



MARIA DO CARMO AGUIAR JORDÃO MAINARDI

*“INFLUENCE OF DIFFERENT PROTOCOLS OF PHOTOACTIVATION IN
DEGREE OF CONVERSION AND KNOOP MICROHARDNESS OF A
DUAL RESIN CEMENT USED FOR FIBER POSTS CEMENTATION”*

“INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE FOTOATIVAÇÃO
NAS PROPRIEDADES DE UM CIMENTO RESINOSO DUAL UTILIZADO
PARA A FIXAÇÃO DE PINOS DE FIBRA DE VIDRO”

PIRACICABA

2013



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

MARIA DO CARMO AGUIAR JORDÃO MAINARDI

*“INFLUENCE OF DIFFERENT PROTOCOLS OF PHOTOACTIVATION IN DEGREE OF
CONVERSION AND KNOOP MICROHARDNESS OF A DUAL RESIN CEMENT USED
FOR FIBER POSTS CEMENTATION”*

Orientador: Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar

“INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE FOTOATIVAÇÃO NAS
PROPRIEDADES DE UM CIMENTO RESINOSO DUAL UTILIZADO PARA A FIXAÇÃO
DE PINOS DE FIBRA DE VIDRO”

Master dissertation presented to the Clinical Dentistry Post-Graduate Program of the Piracicaba Dental School of the University of Campinas to obtain the MsC grade in Clinical Dentistry with major in Operative Dentistry.

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica com área concentração em Dentística.

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL
DA TESE DEFENDIDA PELO ALUNO, E ORIENTADA
PELO PROF. DR. FLÁVIO HENRIQUE BAGGIO
AGUIAR.

Assinatura do Orientador

PIRACICABA, 2013

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
MARILENE GIRELLO – CRB8/6159 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

M284i Mainardi, Maria do Carmo Aguiar Jordão, 1981-
Influência de diferentes protocolos de fotoativação nas propriedades de um cimento resinoso dual utilizado para a fixação de pinos de fibra de vidro / Maria do Carmo Aguiar Jordão Mainardi. – Piracicaba, SP: [s.n.], 2013.

Orientador: Flávio Henrique Baggio Aguiar.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Dureza. 2. Polimerização. I. Aguiar, Flávio Henrique Baggio, 1977-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Influence of different protocols of photoactivation in degree of conversion and Knoop microhardness of a dual resin cement used for fiber posts cementation

Palavras-chave em Inglês:

Hardness

Polymerization

Área de concentração: Dentística

Titulação: Mestra em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Flávio Henrique Baggio Aguiar [Orientador]

Fabiana Mantovani Gomes França

Luís Alexandre Maffei Sartini Paulillo

Data da defesa: 26-04-2013

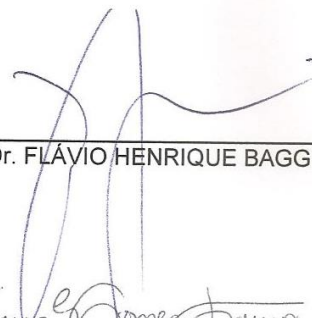
Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica



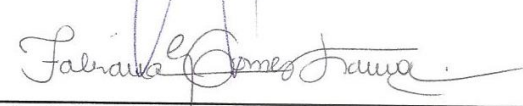
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



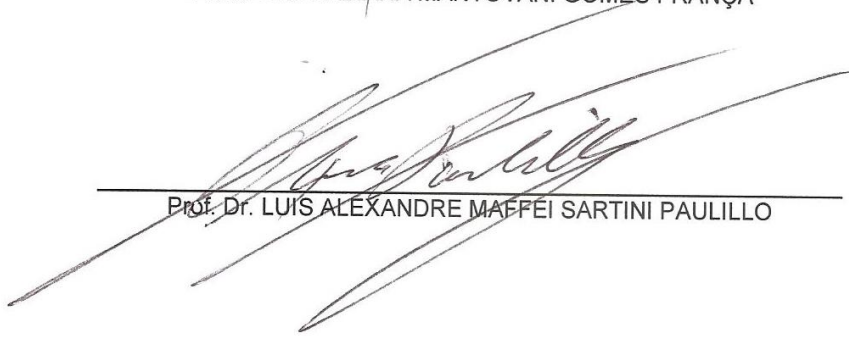
A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 26 de Abril de 2013, considerou a candidata MARIA DO CARMO AGUIAR JORDÃO MAINARDI aprovada.



Prof. Dr. FLÁVIO HENRIQUE BAGGIO AGUIAR



Profa. Dra. FÁBIANA MANTOVANI GOMES FRANÇA



Prof. Dr. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho aos meus pais, Paulo e Bernadete, aos meus irmãos João Paulo e Lili, aos meus sobrinhos Felipe e Rafael e à minha avó Maria do Carmo. Pessoas que eu amo muito e que são base da minha alegria no dia a dia.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, na pessoa do Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior, lugar que desde 2003 vem contribuindo para meu crescimento pessoal e profissional.

À Profa. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia, Coordenadora Geral do Programa de Pós-Graduação da FOP/UNICAMP.

Ao Prof. Dr. Márcio de Moraes, Coordenador do Curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da FOP/UNICAMP.

À Capes (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), pela bolsa concedida durante esses dois anos.

À banca do meu exame de qualificação, Prof. Dr. Américo Bortolazzo Correr, Profa. Dra. Maria Cecília Caldas Giorgi e Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, pela dedicação em analisar meu trabalho e pela qualidade de suas contribuições.

À minha banca de defesa, Profa. Dra. Fabiana Mantovani Gomes França, Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo, pelo aceite do meu convite e pela disponibilidade.

Aos professores da Universidade do Vale do Paraíba/UNIVAP, Prof. Dr. Airton Abrahão Martin, Prof. Dr. Luis Eduardo Silva Soares e, especialmente, ao Prof. Dr. Claudio Téllez Soto Loritto, pelo acolhimento, disponibilidade e paciência durante os dias em que estive lá.

Aos professores da Área de Dentística da FOP/UNICAMP, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, Prof. Dr. Luís Roberto Marcondes Martins, Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, Profa. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima, Prof. Dr. Marcelo Gianinni, pelos ensinamentos e dedicação durante esses dois anos.

Ao Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo, pelos ensinamentos, pela amizade, críticas, que sempre auxiliam no crescimento profissional e pessoal de todos.

À Mônica, secretária da Área de Dentística, pela paciência, pela amizade, pelo carinho, pela prontidão.

Aos meus novos colegas de Pós-Graduação, de mestrado e doutorado, uma turma séria, mas muito divertida.

À Jéssica, nova aluna de mestrado, que está ao meu lado desde a época de sua iniciação científica. Minha nova “irmãzinha”, obrigada por estar ao meu lado sempre que eu preciso. Obrigada por sua amizade.

Aos meus colegas de Pós- Graduação, Alan, Henrique, Carol, Ana Paula, em especial à Juliana, Núbia, Érick e Dayane, pela amizade que tive com vocês nesses dois anos. Passamos momentos bons e ruins dentro do laboratório, salas de seminário, clínica. Sem a companhia de vocês tudo seria mais difícil. Obrigada pela amizade e por serem as pessoas que são, companheiras e amigas.

Ao Anderson, mais conhecido como Dinho, por sua sempre disposição em ajudar no que for preciso.

Á Ciça. Não tenho palavras para agradecer a amizade que você sempre me proporcionou. Você sabe o quanto confio em você e em tudo o que você me diz em relação à minha vida pessoal e profissional. Espero poder contar sempre com você, assim como você em mim. Obrigada por tudo!

Ao meu orientado, Prof. Flávio, que me acolheu no mestrado e vem me proporcionando crescimento pessoal e profissional. Obrigada por seus ensinamentos, amizade, por toda a paciência e carinho com que trata seus orientados. Espero um dia retribuir ao alcance de tudo que você vem me proporcionando.

Às minhas amigas de faculdade Renatinha, Rê Lima e Suly. Foram momentos maravilhosos que passamos juntas durante quatro anos. Apesar de não nos vermos sempre, sei que sempre estaremos juntas em pensamentos e prontas para o que cada uma precisar.

Ao meu amigo Rafael Vitti, amigo de todas as horas, sempre pronto para me auxiliar no que eu preciso. Uma pessoa de caráter excepcional, de uma família muito íntegra que admiro muito.

Aos meus amados amigos da especialização, Rafa e Suly. Só a gente sabe os momentos que passamos juntos, quantas risadas, quantas implicâncias, quantas “brincas”. Vocês dois me fizeram evoluir como pessoa em muitos aspectos, que vocês sabem quais são. Obrigada por fazerem parte da minha vida neste período. Tenho certeza que se formou aí uma amizade sincera e verdadeira que vamos levar para a vida toda.

À minha querida amiga Valéria, mais conhecida como Vavá. Pessoa de opiniões e personalidade fortes, um exemplo de vida. Obrigada pelas nossas conversas e por me ensinar a ser uma pessoa melhor.

Às minhas eternas amigas Juliana e Amanda, juntas comigo há 25 anos. Somos três mulheres de personalidade totalmente distintas, mas que se complementam. Por isso estamos nessa há tanto tempo. Vocês sempre estiveram comigo nos momentos em que mais precisei, tanto nos tristes, mas também para comemorar minhas conquistas. Adoro os momentos em que estamos juntas, são momentos bem felizes para mim, e eu tenho certeza que eles nunca acabarão. Obrigada por fazerem parte da minha vida há tanto tempo. Vocês duas são muito especiais.

À minha prima Juliana, sempre tivemos muito carinho uma pela outra, mas agradeço que você tenha me procurado aquele dia de sábado para sairmos juntas,

porque desde então temos nos divertido muito, conversado muito. Com certeza eu ganhei uma grande amiga e sou muito grata à Deus por isso.

À minha prima Gabriela, mais irmã do que prima. Uma de minhas melhores amigas. Pessoa em quem eu confio muito e sei que posso contar sempre.

Aos meus sobrinhos Felipe e Rafael, coisinhas mais lindas do meu mundo. Não tinha idéia da quantidade de amor que se poderia ter por um sobrinho. Vocês são as preciosidades da minha vida.

Aos meus cunhados Vitor e Flávia, mais do que cunhados, estendo a palavra a irmãos. Vitor entrou na família por minha culpa e Flávia me conhece há um tempão. Obrigada por fazerem meus irmãos tão felizes. Com certeza essa felicidade se estende a mim.

À minha avó Maria do Carmo, matriarca de uma família enorme, a quem também estendo meus agradecimentos. Minha vozinha que é um exemplo de mulher e que, com todas as dificuldades, conseguiu constituir uma família maravilhosa e unida. Minha vó que esteve sempre à disposição para suprir as necessidades de todos os seus netos. Obrigada por ser uma avó de verdade e por nos mimar tanto. Amo muito você.

Aos meus irmãos João Paulo e Lili. Nunca poderia ter tido a infância maravilhosa que tive sem vocês do meu lado. E hoje, já adultos, é a minha alegria ter vocês por perto. Vocês são as pessoas em quem eu mais confio. Amo muito vocês.

Aos meus pais Paulo e Bernadete. A base da minha vida. Quero agradecer a tudo que já fizeram por mim. A todo cuidado, carinho, amor, ouvidos, que vocês ainda me proporcionam. Quero compartilhar essa conquista com vocês, pois só nós sabemos de todas as dificuldades que já enfrentamos juntos. Espero um dia retribuir a tudo isso. Amo vocês dois demais.

EPÍGRAFE

“A imaginação é mais importante que a ciência, porque a ciência é limitada, ao passo que a imaginação abrange o mundo inteiro.”

Albert Einstein

O objetivo neste estudo foi avaliar o grau de conversão (GC) e microdureza (KHN) de um cimento resinoso dual utilizado para a fixação de pinos de fibra de vidro. Para isso, foram utilizadas 45 raízes ($n=5$) de incisivos bovinos, as quais foram submetidas ao tratamento endodôntico e divididas em 8 grupos experimentais e um controle. Após o tratamento endodôntico, as raízes foram desobturadas e pinos de fibra de vidro White Post DC nº 3 foram cimentados, com o cimento resinoso dual RelyX ARC (3M-ESPE). A seguir, a fotoativação foi realizada com o aparelho LED (Valo-Ultradent) em quatro diferentes densidades de energia (7, 14, 20 ou 28 J/cm²) e dois diferentes tempos de espera (0 ou 2 minutos). O grupo controle não foi fotoativado. Após a cimentação as raízes com os pinos cimentados foram armazenadas em água destilada a 37° C durante 15 dias. Após esse período os valores de grau de conversão e microdureza Knoop foram coletados em três diferentes terços do canal radicular (Cervical, Médio e Apical). Os dados foram submetidos à análise de variância três fatores com parcelas subdivididas (ANOVA) e teste de Tukey. Comparações com o grupo controle foram realizadas pelo teste de Dunnett. Através dos resultados obtidos para grau de conversão, pode-se observar que o terço Cervical apresentou os maiores resultados, estatisticamente diferente dos demais terços, para todas as condições experimentais. O grau de conversão para o tempo de espera de 2 minutos foi estatisticamente maior do que aquele apresentado pelo tempo imediato. A densidade de energia 28 J/cm² apresentou os maiores valores de grau de conversão, com diferença estatística significativa das demais densidades de energia. Para os valores de microdureza, não houve diferenças estatísticas em relação aos tempos de espera. Dentro dos terços Cervical e Apical, não houve diferenças significantes em relação às densidades de energia. No terço Médio, a fotoativação com 14 J/cm² apresentou os maiores valores de microdureza, enquanto 28 J/cm² resultou nos menores. O terço Apical não diferiu estatisticamente em relação ao mesmo terço do grupo controle. Pelos resultados obtidos pode-se concluir que o grau de conversão foi influenciado pelas

densidades de energia e tempos de espera para a fotoativação, assim como pelo terço do canal radicular. Os valores de microdureza não foram influenciados pelo tempo de espera para a fotoativação, e as diferentes densidades de energia apresentaram comportamento semelhante nos terços Cervical e Apical.

Palavras-chave: canal radicular, polimerização, dureza, cimento resinoso, grau de conversão.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the degree of conversion and microhardness of dual-cured resin cement used for cementation of fiber posts. Forty-five roots of bovine incisors were used for this purpose. These roots were submitted to endodontic treatment and random assigned to 8 experimental groups and a control, all of them with n=5. After seven days, the fiber post White Post DC #3 was cemented with the dual-cured resin cement, RelyX ARC (3M-ESPE) in each root. Following this step, the light curing was performed with the 3^a generation LED device (Valo-Ultradent), with four different energy densities (7, 14, 20 or 28 J/cm²) and two different delay times (0 or 2 minutes). The control group was not light-cured. After the cementation, the roots were stored in distilled water at 37° C for 15 days, and the degree of conversion and Knoop microhardness were obtained in three different root segments (Cervical, Medium and Apical). Data were submitted to three-way split-spot ANOVA and Tukey's test. Dunnett's test was used for comparisons with control. Results of degree of conversion showed that the Cervical root segment obtained higher values than the others, at all experimental conditions. The degree of conversion values for 2-minutes delay time were higher than 0-minute delay-time. The energy density of 28 J/cm² obtained the highest values, with significant differences from the others energy densities. For microhardness values there were not significant differences between the delay times. For the Cervical and Apical root segments, there were not statistical differences for the energy densities tested. The energy density of 14 J/cm² showed the higher values of microhardness at the Medium root segment, while the 28 J/cm², showed the lowest. The Apical root segment obtained similar microhardness values from the same third at the control. In conclusion, the degree of conversion was influenced by the energy densities and delay times, as well as the root segment. The microhardness was not affected by the delay time at all conditions, and the energy densities showed similar behavior at Cervical and Apical root segments.

Key words: root canal, polymerization, hardness, resin cement, degree of conversion

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO:	5
“EVALUATION OF DEGREE OF CONVERSION AND KNOOP MICROHARDNESS OF A DUAL-CURED RESIN CEMENT SUBMITTED TO DIFFERENT STRATEGIES OF POLYMERIZATION”	
CONCLUSÃO	24
REFERÊNCIAS	25
APÊNDICE: Materiais e Métodos	28

INTRODUÇÃO

Os pinos de fibra de vidro foram introduzidos na Odontologia no início da década de 90 com o objetivo de auxiliar na retenção de restaurações de dentes tratados endodonticamente com extensa perda de estrutura coronária (Goracci *et al.*, 2011) e contribuir com a sua estética (Monticelli *et al.*, 2008). Possuem como principal vantagem o módulo de elasticidade semelhante ao da dentina (Toman *et al.*, 2009), o que auxilia na distribuição de tensões através da raiz (Soares *et al.*, 2012). Para a cimentação de pinos de fibra de vidro, são utilizados de forma rotineira os cimentos resinosos (Bitter *et al.*, 2012).

Os cimentos resinosos foram introduzidos no início da década de 50 com composição semelhante à de uma resina composta utilizada para restaurações. Como principais características, possuem propriedades adesivas, propriedades mecânicas superiores, além de menor solubilidade em comparação a outros tipos de cimentos odontológicos (Ramos *et al.*, 2012). Vários tipos de cimentos resinosos estão disponíveis no mercado, entre os quais: cimentos resinosos de ativação química, física ou dual, utilizados com sistemas adesivos autocondicionantes ou convencionais; e ainda, cimentos resinosos do tipo autoadesivos, os quais não necessitam de um tratamento adesivo previamente a cimentação (Campos *et al.*, 2012).

Os cimentos resinosos duais são classificados desta maneira por possuírem dois modos de ativação: química e física, sendo que a última ocorre através da luz (Simon *et al.*, 2012). O mecanismo de polimerização ocorre através da canforoquinona e peróxido de benzoíla, iniciadores responsáveis pela ativação física e química, respectivamente. Quando as pastas base e catalisadora do cimento são manipuladas e submetidas à fotoativação, há a formação de radicais livres através dos dois modos de ativação (Pick *et al.*, 2010). A ativação química dos cimentos resinosos duais ocorre através da reação entre peróxido de benzoíla e amina terciária, que libera radicais livres, os quais

promovem a polimerização independente da presença de luz (Souza-Júnior *et al.*, 2012). A ativação física inicia-se através fotoativação, que promove a excitação de uma molécula fotossensível, geralmente a canforoquinona, que reage com uma amina terciária, formando os radicais livres, os quais quebram as duplas ligações dos monômeros, iniciando o processo de polimerização (Ikemura *et al.*, 2010)..

A intensidade de luz que atinge o material restaurador diminui em proporções logarítmicas com o aumento da distância entre o mesmo e a fonte fotoativadora (Aguiar *et al.*, 2005; Leprince *et al.*, 2012), bem como é fortemente atenuada pela absorção e dispersão de luz pelo material restaurador (Arrais *et al.*, 2009). Sendo assim, a ativação química é necessária em regiões onde há deficiência de luz, como ocorre no canal radicular durante a cimentação de pinos de fibra de vidro, para assegurar um adequado grau de conversão do material (Acquaviva *et al.*, 2009).

A adequada polimerização de materiais poliméricos é um fator crucial na obtenção de propriedades físicas e performance clínica satisfatória (Ozyesil *et al.*, 2004). Insuficiente grau de conversão pode levar a propriedades mecânicas desfavoráveis, assim como aumento da solubilidade, contribuindo para microinfiltração, além de aumentar a lixiviação de substâncias tóxicas, diminuindo a biocompatibilidade (Ho *et al.*, 2011).

Outro fator que afeta a polimerização dos cimentos resinosos duais é o momento que se realiza a fotoativação. Tem sido sugerido que a fotoativação imediata dos cimentos resinosos duais pode prejudicar o grau de conversão do material, uma vez que a rápida formação de uma estrutura polimérica rígida causaria o confinamento de radicais livres formados pela ativação química, dificultando sua mobilidade e, assim, o desenvolvimento deste tipo de polimerização (Moraes *et al.*, 2009). Sendo assim, a fotoativação tardia (após alguns minutos do procedimento de cimentação) tem sido proposta, para que haja um aumento na concentração de radicais livres totais e, conseqüentemente, um aumento no grau de conversão final, melhorando as

propriedades mecânicas do polímero formado (Faria-e-Silva *et al.*, 2011). Entretanto, os diferentes cimentos resinosos duais disponíveis comercialmente possuem quantidades diferentes de iniciadores químicos, físicos e catalizadores, obtendo propriedades físicas e mecânicas específicas através de diferentes estratégias de ativação (Meng *et al.*, 2008).

Além disso, a densidade de energia que atinge o material também pode influenciar na obtenção de um grau de conversão adequado e, assim, nas propriedades físicas de materiais a base de resina composta. Densidade de energia é definida pelo produto entre irradiância e tempo de exposição (Marchan *et al.*, 2011). Diferentes valores de densidade de energia podem ser obtidos variando-se a irradiância e/ou o tempo de exposição à luz (Peutzfeldt *et al.*, 2005). Alta densidade de energia pode aumentar o grau de conversão desses tipos de materiais, assim como, melhorar suas propriedades físicas (Sakaguchi *et al.*, 1998). Sendo assim, com o uso de dispositivos fotoativadores com alta irradiância, há uma tendência na redução do tempo de exposição à luz e, conseqüentemente, do tempo clínico para a utilização de materiais resinosos fotopolimerizáveis (Leprince *et al.*, 2010). Sabendo-se que os cimentos resinosos duais possuem dois modos de polimerização ocorrendo simultaneamente quando há presença de luz, pode-se supor que, quando submetidos a um tempo de fotoativação reduzido, a polimerização química poderia contribuir para a manutenção do grau de conversão e propriedades físicas finais do polímero resultante.

Um método de se medir indiretamente o grau de conversão é o teste de dureza, sendo esta caracterizada como uma das mais importantes propriedades dos materiais (Cekic-Nagas *et al.*, 2010). Porém, a correlação entre os valores de grau de conversão e dureza pode ser imprecisa, já que o grau de conversão não caracteriza a estrutura do polímero formado (Dewaele *et al.*, 2009). Outros fatores como a densidade de ligações cruzadas e a quantidade de matriz orgânica e de partículas de cargas podem influenciar nos valores de dureza de um material (Marchan *et al.*, 2011).

A densidade de ligações cruzadas influencia as propriedades mecânicas do polímero formado e, assim, a sua estabilidade estrutural (Leprince *et al.*, 2013). A ligação cruzada ocorre quando um radical de uma cadeia polimérica em formação reage com uma ligação pendente de uma cadeia polimérica diferente. Através do aumento das ligações cruzadas, várias espécies reativas perdem a mobilidade já que ficam confinadas na rede polimérica, sendo impedidas de reagir com as ligações pendentes das moléculas de carbono (Soh *et al.*, 2004). A densidade de ligações cruzadas é, como o grau de conversão, influenciada pela densidade de energia. Alta dose de energia inicial induz a vários centros de crescimento de polímeros, resultando em polímeros com alta densidade de ligações cruzadas. Já a polimerização lenta, induzida por baixa dose de energia inicial, induz a menores quantidades de centros de crescimento, resultando em cadeias poliméricas predominantemente lineares (Benetti *et al.*, 2009), fatores que influenciam nos valores de dureza.

Sendo assim, o objetivo deste estudo foi avaliar o grau de conversão e a microdureza Knoop, nos terços cervical, médio e apical, de um cimento resinoso dual utilizado para a fixação de pinos de fibra de vidro, submetido a diferentes densidades de energia com diferentes tempos de espera para a fotoativação.

O presente estudo foi realizado em formato alternativo, conforme deliberação da Comissão Central de Pós-Graduação (CCPG) da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP nº001/98).

Capítulo:

“INFLUENCE OF DIFFERENT PROTOCOLS OF PHOTOACTIVATION IN DEGREE OF CONVERSION AND KNOOP MICROHARDNESS OF A DUAL RESIN CEMENT USED FOR FIBER POSTS CEMENTATION”

Abstract

The aim of this study was to evaluate the degree of conversion (DC) and microhardness of dual-cured resin cement used for cementation of fiber posts. Forty-five roots of bovine incisors were used for this purpose. These roots were submitted to endodontic treatment and random assigned to 8 experimental groups and a control, all of them with n=5. After seven days, the fiber post White Post DC #3 was cemented with the dual-cured resin cement, RelyX ARC (3M-ESPE) in each root. Following this step, the light curing was performed with the 3rd generation LED device (Valo-Ultradent), with four different energy densities (7, 14, 20 or 28 J/cm²) and two different delay times (0 or 2 minutes). The control group was not light-cured. After the cementation, the roots were stored in distilled water at 37° C for 15 days, and the DC and Knoop microhardness were obtained in three different root segments (Cervical, Medium and Apical). Data were submitted to three-way split-spot ANOVA and Tukey's test. Dunnett's test was used for comparisons with control. Results of the DC showed that the Cervical root segment obtained higher values than the others, at all experimental conditions. The DC values for

2-minutes delay time were higher than 0-minute delay-time. The energy density of 28 J/cm² obtained the highest values, with significant differences from the others energy densities. For microhardness values there were not significant differences between the delay times. For the Cervical and Apical root segments, there were not statistical differences for the energy densities tested. The energy density of 14 J/cm² showed the higher values of microhardness at the Medium root segment, while the 28 J/cm², showed the lowest. The Apical root segment obtained similar microhardness values from the same third at the control. In conclusion, the DC was influenced by the energy densities and delay times, as well as the root segment. The microhardness was not affected by the delay time at all conditions, and the energy densities showed similar behavior at Cervical and Apical root segments.

Key words: root canal, polymerization, hardness, resin cement, degree of conversion

Introduction

Fiber posts were introduced at the beginning of 90's to contribute for retention of restorations of endodontically treated teeth with extensive coronal loss. ¹ The retention of fiber post to radicular dentin is obtained through various types of luting agents, of which is included the dual-cured resin cements. ² Fiber posts provide a low-modulus restoration that may help to prevent cracks propagating into dentin, compared to cast posts. ³

Dual-cured resin cements are the most commonly used material for luting fiber posts ⁴ that combines the desirable properties of chemical and light-cured resin cements. They have two types of initiators, camphorquinone and benzoyl peroxide, which are responsible for light and chemical curing, respectively. ⁵ The light- and chemical-curing mechanisms are complementary and occur through independent pathways. ⁶ Further, the chemical curing is crucial because it favors the polymerization where the radiant

energy is unavailable, such as the apex of radicular canal.⁷ Insufficient polymerization, or degree of conversion (DC), is related to poor physical and mechanical properties of the polymer, besides the release of residual monomers.⁸ Mechanical properties such as microhardness, flexural strength, and others properties, such as sorption and solubility, are related to the degree of conversion and the structure of the polymer network.⁹

It has been reported that the immediate light curing of dual resin cements may entrap free radicals from the chemical curing, impairing this type of polymerization, causing the overall reduction of the DC.¹⁰ Therefore, a delay period for light curing has been suggested, with the purpose of an increase of the overall free-radical concentration, which would lead to a higher ultimate DC, improving the mechanical properties of the cement.¹¹

Another factor that could affect the DC of resin-based materials is the energy density, which is defined by the product of irradiance and time of light curing.^{12,13} High energy density can increase the DC of resin-based materials and their mechanical properties.¹⁴ The use of high irradiance light source could reduce the light curing time and thus the chair time for the use of photoactivated resin-based materials.¹⁵ However the high irradiance provides the fast free radical and polymer formation and this fact could entrap the chemical curing free radicals, jeopardizing this type of polymerization.

Microhadness is a test which is used to indirectly measure the degree of conversion.¹⁶ Hardness is one of the most important properties of the resin-based materials, and it is influenced by several factors, such as the nature of the matrix, type of filler, filler load of the resin cement.¹⁷ However the correlation between hardness and degree of conversion may be contradictory, as the resulting polymer can have different cross-linked densities which affect the microhardness values, and did not necessarily affect the degree DC.¹⁸ It is expected that a high crosslinked density polymer formed in the root canal has higher resistance to displacement and bond strength than a liner polymer.

Therefore, the aim of this study was to evaluate the degree of conversion and microhardness of a dual resin cement submitted to different energy densities and delay times for light curing, at three root segments (Cervical, Medium and Apical). The null hypothesis is that such physical properties might not be affected by the energy densities, delay times and root segment.

Materials and Methods

Forty-five freshly extracted bovine incisors with mature apices and without root curvature and with similar length were used. The crowns were separated from their roots with a double-sided diamond disc (KG, Cotia, SP, Brazil), and a standardized root length of 18 mm, all of these measured with a digital caliper (Mitutoyo, Suzano, St. Paul, Brazil), was obtained.

The endodontic treatment was performed by the step-back preparation with stainless steel K-files and #3 to #5 Gates-Gliden burs (Moyco Union Broach, York, PA, USA), under irrigation with saline solution. After the preparation, the root canals were irrigated with EDTA. The filling was made by lateral condensation technique using gutta-percha cones and an endodontic cement containing calcium hydroxide (Sealer 26, Dentsply, York, PA, USA). The filled roots were stored in distilled water at 37° C for seven days.

Cementing technique

Each root was enlarged with a bur, supplied by the manufacturer of the fiber post, providing access for a post drill, using a low-speed handpiece, whereas 4 mm of the endodontic filling was left at the apex of each canal.

For all groups, the #3 double conicity translucent glass fiber post (White Post DC, FGM, Joinville-SC, Brazil) was cleaned with 37% phosphoric acid (Condac 37, FGM,

Joinville-SC, Brazil) for 30 s, following by water-rinsing and air-drying. Silane (Silano, Angelus, Londrina-PR, Brazil) was applied on each post for 60 s, following by air-drying.

Each root was etched with 37% of phosphoric acid (Conduct 37, FGM, Joinville-SC, Brazil) for 15 s and water-rinsed for 30 s. Excess of water was removed with paper points (Endopoints, Manacapuru, Brazil) and then the adhesive system Adper Scotchbond Multipurpose (3M-ESPE, Saint Paul-MN, USA) composed by an activator, primer and catalyst was applied respectively., according to the manufacturer recommendations, as described on table 1.

Table 1: Composition of the adhesive system and the resin cement.

Material	Composition	Mode of application
Scotchbond Multipurpose	Activator: ethyl alcohol, sodium benzenesulfinate	Application with a micro-brush, removing excess with paper points and air-drying for 5s
	Primer: 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA), copolymer of acrylic and itaconic acids, water	Application with a micro-brush, removing excess with paper points and air-drying for 5s
	Catalyst: BisGMA (Bisphenol glycidil dimethacrylate), HEMA (hidroxyethyl methacrylate), benzoyl peroxide, triphenylphosphine	Application with a micro-brush and air-drying for 5s
RelyX ARC	Paste A: BisGMA, TEGDMA (Trithyleneglycol dimethacrylate), dimethacrylate polymer, amine, camphorquinine Paste B: BisGMA, TEGDMA, dimethacrylate polymer, benzoyl peroxide	Manipulation of the pastes for 10 s

After the adhesive system application, five doses of RelyX ARC (3M-ESPE, Saint Paul-MN, USA) were manipulated for 10 s and inserted on each root canal with the metal tip of a Centrix syringe (Centrix. Incorporated, Shelton, EUA). The filled roots were randomly divided into 9 groups (n=5): eight experimental groups according to energy density (7, 14, 20 or 28 J/cm²), and delay time for light curing (0 or 2 minutes); and a control, which was not light-cured (Table 1).

After the fiber post cementation, the photoactivation was performed with a light-emitting diode (LED) device (Valo, Ultradent Products, Inc., South Jordan-UT, USA), according to the following groups:

Table 2: Experimental groups and control

Groups	Energy density (J/cm²) – Irradiance x time of photoactivation	Delay time (minutes)
G1	20 - 1,000 x 20	0
G2	20 - 1,000 x 20	2
G3	14 - 700 x 20	0
G4	14 - 700 x 20	2
G5	7 - 350 x 20	0
G6	7 - 350 x 20	2
G7	28 - 700 x 40	0
G8	28 - 700 x 40	2
G9 (without photoactivation)	_____	_____

The irradiance values were monitored by a radiometer (Model 100 Optilux Radiometer, Kerr, Middleton, WI, USA) and those lower than 1,000 mW/cm² were obtained with the aid of silicone-based spacers put on the coronal side of each root previously the light curing. For the irradiances 1,000 and 700 mW/cm², the tip of the light source was put in 45° with the fiber post. The specimens were stored in distilled water at 37° C for 15 days.

After the storage period, the specimens were sectioned into 1-mm thick slabs, using a diamond cutting disc (EXTEC DIA WAFER BLADE 4" x 0,12 x ½ (102 mm x 0,3 mm x 127 mm)) coupled to a metallographic cutter (Isomet 1000, Buehler Ltda; Lake Buff, IL, USA). The first slab of each specimen was dismissed, and the remaining slabs were divided into three root segments: Cervical, Medium and Apical. The coronal face of each root segment was marked and used for degree of conversion and Knoop microhardness measurements.

Degree of conversion measurements

The coronal side of each slab was put on a support of the Confocal Spectrometer Raman (River Diagnostics Model 3510 Analyser), of which a laser was attached with excitation of 785 nm. Two measurements were obtained to each slab, in the medium distance between the post and the dentin, with 40 seconds of exposure time and 1 accumulation. Collected spectra ranged from 400 and 1,800 cm⁻¹. The Opus software was used for the fluorescence subtraction. The spectra correspondent to C=C aromatic stretching mode at 1,638 cm⁻¹, and C=C aliphatic at 1,608 cm⁻¹ were analyzed by the Origin 6.0. software (Microcal Software, Inc., Northampton, MA, USA). For the non-polymerized measurement, one portion of each part of the resin cement was manipulated and put on the sample holder of the spectrometer. The measurements were made through the methods above described. The DC was calculated through the following equation:

$$DC (\%) = 100 * [1 - R_{polymerized} / R_{unpolymerized}]$$

$R = \text{peak at } 1.638 \text{ cm}^{-1} / \text{peak at } 1.608 \text{ cm}^{-1}$

Microhardness measurements

The microhardness was measured using the Knoop hardness test (Shimadzu, Japan) set at 20 g for 10 s. Three indentations were made in cementation line of each specimen. The largest diagonal of the lozenge-shaped indentation in each specimen was measured. The mean of these three indentations was measured and the KHN values were obtained.

Data were submitted to three-way split-plot ANOVA and Tukey's test. The Dunnett test was used for comparison between the experimental groups and the control. All tests were performed at $p < 0.05$.

Results

DC Analysis

The results of DC are presented on table 3. There were significance for the factors energy density ($p < 0.0001$), root segment ($p < 0.0001$), and delay time ($p = 0.0114$). There were not interactions between the factors delay time and energy density ($p = 0.1428$); delay time and root segment ($p = 0.7498$); and energy density and root segment ($p = 0.0808$). The interaction among the factors energy density, delay time and root segment was not significant ($p = 0.4133$). Significant differences concerning DC were found for the Cervical root segment, which showed the highest values, comparing to Medium and Apical. Concerning the delay time, 2-min delay time obtained the highest DC values comparing to 0 minute (immediate), for all energy densities. Statistical differences were found for the energy densities concerning the delay time 0 and 2 minutes, where 28 J/cm² obtained the highest DC values and 14 J/cm², the lowest for both delay times. The Cervical root segment at 28 J/cm² was statistically different from

the same root segment of the control (Dunnett test) for both delay time. The same was obtained for the Medium at 14 J/cm² at 0-min delay time.

KHN Analysis

The results of KHN are presented on table 4. There were interactions between the factors energy density and root segment ($p=0.0119$), but no interactions between delay time and energy density ($p=0.4581$); and delay time and root segment ($p=0.053$). The interaction among the factors energy density, delay time and root segment was not significant ($p=0.5027$). The KHN values were similar for all thirds at all experimental condition, excepted at 7 J/cm² and 2-min delay time, when the Apical root segment obtained the lowest value. There were no statistical difference concerning the KHN values for the energy densities at the Cervical and Apical third the delay times tested. For the Medium third, the KHN values at 14 J/cm² were statistically different from 28 J/cm². The Dunnett test showed no statistical difference for the Apical from the same root segment of the control. However, for the Medium root segment, the KHN values at the energy densities 7, 14 and 20 and 0-min delay time, and at 7 and 14 and 2-min delay time, were higher than control. The KHN values concerning the Cervical obtained significant higher values from the same root segment of the control at the energy densities 7 and 14 J/cm² and 0-min delay time, and at 7, 14 and 20 J/cm² and 2-min delay time

Table 3: Results of DC (Standard Deviation).

Delay time (minutes)	Energy density (J/cm ²)	Root Segment			Tukey
		Cervical	Medium	Apical	
0	7	*83.68 (2.88)	*84.02 (1.46)	*81.92 (3.11)	b
	14	*84.04 (1.58)	*#78.32 (4.52)	*81.21 (2.09)	c
	20	*85.45 (2.73)	*85.03 (2.65)	*83.25 (3.59)	b
	28	*#88.22 (0.24)	*88.32 (1.40)	*85.88 (1.39)	a
2	7	86.78 (1.40)	85.04 (1.09)	84.53 (1.23)	b
	14	85.46 (1.84)	82.37 (3.52)	82.21 (0.61)	c
	20	87.30 (2.10)	84.66 (2.07)	84.33 (1.26)	b
	28	*#88.09 (1.77)	86.77 (1.38)	86.36 (1.92)	a
Tukey		A	B	B	
Control		84.51 (2.29)	84.84 (1.18)	83.29 (2.17)	

* Significant differences between the delay times; # Statistical differences from the control concerning the same third; Vertical lowercase letters and horizontal uppercase letters differ statistically.

Table 4: Results of KHN (Standard Deviation).

Delay time (minutes)	Energy density (J/cm ²)	Root Segment		
		Cervical	Medium	Apical
0	7	#45.99 (4.72) Aa	#44.77 (1.82) Aab	41.00 (1.86) Aa
	14	#46.77 (2.90) Aa	#46.67 (3.54) Aa	42.68 (4.11) Aa
	20	42.80 (0.69) Aa	#43.51 (1.82) Aab	41.05 (3.71) Aa
	28	42.91 (3.32) Aa	41.45 (1.72) Ab	41.60 (3.31) Aa
2	7	#46.05 (1.83) Aa	#43.65 (1.43) Aab	37.58 (4.33) Ba
	14	#45.05 (2.23) Aa	#44.27 (3.27) Aa	40.27 (2.05) Aa
	20	#46.67 (4.24) Aa	41.41 (2.95) Aab	42.00 (1.52) Aa
	28	42.10 (1.49) Aa	39.05 (1.06) Ab	38.62 (1.78) Aa
Control		39.89 (0.44)	39.09 (0,76)	38.86 (0.63)

Statistical differences from the control concerning the same third; Horizontal uppercase letters and vertical lowercase letters differ statistically.

Discussion

The results showed that the DC was affected by the three factors (energy density, delay time and third of the root canal), and the KHN was influenced by the energy density and the root segment of the canal, so the null hypothesis was rejected.

In the present study, the Cervical root segment obtained the highest DC values, followed by the Medium and Apical, that were not statistical different from each other. It is known that the light suffers absorption and scattering by the resin cement and the

fiber post during the light curing,¹⁹ that may have impaired the photoactivation of the resin cement along the dowel space, even with the use of a translucent fiber post. So the Apical root segment probably relied especially on the chemical curing to develop polymers, as this segment was not statistically different from the same segment of the control.

The idea that the immediate light curing could impair the degree of conversion of dual-cured resin cements was supported by the present study. The results of this study showed that the 2-min delay time obtained better DC values than the immediate delay time. The explanation for this result is based on entrapment of free radicals from the chemical curing on the developing polymer from the light curing. It has been reported that the immediate light curing stiffens the polymer chains and jeopardize the propagation of the chemical curing, hence the delay time has been proposed to increase the overall DC.²⁰

The DC was also influenced by the intensity of light reaching to the resin-based material. In the present study, the energy density 28 J/cm² obtained the highest DC values, while the 14 J/cm² obtained the lowest. The irradiance used for these two energy densities were 700 mW/cm². However at 28 J/cm², the time of light curing was 40 s and, at 14 J/cm², this time was 20 s. Higher time of photoactivation induces a higher amount of photons to the target, which leads to a more amount of free radicals originated from the light curing and consequently to a high conversion of the double bounds C=C to C-C, that sets the degree of conversion.²¹ So the total energy amount delivered from the light source with a higher time of light curing might have contributed for this result.

It is interesting to observe that the DC was not different from the control, except for two situations (28 J/cm² at 0 and 2-min delay time on Cervical root segment; and 14 J/cm² at 0-min delay time on Medium). Dual resin-based materials probably have a lower amount of chemical activators in order to not hinder the working time.²² So, it has been suggested that the chemical curing alone is not sufficient to promote a proper DC

of dual-cured resin cements and the light curing is crucial for the material obtain the desirable physical and mechanical properties, though these two mechanics are independents.²³ The dual-cured resin cements has a DC ranged about 80 %, ²⁴ which is in accordance with the present study, even for the control group, without light curing. Two explanations for this finding is the composition of RelyX ARC, which has the monomer TEGDMA, a linear and low-viscosity molecule that has the ability of increases the DC of resin-based materials. ²⁴ In the present study, the measurements of DC were made 15 days after the cementation, which might be contribute to a high DC values for the control, without differences from the experimental group. Further the adhesive system used in the present study was the Scotchbond Multipurpose Plus that has a catalyst solution among the components. This solution contains coinitiators systems, such as tertiary amine/benzoyl peroxide, that catalyse the chemical curing and increase the monomer conversion, mainly in the regions where the light does not reach. ²⁵

However, despite significant differences among the groups, the results of degree of conversion of this study ranged around 80% at all conditions, which is a high value, comparing with other resin-based materials. ²⁴ So, it is possible to infer that the chemical curing was able to compensate the lower amount of radiant exposure that was delivered in the deepest layers of the resin cement.

Several authors correlate DC with microhardness. ^{12, 26, 27,28} The higher microhardness the higher DC. ^{12,26} However this relation might not happen in all situations, as the conversion is an average measurement that does not take into account the low and high conversion regions of the polymer. Furthermore, the polymers differ in crosslinked densities. So polymers may have different crosslinked densities with similar DC. ²⁹ The present study showed no relation between DC and microhardness. Unlike the results of DC, the microharness values did not differ when taking into account the delay time. And it was similar for the thirds of the root canal, except for one condition (Apical third at 7 J/cm² and 2-min delay time).

By the analysis of the KHN values, it was observed that there were not statistical differences among the energy densities for the Cervical and Apical root segments. Only the Medium obtained these differences. The Cervical root segment is in direct contact with the light from the light source. It is known that the continuous light curing promotes a high and fast amount of free radicals and growth centers of polymers that causes the vitrification phase and crosslinked densities.³⁰ It could be suggested that, at this third of the root canal, all energy densities tested were equally sufficient to reach to this vitrification phase and crosslinked densities, and the additional 20 s (total of 40 s) from 28 J/cm² did not contribute to an increase of the KHN values. As the Cervical root segment, the Apical obtained similar results concerning the energy densities. However along the root canal the light is absorbed and scattered.¹⁷ Probably at this third of the root canal the polymerization relied especially on the chemical curing to develop crosslinked densities, with little contribution of the light to obtain the KHN values. Unlike these thirds, there were statistical differences among the energy densities tested at the Medium root segment. The measurements at this root segment were made around 3 mm beneath the opening of the root canal. It can be inferred that even with the absorption and scattering of the light by the restorative material, the light reached to the cement at this region. So the both modes of activation (photo and chemical) may have contributed to the development of the KHN values.

Considering the KHN values, there were not statistical differences among the thirds of the root canal. Like it was already mentioned, the Cervical root segment probably relied on the photoactivation and the Apical, on the chemical activation. It is in accordance with the literature that the fast polymerization by the continuous light curing causes a high amount of crosslinked densities in the polymer, thus increasing the KHN values. Unlike this mode, the chemical curing promotes a slow rate of polymerization, which produces low amount of free radicals and growth centers, and consequently more linear polymers.¹⁸ The possibility for this absence of differences is the use of the catalyst previously the resin cement. This catalyst, compound by chemical initiators such

as benzoyl peroxide, makes the reaction faster, that could have promote a higher amount of free radicals and thus a crosslinked network of the polymer on this third of the root canal..

Concerning the comparisons to the control, the Apical root segment obtained similar results. It was due the absence of light reaching to this third. So, as the control, the Apical root segment relied on the chemical curing to form the resulting polymer. The Cervical and the Medium were statistically different from the control in some situations, such as at 7 and 14 J/cm² in both delay time and for 20 J/cm² for the delay time immediate. Unlike these energy densities, 28 J/cm² did not differ from the control. It could be said that the fast vitrification fase of the polymer at this intensity of light impaired the free radicals formed by the chemical activation to develop crosslinked density of the resulting polymer. However, at 7 and 14 J/cm², the low intensity of light did not impair the chemical curing, and could be suggest that the both modes of activation were synergic to achieve crosslinked densities, which in a different result from the control.

The cementation of fiber posts has become common in restorative dentistry and self- and dual-cure resin cements are indicate for this procedure. There are several concerns about the polymerization in the apical region of the root canal. In general, the results of the present study showed similar DC and KHN values for all factors tested. It shows that the resin cement tested obtained efficient results, even in the deepest region of the root canal. These results could indicate a good performance of the material in fiber post cementation in obtaining favorable properties, such as degree of conversion and Knoop microhardness.

Conclusions:

- The energy densities affected the DC values at all root segments (Cervical, Medium, Apical) and the 2-min delay time was better than the immediate;
- The energy density of 28 J/cm² obtained the better DC values, comparing to the others;
- The high energy density (28 J/cm²) did not contributed to better KHN values neither the 2-min delay time;

References:

1. Goracci G & Ferrari M (2011) Current perspectives on post systems: a literature review *Australian Dental Journal* **56(1)** 77-83.
2. Erdemir U, Sar-Sancakli H, Yildiz E, Ozel S, Batur B (2011) An in vitro comparison of different adhesive strategies on the micro push-out bond strength of a glass fiber post. *Medicina Oral Patologia Oral y Cirurgia Bucal* **16(4)** e626-634.
3. Marques de Melo R, Bottino MA, Galvão RK, Soboyejo WO (2012) Bond strengths, degree of conversion of the cement and molecular structure of the adhesive-dentin joint in fibre post restorations *Journal of Dentistry* **40(4)** 286-294.
4. Archegas LR, de Menezes Caldas DB, Rached rN, Soares P, Souza EM (2012) Effect of ceramic veneer opacity and exposure time on the polymerization efficiency of resin cements *Operative Dentistry* **37(3)** 281-289.
5. Komori PC, de Paula AB, Martin AA, Tango RN, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L (2010) Effect of light energy density on conversion degree and hardness of dual-cured resin cement *Operative Dentistry* **35(1)** 120-124.

6. Baena E, Fuentes M, Garrido M, Rodríguez J, Ceballos L (2012) Influence of post-cure time on microhardness of self-adhesive resin cements inside the root canals *Operative Dentistry* **37(5)** 548-556.
7. Acquaviva PA, Cerutti F, Adami G, Gagliani M, Ferrari M, Gherlone E, Cerutti A (2009) Degree of conversion of three composite materials employed in the adhesive cementation of indirect restorations: A micro-Raman analysis *Journal of Dentistry* **37(8)** 610-615.
8. Tezvergil-Mutluay A, Lassila LV, Vallitu PK (2007) Degree of conversion of dual-cured luting resins light-polymerized through various materials *Acta Odontologica Scandinavica* **65(4)** 201-215.
9. Gajewski VE, Pfeifer CS, Fróes-Salgado NR, Boaro LC, Braga RR (2012) Monomers used in resin composites: degree of conversion, mechanical properties and water sorption/ solubility *Brazilian Dental Journal* **23(5)** 508-514.
10. Ramos MB, Pegoraro TA, Pegoraro LF, Carvalho RM (2012) Effects of curing protocol and storage time on micro-hardness of resin cements used to lute fiber-reinforced resin posts *Journal of Applied Oral Science* **20(5)** 556-562.
11. Faria-e-Silva A, Boaro L, Braga R, Piva E, Arias V, Martins L (2011) Effect of immediate or delayed light activation on curing kinetics and shrinkage stress of dual-cured resin cements *Operative Dentistry* **36(2)** 196-204.
12. Soares LES, Martin AA, Pinheiro ALBP, Pacheco MTT (2004) Vicker's hardness and Raman spectroscopy evaluation of a dental composite cured by an argon laser and a halogen lamp *Journal of Biomedical Optics* **9(3)** 601-608.
13. Marchan SM, White D, Smith WA, Raman V, Coldero L, Dhuru V (2011) Effect of reduced exposure times on the microhardness of nanocomposites polymerized by QTH and second-generation LED curing lights *Operative Dentistry* **36(1)** 98-103.

14. Sakaguchi RL & Berge HX (1998) Reduced light energy density decreases the post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites *Journal of Dentistry* **26(8)** 695-700.
15. Leprince JG, Lamblin G, Devaux J, Dewaele M, Mestdaqh M, Palin WM, Gallez B, Leloup G (2010) Irradiation modes' impact on radical entrapment in photoactive resins *Journal of Dental Reserch* **89(12)** 1494-1498.
16. Cekic-Nagas I & Ergun G (2011) Effect of different light curing methods on mechanical and physical properties of resin-cements polymerized through ceramic discs *Journal of Applied Oral Science* **19(4)** 403-412.
17. Vignolo V, Fuentes MV, Garrido MA, Rodríguez J, Ceballos L (2012) Microhardness of different resin cement shades inside the root canal *Medicina Oral Patología Oral y Cirurgia Bucal* **17(5)** e859-64.
18. Dewaele M, Asmussen E, Peutzfeldt A, Munksgaard EC, Benetti AR, Finné G, Leloup G, Devaux J (2009) Influence of curing protocol on select properties of light-curing polymers: degree of conversion, volume contraction, elastic modulus, and glass transition temperature *Dental Materials* **25(12)** 1576-1584.
19. Pereira SG, Fulgêncio R, Nunes TG, Toledano M, Osorio R, Carvalho RM (2010) Effect of curing protocol on the polymerization of dual-cured resin cements *Dental Materials* **26(7)** 710-718.
20. Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC (2002) Mechanical properties of resin cements with different activation modes *Journal of Oral Rehabilitation* **29(3)** 257-262.
21. Ozturk B, Cobanoglu N, Cetin AR, Gunduz B (2013) Conversion degrees of resin composites using different light sources *European Journal of Dentistry* **7(1)** 102-129.

22. Moraes RR, Faria-e-Silva AL, Oqliari FA, Correr-Sobrinho L, Demarco FF, Piva E (2009) Impact of immediate and delayed light activation on self-polymerization of dual-cured dental luting agents *Acta Biomaterialia* **5(6)** 2095-2100.
23. Kim YK, Kim SK, Kim KH, Kwon TY (2009) Degree of conversion of dual-cured resin cement light-cured through three fibre posts within human roots canals: an ex vivo study *Internacional Endodontic Journal* **42(8)** 667-674.
24. Faria-e-Silva AL, Arias VG, Soares LE, Martin AA, Martins LR (2007) Influence of fiber-post translucency on the degree of conversion of a dual-cured resin cement *Journal of Endodontics* **33(3)** 303-305.
25. Faria-e-Silva AL, Mendonça AAM, Garcez RMVB, de Oliveira AS, Moreira AG, Moraes RR (2012) Adhesion strategy and early bond strenghts of glass-fiber posts luted into root canals *Brazilian Oral Research* **26(5)** 485-487.
26. Pedreira AP, Pegoraro LF, de Góes MF, Pegoraro TA, Carvalho RM (2009) Microhardness of resin cements in the intraradicular environment: effects of water storage and softening treatment *Dental Materials* **25(7)** 868-876.
27. Sinhoreti MAC, Manetta IP, Tango RN, Iriyama NT, Consani RLX, Correr-Sobrinho L (2007) Effect of light-curing methods on resin cement Knoop microhardness at different depths *Brazilian Dental Journal* **18(4)** 305-308.
28. Yan YL, Kim YK, Kim K-H, Kwon T-Y (2010) Changes in degree of conversion and microhardness of dental resin cements *Operative Dentistry* **35(2)** 203-210.
29. Soh MS & Yap AUJ (2004) Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures *Journal of Dentistry* **32** 321-26.
30. Asmussen E & Peutzfeldt A (2001) Influence of selected components on crosslink density in polymer structures *European Journal of Oral Science* **109(4)** 282-285.

CONCLUSÃO

Através dos resultados obtidos no presente estudo pode-se concluir que:

- O grau de conversão foi influenciado pelas densidades de energia, e tempos de espera para a fotoativação. A densidade de energia de 28 J/cm² e o tempo de espera de dois minutos apresentam os maiores valores de grau de conversão;
- O terço Cervical apresentou os maiores resultados para grau de conversão em relação aos demais terços do canal radicular;
- Os valores de microdureza Knoop não foram influenciados pelo tempo de espera para a fotoativação;
- A maior densidade de energia utilizada (28 J/cm²) não contribuiu para um aumento nos valores de microdureza Knoop.

REFERÊNCIAS

Aguiar FH, Lazzari CR, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. *Braz Oral Res.* 2005 Oct-Dec; 19(4): 302-6.

Arrais CAG, Giannini M, Rueggerberg FA. Kinetic analysis of monomer conversion in auto- and dual- polymerizing modes of commercial resin luting agents. *J Prosthet Dent.* 2009 Feb; 101(2): 128-36.

Bennetti AR, Asmussen E, Munksgaard EC, Dewaele M, Peutzfeldt A, Leloup G, Devaux J. Softening and elution of monomers on ethanol. *Dent Mater.* 2009 Aug; 25(8): 1007-13.

Bitter K, Perdigão J, Exner M, Neumann K, Kielbassa AM, Sterzenbach G. Reliability of fiber post bonding to root canal dentin after simulated clinical function. *Oper Dent.* 2012; 37(4): 397-05.

Campos EA, Calixto LR, Bandéca MC, Clavijo V, Andrade MF, Vaz LG. Effect of resin cement system and root region on the push-out bond strength of a translucent fiber post. *Oper Dent.* 2012 Jan-Feb; 37(1): 80-6.

Ho YC, Lai YL, Chou IC, Yang SF, Lee SY. Effects of light attenuation by fiber posts on polymerization of a dual-cured resin cement and microleakage of post-restored teeth. *J Dent.* 2011 Apr; 39(4): 309-15.

Ikemura K, Endo T. A review of the development of radical photopolymerization initiators and methods for designing light-curing dental adhesives and resin composites. *Dent Mater J.* 2010; 29(5): 481-01.

Jiménez-Planas A, Ábalos C, Llamas R. Developments in polymerization lamps. *Quintessence Int.* 2008 Feb; 39(2): e74-84.

Leprince JG, Leveque P, Nysten B, Gallez B, Devaux J, Leloup G. New insight into the “depth of cure” of dimethacrylate-based dental composites. *Dent Mater*. 2012 May; 28(5): 512-20.

Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G. Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency. *Dent Mater*. 2013 Feb; 29(2): 139-56.

Jiménez-Planas A, Ábalos C, Llamas R. Developments in polymerization lamps. *Quintessence Int*. 2008 Feb; 39(2): e74-84.

Meng X, Yoshida K, Atsuta M. Influence of ceramic thickness on mechanical properties and polymer structure of dual-cured resin luting agents. *Dent Mater*. 2008 May; 24(5): 594-9.

Monticelli F, Ferrari M, Toledano M. Cement system and surface treatment selection for fiber post luting. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2008 Mar; 3(3): e214-21.

Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *J Dent Res*. 2005 Jul; 84(7): 659-62.

Pick B, Gonzaga CC, Junior WS, Kawano Y, Braga RR, Cardoso PEC. Influence of curing light attenuation caused by aesthetic indirect restorative materials on resin cement polymerization. *Eur J Dent*. 2010 Jul; 4(3): 314-23.

Simon JF, Darnell LA. Considerations for proper selection of dental cements. *Compend Contin Educ Dent*. 2012 Jan; 33(1):28-30, 32, 34-5; quiz 36, 38. Review.

Soares CJ, Pereira JC, Valdivia ADCM, Novais VR, Meneses MS. Influence of resin cement and post configuration on bond strength to root dentine. *Int Endod J*. 2012 Feb; 45(2): 136-45;

Toman M, Toksavul S, Sarikanat M, Firidinolgu K, Akin A. The evaluation of displacement resistance of glass FRC posts to root dentine using a thin slice push-out test. *Int Endod J*. 2009 Sep; 42(9): 802-10.

Ozyesil AG, Usumez A, Gunduz B. The efficiency of different light sources to polymerize composite beneath a simulated ceramic restoration. *J Prosthe Dent*. 2004 Feb; 91(2): 151-57.

Soh MS, Yap AU. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent*. 2004 May; 32(4): 321-6.

MATERAIS E MÉTODOS

Materiais:

Os materiais utilizados neste estudo, assim como suas composições e modos de aplicação estão detalhados nas tabelas 1 e 2 e ilustrados nas figuras 1 e 2.

Tabela 1: Material, composição e fabricante do pino intrarradicular.

Material	Composição	Fabricante
White Post DC nº 3	Fibra de vidro e resina epóxica	FGM



Figura 1: Pino de fibra de vidro White Post DC nº 3

Tabela 2: Material, composição, modo de aplicação e fabricante dos materiais utilizados para a cimentação dos pinos intrarradiculares.

Material	Composição	Modo de Aplicação	Fabricante
Condicionador ácido Conduct 37	Ácido fosfórico 37 %	Aplicação durante 15 s, lavagem por 30 s	FGM
Silano	Radicais sílico-funcionais e radicais organo-funcionais	Aplicação durante 1 minuto e remoção dos excessos com jatos de ar	Angelus
Sistema Adesivo Adper Scotchbond Multi-purpose	Ativador: solução etélica de um sal de ácido sulfínico	Ativador: aplicação com o auxílio de um microbrush, remoção de excessos com cones de papel absorvente e secagem por 5 s	3M/ESPE
	Primer: solução aquosa de HEMA e copolímero de ácido polialcenóico	Primer: aplicação com o auxílio de um microbrush, remoção de excessos com cones de papel absorvente e secagem por 5 s	
	Catalisador: BisGMA, HEMA e peróxido de benzoíla	Catalisador: aplicação com o auxílio de um microbrush e remoção de excessos com cones de papel absorvente	
Cimento resinoso dual Rely X ARC	Pasta A: BisGMA, TEGDMA, partículas de sílica e zircônia (68% em peso), aminas e canforoquinona. Pasta B: BisGMA, TEGDMA, partículas de sílica e zircônia e peróxido de benzoíla	Manipular as duas pastas durante 10 s	3M/ESPE

HEMA: 2-hidroxietilmetacrilato; BisGMA: Bisfenol glicidyl dimetacrilato; TEGDMA: trietilenoglicoldimetacrilato.



Figura 2: A: condicionador ácido Condact 37; B: silano; C: sistema adesivo Adper Sconthbond Multipurpose; D: cimento resinoso dual RelyX ARC.

Métodos:

Para a realização deste estudo foram utilizadas quarenta e cinco raízes de dentes bovinos. Estas foram obtidas através da seleção de dentes bovinos recém-extraídos, dos quais, com o auxílio de uma lâmina de bisturi nº 15, foram removidos os remanescentes de ligamento periodontal. Dentes com raízes retas e ápices fechados foram selecionados. Após esta etapa, os dentes foram seccionados com disco diamantado dupla face (KG, Cotia, SP, Brasil), em baixa rotação e refrigeração, com o objetivo de separar as raízes de suas coroas. Com o auxílio do paquímetro digital (Mitutoyo, Suzano, São Paulo, Brasil), as raízes foram marcadas no comprimento de 18 mm e seccionadas com disco diamantado dupla face para a obtenção deste comprimento.

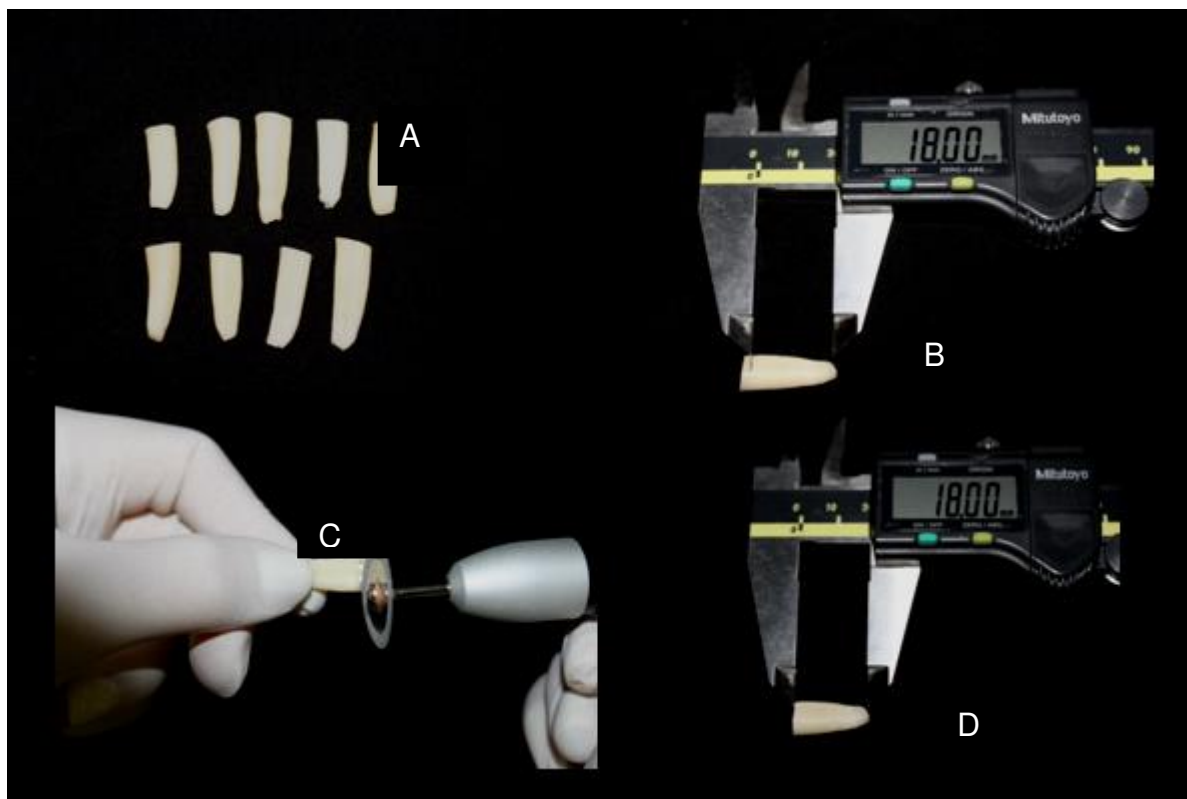


Figura 3: A: esquematização de raízes retas e com ápices fechados; B: marcação no comprimento de 18 mm; C: corte no comprimento de 18 mm com disco diamantado dupla face; D: comprimento padronizado de 18 mm.

Para o tratamento endodôntico, as raízes foram instrumentadas até o comprimento de trabalho, 1 mm aquém do ápice, com limas k-file, de número compatível com o diâmetro do canal, e preparados com brocas Gates-Glidden nº 2 a nº 5 (Moyco Union Broach, York, PA, USA), irrigando-se com soro fisiológico entre cada instrumentação. Com a instrumentação e o preparo concluídos, os canais foram irrigados com soro fisiológico e solução de EDTA para remoção da “smear layer” e, então, foram secos com cones de papel absorvente. O procedimento de obturação foi realizado através da técnica de condensação lateral, utilizando-se cones de guta-percha e cimento endodôntico contendo hidróxido de cálcio Sealer 26 (Dentsply, York, PA, USA). Após a condensação e corte dos cones de guta-percha, os canais foram

selados com selador a base de óxido de zinco (Coltosol, Vigodent). As raízes, com o tratamento endodôntico concluído, foram armazenadas em água destilada a 37° C durante sete dias, e então, divididas aleatoriamente em oito grupos experimentais e um controle, conforme descritos na tabela 3:

Tabela 3: Grupos experimentais e controle:

Grupos	Densidade de energia (J/cm²) – Irradiância x tempo de fotoativação	Tempo de espera para a fotoativação (minutos)
G1	20 – 1,000 x 20	0
G2	20 – 1,000 x 20	2
G3	14 – 700 x 20	0
G4	14 – 700 x 20	2
G5	7 – 350 x 20	0
G6	7 – 350 x 20	2
G7	28 – 700 x 40	0
G8	28 – 700 x 40	2
G9 (controle)	_____	_____

As densidades de energia foram obtidas através do produto entre a irradiância x tempo de exposição.

A fixação dos pinos de fibra de vidro foi conduzida de acordo com os grupos experimentais e controle.

Técnica de cimentação:

Os canais foram preparados com broca cônica, disponibilizada pelo fabricante do pino, de modo que permanecessem 4 mm de guta-percha na região apical (figura 4).

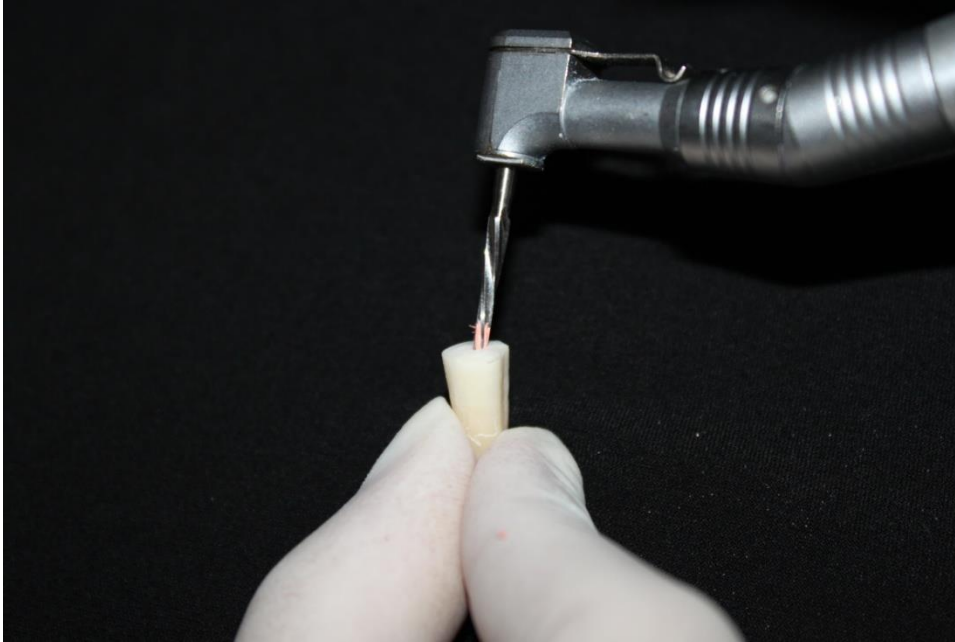


Figura 4: desobturação e preparo com a broca Largo disponibilizada pelo fabricante do pino.

Os pinos de fibra de vidro (tabela 1) foram limpos com ácido fosfórico 37% durante 30 s, e então lavados e cuidadosamente secos para a aplicação do silano (Silano, Angelus, Londrina-PR, Brazil), conforme descrito na tabela 2 (figura 5).

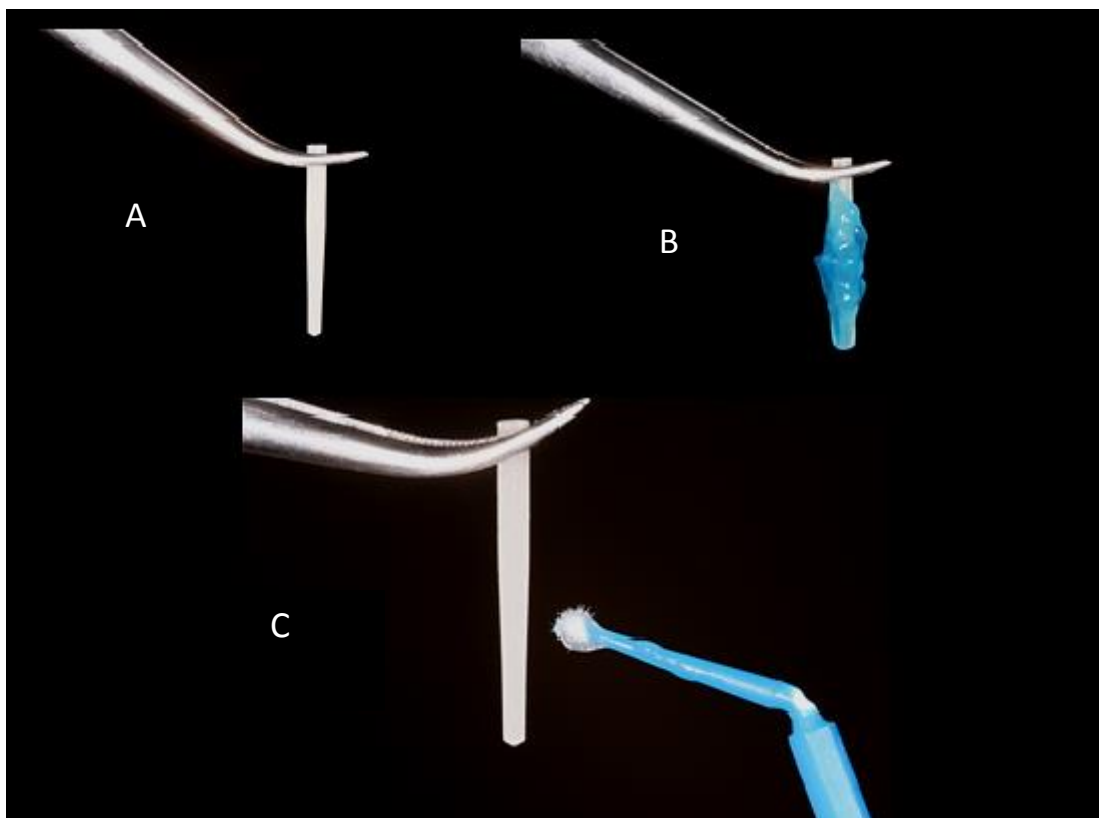


Figura 5: A: pino de fibra e vidro; B: limpeza com ácido fosfórico 37%; C: aplicação do agente de união Silano

O condicionamento ácido dos canais radiculares foi realizado utilizando-se ácido fosfórico a 37%. Após o enxágue, os canais foram secos com cones de papel absorvente (Endpoints, Manacapuru, Brasil) (figura 6) para a posterior aplicação do sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose (figura 7) e, posteriormente, do cimento resinoso de dupla ativação RelyX ARC. A seguinte ordem de aplicação do sistema adesivo foi utilizada: ativador, primer e catalisador, conforme descrição na tabela 2. Uma porção das pastas base e catalisadoras do cimento resinoso RelyX ARC foi dispensada em um placa de vidro e então manipulada durante 10 segundos, de acordo com as recomendações do fabricante. O cimento manipulado foi inserido no canal radicular através das pontas metálicas da seringa do tipo Centrix (Centrix. Incorporated,

Shelton, EUA) O pino foi inserido no conjunto canal radicular + cimento resinoso (figura 8) e a fotoativação foi realizada com o aparelho LED Valo (Ultradent Products, Inc., South Jordan-UT, USA), seguindo os protocolos estabelecidos para cada grupo experimental. As irradiâncias de 700 e 350 mW/cm² foram obtidas através de espaçadores de silicone (figura 9 e 10) anteriormente confeccionados, e todas as irradiâncias utilizadas foram monitoradas através de radiômetro (Model 100 Optilux Radiometer, Kerr, Middleton, WI, USA). Após o procedimento de cimentação, as raízes foram armazenadas em água destilada a 37° C, durante 15 dias.



Figura 6: A: aplicação do ácido fosfórico 37% durante 15 s; B: após enxágue, secagem do canal com ponta de papel absorvente.

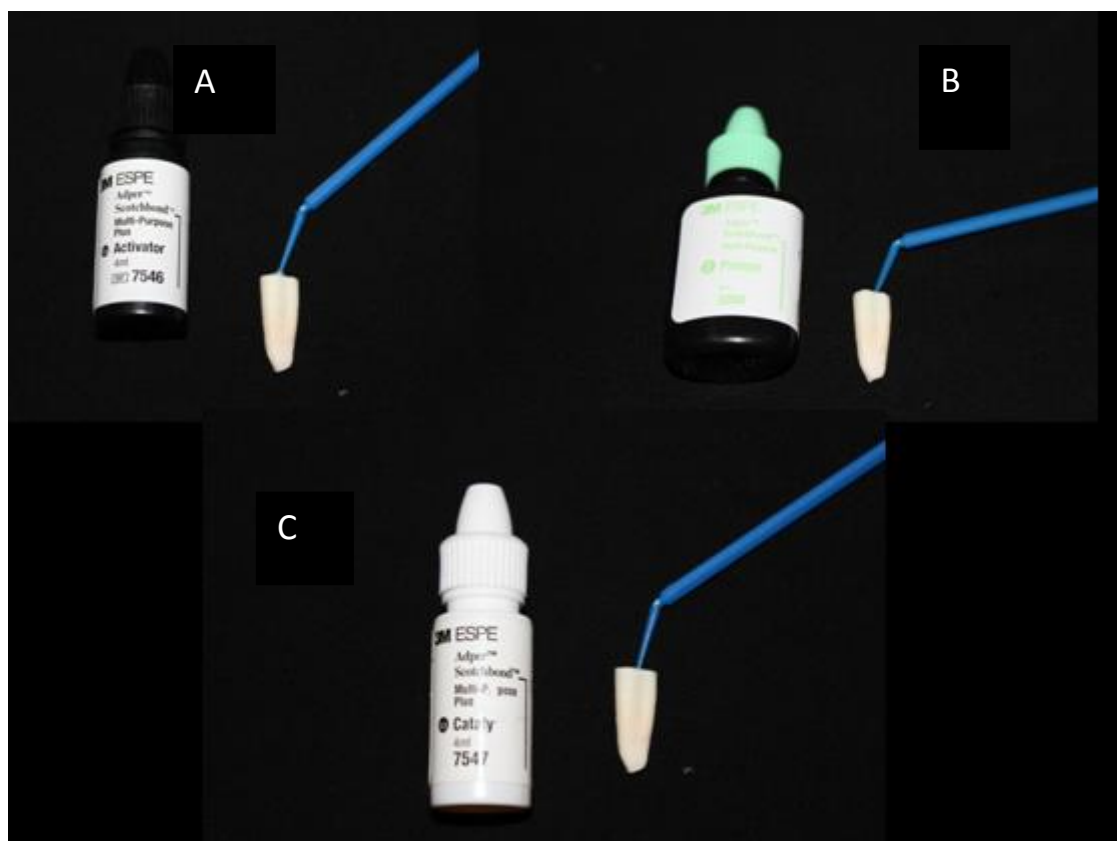


Figura 7: A: aplicação do ativador; B: aplicação do primer; C: aplicação do catalisador.

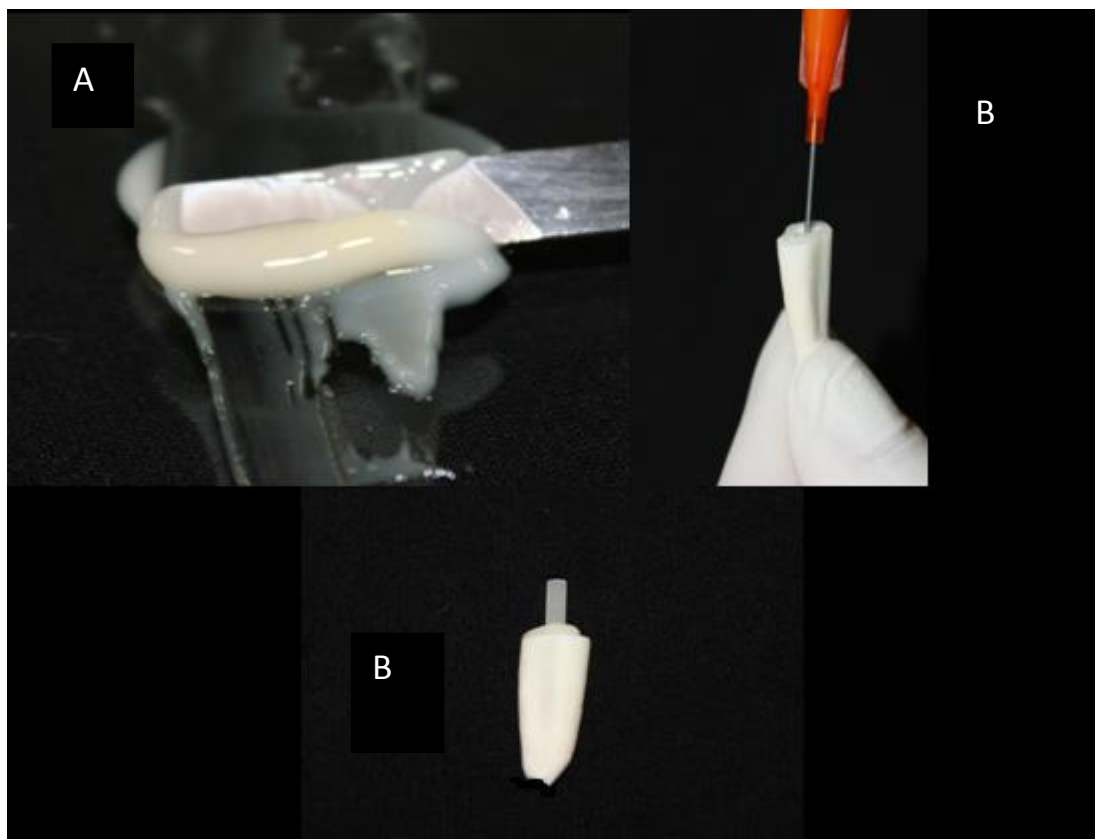


Figura 8: A: manipulação do cimento resinoso dual durante 10 s; B: inserção do cimento no canal radicular; C: raiz com o pino cimentado antes da remoção dos excessos de cimento.



Figura 9: A: aparelho fotoativador Valo; B: espaçadores utilizados para as irradiancias de 700 e 350 mW/cm²

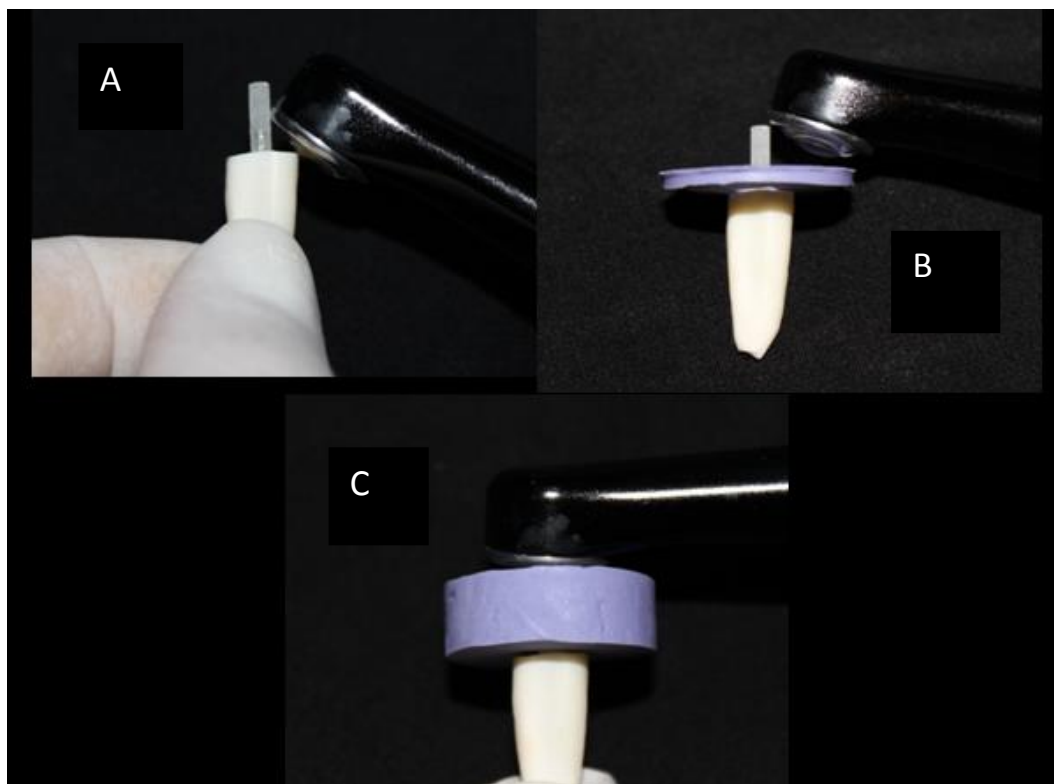


Figura 10: imagens representativas da fotoativação; A: fotoativação com irradiância de 1.000 mW/cm²; B: com irradiância de 700 mW/cm²; C: com irradiância de 350 mW/cm².

Após o período de armazenagem, as raízes foram fixadas com cera pegajosa em placas de acrílico e, posteriormente, seccionadas perpendicularmente ao seu longo eixo através do disco EXTEC DIA WAFER BLADE 4" x 0,12 x 1/2 (102 mm x 0,3 mm x 127 mm), que foi acoplado à recortadeira metalográfica (Isomet 1000, Buehler Ltda; Lake Buff, IL, USA). Sete fatias de 1 mm cada foram obtidas para cada raiz, sendo que a primeira de cada raiz foi descartada. Sendo assim, seis fatias foram obtidas para cada raiz, sendo duas para cada terço (Cervical, Médio e Apical) do canal radicular. A primeira fatia de cada terço foi selecionada e uma marcação foi realizada na face voltada para cervical, na qual foram realizadas as análises do grau de conversão e microdureza Knoop (figura 11).

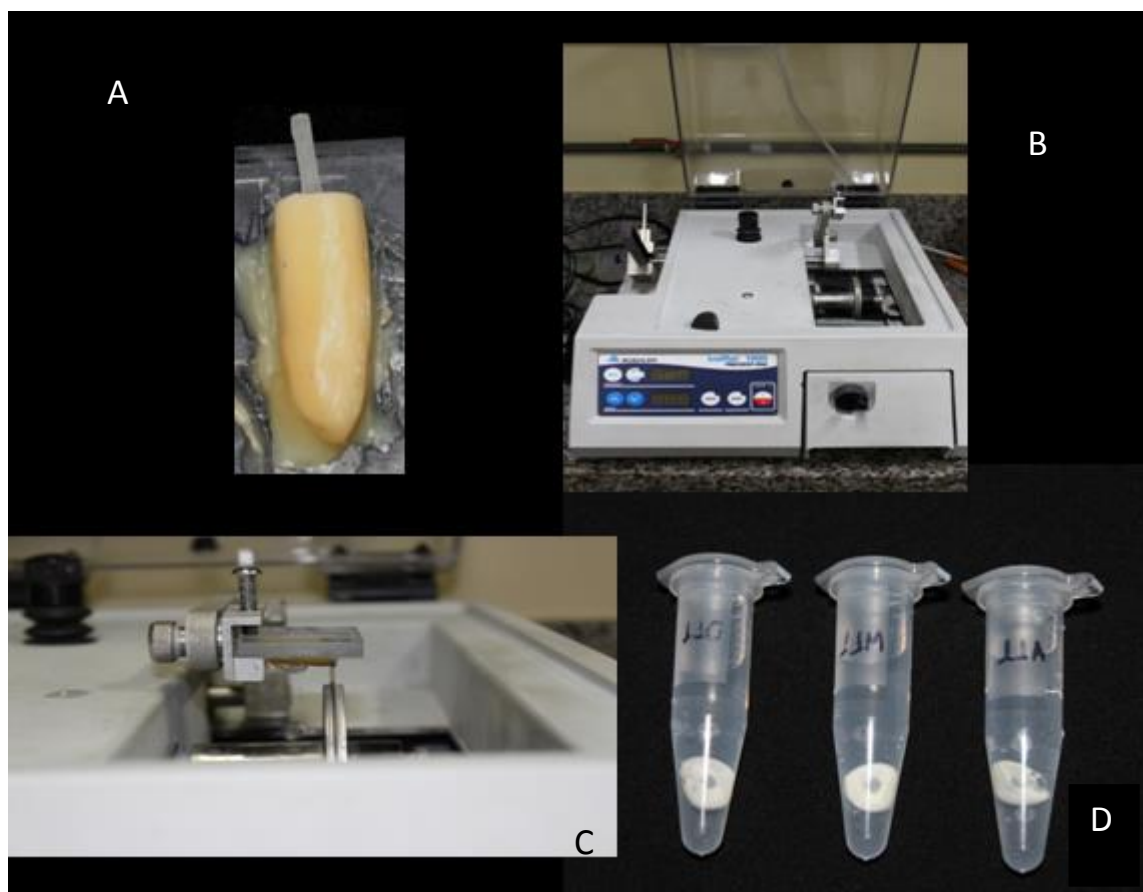


Figura 11: A: raiz com pino cimentado fixado em placa acrílica com cera pegajosa; B: cortadeira metalográfica; C: imagem representativa do corte perpendicular ao longo eixo; D: fatias de 1 mm armazenadas e separadas nos terços cervical, médio e apical.

Análise do Grau de Conversão

A face voltada para cervical de cada fatia foi colocada em um suporte do Espectrômetro Raman Confocal River Diagnostics Model 3510 Analyser, acoplado com um laser de linha de excitação de 785 nm. Foram feitas duas medidas em pontos diferentes, sendo que estes pontos estavam localizados na distância média entre o pino e a dentina (figura 12), com um tempo de integração de 40 s e 1 acumulação cada. Para a obtenção dos espectros não-polimerizados uma porção da pasta base e

catalisadora do cimento resinoso testado foi manipulada durante 10 s e colocada no suporte do espectrômetro. Foram coletados os espectros localizados entre 400 e 1.800 cm^{-1} . Após a obtenção dos espectros, foi realizada a subtração da fluorescência utilizando o software Opus. Os espectros correspondentes às ligações C=C aromáticas (1638 cm^{-1}) e alifáticas (1608 cm^{-1}) foram analisados através do software Origin 6.0, e o grau de conversão foi calculado a partir da seguinte fórmula:

$$\text{GC (\%)} = 100 * [1 - R_{\text{polimerizado}} / R_{\text{nãopolimerizado}}]$$

$$R = \text{pico em } 1.638 \text{ cm}^{-1} / \text{pico em } 1.608 \text{ cm}^{-1}$$

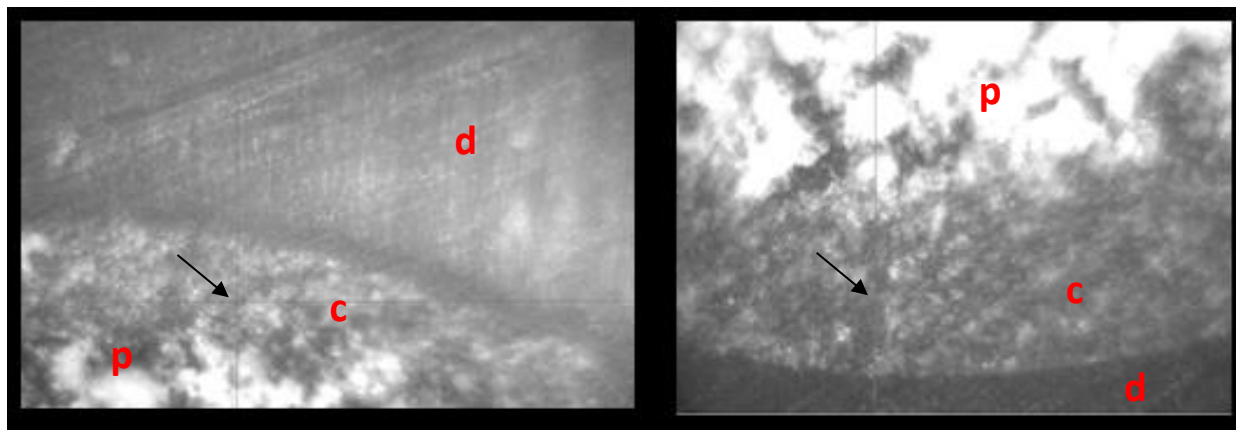


Figura 12: imagens representativas da região do cimento resinoso, onde foram feitas as medidas de grau de conversão, na região média entre pino e dentina. As setas indicam as regiões das medições, a letra “d” corresponde à dentina, “c” ao cimento e “p” ao pino de fibra de vidro

Análise da Microdureza Knoop

Cada fatia foi levada ao dispositivo de teste de microdureza Knoop (Shimadzu, Japão). Foram feitas três indentações ao longo da linha de cimentação da face voltada para cervical de cada fatia, configuradas em uma carga de 20 g durante 10 s, ao longo da linha de cimentação de cada fatia. A maior diagonal de cada losango formado pela

indentação foi medida, e assim o número de microdureza Knoop foi calculado. A média dos valores de KNH das três indentações foi calculada para a obtenção do KHN de casa fatia.