexão (RF) e módulo de elasticidade (E) (n=10) e Grau de conversão (GC) (n=5). A partir dos resultados observou-se que a adição de diferentes concentrações do DFI, DMAEMA e EDAB influenciaram todas as propriedades testadas. Formulações contendo DMAEMA 1 mol% foram mais sensíveis à adição de 0,5 mol% DFI, apresentando aumento do GC, RF, E e diminuição de SR. O acréscimo de 1 mol% DFI aumentou a SR, E e diminuiu a SL e o GC. Cimentos contendo 2 mol% DMAEMA apresentaram aumento no GC, RF e E com adição de 0,5 mol% DFI e menores valores de SL. A amina EDAB 1 mol% foi influenciada pelas duas concentrações de DFI com aumento gradativo da SR e aumento do GC. A concentração de 2 mol% EDAB foi pouco influenciada pela adição do sal. Os autores puderam concluir então, que a adição do DFI melhora os cimentos contendo DMAEMA de forma mais significativa que os cimentos contendo EDAB. Formulações com 2mol% das aminas são mais estáveis para a maioria dos testes realizados.

2.2. Restaurações Endodônticas Adesivas

Em 2004, Schwartz RS e Robbins JW, com o intuito de enfatizar os fatores mais relevantes que levam à decisão de realizar-se um tratamento restaurador com a colocação de pinos, realizaram uma pertinente revisão da literatura sobre a restauração de dentes tratados endodonticamente. Ao final, algumas recomendações são feitas, sobre questões como o plano de tratamento, materiais e práticas clínicas, e perspectivas futuras restauradoras e endodônticas.

Foxton e colaboradores (2003), avaliaram a resistência de união regional de um compósito resinoso dual à dentina do canal radicular, utilizando adesivos exclusivamente ativados por luz, ativados dualmente, e diferentes modos de polimerização. Dezenove pré-molares foram utilizados, os canais das raízes foram preparados a uma profundidade de 8 mm de polimerização. Para o teste de resistência a microtração, 15 raízes foram aleatoriamente divididas em 5 grupos, e seus canais tratados com um primer autoadesivo de ativação dual (Clearfil Liner Bond 2V Primer). O adesivo foi aplicado a 2 dos 5 grupos e fotopolimerizados por 20 segundos. Um adesivo dual (Clearfil Liner Bond 2V Bond A+B) foi aplicado aos 3 grupos remanescentes, um deles era foto-ativável. Os espaços dos pinos foram preenchidos com cimento resinoso dual e foram fotopolimerizados por 60 segundos no sentido coronal-apical. Para o teste de dureza 4 espécimens foram preparadas da mesma forma, duas foram foto-ativadas e duas foram quimicamente polimerizadas. Os resultados obtidos mostraram que para cada estratégia de polimerização não houve diferença estatística nos resultados de resistência de união a microtração e dureza Knoop entre as regiões coronais e apicais. A exposição a luz para as duas estratégias resultou em significativo aumento nos valores de microtração, quando comparado a polimerização química somente. A exposição a luz também aumentou os valores de dureza Knoop em ambas regiões, coronal e apical.

Em 2006, Aksornmuang e colaboradores realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a resistência às propriedades mecânicas e resistência de união de cimentos resinosos duais ao canal dentinário. Quatro cimentos resinosos duais foram utilizados: Unifil Core (UC) e Clearfil DC Core (DC) (mistura manual); Build-It F.R. (BI) e Clearfil DC Core-automix (DCA) (auto – mistura). Para os testes de resistência à tração *ultimate* (UTS) e dureza Knoop, os espécimes foram confeccionados colocando-se um dos cimentos selecionados em espaços de pinos criados artificialmente em uma resina epóxica e foto-polimerizados por 60 segundos. Após 24 horas de armazenamento os espécimes foram cortados em série gerando 8 ampulhetas para o teste UTS, o resto das fatias semi-circulares foram polidas e utilizadas para o teste de dureza Knoop. Para o teste de resistência de união à microtração, canais radiculares de pré-molares humanos foram preparados e as superfícies das cavidades tratadas com Clearfil SE Bond e foto-polimerizado por 10 segundos. Os espaços dos pinos foram preenchidos com os cimentos selecionados acima, e foto-polimerizados por 60 segundos. Após 24 horas de armazenamento cada espécime foi cortada em 8 fatias (4 coronais e 4 apicais) de 0,6mm, e logo após cada fatia cortada ao centro em 0,6 mm. O teste de resistência à tração *ultimate* e dureza Knoop variaram em função do tipo de cimento resinoso dual e pela região. Não houve relação entre o teste de resistência à tração *ultimate* e dureza Knoop para cada material. Resistência à microtração entre os quatro materiais não foi significativamente diferente tanto para região apical quanto para coronal. Houve diferenças regionais na resistência de união para todos cimentos testados.

A partir da hipótese de que pinos de fibra translúcidos poderiam transmitir luz a profundidades suficientes para a polimerização dos cimentos, dos Santos Alves Morgan e colaboradores (2008), realizaram um estudo para avaliar quantitativamente a energia luminosa transmitida em diferentes níveis de profundidade (cervical, médio, apical, limite apical), através dos diferentes pinos de fibra translúcidos. Dez pinos de fibra translúcidos de diferentes fabricantes

foram testados. Os pinos foram embebidos em resina cristalina com a adição de pigmento preto, a fim de evitar interferências luminosas exteriores. Os blocos confeccionados foram submetidos a cortes seqüenciais em uma máquina de precisão, para assim as profundidades de 16 mm, 12 mm, 8 mm, e 4 mm serem avaliadas para a transmissão de luz com um fotômetro digital. Um tempo de exposição luminosa de 60 segundos foi utilizado. Dez mensurações foram feitas para cada profundidade avaliada. Foi observada diferença significativa através da análise quantitativa entre diferentes pinos e diferentes profundidades. Além disso, os valores obtidos revelaram que a quantidade de energia luminosa transmitida depende do tipo do pino, e para todos os pinos houve uma redução significativa da quantidade de luz transmitida com o aumento da profundidade. A capacidade de transmissão de luz de pinos translúcidos, é insuficiente para a ativação luminosa clínica da resina em regiões profundas. Mesmo sem o pino (grupo controle), a quantidade de energia luminosa dentro do canal diminui a níveis considerados insuficientes para a polimerização, especialmente no terço apical.

Em 2011, Gomes e colaboradores realizaram um estudo a fim de verificar a influência do sistema de cimentação na resistência de união regional e os padrões de fratura de pinos de fibra à dentina radicular. As amostras foram confeccionadas a partir de 48 incisivos humanos, dividido em 3 grupos (n=16), de acordo com o sistema de cimentação: AdperScotchbond Multi-Purpose + cimento resinoso RelyX ARC (SBMP+ARC); AdperSingle Bond + RelyX ARC (SB+ARC); RelyX U100 (U100). Os pinos foram então cimentados de acordo com as recomendações dos fabricantes; após uma semana as raízes foram seccionadas transversalmente em 6 discos (2 para cada região: cervical, medial, e apical), os quais foram submetidos ao teste de resistência de união push-out. A análise do padrão de fratura foi feita para todas amostras, utilizando-se microscopia de varredura eletrônica (SEM). Com respeito aos diferentes terços do canal radicular, houve diferença entre os grupos U100 e SBMP+ARC em que para o U100 houve mais falhas mistas no terço apical. Quanto à resistência de união,

quando o cimento RelyX U100 foi utilizado não houve diferença estatística significativa entre as diferentes regiões radiculares, enquanto que para os outros grupos SBPM+ARC e SB+ARC houve diferença estatisticamente significativa entre a região apical. Valores de resistência de união significativamente maiores foram encontrados no terço cervical para SBMP+ARC E SB+ARC. Os autores concluíram que a resistência de união pode ser significativamente afetada pela região da raiz para cimentos resinosos convencionais, mas não para adesivos auto-condicionantes.

Em 2011, Farina e colaboradores realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a resistência de união *in vitro*, de pinos de fibra de vidro (GF) ou carbono (CF), nos terços cervical, médio, e apical dos canais da raiz cimentados com RelyX-Unicem (RX) e Cement-Post (CP). Quarenta caninos maxilares foram divididos em 4 grupos, de acordo com o cimento e pino utilizado: grupo 1: GF e RX; grupo 2: CF e RX; grupo 3: GF e CP; grupo 4: CF e CP. O teste de resistência de união *push-out* foi aplicado nos terços cervical, médio e apical para cada espécime para avaliar a resistência de união do complexo cimento/pino às paredes do canal radicular. Os resultados obtidos demonstraram que o melhores resultados foram para os grupos que utilizaram RX associado a CP. RX apresentou os maiores valores de resistência de união para ambos os pinos GF e CF. Para todos os grupos, a resistência de união foi maior no terço cervical, seguido pelos terços médio e apical. A análise do padrão de fratura demonstrou que houve uma predominância pelas fraturas do tipo coesiva dos pinos para RX, e predominância de fraturas adesivas entre dentina e cimento. Os autores puderam então concluir que os valores de resistência de união foram significativamente afetados pelo tipo do pino, apresentando maiores valores os pinos GF cimentados com RX.

Melo e colaboradores (2012) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar o grau de conversão do cimento e a estrutura molecular da junção adesivo-dentina em restaurações utilizando pino de fibra. Foram utilizados 80 incisivos e caninos superiores humanos, divididos em 8 grupos (n=10). O

desempenho após 7 dias, ou 4 meses, de dois adesivos de condicionamento total (All Bond 2 e One Step Plus) e de dois adesivos auto-condicionantes (Clearfil SE Bond e Xeno III) foi avaliado (resultando em 8 grupos). Os pinos de fibra de vidro foram cimentados no canal com um cimento de polimerização dual (Duo-Link), os dentes foram fotoativados por 40 s sob uma fonte de luz halógena de irradiância 650mw/cm² . Seis seções transversais de cada dente medindo aproximadamente 1,5 mm de espessura foram preparadas, com 2 para cada região de estudo (coronal; cervical/média regiões da raiz). As seções foram então submetidas a testes de resistência de união (PUSH-OUT), mensurações de grau de conversão e avaliação da camada híbrida através espectroscopia m-Raman. Os resultados mostraram que a união na região coronária foi maior do que a união na região cervical e média para todos os adesivos. Não houve diferença na resistência de união entre os grupos com testados após 7 dias e os grupos após 40 dias. A camada híbrida foi mais espessa para os grupos com adesivos de condicionamento total, com a espessura diminuindo em direção a região média. Após 4 meses a camada híbrida apresentou sinais de degradação, como aumento da exposição de colágeno, devido provavelmente à sorção e lixiviação dos monômeros residuais. O grau de conversão mensurado para o grupo com adesivo de 3 passos de condicionamento total após 4 meses foi significativamente maior que para os grupos de adesivos auto-condicionantes. Segundo os autores a resistência de união foi influenciada pela região, apesar da interface adesivo-dentina não ser totalmente estável, o adesivo de 3 passos de condicionamento total, forneceu melhor resistência de união na dentina da região coronária, maior grau de conversão do cimento, e maior espessura da camada híbrida em restaurações com pino de fibra de vidro, a curto e a longo prazo.

2.3. Sais de ônio como fotoiniciadores

Crivello e Lam (1977) investigaram a síntese, purificação e eficiência de sais de ônio na ativação de compostos monoméricos. Três métodos para obtenção do sal foram empregados com os seguintes resultados (A) 3,3-Dinitrofeniliodônio Hexafluorarsenato, (B) Dinitrofeniliodônio Fluorborato e (C) 4-Metoxidinitrofeniliodônio Fluorborato. Após a síntese dos sais foram realizados os seguintes estudos: fotodecomposição – mostrou a presença de vários subprodutos sugerindo que a fotólise dos sais ônio não ocorrem de forma restrita, os radicais aril gerados apresentam meia vida suficiente para se difundirem do local inicial da reação para desenvolver a polimerização; mensuração de quanta produzidos – este estudo revelou que a quantidade de quanta gerados para as três formulações estudadas não diferiu, indicando a alta eficiência da fotólise desses sais; fotopolimerização – embora os autores não tenham detalhado esse ensaio, foi relatado que os sais de ônio são eficientes para a polimerização de diversos tipos de monômeros, melhorando as propriedades dos polímeros resultantes em relação a outros sistemas de fotoiniciação.

Em 2002, Hua e colaboradores com o objetivo de aumentar a eficiência de sistemas fotoiniciadores contendo sais ônio, desenvolveram uma nova classe de fotossensibilizadores altamente reativos para potencializar a fotólise desses sais, devido à absorção de radiação no espectro Ultravioleta. Uma matriz de monômeros contendo Bis(3-etil-3-oxetanilmetil) éter, dióxido de Limonano (LDO), 3,4-Epoxiciclohexilmetil-3,4-epoxiciclohexancarboxilato (ERL-4221E, ERL) foi preparada e a ela adicionada os sais de ônio como fotoiniciadores catiônicos (4-ndeciloxifenil) feniliodônio hexafluoroantimonato (IOC10), (4-ndeciloxifenil) difenilsulfônio hexafluoroantimonato (SOC10), and Smetil-S-ndodecilfenacilsulfônio hexafluoroantimonato (DPS-C1C12). À matriz básica foi

acrescentado o óxido de ciclohexeno dissolvido em 0.1 mol% IOC10 e 2.0 mol% 1-piranometanol como fotossensibilizador e fotoativado com luz ultravioleta por 10 minutos à temperatura ambiente. A cinética da reação e a fotossensibilização catiônica dos compostos foi monitorada pela Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier em Tempo Real (FT-RTIR). Os autores puderam concluir que as modificações realizadas nos compósitos foram extremamente efetivas em baixas concentrações para os vários tipos de sais de ônio, tanto no comprimento de onda UV quanto no espectro da luz visível.

Gómez e colaboradores (2003) avaliaram o emprego de um sal de ônio em sistemas ternários de fotoativação, com o objetivo de avaliar a polimerização de acrilamidas (AA) em presença de solventes orgânicos como etanol ou água. Um sistema fotoiniciador contendo Safarina-T Clorada, Trietilenolamina e Difeniliodônio clorado foi sintetizado e adicionado à matriz de AA em solução aquosa 1 M. A fotoativação foi realizada com lâmpada de Xenônio de 150 W e filtro monocromático para o comprimento de onda de 520 nm e a taxa de polimerização foi determinada por dilatometria. Conclui-se que o sal de ônio aumentou a cinética de polimerização e o sal aumentou o fornecimento de radicais livres que iniciam o processo de polimerização.

Em 2007 Ogliari e colaboradores, realizaram um estudo com objetivo de avaliar a influência de um sal de ônio na cinética polimerização de adesivos resinosos experimentais. Uma mistura de Bis-GMA, TEGDMA e HEMA foi utilizada como base, 4 diferentes sistemas fotoiniciadores foram formulados para adição à mistura base: 1 mol% de canforoquinona (CQ); 1 mol % de CQ + Hexafluorofato de Difeniliodônio (DFI) nas concentrações de 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 e 4,0 mol % ; 1 mol % de CQ + 0,25; 0,5; 1,0; 2,0 e 4,0 mol % Etil 4-dimetilaminobenzoato (EDAB) e 1 mol % CQ + 2 mol % EDAB + DFI nas mesmas concentrações utilizadas anteriormente. Espectroscopia infravermelha modificada de Forier em tempo real foi utilizada para avaliar a reação de polimerização durante o tempo de foto-ativação. Quando somente a CQ foi

utilizada observou-se uma reação de polimerização lenta com menor grau de conversão, diferentemente de quando se adicionou um segundo componente (sal de onio ou amina). Houve um aumento na taxa de polimerização e grau de conversão independente da concentração do co-iniciador. Observou-se maiores valores para os grupos que continham 2 e 4 mol %, apesar disso o grau de conversão se igualou após 10 s de foto-ativação para todas as concentrações. Esses resultados se devem à maior reatividade do DFI e sua capacidade de reagir com radicais livres inativos. Sendo assim, conclui-se que os sistemas ternários apresentam maior capacidade e eficácia para aumentar-se a taxa de polimerização em tempos menores de foto-ativação.

Também em 2007, Ogliari e colaboradores avaliaram o efeito de solventes orgânicos sobre a cinética de polimerização de um adesivo resinoso experimental contendo um sistema fotoiniciador ternário. Um composto base formado pelos monômeros Bis-GMA, TEGDMA, e HEMA, foram utilizados como um sistema adesivo modelo, o qual é polimerizado pela ação de um sistema iniciador binário (Canforoquinona (CQ) e etil 4- dimetilamina benzoato (EDAB)) e um sistema ternário (CQ, EDAB, e hexafluorofosfato de difeniliodonio DPIHFP). Acrescentando-se a esse composto as concentrações de 0, 10, 20, 30 e 40 % em peso de etanol. Espectroscopia infra-vermelha modificada por Forier em tempo real foi utilizada para investigar a reação de polimerização sobre o tempo de foto-ativação. A adição de solvente aos compostos diminuiu a cinética de polimerização, afetando diretamente a taxa de polimerização. A introdução do sal DPIHFP, demonstrou um grande aumento na cinética da reação, reduzindo o efeito inibitório do solvente. Uma melhora foi observada na cinética de polimerização do adesivo resinoso experimental, quando utilizado um sistema fotoiniciador ternário, tornando o material menos sensível a presença de solvente residual previamente a foto-ativação.

3. PROPOSIÇÃO

Os objetivos do presente estudo foi:

- Avaliar a influência da concentração do sal DFI e do tipo de amina terciária (EDAB ou DMAEMA) presentes em cimentos resinosos experimentais na resistência de união *push-out* de pinos de fibra de vidro, em diferentes terços da raiz (cervical, médio, apical).

4. Materiais e Métodos

4.1. Preparo dos cimentos resinosos fotopolimerizáveis experimentais

O preparo de um composto base foi realizado através da mistura dos monômeros Bisfenol A Glicidil Metacrilato (Bis-GMA) e Trietilenoglicol Dimetacrilato (TEGDMA), (Esstech Inc. Essington, PA, USA), utilizados sem purificações adicionais e na proporção de 1:1 em massa. Para composição do sistema fotoiniciador, na concentração de 1 mol % , a CQ (Esstech Inc., Essington, PA, EUA) foi adicionada à mistura supracitada, bem como a variação das aminas terciárias Dimetilaminoetil metacrilato (DMAEMA, Sigma-Aldrich) ou Dimetilaminoetil benzoato (EDAB, Sigma-Aldrich) na concentração de 2 mol % . Além disso, 0,1 % de Hidroxitolueno butilado (BHT, Sigma-Aldrich) foi adicionado com a função de inibidor.

A este composto base formado foram acrescentadas as concentrações 0,5 mol %, 1 mol %, ou nenhum acréscimo de DFI (Sigma-Aldrich), estabelecendo-se assim seis cimentos experimentais. Os componentes foram pesados em balança analítica digital, (Modelo DV215CD OHAUS, México, D.F) com precisão de 0,01mg.

A manipulação dos cimentos foi realizada em ambiente com umidade controlada e com luz fluorescente amarela para evitar a interação do ambiente com o sistema iniciador.

Em cada formulação foram adicionadas 60% em peso de partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato com diâmetro médio de 0,7 μ m (Esstech Inc., Essington, Pensilvânia, USA). Os compósitos assim formulados foram condicionados em frascos de vidro âmbar (figura 1), isolados com fita adesiva escura e homogeneizados utilizando um dispositivo adaptado numa peça reta, funcionando em baixa-rotação.



Figura 1. Cimentos armazenados em frascos de cor âmbar isolados com fita adesiva escura.

Em seguida, foram colocados em cuba acoplada a uma bomba para vácuo (Quimis Aparelhos Científicos Ltda., Diadema, SP) por 20 minutos, para eliminação de bolhas de ar. Posteriormente, os frascos foram agitados em cuba ultrassônica (Maxi-Clean 750 Unique, Indaiatuba, SP, Brasil) por 30 minutos, a fim de homogeneizar a mistura dos componentes e então foram armazenados em ambiente livre de luz com refrigeração a 4°C.

Tabela 1. Composição dos cimentos resinoso de cada grupo experimental

Cimento	Fabricante	Composição
G1	Cimento experimental	Composto base: Bis-GMA, TEGDMA, CQ, EDAB, BHT, partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato; sem adição do sal DFI.
G2	Cimento experimental	Composto base: Bis-GMA, TEGDMA, CQ, BHT, partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato; 0,5 mol % do sal DFI.
G3	Cimento experimental	Composto base: Bis-GMA, TEGDMA, CQ, EDAB, BHT, partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato; 1 mol % do sal de DFI.
G4	Cimento experimental	Composto base: Bis-GMA, TEGDMA, CQ, DMAEMA, BHT, partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato; 0 mol % do sal DFI.
G5	Cimento experimental	Composto base: Bis-GMA, TEGDMA, CQ, DMAEMA, BHT, partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato; 0,5 mol % de sal de DFI.
G6	Cimento experimental	Composto base: Bis-GMA, TEGDMA, CQ, DMAEMA, BHT, partículas silanizadas de vidro de bário-alumínio-silicato; 1 mol % de sal de DFI.
G7	Variolink II, ativado somente por luz (Pasta base)	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA; partículas de vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio, e óxidos mistos esferoidais. Catalisadores, estabilizantes e pigmentos.
G8	Variolink II, dualmente ativado (pasta base + pasta catalisadora)	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA; partículas de vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio, e óxidos mistos esferoidais. Catalisadores, estabilizantes e pigmentos.

4.3. Seleção das raízes bovinas

Oitenta raízes de incisivos inferiores bovinos foram utilizadas para a realização deste trabalho, e armazenadas em solução de timol 0,1%. Os dentes foram limpos com auxílio de lâminas de bisturi e curetas periodontais, e as coroas removidas utilizando-se um disco diamantado dupla-face (KG Sorensen, São Paulo-SP, Brasil) em baixa rotação, sob refrigeração constante. A remoção da coroa foi realizada a fim de obter-se seguimentos de 15 mm de remanescente radicular (figura 2). Em seguida, as raízes foram selecionadas, utilizando como critérios de exclusão: o diâmetro dos canais radiculares, em que a luz do canal deveria ser mais circular possível e/ou apresentar um diâmetro

de no máximo 2 mm; foram mensuradas com paquímetro digital (Mitutoyo) raízes com grandes curvaturas e com ápice radicular aberto.

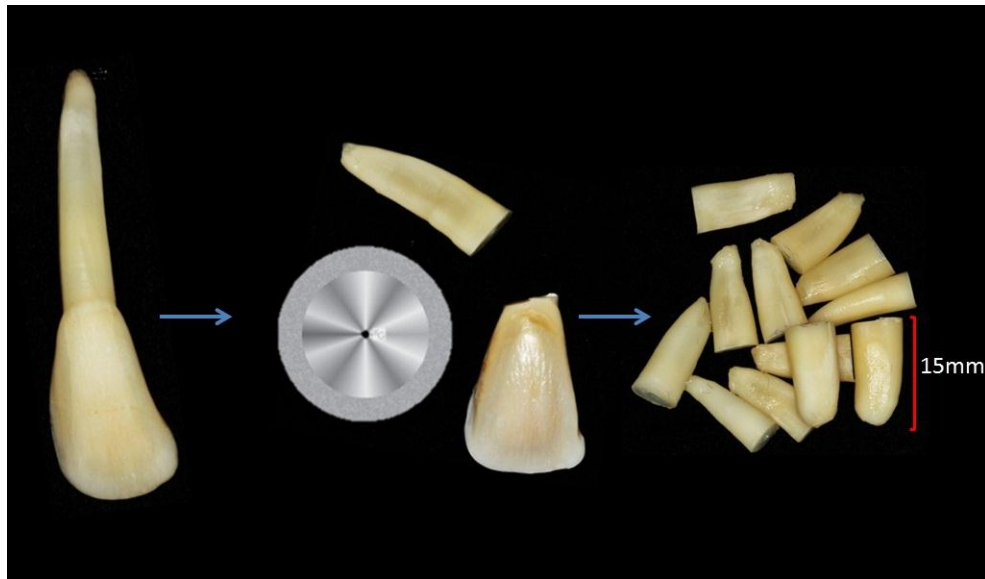


Figura 2. Seleção das raízes bovinas e remoção das coroas.

4.4 Preparo do conduto radicular e cimentação dos pinos de fibra vidro

Os canais radiculares foram instrumentados utilizando brocas Largo #5, sendo ideal para a cimentação do pino de fibra #3 serrilhado (Reforpost - Ângelus Produtos Odontológicos, Londrina, Paraná, Brasil), até 15 mm (figura 3). Após a instrumentação, os canais foram obturados utilizando apenas cones de *gutta-percha medium large* (Dentsply Indústria e Comércio Ltda, Petrópolis, RJ, Brasil). A desobturação foi realizada até 12mm, necessários para a cimentação dos pinos, restando 3 mm apicais obturados com cones de *gutta-percha*. Estas raízes foram aleatoriamente divididas em 8 grupos (n=10), de acordo com o cimento resinoso utilizado.

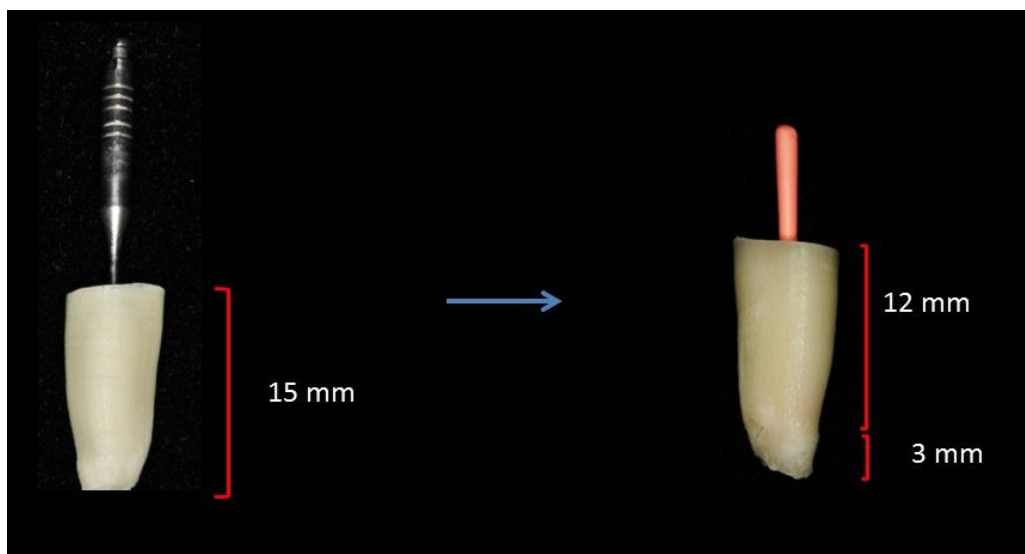


Figura 3. Preparo do conduto radicular.

Para todos os grupos, o protocolo adesivo utilizado foi o mesmo (figura 4): condicionamento com ácido fosfórico 35 % (Scotchbond, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) por 15 segundos; lavagem abundante com jato de água por 15s e remoção do excesso de umidade com cones de papel absorvente; utilização do sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA). Primeiramente com auxílio de um *microbrush* (KG Sorensen, São Paulo-SP, Brasil) aplicou-se o *primer*, seguido pela aplicação do *bond* com um novo *microbrush*, realizando remoção dos excessos entre um e outro com cones de papel absorvente; foto-ativação realizada por 20 segundos com o aparelho Bluephase G2 (Ivoclar-Vivadent, 29 Schaan, Liechtenstein) com irradiância de 1200mW/cm².

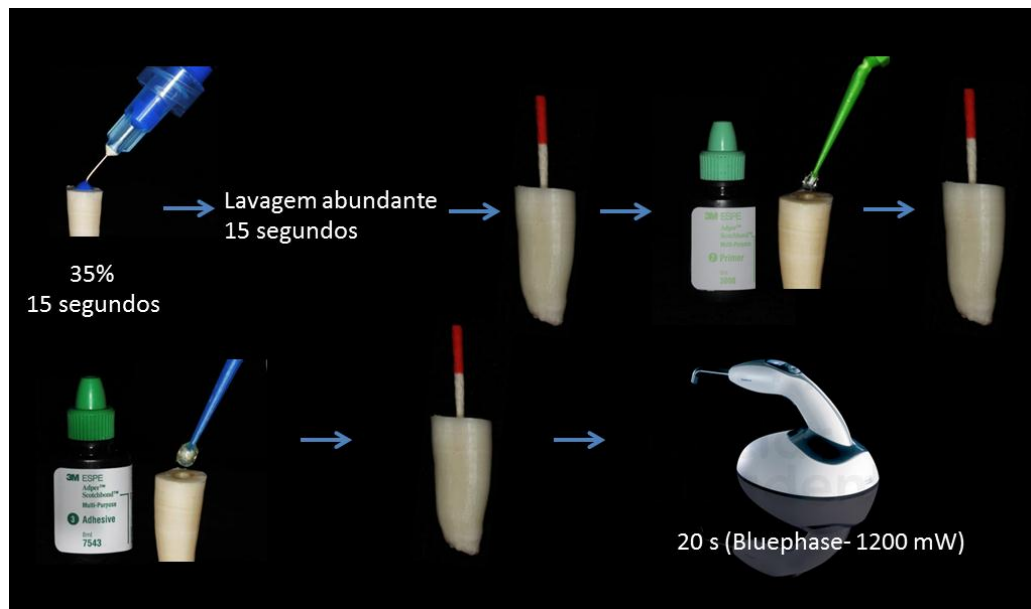


Figura 4. Protocolo adesivo utilizado para todos os grupos.

4.4.1. Cimentos resinosos experimentais (grupos 1-6):

Os cimentos resinosos experimentais correspondentes a cada grupo experimental foram retirados dos frascos com uma espátula 24, devido a sua baixa viscosidade, e rapidamente inseridos no canal radicular com o auxílio de uma broca Lêntulo (Dentsply Indústria e Comércio Ltda, Petrópolis, RJ, Brasil).

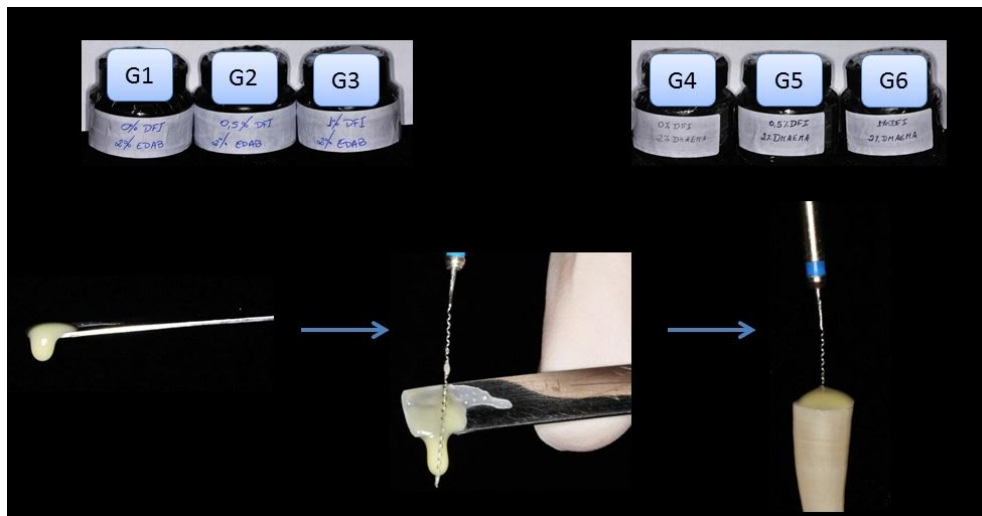


Figura 5. Inserção dos cimentos experimentais no canal radicular com auxílio de uma espátula 24 e broca Lêntulo.

Cimentos resinosos Comerciais (Variolink II, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (grupos 7,8):

O cimento resinoso comercial Variolink II em sua versão fotoativada, e em sua versão dual, foi manipulado de acordo com as recomendações do fabricante. A versão fotoativada dessa marca comercial dispensa mistura com a pasta catalisadora, somente a pasta base foi utilizada, a qual foi aplicada diretamente ao canal da raiz, utilizando a ponta de aplicação. Já, na versão dual, foi realizada a mistura das pastas base e catalisadora na proporção de 1:1.

Para todos os grupos, o pino foi condicionado por 1 minuto, com ácido fosfórico 35%, e então aplicado o agente silano (Ceramic Primer, 3M ESPE, St Paul, MN, USA).

Imediatamente após a inserção dos cimentos no canal radicular e tratamento dos pinos de fibra de vidro #3 (Reforpost, Angelus, Londrina, PR, Brasil) com a aplicação do silano sobre sua superfície, os mesmos foram introduzidos e centralizados no canal, pressionados por 10 segundos e os excessos de cimento removidos. A foto-ativação dos cimentos, após o posicionamento dos pinos, foi feita por 60 segundos perpendicularmente pela região cervical.

As raízes já com os pinos cimentados foram então armazenadas em frascos revestidos com fita adesiva escura, (para isolamento da luz ambiente por 24 horas, a fim de que não houvesse interferência no processo de polimerização dos cimentos) colocadas em estufa a 37° C e 100% de umidade relativa.

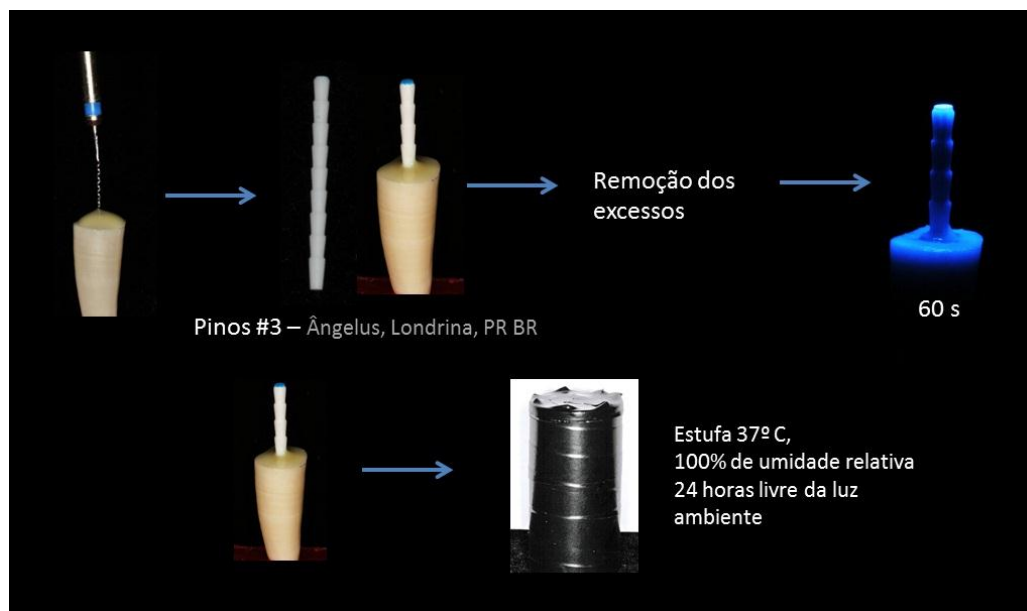


Figura 6. Cimentação dos pinos de fibra de vidro, e posterior armazenamento em frascos isolados com fita adesiva escura.

4.5 Avaliação da resistência de união (*push-out*)

4.5.1. Preparo das amostras para o teste *push-out*

Após 24 h de armazenamento em estufa a 37° em umidade relativa e isolamento da luz ambiente, as raízes de cada grupo foram fixadas em placa de acrílico com cera pegajosa, de forma que o longo eixo do pino ficasse paralelo à placa de fixação. As placas foram fixadas em cortadeira metalográfica de precisão (Isomet 1000; Buehler, Lake Bluff, IL, USA), e cortes paralelos entre si e perpendiculares ao longo eixo do pino foram realizados com auxílio de um disco diamantado (Extec Corp., Enfield, CT, USA), a fim de se obter 2 fatias, de aproximadamente 1 mm de espessura, correspondendo a cada terço radicular (cervical, médio e apical), totalizando o corte de 6 fatias por raiz. Uma primeira secção, a 1,0 mm da borda cervical, foi feita e descartada em todas as raízes para, em seguida, as secções de cada terço serem realizadas.

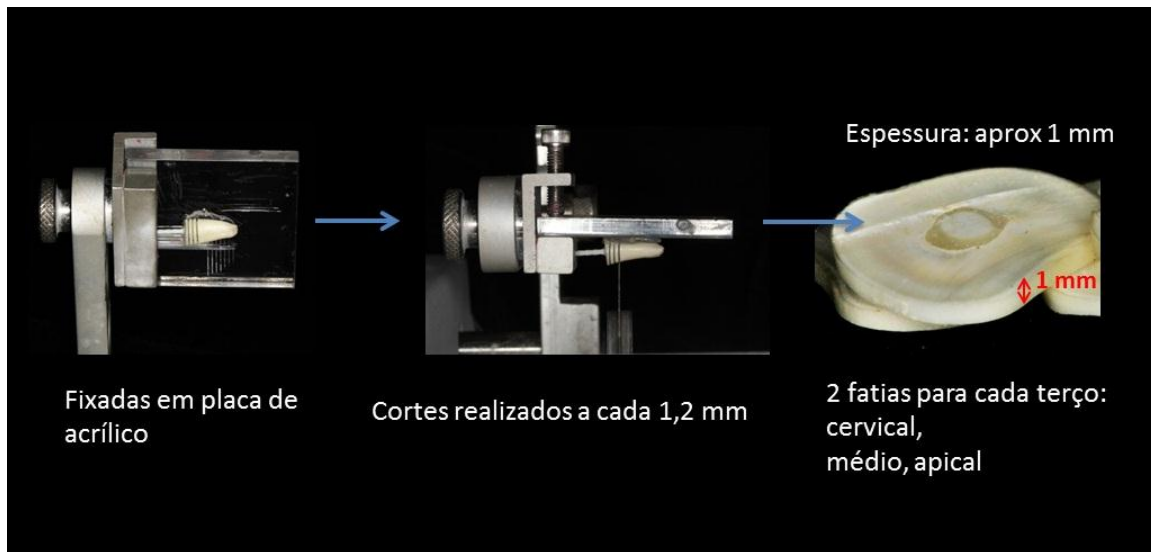


Figura 7. Preparo das amostras para o teste push-out.

4.5.2 Ensaio *Push-out*

Para o ensaio de *push-out* (figura 8), inicialmente, as fatias tiveram sua espessura mensurada por um paquímetro digital, e então as amostras foram colocadas em uma base metálica que apresenta um orifício com 3,0mm de diâmetro na região central, fixada à máquina de Ensaio. As amostras foram posicionadas de modo que a porção referente ao pino fosse colocada na mesma direção do orifício, e a carga fosse aplicada no sentido apical-coronal ate que o pino fosse deslocado. Uma haste com ponta ativa de 1,0mm foi fixada à célula de carga (200 N) e posicionada sobre o centro do pino e o ensaio de *push-out* foi realizado a uma velocidade de 1 mm/min.

A máxima força de ruptura foi obtida em Newton (N), convertendo-a para MPa dividindo a força aplicada pela área unida. Tal superfície unida corresponde a área lateral de um tronco-cone, a qual foi calculada pela fórmula:

$$S_L = \pi(R + r) [(h^2 + (R - r)^2)^{0,5}]$$

Onde $\pi = 3,14$, R = raio coronal, r = raio apical, h = espessura da fatia.

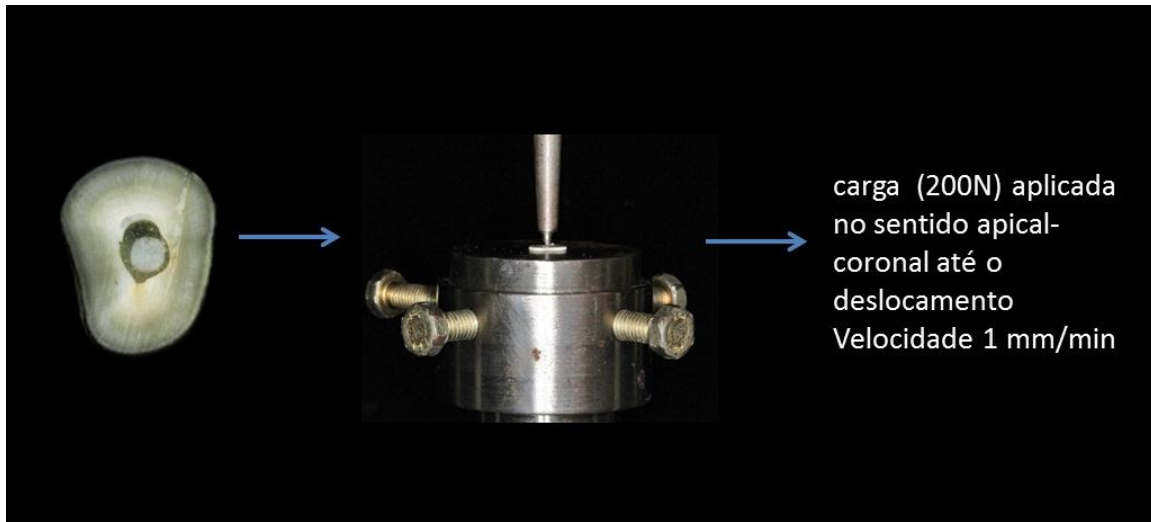


Figura 8. Ensaio push-out.

4.6 Análise do padrão de fratura

O padrão de fratura foi realizado utilizando uma lupa estereoscópica (LEICA MZ75 50X), e classificados de acordo com os critérios:

Tipo I – Fratura adesiva na interface entre o pino e o cimento resinoso

Tipo II – Fratura adesiva na interface entre o substrato dentinário e o cimento resinoso

Tipo III – Fratura mista entre pino e cimento resinoso

Tipo IV – Fratura mista entre o substrato dentinário e o cimento resinoso

Espécimes representativos dos tipos de fratura encontradas, foram cobertos com uma camada de ouro-paládio no metalizador (Bal-Tec SCD050 Sputter Coater, São Paulo, Brasil) e observados em Microscópio Eletrônico de Varredura (Jeol, JSM 5600LV – Scanning Electron Microscope, Japão) no modo elétrons secundários, com aceleração 15kV.

4.7 Análise estatística

Após observação da normalidade dos dados e homogeneidade das variâncias, os dados foram submetidos à Análise de Variância a um critério com parcelas subdivididas e teste de Tukey ($\alpha=0.05$).

5. RESULTADOS

Tabela 2. Médias e (desvio-padrão) em MPa, da resistência de união dos pinos intrarradiculares de acordo com os grupos experimentais e terços avaliados.

Cimentos	Terços		
	Cervical	Médio	Apical
EDAB-0 DFI	9,4 (2,9) Da	6,2 (2,3) CDab	4,7 (2,7) BCb
EDAB-0,5 DFI	23,3 (7,3) Aa	16,0 (4,8) Ab	6,6 (3,0) ABCc
EDAB-1DFI	20,6 (3,3) ABa	10,0 (1,8) BCb	9,54 (2,7) ABb
DMAEMA-0 DFI	13,1 (2,6) CDa	3,7 (1,2) Db	3,9 (2,1) Cb
DMAEMA-0,5 DFI	20,4 (6,5) ABa	14,4 (5,8) ABb	9,9 (4,1) ABc
DMAEMA-1 DFI	17,8 (5,5) BCa	12,6 (3,5) ABb	9,9 (3,9) Ab
VARIOLINK base			
(foto)	17,1 (6,0) BCa	9,8 (4,1) BCb	3,6 (2,1) Cc
VARIOLINK II DUAL	20,4 (8,0) ABa	17,5 (3,8) Aa	7,7 (3,7) ABCb

Letras distintas demonstram diferença estatística entre os grupos. Letras maiúsculas comparam cimentos dentre de terços. Letras minúsculas comparam terços dentre de cimento.

Após observação da normalidade dos dados e homogeneidade das variâncias, os dados foram submetidos à Análise de Variância a um critério com parcelas subdivididas e teste de Tukey ($\alpha=0.05$). O fator cimento e o fator terços foram significantes, assim como a interação entre eles.

Foi observada redução da resistência de união de acordo com o aumento da profundidade do canal. Pode ser observado que os cimentos que mantiveram os maiores valores de resistência de união em todos os terços foram os cimentos fotoativáveis com adição de DFI (0,5 e 1mol%), sendo estes estatisticamente semelhantes à referência comercial Variolink II em sua forma de dupla ativação (química e fotoativado).

No terço cervical, o cimento contendo 0,5 mol% de DFI combinado com EDAB obteve os maiores valores de união, sendo que seus resultados foram estatisticamente semelhantes aos grupos que utilizaram o cimento Variolink II Dual e os cimentos experimentais fotoativados contendo 1mol% de DFI combinado com a amina EDAB, assim como o cimento contendo 0,5mol% de DFI combinado com a amina DMAEMA. O cimento contendo EDAB sem a adição de DFI produziu os menores valores de união no terço cervical.

Novamente, no terço médio foi verificado que os maiores valores de união foram obtidos no grupo que utilizaram os cimentos contendo 0,5mol% de DFI contendo EDAB e a referência Variolink II Dual, e os grupos utilizando os cimentos contendo 0,5 e 1mol% de DFI com a amina DMAEMA obtiveram resultados semelhantes. Neste terço, os menores valores de união foram obtidos pelo cimento contendo DMAEMA sem a presença do DFI.

No terço apical os maiores valores de união foram obtidos pelo cimento fotoativado contendo 1mol% de DFI com DMAEMA, com valores semelhantes aos cimentos contendo 0,5 e 1 mol% de DFI com EDAB, 0,5mol% de DFI com DMAEMA e à referência comercial Variolink II Dual. Os menores valores de união foram observados nos protocolos utilizando o cimento contendo DMAEMA sem adição de DFI e o cimento referência comercial Variolink fotoativado.

De acordo com a Figura 8, pode-se verificar que a maioria das fraturas ocorridas no presente estudo, em todos os grupos experimentais, foram do Tipo II (fratura adesiva entre cimento-dentina). As fraturas do Tipo I (adesiva pino-cimento) e Tipo III (mista entre pino em cimento) foram as que tiveram ocorrência média, no entanto, com significativa diferença quando comparadas à fratura Tipo II. A fratura do Tipo IV (mista entre dentina cimento) foram as menos observadas. As imagens em MEV dos tipos de falhas ocorridas são representadas na Figura 10.

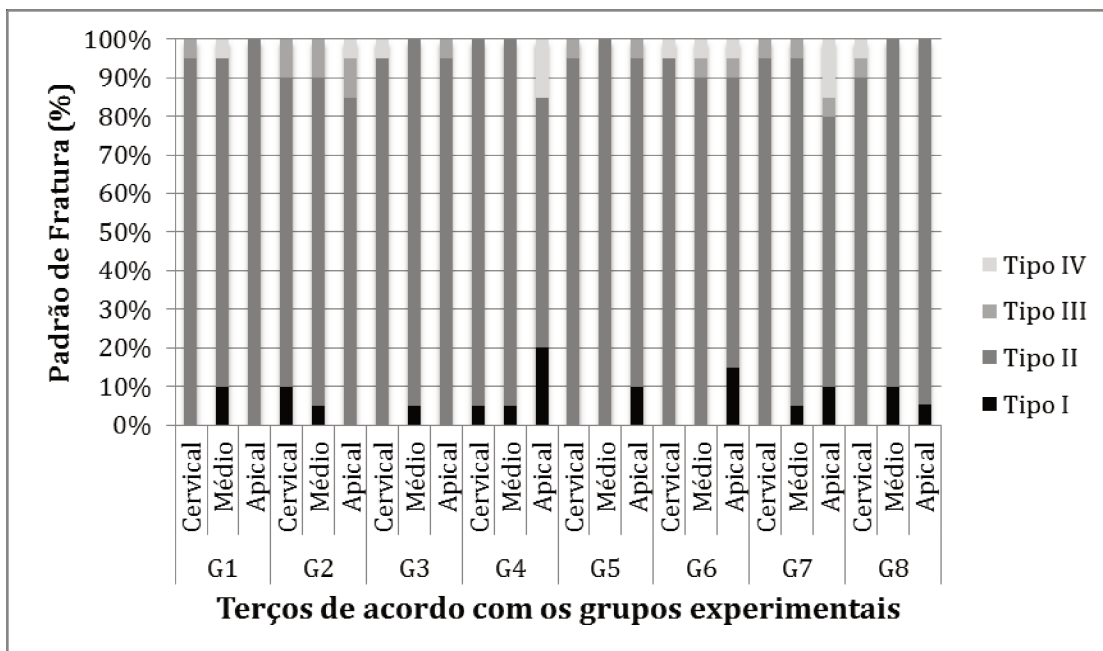


Figura 9. Representação gráfica da distribuição do padrão de fratura (%) em função dos grupos experimentais e terços avaliados.

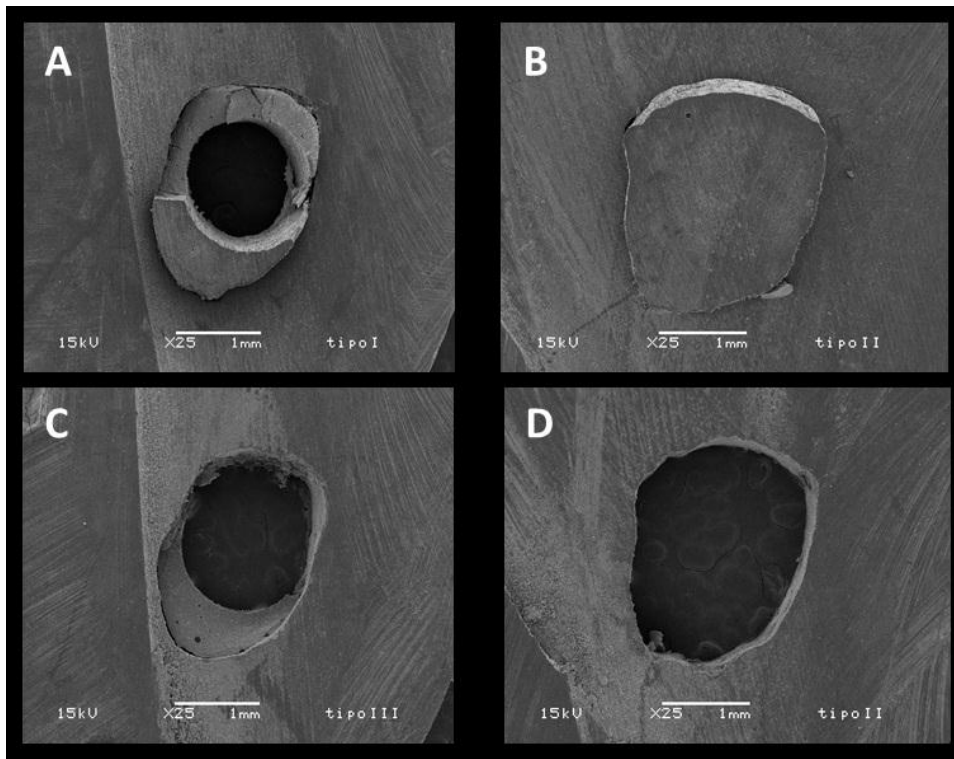


Figura 10. Imagens em MEV representando cada tipo do padrão de fratura encontrado. Imagem A fratura adesiva entre pino e cimento (tipo I), imagem B fratura adesiva entre dentina e cimento (tipo II), imagem C fratura mista entre pino e cimento (tipo III), imagem D fratura mista entre dentina e cimento (tipo IV)

6. DISCUSSÃO

Os cimentos resinosos duais foram desenvolvidos como alternativa aos cimentos exclusivamente ativados quimicamente ou por luz, com o propósito de amenizar os problemas na polimerização devido à dificuldade do alcance da luz em regiões mais profundas através de restaurações indiretas (Uctasli, et al., 1994; El-Mowafy, et al., 1999). De fato, os cimentos resinosos duais têm comprovado sua eficácia, apresentando maiores valores de resistência de união quando comparados às outras duas categorias (Aksornmuang et al., 2007; Braga et al., 2002; Foxton et al., 2003). Esses cimentos geralmente contêm um sistema fotoiniciador binário, composto por moléculas de canforoquinona, e amina terciária, um reagente eficiente na doação de íons. Nesses sistemas, a canforoquinona, denominada iniciador, quando ativada pela luz azul (com pico de absorção em 468 nm), passa para um estado excitado bastante reativo. A reação se inicia quando a molécula de canforoquinona excitada colide com a molécula de amina terciária, denominada co-iniciador, a qual transfere um próton para a molécula de canforoquinona, resultando na formação de radicais livres, que irão dar início à polimerização (Andrzejewska, 2001).

Os baixos valores de pinos de fibra de vidro submetidos a testes de resistência de união push out na região apical de raízes com restaurações adesivas endodônticas tem sido documentada em vários estudos (Melo et al., 2012; Farina et al., 2011; Gomes GM et al., 2011; Morgan et al., 2008; Aksornmuang J et al., 2006). No presente estudo esta deficiência pode ser observada, tanto nos pinos fixados com os cimentos experimentais, como utilizando a referência comercial nas formas fotoativado e dual, corroborando os achados em estudos prévios. Estes resultados podem ser explicados pela dificuldade de alcance da luz diretamente sobre a região. Na prática clínica, assim como simulado no presente estudo, a ponteira da unidade fotoativadora é posicionada na região coronária do dente, a aproximadamente 8 mm de distância da região apical. Além deste fato, a presença do pino acima do

remanescente dentário torna impossível o posicionamento da ponta do aparelho fotoativador logo acima e em direção ao ápice, sendo esta ponta posicionada a 45 graus da embocadura do canal. Deste modo, a quantidade de energia que atinge a região apical é reduzida em relação à cervical (Foxton et al., 2003; Morgan et al., 2008), uma vez que a intensidade de luz disponível para ativar os fotoiniciadores é reduzida da superfície em direção as camadas mais profundas do compósito, como resultado de fenômenos ópticos (Rueggeberg et al. 1999).

Aumento no grau de conversão é diretamente proporcional à otimização das propriedades mecânicas dos compósitos (Ferracane, 2006; Santos et al., 2007). Maior conversão monomérica promove a formação de polímero com maior densidade de ligações saturadas e cruzadas, menor sorção e solubilidade, assim como maior resistência (Ferracane, 2006). Sendo assim, possivelmente, na região apical houve uma menor conversão do cimento resinoso, reduzindo a resistência de união nesta região, sendo que esta influência negativa da profundidade foi observada mais acentuadamente nos pinos fixados com os cimentos experimentais sem adição de DFI e na referência comercial, quando na forma fotoativada.

Uma vez que os cimentos resinosos duais são mais eficazes na polimerização em regiões mais profundas quando comparados aos cimentos fotoativáveis disponíveis (Rosenstiel, 1998), o presente estudo buscou avaliar o efeito da adição do DFI, um acelerador da reação de polimerização, na resistência de união de pinos de fibra em diferentes profundidades. Em todos os terços avaliados (cervical, médio e apical) os cimentos fotoativáveis experimentais contendo DFI apresentaram os maiores valores de união, sendo estatisticamente semelhantes ao cimento resinoso Variolink II em sua forma dual, e superiores ao cimento Variolink II em sua forma fotoativável e os cimentos que não continham o sal. Esse resultado mostra claramente a eficiência do sal de ônio utilizado na otimização da reação de polimerização, mesmo em grandes profundidades.

Apesar da diferença estrutural das aminas terciárias, EDAB e DMAEMA comportaram-se de forma semelhante em todos os terços avaliados. Em estudo

recente, as diferentes aminas terciárias (EDAB, DMAEMA) promoveram diferentes resultados nos testes como sorção, solubilidade, resistência à flexão, módulo de elasticidade e grau de conversão, sendo que os cimentos contendo EDAB se mostraram mais estáveis, com melhores propriedades, mesmo sem a adição do DFI (de Andrade KM, 2012). Apesar dos melhores resultados apresentados pelo estudo supracitado em relação a propriedades mecânicas observadas pelos cimentos contendo a amina terciária EDAB, no presente estudo os cimentos contendo as diferentes aminas apresentaram comportamentos semelhantes em relação à resistência de união.

O aumento nos valores de resistência de união push-out dos cimentos foto-ativáveis experimentais pode ser explicado pela diferença do sistema fotoiniciador presente neste cimento. O aumento da reatividade dos cimentos por influência do sal de DFI foi comprovado recentemente (Gonçalves, 2011). Sais de ônio, como o difeniliodônio hexafluorofosfato, não são capazes de absorver luz no comprimento de onda visível (Crivello JV, Lam JHW; 1977). Contudo, quando um sal de ônio é utilizado junto a uma molécula fotossensitizadora, como no caso, a canforoquinona, ocorre aumento na cinética de polimerização (Hua YJ, Jiang FM, Crivello JV; 2002). Assim, um sistema fotoiniciador denominado ternário contendo moléculas de um corante fotossensitivo, uma amina e um sal de ônio se torna eficiente na polimerização de monômeros metacrilatos, aumentando a cinética de polimerização e a formação de radicais livres (Gómez et al., 2003).

Em 2007, Ogliari e colaboradores atestaram que a presença do sal DFI melhora a cinética de polimerização em adesivos experimentais. Foi visto que a adição do sal DFI como co-iniciador no sistema fotoiniciador, contendo também CQ e EDAB, causou um aumento no grau de conversão de monômeros, até mesmo quando presente em baixas concentrações. Partindo deste ponto, Gonçalves (2011), introduziu tal sistema fotoiniciador a cimentos resinosos experimentais, utilizando moléculas de CQ, DMAEMA, e DFI. Os cimentos experimentais também se tornaram mais reativos na presença do DFI, melhorando suas propriedades físicas e mecânicas (resistência à flexão, módulo

de elasticidade, sorção e solubilidade em água, tensão de contração, dureza Knoop). Faz-se necessário ressaltar que apesar do aumento do grau de conversão do cimento, no mesmo estudo Gonçalves verificou que não houve necessariamente aumento da tensão de contração da polimerização, sendo a concentração de 0,5 mol % de DFI a mais indicada.

O mecanismo se baseia na reação da CQ excitada após absorção de luz azul com o sal DFI, formando um composto em estado exciplex, o sal de ônio sofre redução pela transferência de um elétron por parte da CQ. Um composto instável (difeníliodínio), formado pela reação de redução, logo se decompõe em feniliodínio e um radical livre fenil, tornando a reação irreversível. O radical livre fenil é eficiente em iniciar a reação de polimerização dos metacrilatos. Os radicais também formados pela própria propagação da reação de polimerização são efetivos em clivar a fraca ligação entre C-I, liberando outro radical livre fenil, permitindo a reação de polimerização. Além disso, a interação entre amina terciária e DFI resulta na regeneração do composto DFI reduzido e um novo radical livre amina. Sendo assim, o radical livre amina formado dará início a reação de polimerização, e o DFI regenerado terá a possibilidade de reagir com outra molécula de CQ excitada, reiniciando os processos (Ogliari et al., 2007).

A possibilidade de se obter compósitos resinosos mais reativos com o acréscimo de um sal de ônio gera a possibilidade de utilizar-se cimentos resinosos com sistema de ativação exclusivamente por luz para a cimentação de pinos de fibra de vidro. Isto foi observado no presente estudo, uma vez que os valores de resistência de união obtidos com os cimento fotoativáveis modificados foram semelhantes ao cimento resinoso dual utilizado como controle (referência comercial). A vantagem desta técnica é que o operador detém todo o controle sobre o procedimento, com tempo suficiente para inserção do cimento no conduto, adequado posicionamento do pino, remoção dos excessos de cimento, e finalização do processo com fotoativação do conjunto, obtendo adequada resistência de união e, conforme demonstrado, com controle total do procedimento restaurador.

Avaliando o padrão de fratura dos espécimes, pode-se notar claramente uma predominância de fraturas do tipo adesiva entre dentina e cimento, concordando com resultados de estudos prévios sobre resistência de união de pinos intrarradiculares (Melo et al., 2012; Gomes GM et al., 2011; Farina et al., 2011; Arsorunmuang et al., 2006). Observando os resultados obtidos, pode-se dizer que essa a união dentina-cimento é ainda considerada o ponto fraco das cimentações intrarradiculares (Spencer et al., 2003), sendo que os motivos destes resultados vão além do grau de conversão nas diferentes regiões. Fatores, tais como, a densidade de túbulos dentinários, já que as diferentes regiões radiculares apresentam diferentes distribuições e densidade de túbulos dentinários, visto que o aumento da profundidade, implica em uma diminuição dos números de túbulos, e conseqüente menor formação dos tags resinosos, os quais são a base da união com o tecido dentinário (Ferrari M, 2001). O condicionamento ácido também se torna um fator influente, já que as diferentes regiões do canal da raiz reagem diferentemente aos protocolos de condicionamento ácido (Ferrari M et al., 2000). A dentina radicular apical possui como características áreas desprovidas de túbulos, presença dentina secundária irregular, muitos canais acessórios, além de apresentar um tecido como cimento nas paredes do canal radicular, tornando-a um substrato mais desfavorável para união com compósitos (Mjor IA et al., 2001).

No presente estudo optou-se por um protocolo convencional, em que o uso de condicionamento ácido, e posterior sistema adesivo é feito antes da aplicação do cimento resinoso, já que estudos mostram uma maior eficácia deste protocolo na resistência de união de pinos de fibra de vidro (Melo et al., 2012; Bitter et al., 2009). Além disso, a não utilização de um sistema adesivo dual, tornou possível avaliar o potencial de polimerização do cimento resinoso experimental isoladamente.

São diversos os fatores que possuem sua parcela de influência na causa do insucesso clínico observado em tais restaurações, como tipo de pino de fibra (Farina et al., 2011), sistema adesivo (Gomes et al., 2011), o substrato (Ferrari et al., 2000), composição do cimento resinoso (Braga et al., 2002), o sistema

fotoiniciador, entre outros. Os cimentos experimentais mais reativos apresentam uma possibilidade de melhora da performance das restaurações intrarradiculares. Dessa forma, os resultados do presente estudo suscitam investigações adicionais à cerca da associação de diferentes tipos de adesivos ao cimento, incluindo a possibilidade de utilização de um adesivo contendo o sal de ônio.

7. CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos, é possível concluir que:

- Cimentos resinosos experimentais exclusivamente fotoativados contendo sal de DFI, para a cimentação de pino de fibra de vidro mostraram valores de resistência de união estatisticamente semelhantes aos cimento resinoso dual Variolink II;

- Os cimentos resinosos experimentais contendo sal de DFI, apresentaram melhores valores de resistência de união que o cimento fotoativável Variolink II;

- A concentração do sal de DFI não influenciou a resistência de união;
- A variação das aminas terciárias não influenciou nos resultados de resistência de união;

- Na região apical observou-se os menores valores de resistência de união.

REFERÊNCIAS*

Adrzejewska E. Photopolymerization kinetics of multifunctional monomers. *Prog Polym Sci* 2001; 26:605-665

Aksornmuang JL, Nakajima M, Foxton RM, Tagami J. Mechanical properties and bond strength of dual-cure resin composites to root canal dentin. *Dental Materials* 2006;23:226-34

Braga RR, César PF, Gonzaga CC. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *J Oral Rehabil* 2002; 29:257-66

Caughman WF, Rueggeberg FA, Curtis JW Jr. Clinical guidelines for photocuring restorative resins. *J Am DentAssoc*, 1995; 126-9:1280-1286.

Crivello JV, Lam JHW. Diaryliodonium Salts. A New Class of Photoinitiators for Cationic Polymerization. *Macromolecules*. 1977; 10(6): 1307-1315.

de Andrade KM. Influencia de diferentes amins em um sistema fotoiniciador radicalar ternário de cimentos resinosos experimentais contendo sal de ônio. Dissertação (Mestrado em Clinica Odontologia- área de Dentistica) 2012 – Universidade Estadual de Campinas- UNICAMP, Piracicaba, SP.

Dos Santos Alves Morgan LF, Peixoto RT, de Castro Albulquerque R, Santos Côrrea MF, de Abreu Poletto LT, Pinotti MB. Light transmission through a translucent fiber post. *Journal of Endodontics* 2008; 34-3:299-302.

el-Mowafy OM, Rubo MH, el-Badrawy WA. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent* 1999;24:38-44.

Farina AP, Cecchin D, Garcia Lda F, Naves LZ, Sobrinho LC, Pires-de-Souza Fde C. Bond strength of fiber posts in different root thirds using resin cement. *The Journal of adhesive dentistry*. 2011; 13-2:179-186.

Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater*. 2006; 22(3): 211-22.

Ferrari M, Manocci F, Vichi A, Cagidiaco MC. Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. *Am J Dent* 2000; 13: 255-60.

Foxton RM, Nakajima M, Tagami J, Miura H. Bonding of photo and dual-cure adhesives to root canal dentin. *Oper Dent*, 2003;28-5:543-551.

* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseadas na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviaturas dos periódicos em conformidade com Medline.

Gaglianone, L.A. et al. Mechanical properties and degree of conversion of etch-and-rinse and self-etch adhesive systems cured by a quartz tungsten halogen lamp and a light-emitting diode. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2012; 12: 139–143

Gómez ML, Avila V, Montejano HA, Previtali CM. A mechanistic and laser flash photolysis investigation of acrylamide polymerization photoinitiated by the three component system safranin-T/triethanolamine/diphenyliodonium chloride. *Polymer* 2003;44:2875-2881.

Gomes GM, Gomes OM, Reis A, Gomes JC, Loguercio AD, Calixto AL. Regional bond strengths to root canal dentin of posts luted with three cementation systems. *Braz. Dent.* 2011 22-6:460-467.

Goncalves F, Pfeifer CC, Stansbury JW, Newman SM, Braga RR. Influence of matrix composition on polymerization stress development of experimental composites. *Dent Mater*;26:697-703.

Gonçalves L.S, Avaliação de cimentos resinosos experimentais contendo diferentes concentrações de um sal derivado do difeniliodônio. Tese (Doutorado em Materiais Dentários) 2011 – Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Piracicaba, SP.

Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater* 2002;18:463-469.

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(11): 1022-8.

Hua Y, Jiang F, Crivello JV. Photosensitized Onium-Salt-Induced Cationic Polymerization with Hydroxymethylated Polynuclear Aromatic Hydrocarbons. *Chem. Mater.* 2002; 14(2369-2377)

Komori PC, de Paula AB, Martin AA, Tango RN, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Effect of light energy density on conversion degree and hardness of dual-cured resin cement. *Oper Dent.* 2010; 35(1): 120-4.

Lui JL. Composite resin reinforcement of flared canals using light-transmitting plastic posts *Quintessence Int.*, 1994 25 (5) 313-319

Marques de Melo R, Bottino MA, Galvão RK, Soboyejo WO. Bond strengths, degree of conversion of the cement and molecular structure of the adhesive-dentine joint in fiber post restoration. *J Dent.*, 2012; 40-4:286-94.

Mjor IA, Smith MR, Ferrari M, Manocci F. The structure of dentin in the apical region of human teeth. *Int Endod J* 2001; 34:346-353.

Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhorette MA, Puppim-Rontani RM, Ogliari FA, Piva E. Light-activation of resin cement through ceramic: relationship between irradiance intensity and bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008;85:160-165.

Ogliari FA, Ely C, Petzhold CL, Demarco FF, Piva E. Onium salt improves the polymerization kinetics in an experimental dental adhesive resin. *J Dent*. 2007; 35(7): 583-7.

Ogliari FA, Ely C, Lima GS, Conde MC, Petzhold CL, Demarco FF, Piva E. Onium salt reduces the inhibitory polymerization effect from an organic solvent in a model adhesive resin. *J Biomed Mater Res*, 2007; 86-1:113-118.

Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent*. 1998; 80(3): 280-301.

Rueggeberg FA, Caughman WF. The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. *Oper Dent*, 1993: 18:48-55.

Santos GB, Medeiros IS, Fellows CE, Muench A, Braga RR. Composite depth of cure obtained with QTH and LED units assessed by microhardness and micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent* 2007;32:79-83.

Schwartz RS, Robbins JW. Post placement and restoration of endodontically treated teeth: a literature review. *J Endod*, v.30, p.289 –301, 2004.

Spencer P, Ye Q, Park J, Topp EM, Misra A, Marangos O, et al. Adhesive/dentin interface: the weak link in the composite. *Ann Biomed Eng* 2010; 38:1989-2003.

Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J. Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. *Dent Mater* 2005;21:56-67.

Uctasli S, Hasanreisoglu U, Wilson HJ. The attenuation of radiation by porcelain and its effect on polymerization of resin cements. *J Oral Rehabil* 1994;21:565-575.