UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU
DEPARTAMENTO DE PRÓTESE

***Análise da qualidade da polimerização
e da degradação de cimentos
resinosos utilizados na cimentação
de pinos de fibra de vidro por meio
de testes de microdureza***

Ana Paula Ribeiro do Vale Pedreira

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Bauru, da Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia, na área de Reabilitação Oral.

BAURU
2007

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE BAURU
DEPARTAMENTO DE PRÓTESE

***Análise da qualidade da polimerização
e da degradação de cimentos
resinosos utilizados na cimentação
de pinos de fibra de vidro por meio
de testes de microdureza***

Ana Paula Ribeiro do Vale Pedreira

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Bauru, da Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia, na área de Reabilitação Oral.

ORIENTADOR: Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro

BAURU
2007

Pedreira, A. P. R. V.

P343a Análise da qualidade da polimerização e da degradação de cimentos resinosos utilizados na cimentação de pinos de fibra de vidro por meio de testes de microdureza./ Ana Paula Ribeiro do Vale Pedreira – Bauru, 2007, 162p; il.; 30cm.

Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Odontologia de Bauru. USP

Orientador: Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação/tese, por processos fotocopiadores e/ou meios eletrônicos.

Assinatura do autor: _____

Data: ____/____/____

Dados Curriculares

Ana Paula Ribeiro do Vale Pedreira

19 de Janeiro de 1976

Nascimento

Varginha – MG

Filiação

João Arildo Pedreira

Maria Antônia Ribeiro Pedreira

1995-1998

Curso de Graduação em Odontologia –
Escola de Farmácia e Odontologia de
Alfenas, MG

2000-2001

Aperfeiçoamento em Reabilitação Oral –
Associação Paulista de Cirurgiões
Dentistas, Regional Bauru

2002-2004

Especialização em Prótese Dentária –
Hospital de Reabilitação de Anomalias
Craniofaciais - USP

Vencer não é competir com o outro,
é derrotar os seus inimigos interiores.

Lao Tse (Tao Te Ching)

Dedicatória

A meus pais, João Arildo e Maria Antônia,

*Pelo amor, amizade, incentivo, confiança e apoio incondicional
em todos os momentos.*

Eu amo vocês.

"Só é possível ensinar uma criança a amar, amando-a"
Goethe

Aos meus irmãos Caio, Raíssa e Tássia,

Meus grandes amigos, conselheiros e confidentes.

Obrigada por me apoiarem sempre.

*"A confiança que temos em nós mesmos é um reflexo da confiança que
depositam em nós"*
La Rochefoucauld

Ao querido Cauan,

Pela alegria que traz as nossas vidas.

*"De todos os presentes da natureza para a raça humana, não há nada
mais doce do que as crianças"*
Ernest Hemingway

Agradecimentos

A Deus,

Agradeço a Deus por todas as dificuldades que enfrentei; não fosse por elas, eu não teria saído do lugar.

"Segurei muitas coisas em minhas mãos, e perdi tudo; mas tudo que coloquei nas mãos de Deus, eu ainda possuo"

Martin Luther King

Ao Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro,

Pela convivência enriquecedora, incentivo, respeito e confiança em meu trabalho. Muito Obrigada.

"Feliz aquele que transfere o que sabe e aprende o que ensina"

Cora Coralina

Ao Professor Ricardo Marins de Carvalho,

Pelas valiosas contribuições científicas a este trabalho.

Às queridas 'irmãs' Linda e Fernanda,

Que acompanharam minha trajetória desde o início, dividindo comigo bons e maus momentos, ouvindo-me, aconselhando-me, ajudando-me ou simplesmente silenciando em minha companhia. Obrigada pelos momentos maravilhosos que compartilhei com vocês. Vocês são únicas e inesquecíveis.

"Quem tem um amigo, mesmo que um só, não importa onde se encontre, jamais sofrerá de solidão; poderá morrer de saudades, mas não estará só"

Amyr Klink

Aos colegas de mestrado Adriana, Daniel Bayardo, Daniel Sartorelli, Fernando, Flora, Gabriela, Jefferson, Luciana, Luis Eduardo, Paola, Rafael, Romão, Thiago e Valeria,

Pela amizade e coleguismo. Cada um de vocês é muito especial.

"Celebrar a vida é somar amigos, experiências e conquistas, dando-lhes
sempre algum significado"

À querida amiga Valeria...

*Que, com certeza, foi uma das melhores surpresas do curso de Mestrado. Sua
amizade e seu companheirismo foram imprescindíveis em todos os aspectos.
Amiga, obrigada, de coração.*

"En ciertos momentos difíciles que hay en la vida
Buscamos a quien nos ayude a encontrar la salida
Y aquella palabra de fuerza y de fe que me has dado
Me da la certeza que siempre estuviste a mi lado"

Marc Anthony, Canción: 'Amigo'

Aos queridos amigos Claudinha, Rosa, Júlio, Tatiany, Sandra, Amélia, Patrícia, Mayta, Angélica, Safira, Nádia e Paulo,

*Que mesmo à distância sempre se fizeram presentes, compartilhando suas
conquistas e torcendo pelas minhas.*

"Eu poderia suportar, embora não sem dor, que tivessem morrido todos
os meus amores, mas enlouqueceria se morressem todos os meus amigos! A
alguns deles não procuro, basta-me saber que eles existem. Esta mera
condição me encoraja a seguir em frente pela vida... mas é delicioso
que eu saiba e sinta que os adoro, embora não declare e não os procure
sempre..."

Vinicius de Moares

Aos grandes amigos de Bauru Valéria Motio, Milena Nahás, Tereza, Vanda, Carol, Neimar e família,

Que muitas vezes me abriram suas casas, 'emprestaram' suas famílias e dessa forma atenuaram as saudades que eu sentia. Vocês serão sempre fortes motivos para meus regressos.

"A gente não faz amigos, reconhece-os"

Vinicius de Moraes

Aos amigos Flora, Aline, Clarisse, Delano, Renata, Renata Louro e Daniele,
Cuja amizade e companheirismo tornaram minha estada em Bauru muito mais leve e alegre. Vocês são muito queridos!

"A amizade é um amor que nunca morre"

Mário Quintana

Aos amigos Wagner, Estevam, Kátia Reis e Heitor,
Pela ajuda técnica e científica em diversas etapas da elaboração deste estudo.

Ao Departamento de Bioquímica, na pessoa da Profª Marília Busalaf, e em especial aos funcionários Ovídio e Telma,
Que são certamente os responsáveis pelo ambiente afetuoso e acolhedor daquele departamento.

Aos funcionários Heloísa, Valéria, Gabriela, Débora, Cláudia, Valquíria, Reivanildo, Marcelo, Cleuza, Hebe, D. Neuza, Alcides, Sandrinha e Teca,
Pela amizade, solidariedade e disponibilidade em todos os momentos.

Aos funcionários da Biblioteca da FOB e do xerox,
Que com humildade e profissionalismo estiveram sempre prontos a colaborar.

"Aquilo que se faz com amor está sempre além do bem e do mal"

Friedrich Nietzsche

Ao Hospital de Reabilitação de Anomalias Craniofaciais, em especial aos Professores João Henrique e Fernando Scarelli,
Responsáveis por grande parte de minha formação como Protesista.

Ao Professor José Roberto Lauris, pela realização dos testes estatísticos.

Ao Professor Wellington Cardoso Bonachela,
*Sua experiência, capacidade e caráter o fazem uma pessoa muito especial.
Mais do que um professor, você é um grande amigo.*

Aos demais professores do Departamento de Prótese Prof. Dr. Accácio Lins do Valle, Prof. Dr. Carlos dos Reis Pereira de Araújo, Prof. Dr. Gerson Bonfante, Prof. Dr. José Henrique Rubo, Prof^a. Dr^a. Lucimar Falavinha Vieira, Prof. Dr. Paulo César Rodrigues Conti, Prof. Dr. Paulo Martins Ferreira, Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira, Prof. Dr. Renato de Freitas, Prof. Dr. Ricardo Marins de Carvalho e Prof. Dr. Vinícius Carvalho Porto.

À Faculdade de Odontologia de Bauru, na pessoa do diretor Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro, do vice-diretor José Carlos Pereira e da coordenadora da Pós-Graduação Prof^a. Dra. Maria Aparecida de Andrade Moreira Machado.

A todos aqueles que, embora não mencionados, contribuíram de forma direta ou indireta para a realização deste trabalho,

Muito obrigada!

Sumário

LISTA DE FIGURAS.....	xiii
LISTA DE GRÁFICOS.....	xv
LISTA DE TABELAS.....	xvii
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	xx
RESUMO.....	xxiii
1. INTRODUÇÃO.....	01
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	11
2.1. Considerações gerais sobre os dentes tratados endodonticamente.....	13
2.2. Pinos estéticos e cimentos resinosos.....	19
2.3. Fatores que interferem com a polimerização dos agentes cimentantes no interior do conduto.....	28
2.3.1. Agentes químicos utilizados para a limpeza do conduto radicular.....	28
2.3.2. Adversidades relacionadas aos sistemas adesivos.....	30
2.3.3. Acesso à luz no interior do conduto radicular e a importância do grau de conversão.....	41
2.3.4. O Fator C no interior do conduto e suas implicações.....	52
2.4. Testes utilizados para a determinação do grau de conversão.....	57
2.5. Degradação dos polímeros e interfaces adesivas.....	66
3. PROPOSIÇÃO.....	73
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	77

4.1. Seleção dos dentes e cimentação dos pinos intra-radiculares.....	79
4.2. Seccionamento das raízes.....	87
4.3. Tratamento superficial dos espécimes para os testes de microdureza....	89
4.4. Avaliação da microdureza inicial.....	90
4.5. Avaliação da microdureza após imersão em etanol 75%.....	92
4.6. Avaliação da microdureza após 3 meses de armazenamento em água..	93
4.7. Obtenção dos espécimes do grupo controle.....	95
4.8. Avaliação da microdureza no grupo controle.....	96
4.9. Análise estatística.....	97
5. RESULTADOS.....	99
6. DISCUSSÃO.....	111
7. CONCLUSÕES.....	139
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	143
ABSTRACT.....	159

Lista de Figuras

Figura 1-	Esquema do preparo dos condutos para a cimentação dos pinos intra-radulares.....	80
Figura 2-	Agentes cimentantes avaliados: Panavia F (a); Variolink (b); Unicem (c); Duolink (d).....	86
Figura 3-	Raiz sendo seccionada tangencialmente ao pino (a); Segundo corte em dentina, paralelo ao primeiro (b).....	88
Figura 4-	Espécime seccionado, vista frontal (a) e lateral (b).....	88
Figura 5-	Espécime posicionado sobre disco de resina para o polimento.....	90
Figura 6-	Microdurômetro Shimadzu Micro Hardness Tester Hmv-2.000.....	91
Figura 7-	Espécime posicionado sobre a mesa do microdurômetro (a); Endentação Knoop na linha de cimento (b).....	92
Figura 8-	Fluxograma representativo de cada uma das etapas do experimento, desde a obtenção dos espécimes até o teste final para obtenção dos valores de microdureza na interface de cimentação.....	94
Figura 9-	Esquema representativo do teste de microdureza nos espécimes do grupo controle.....	96

Figura 10-	Endentações no terço cervical (a) e apical (b) de um espécime Duolink, sendo a endentação da esquerda (menor) realizada antes da imersão em etanol 75%, e a da direita após a imersão (Objetiva 10x).....	104
Figura 11-	Endentações realizadas no terço cervical de espécimes do cimento Panavia F, nos períodos inicial (a), após 24h de imersão em etanol (b) e 3 meses de armazenamento em água (c) (objetiva 40x).....	105
Figura 12-	Endentações realizadas no terço cervical de espécimes do cimento Variolink nos períodos inicial (a), após 24h de imersão em etanol (b) e 3 meses de armazenamento em água (c) (objetiva 40x).....	106
Figura 13-	Endentações realizadas no terço cervical de espécimes do cimento Unicem nos períodos inicial (a), após 24h de imersão em etanol (b) e 3 meses de armazenamento em água (c) (objetiva 40x).....	107
Figura 14-	Endentações realizadas no terço cervical de espécimes do cimento Duolink, nos períodos inicial (a), após 24h de imersão em etanol (b) e 3 meses de armazenamento em água (c) (objetiva 40x).....	108

Lista de Gráficos

Gráfico 1-	Médias dos resultados de microdureza para todos os cimentos analisados nas fases inicial, após 24h de imersão em etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).....	102
Gráfico 2-	Resultados médios de microdureza para o cimento Panavia F nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).....	105
Gráfico 3-	Resultados médios de microdureza para o cimento Variolink nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).....	106
Gráfico 4-	Resultados médios de microdureza para o cimento Unicem nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).....	107
Gráfico 5-	Resultados médios de microdureza para o cimento Duolink nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).....	108

Gráfico 6- Resultados médios de dureza para o grupo controle (Pastilhas) dos cimentos avaliados nas fases inicial (i), após 24h em etanol (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).....	109
---	-----

Lista de Tabelas

Tabela 1-	Cimentos testados.....	80
Tabela 2-	Composição química dos cimentos resinosos e sistemas adesivos.....	81
Tabela 3-	Média e desvio padrão dos resultados de microdureza dos grupos experimentais nas fases inicial (i), após 24h de imersão em solução de etanol a 75% (24h_etanol) e 3 meses em água (3m).....	101
Tabela 4-	Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para os quatro cimentos avaliados, nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).....	102
Tabela 5-	Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para o cimento Panavia F nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).....	105
Tabela 6-	Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para o cimento Variolink nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).....	106

Tabela 7-	Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para o cimento Unicem nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).....	107
Tabela 8-	Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para o cimento Duolink nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).....	108
Tabela 9-	Média e desvio padrão (DP) dos resultados de dureza para o grupo controle (Pastilhas) dos cimentos avaliados nas fases inicial (i), após 24h em etanol (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).....	109
Tabela 10-	Média e desvio padrão dos resultados de microdureza dos grupos experimentais nas fases inicial e após 24h de imersão em solução de etanol a 75% (24h/ etanol).....	116
Tabela 11-	Média e desvio padrão dos resultados de microdureza para todos os cimentos, levando-se em consideração os terços e as fases inicial e 24h de imersão em solução de etanol a 75% (24h/ etanol).....	118
Tabela 12-	Variação da microdureza knoop (Δ KHN) entre os períodos inicial e após imersão em etanol.....	122

Tabela 13-	Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para o grupo controle (Pastilhas) dos cimentos avaliados nas fases inicial e após 24h em etanol (24h/ etanol).....	125
Tabela 14-	Descrição dos resultados de microdureza do grupo controle comparada ao terço cervical do grupo experimental, levando em consideração as fases inicial e 24h de imersão em etanol (24h/etanol).....	127
Tabela 15-	Média e desvio padrão dos resultados de microdureza dos grupos experimentais nas fases inicial e após 3 meses de armazenamento em água (3 meses/ água).....	130
Tabela 16-	Média e desvio padrão (DP) dos resultados de dureza para o grupo controle (Pastilhas) dos cimentos avaliados nas fases inicial e após 3 meses em água.....	132
Tabela 17-	Descrição dos resultados de dureza do grupo controle comparada ao terço cervical do grupo experimental, levando em consideração as fases inicial e 3 meses em água.....	135

Lista de Abreviaturas, Siglas e Símbolos

δ	parâmetro de solubilidade (delta)
Δ	variação (delta)
$^{\circ}\text{C}$	graus celsius
%	porcentagem
Bis-GMA	bisfenol-A-glicidil-dimetacrilato
CIV	cimento de ionômero de vidro
cm^2	centímetro quadrado
DP	desvio-padrão
EDTA	ácido etileno diamino tetra-acético
Fator C	fator de configuração cavitária
g	grama
GPa	giga-Pascal
h	hora
H_2O_2	água oxigenada
HEMA	hidróxi-etil-metacrilato
(J/cm^2)	Joule por centímetro ao quadrado
Kgf	quilograma-força
KHN	knoop hardness number
m	meses

MET	microscopia eletrônica de transmissão
MEV	microscopia eletrônica de varredura
min	minutos
mg	miligrama
mL	mililitros
MPa	megapascal
mm	milímetro
mm ²	milímetro quadrado
mW/cm ²	miliWatts por centímetro ao quadrado
n	número de espécimes
NaCl	cloreto de sódio
NaOCl	hipoclorito de sódio
pH	potencial hidrogeniônico
PMMA	polimetil metacrilato
RA	resistência adesiva
S	segundos
TEGDMA	triétilenoglicol dimetacrilato
UDMA	uretano dimetacrilato
μm	micrômetro
μL	microlitro

FOB USP

Resumo

Resumo

ANÁLISE DA QUALIDADE DA POLIMERIZAÇÃO E DA DEGRADAÇÃO DE CIMENTOS RESINOSOS UTILIZADOS NA CIMENTAÇÃO DE PINOS DE FIBRA DE VIDRO POR MEIO DE TESTES DE MICRODUREZA

Os cimentos resinosos têm sido largamente utilizados em odontologia restauradora com a finalidade de reter o pino intra-radicular e dissipar tensões entre este e a raiz. Entretanto, o grau de conversão alcançado pelos mesmos influencia suas propriedades mecânicas, biocompatibilidade e degradação pela água e pelos ácidos bucais. Testes de microdureza podem ser aplicados para estimar o grau de conversão de compósitos, uma vez que apresentam boa correlação com a espectroscopia infravermelha. Este trabalho objetivou analisar a microdureza de quatro cimentos resinosos de polimerização dual utilizados na cimentação de pinos de fibra de vidro, nos períodos inicial, após 24 horas de imersão em etanol a 75% e após 3 meses de armazenamento em água, e testar a hipótese de que não há diferença entre a microdureza dos terços cervical, médio e apical na linha de cimento. Quarenta incisivos bovinos tratados endodonticamente foram distribuídos em quatro grupos para a cimentação de pinos Fibrekor® (Jeneric/Pentron) de 1mm de diâmetro, sendo: Grupo 1 – Panavia F 2.0 (Kuraray Medical Inc.), Grupo 2 - Variolink (Ivoclar), Grupo 3 - Rely X Unicem (3M ESPE) e Grupo 4 - Duolink (Bisco). Após a

cimentação, as raízes foram divididas em 2 subgrupos, sendo 5 seccionadas após 7 dias para análise da microdureza inicial e 5 mantidas íntegras em água deionizada por 3 meses, para avaliação da microdureza final no microdurômetro Shimadzu HVM (Japan). Após a mensuração inicial, as raízes seccionadas eram armazenadas a 37° C por 24h em 10mL de solução de etanol a 75%, e reavaliadas. Foram identificadas diferenças estatisticamente significativas entre cimentos, terços e períodos (inicial ou após 24h de imersão em etanol a 75%), bem como interações entre cimento/terços e cimento/períodos de avaliação. O cimento Panavia exibiu os valores de microdureza inicial significativamente superiores, sem diferença estatística entre os demais cimentos. Os valores de microdureza inicial por terços não seguiram um padrão homogêneo; os cimentos Variolink e Duolink exibiram valores de microdureza significativamente superiores no terço cervical, sem diferença significativa entre os terços para os demais cimentos. A imersão em etanol reduziu significativamente a média dos valores de dureza para todos os cimentos; o comportamento por terços variou em função do material. O armazenamento em água por 3 meses não exerceu influência sobre a dureza da maioria dos cimentos, com exceção do Unicem, que exibiu aumento significativo dos valores de dureza após esse período. Portanto, a hipótese proposta neste estudo foi rejeitada.

Palavras-chave: Cimentos resinosos. Pinos de fibra. Grau de conversão. Testes de dureza.

FOB USP

1

Introdução

1. Introdução

Recentemente, a escolha de materiais para a restauração pré-protética de dentes tratados endodonticamente sofreu mudanças significativas, e a opção pelo uso exclusivo de materiais rígidos como aço inoxidável, ouro e zircônia deu lugar a materiais com características mais semelhantes à dentina, como pinos de fibra e resinas compostas para reconstrução coronária. Dentro deste contexto, a evolução dos agentes cimentantes culminou no surgimento de materiais cujas características estéticas e biomecânicas fossem mais compatíveis com essa nova realidade.

Os cimentos resinosos, utilizados inicialmente para a cimentação de próteses fixas adesivas, coroas, inlays e onlays, passaram a ser indicados para a cimentação intra-radicular de pinos de fibra devido a sua baixa solubilidade, propriedades mecânicas e adesivas (HASEGAWA; BOYER; CHAN⁴⁹, 1991). Entretanto, para as situações nas quais a opacidade da restauração ou a profundidade da cavidade pudessem dificultar a transmissão da energia luminosa às porções profundas do material, o uso de cimentos resinosos de polimerização dual estaria indicado (MILLER⁶², 2004).

Nestes casos, o mecanismo de polimerização assume um importante papel e o acréscimo de um catalisador autopolimerizável poderia garantir a eficiência da polimerização nas regiões profundas (CAUGHMAN; CHAN; RUEGGEBERG¹⁹, 2001). Teoricamente, o cimento dual reúne as

características benéficas dos cimentos auto e fotopolimerizáveis, uma vez que as porções submetidas a uma quantidade insuficiente de luz sofrem polimerização química tardia (CEBALLOS et al.²⁰, 2006, MILLER⁶², 2004, RUEGGERBERG; CAUGHMAN⁷⁶, 1993).

O decréscimo no potencial de polimerização de cimentos resinosos decorrente da atenuação da luz já foi evidenciado em diversos estudos (EL-BADRAWY; EL-MOWAFY³⁰, 1995, HOFMANN et al.⁵³, 2001, RUEGGERBERG; CAUGHMAN⁷⁶, 1993). A profundidade média de polimerização reside na faixa de 2mm (BREEDING; DIXON; CAUGHMAN¹², 1991) a 3mm (CAUGHMAN; CHAN; RUEGGERBERG¹⁹, 2001) sob restaurações cerâmicas, podendo aumentar para 11mm (LUI⁶¹, 1994) a 14mm (YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005) quando da utilização conjunta com pinos de fibra de vidro nas cimentações intra-radulares.

O grau de conversão atingido por um compósito pode fornecer informações válidas sobre a durabilidade da restauração. O agente cimentante ideal deve possuir propriedades mecânicas adequadas para resistir à demanda funcional ao longo da vida útil da restauração. Adicionalmente, deve resistir à degradação no ambiente oral e ser biocompatível. Algumas propriedades têm sido analisadas in vitro na tentativa de estimar a performance clínica desses materiais. Dentre elas, a resistência flexural, a resistência à tensão diametral, o módulo de elasticidade, a resistência à fratura e a dureza (ROSENSTIEL; LAND; CRISPIN⁷⁵, 1998).

A literatura reporta um grau de conversão de 50 a 80% para os compósitos odontológicos (FERRACANE³⁷, 1985). Nos materiais fotoativados, o grau de conversão varia no interior da massa do material devido, em parte, à dependência de energia luminosa para ativação. Em decorrência disso, as propriedades físicas também poderão sofrer alterações em função da distância da superfície irradiada. O grau de conversão também é influenciado pela formulação do material (RUEGGEBERG; CRAIG⁷⁸, 1988).

A completa conversão dos monômeros em polímeros é impossível de ser obtida nas condições clínicas em que essas reações se processam, ou seja, em poucos minutos à pressão atmosférica, na presença de umidade e oxigênio e à temperatura corpórea normal (NAKABAYASHI; PASHLEY⁶⁵, 2000). Nos cimentos de polimerização dual, embora as duas formas de polimerização estejam presentes, elas são suplementares e independentes. A polimerização química não irá ativar a porção fotossensível do cimento caso a exposição à luz seja insuficiente, como pode ocorrer na porção apical dos pinos intra-radiculares (CARVALHO¹⁸, 2004, MILLER⁶², 2004). Materiais com um inadequado grau de conversão poderão sofrer precocemente e em maior intensidade os efeitos da degradação pela umidade e pelos ácidos bucais (DARR; JACOBSEN²⁶, 1995, PEUTZFELDT⁷⁰, 1995, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, RUEGGEBERG; CAUGHMAN⁷⁶, 1993). A liberação de monômeros residuais decorrente desta degradação é um fator potencialmente sensibilizante e irritante aos tecidos bucais (CARVALHO¹⁸, 2004, FERRACANE³⁹, 2006, FERRACANE; BERGE; CONDON⁴⁰, 1998, ORTENGREN et al.⁶⁸, 2001).

O acesso à luz no interior do conduto é apenas uma das adversidades presentes durante a cimentação adesiva de pinos intra-radiculares. As condições técnicas e características do substrato e do agente cimentante também são fatores determinantes do resultado final (CARVALHO¹⁸, 2004, CEBALLOS et al.²⁰, 2006, CURY et al.²⁵, 2006, SCOTTI; FERRARI⁸³, 2002). No interior do conduto, o controle da umidade, da quantidade e evaporação do solvente presente no adesivo aplicado e o uso de agentes oxidantes de limpeza intra-radicular podem comprometer a polimerização completa do cimento resinoso (ARI; YASAR; BELLI¹, 2003, ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, ERDEMIR et al.³², 2004, ERDEMIR et al.³³, 2004, MORRIS et al.⁶⁴, 2001, NGOH et al.⁶⁷, 2001, TJAN; NEMETZ⁹⁵, 1992). Soma-se a estes fatores a incompatibilidade dos sistemas adesivos simplificados, que acompanham a maioria dos cimentos resinosos, com as resinas de polimerização química e dual. A acidez dos monômeros que remanescem na superfície da camada adesiva, cuja polimerização foi inibida pelo oxigênio, faz com que os mesmos tenham afinidade pelas aminas terciárias presentes como catalisadoras nessas resinas, e reajam com as mesmas, impedindo que atuem na reação (SANARES et al.⁸², 2001, TAY et al.⁹³, 2003, TAY et al.⁹⁴, 2003). Além disso, a excessiva permeabilidade dos adesivos simplificados faz com que os mesmos se comportem como membranas permeáveis após a polimerização, permitindo a transudação de água pela camada adesiva e aumentando a probabilidade de degradação em longo prazo (TAY et al.⁸⁹, 2004, TAY et al.⁹², 2002).

A determinação do grau de conversão por meio de técnicas espectroscópicas como fotoespectroscopia infravermelha, RAMAN ou calorimetria exploratória diferencial (EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003) apresenta um alto custo, além da necessidade de conhecimento especializado para operá-los. A avaliação indireta por meio de testes de microdureza é uma alternativa viável, uma vez que sua correlação com a espectroscopia infravermelha já está estabelecida na literatura (FERRACANE³⁷, 1985, RUEGGERBERG; CRAIG⁷⁸, 1988). Valores mais altos de dureza são considerados indicativos de uma maior extensão de polimerização (BRAGA; CESAR; GONZAGA¹⁰, 2002, CEBALLOS et al.²⁰, 2006, DEWALD; FERRACANE²⁸, 1987, FERRACANE³⁷, 1985, HASEGAWA; BOYER; CHAN⁴⁹, 1991, HOFMANN et al.⁵³, 2001, KNOBLOCH et al.⁵⁶, 2004, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, RUEGGERBERG; CRAIG⁷⁸, 1988, RUEGGERBERG; ERGLE; METTENBURG⁷⁹, 2000, SIGEMORI et al.⁸⁵, 2005, SOH; YAP; SIOW⁸⁷, 2004, WITZEL et al.¹⁰¹, 2005, YAP et al.¹⁰², 2004, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005).

Entretanto, as propriedades mecânicas dos compósitos dependem não somente do grau de conversão alcançado, mas também da estrutura polimérica formada durante o processo de polimerização. A densidade da rede de ligações cruzadas originada durante esse processo é um determinante da extensão em que o compósito se degrada quando submetido à ação de solventes e água do meio (BRAGA; CESAR; GONZAGA¹⁰, 2002, FERRACANE³⁷, 1985, SOH; YAP⁸⁶, 2004, WITZEL et al.¹⁰¹, 2005, FERRACANE³⁹, 2006). Os efeitos da umidade e dos ácidos bucais sobre as

propriedades mecânicas, a estabilidade dimensional e a biocompatibilidade dos polímeros têm sido extensivamente investigados, e ainda hoje se constituem em motivo de inquietação por parte de clínicos, pesquisadores e fabricantes (CARRILHO et al.¹³, 2004, CARRILHO et al.¹⁴, 2005, ORTENGREN et al.⁶⁸, 2001).

No caso da cimentação adesiva intra-radicular, a atenuação da luz em direção apical faz com que a taxa de polimerização torne-se zero a partir de certa distância da superfície (LUI⁶⁰, 1994, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005), o que invariavelmente irá influenciar a estrutura do polímero formado. Compósitos fotoativados podem exibir o mesmo grau de conversão nas porções superficial e profunda, porém uma menor densidade de ligações cruzadas na região menos exposta à luz (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003, PEUTZFELDT; ASMUSSEN⁷¹, 2005, YAP et al.¹⁰², 2004). Polímeros com baixas densidades de ligações cruzadas são menos resistentes à degradação por possuírem maior número de espaços disponíveis para a difusão de moléculas do meio externo para dentro da estrutura polimérica (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁵, 2001, FERRACANE³⁹, 2006). A densidade de ligações cruzadas pode ser estimada por meio de testes de intumescimento (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁵, 2001, ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁷, 2003), sendo a solução a 75% de etanol-água o solvente indicado para simular in vitro a ação de alimentos e sua relação com o envelhecimento de compósitos (LEE et al.⁵⁹, 1998, SOH; YAP⁸⁶, 2004).

Tendo em vista que é tecnicamente impossível eliminar a umidade da dentina intra-radicular, que é um substrato naturalmente úmido, os efeitos da água devem ser considerados e analisados nesta situação clínica específica. As dificuldades inerentes à configuração do conduto dificultam a completa evaporação da água quando se utiliza a técnica úmida. Adicionalmente, a simplificação dos sistemas adesivos resulta em materiais mais hidrofílicos, mesmo quando polimerizados na ausência de água (CARVALHO¹⁸, 2004).

A cimentação adesiva intra-radicular ainda se constitui em um enorme desafio, uma vez que o comportamento clínico dos cimentos resinosos, nesta condição, ainda está em estudo na atualidade (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, CARVALHO¹⁸, 2004). As diferentes formulações fornecidas pelos fabricantes e o grande número de marcas comerciais disponíveis dificultam a escolha do cimento pelo clínico. As diversidades técnicas tornam difícil seu manuseio, o que contribui para as variações em seu desempenho clínico e impossibilita uma análise longitudinal criteriosa.

Pelo exposto acima, fica evidente o papel que as variáveis envolvidas na cimentação adesiva intra-radicular desempenham sobre as propriedades mecânicas do polímero inserido no interior do conduto. Assim, o presente estudo foi elaborado com o objetivo de analisar a qualidade da polimerização dos cimentos resinosos dual quando utilizados na cimentação de pinos de fibra de vidro, bem como os possíveis mecanismos envolvidos na degradação desses materiais em longo prazo.

FOB USP

2

Revisão
da Literatura

2. Revisão da Literatura

Este capítulo tem como objetivo fornecer subsídios para o entendimento das variáveis envolvidas na cimentação adesiva dos pinos intra-radulares de resina reforçada por fibras de vidro. Para um melhor entendimento, serão abordadas separadamente considerações a respeito dos dentes tratados endodonticamente, como natureza e características do substrato dentinário radicular, evolução dos pinos de resina reforçada por fibras de vidro, dos sistemas adesivos e cimentos resinosos, os fatores que influenciam a cimentação adesiva intra-radicular e a importância do grau de conversão e da estrutura do polímero formado ao longo da interface de cimentação.

2.1. Considerações gerais sobre os dentes tratados endodonticamente

O prognóstico dos dentes tratados endodonticamente depende não somente do tratamento endodôntico, mas do tipo de reconstrução que será indicado. Essas considerações incluem a decisão de indicar ou não um sistema de retenção intra-radicular.

Muitos profissionais encontram dificuldades em diferenciar situações indicativas ou não de pinos intra-radulares, ou seja, em entender qual a real função de um meio de retenção intra-radicular. O papel do pino intra-radicular, qualquer que seja o material utilizado, é o de servir como suporte para a reconstrução coronária, sem nenhuma pretensão ou probabilidade de reforço da estrutura radicular remanescente (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, HEYDECKE; PETERS⁵², 2002, NAUMANN; PREUSS; FRANKENBERGER⁶⁶, 2006, SCOTTI; FERRARI⁸³, 2002).

FERNANDES; SHETTY; COUTINHO³⁶, 2003, em uma extensa revisão de literatura acerca das variáveis que influenciam a seleção do sistema de retenção intra-radicular, apontam diversos fatores como determinantes da escolha. Dentre os fatores relacionados ao indivíduo e à estrutura dentária encontram-se a anatomia, comprimento e largura radicular, configuração do conduto, quantidade de estrutura coronária remanescente e força mastigatória. Dentre aqueles relacionados à restauração estão o desenho e material do pino, biocompatibilidade, reversibilidade, capacidade de adesão ao agente cimentante, material de reconstrução coronária, material de confecção da coroa final e estética.

Ao longo dos anos, numerosos estudos procuraram analisar as falhas clínicas supostamente associadas a dentes tratados endodonticamente restaurados por meio de núcleos intra-radulares (FERNANDES; SHETTY; COUTINHO³⁶, 2003, FERRARI et al.⁴⁶, 2000, HAYASHI et al.⁵⁰, 2006, HEYDECKE; PETERS⁵², 2002, MONTICELLI et al.⁶³, 2003, PEREZ et al.⁶⁹,

2005, ROBBINS⁷³, 2002, TORBJORNER; FRANSSON⁹⁶, 2004, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005). Entretanto, os materiais e metodologias utilizados são heterogêneos, e muitas vezes os critérios de falhas não estão bem estabelecidos, o que torna difícil justificar a preferência por um determinado sistema baseado apenas em estudos in vitro. Por outro lado, estudos in vivo são escassos (HEYDECKE; PETERS⁵², 2002).

Segundo TORBJORNER; FRANSSON⁹⁶, 2004, os principais fatores predisponentes à falha durante a restauração de um dente desvitalizado por meio de pinos são condutos excessivamente alargados, paredes finas e superfície retentiva reduzida, que resultam em altos níveis de estresse sobre o cimento. A perda de retenção é reportada como sendo a mais freqüente causa de falha.

As variáveis biológicas e técnicas envolvidas no preparo intra-radicular são complexas. O uso de pinos não aumenta a resistência à fratura dos dentes restaurados, porém a quantidade de remanescente coronário influencia a estabilidade do conjunto (GOTO et al.⁴⁸, 2005). Técnicas conservadoras de preparo, bem como manutenção da maior quantidade possível de remanescente coronário (efeito férula) são consenso entre os pesquisadores (GOTO et al.⁴⁸, 2005, NAUMANN; PREUSS; FRANKENBERGER⁶⁶, 2006, PEREZ et al.⁶⁹, 2005). A magnitude e direção das forças oclusais também são fatores que não devem ser subestimados (FERNANDES; SHETTY; COUTINHO³⁶, 2003).

NAUMANN; PREUSS; FRANKENBERGER⁶⁶, 2006, explicam, em um recente estudo sobre a efetiva capacidade de reforço dos pinos cimentados adesivamente, que a tolerância às cargas funcionais dos dentes tratados endodonticamente é influenciada pelo número de contatos oclusais, posição do dente no arco, tipo de reconstrução protética, tipo de pilar, condição apical, degradação do colágeno e, como fator crucial, o efeito férula promovido pela quantidade de dentina remanescente. Neste estudo, que comparou pinos de resina reforçados por fibras e pinos de titânio cimentados na presença e ausência da férula cervical, a resistência à fratura dos dentes tratados endodonticamente não foi influenciada pela rigidez do pino e sim pelo efeito férula, considerado um elemento chave dentro do 'complexo' restaurador.

O dente submetido a tratamento endodôntico sofre alterações estruturais, tornando-se fragilizado em relação a um dente polpado. SCOTTI; FERRARI⁸³, 2002, apontam três consequências relevantes do tratamento endodôntico sobre o elemento dentário: perda de tecido com relativo enfraquecimento da estrutura dental, alteração das características físico-mecânicas do dente e variação das características estéticas de dentina e esmalte remanescentes. A resistência do dente torna-se reduzida em torno de 5%, mas a desidratação dentinária devido à perda da irrigação sanguínea e à variação da disposição das fibrilas de colágeno seria a responsável por um enfraquecimento da ordem de 14%, mais relevante na arcada mandibular e nos incisivos.

A estrutura radicular é completamente constituída por dentina intertubular. FERRARI et al.⁴², 2000, estimaram, por meio de MEV (microscopia eletrônica de varredura), o número de túbulos dentinários disponíveis para a cimentação de pinos de fibra nos terços cervical, médio e apical do conduto até uma profundidade de 10mm. A densidade e diâmetro dos túbulos dentinários foi maior no terço cervical, e diminuiu progressivamente em direção apical. A superfície para adesão aumentou nos terços cervical, médio e apical em 202%, 156% e 113% respectivamente, após o ataque ácido. A espessura da camada híbrida foi de 4,5µm no terço cervical, 2,5µm no médio e 1,2µm no apical, o que evidencia claramente as dificuldades técnicas inerentes aos procedimentos adesivos realizados no interior do conduto.

Dentes tratados endodonticamente restaurados por meio de pinos intra-radulares estão, ainda, susceptíveis a microinfiltração coronal em longo prazo, o que constitui uma potencial causa de falhas. Apesar desta infiltração ser substancialmente reduzida nos dentes obturados com selantes à base de resina, bem como nos dentes cujos pinos intra-radulares foram cimentados com cimentos resinosos, o cimento de fosfato de zinco ainda é extensivamente utilizado em todo o mundo. Esse cimento, inicialmente ácido e não adesivo, é capaz de dissolver a lama dentinária e desmineralizar a dentina intacta subjacente. As fibrilas de colágeno expostas podem sofrer degradação em longo prazo (FERRARI et al.⁴³, 2004). Neste estudo de FERRARI et al.⁴³, 2004, a progressiva deterioração da integridade estrutural

da matriz colágena foi proporcional ao tempo de função clínica. Os autores analisaram dentes que estiveram em função durante períodos de até 12 anos, dividindo-os em grupos correspondentes a 3-5, 6-9 e 10-12 anos. Um grupo controle foi estabelecido utilizando-se dentes hígidos recém-extraídos submetidos ao tratamento endodôntico e posteriormente desobturados e preenchidos com cimento de fosfato de zinco. A rede de fibrilas de colágeno apresentava-se intacta no topo da superfície dentinária dos espécimes controle, e mantida, porém esparsa, nos espécimes com 3-5 anos de vida clínica. Nos espécimes com 6-9 anos de função clínica, a integridade da matriz colágena foi perdida dando lugar a uma rede amorfa e colapsada. Nos espécimes do grupo 10-12 anos, havia regiões adicionais onde a matriz estava ausente, com exposição das ramificações laterais dos túbulos na dentina mineralizada subjacente.

Entretanto, segundo TORBJORNER; FRANSSON⁹⁶, 2004, a performance dos materiais é influenciada por variáveis relacionadas tanto ao paciente quanto ao operador. Fatores como sensibilidade da técnica e dieta do paciente têm sido apontados como sendo tão significativos quanto a escolha do material. A maioria dos estudos sobre a restauração de dentes tratados endodonticamente aponta variações substanciais nos procedimentos clínicos, na seleção de pacientes e materiais utilizados. Existem falhas no estabelecimento de parâmetros e critérios para sucesso nestes tratamentos. Os estudos prospectivos apontam dados heterogêneos,

o que faz com que os mesmos não possam ser combinados ou comparados para uma avaliação geral de sobrevivência.

Desta forma, remanescem questionamentos a respeito das situações indicativas de um pino intra-radicular, de qual o melhor sistema de pinos a ser indicado e qual o agente cimentante ideal para cada sistema. É importante que se conheça a evolução desses sistemas, e quais as principais características que os consolidaram como alternativa viável ao uso de núcleos metálicos fundidos.

2.2. Pinos estéticos e cimentos resinosos - Evolução dos sistemas de retenção intra-radicular e dos agentes cimentantes

Os cimentos odontológicos são materiais extremamente importantes, utilizados em mais da metade dos procedimentos restauradores, como cimentação de próteses e bases de restaurações diretas (NAKABAYASHI; PASHLEY⁶⁵, 2000).

A escolha de um agente cimentante depende da situação clínica, combinada a suas propriedades físicas, biológicas e técnicas. Neste sentido, o agente cimentante ideal deveria fornecer adesão durável entre o dente e a superfície do material restaurador, combinado a adequados valores de dureza, resistência à tensão e à compressão, adequado módulo de elasticidade e resistência à fratura para prevenir deslocamentos.

Adicionalmente, deveria apresentar adequada viscosidade, baixa solubilidade e tempo de trabalho e presa adequados. No caso dos cimentos resinosos, os mesmos deveriam apresentar um adequado grau de conversão (KUMBULOGLU et al.⁵⁸, 2004).

Os cimentos de fosfato de zinco, policarboxilato e ionômero de vidro são utilizados há décadas e apresentam vantagens e desvantagens muito bem documentadas na literatura (DIAZ-ARNOLD; VARGAS; HASELTON²⁹, 1999, HERSEK; CANAY⁵¹, 1996, HEYDECKE; PETERS⁵², 2002, ROSENSTIEL; LAND; CRISPIN⁷⁵, 1998). Entretanto, tais cimentos dissolvem-se lentamente e sofrem erosão nos fluidos orais (NAKABAYASHI; PASHLEY⁶⁵, 2000). O cimento de fosfato de zinco é extremamente ácido nas primeiras horas, podendo dissolver a lama dentinária e desmineralizar a dentina intacta subjacente, promovendo a degradação das fibras de colágeno expostas em longo prazo (FERRARI et al.⁴³, 2004, NAKABAYASHI; PASHLEY⁶⁵, 2000).

Neste sentido, cimentos resinosos adesivos têm sido considerados uma alternativa viável, por apresentarem baixa solubilidade nos fluidos bucais, aderirem ao esmalte e dentina (NAKABAYASHI; PASHLEY⁶⁵, 2000), além de reduzirem substancialmente a infiltração coronal (FERRARI et al.⁴³, 2004).

Inicialmente preconizados para cimentação de próteses fixas adesivas, coroas, inlays e onlays, os cimentos resinosos passaram a ser indicados para a cimentação de pinos intra-radiculares de cerâmica e fibra

de vidro devido aos bons resultados alcançados em decorrência de sua baixa solubilidade e suas propriedades mecânicas e adesivas (HASEGAWA; BOYER; CHAN⁴⁹, 1991). Seu emprego na cimentação de núcleos intra-radulares objetiva o aumento da retenção e redução na concentração de estresse na interface dente/cimento/restauração, em função da união promovida pelo sistema adesivo, tanto ao dente quanto ao pino (HOFMANN et al.⁵³, 2001). Entretanto, a seleção do sistema adesivo e do agente cimentante apropriados para a cimentação de pinos intra-radulares ainda é um enorme desafio, uma vez que se desconhece o comportamento clínico a longo prazo destes materiais (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, CARVALHO¹⁸, 2004).

O núcleo fundido, utilizado em conjunto com os cimentos de fosfato de zinco, policarboxilato ou ionômero de vidro, foi considerado até a década de 80 a melhor técnica de reforço e reconstrução coronária do dente tratado endodonticamente. Sua estabilidade, extremamente precisa em relação à morfologia do conduto, era garantida por retenção intrínseca ativa primária. No entanto, diversos estudos sobre reconstruções de dentes com núcleos fundidos ressaltam os elevados percentuais de fracasso desta opção de tratamento (BACHICHA et al.⁸, 1998, GOTO et al.⁴⁸, 2005, SAHAFI et al.⁸¹, 2005). Estes estudos evidenciam que uma excelente adaptação dos pinos cônicos às paredes do conduto não permite melhor retenção, mas tende sobrecarregar a raiz com um efeito de cunha. Considerando a sua forma, estas estruturas provocam sobrecarga durante a função mastigatória ao

redor de zonas radiculares enfraquecidas previamente por tratamento endodôntico (SCOTTI; FERRARI⁸³, 2002).

O advento dos sistemas de pinos intra-radiculares pré-fabricados, mais especificamente aqueles confeccionados em materiais estéticos como dióxido de zircônio, fibras de vidro e polietileno, simplificou os procedimentos clínicos devido à eliminação da etapa laboratorial (HEYDECKE; PETERS⁵², 2002). Além disso, a disponibilidade de pinos translúcidos permitiu a utilização de cimentos resinosos de polimerização dual, onde a característica de translucidez dos pinos de fibra poderia favorecer a transmissão de luz.

Segundo ROSENSTIEL; LAND; CRISPIN⁷⁵, 1998, o aprimoramento desses cimentos se deu em resposta ao significativo aumento da demanda por restaurações estéticas, especialmente as cerâmicas translúcidas utilizadas para reabilitações anteriores. Este fato demandava a existência de sistemas adesivos confiáveis e ao mesmo tempo estéticos, para que não interferissem com a cor dessas restaurações.

Os pinos cerâmicos permitiram contornar problemas biológicos e estéticos relacionados à reconstrução coronária antes realizada por meio de pinos metálicos, fundidos e/ou pré-fabricados. No entanto, não resolveram a questão estrutural da reconstrução devido a sua alta rigidez. Pinos extremamente rígidos criam uma concentração de tensões elevada e não uniforme sobre o remanescente radicular. Além disso, demonstram baixa adesão à resina de reconstrução coronária e aos cimentos resinosos (SCOTTI; FERRARI⁸³, 2002).

Os pinos de resina reforçados por fibra introduziram um novo conceito à restauração de dentes tratados endodonticamente: os diferentes componentes da reconstrução constituem um complexo mecânico e estruturalmente homogêneo, otimizando a distribuição das cargas funcionais (CEBALLOS et al.²⁰, 2006, CURY et al.²⁵, 2006). Entretanto, FERRARI; MANNOCCI⁴¹, 2000, creditam à técnica de cimentação grande parte da responsabilidade sobre a durabilidade da restauração. Neste quesito, os autores apontam os pinos cimentados passivamente como vantajosos na redução de estresses criados após a cimentação, devido, principalmente, ao seu módulo de elasticidade e à técnica de cimentação adesiva, que evita retenção friccional entre o pino e as paredes do conduto.

A cimentação passiva dos sistemas de retenção intra-radicular, que interpõe entre o pino e a dentina intra-radicular uma camada de cimento resinoso, auxilia na absorção e dissipação das cargas funcionais transmitidas à raiz, constituindo-se o objeto de vários estudos clínicos e laboratoriais (CEBALLOS et al.²⁰, 2006, CURY et al.²⁵, 2006, GORACCI et al.⁴⁷, 2005, SIGEMORI et al.⁸⁵, 2005). Entretanto, atualmente, observa-se uma mudança nos paradigmas da odontologia estética, uma vez que as restaurações adesivas poderiam, em muitas situações, tornar desnecessária a indicação de retenção intra-radicular (PEROZ et al.⁶⁹, 2005).

GOTO et al.⁴⁸, 2005, verificaram que espécimes confeccionados com pinos de fibra cimentados por meio de cimento resinoso e cuja porção coronária fora reconstruída com resina composta apresentaram resultados

significativamente superiores àqueles reconstruídos com núcleo fundido em ouro e pré-fabricados em liga de titânio, quando submetidos a testes de fadiga. A variável mensurada foi o número de ciclos capaz de causar a falha do cimento. Este estudo sugere que uma melhor união entre a estrutura remanescente e o conjunto pino intra-radicular/ núcleo de reconstrução pode ser obtida utilizando-se pinos de fibra em conjunto a reconstruções de compósitos, em detrimento dos sistemas convencionais.

Em um estudo retrospectivo, FERRARI et al.⁴⁶, 2000, avaliaram a performance clínica de pinos de fibra cimentados em períodos de 1 a 6 anos, por meio de exames clínicos e radiográficos semestrais. 1.304 pinos foram incluídos nesse estudo, associados a 4 diferentes combinações de adesivo/agente cimentante. Os resultados revelaram um índice de falhas de 3,2%, associado a duas razões: descimentação durante a remoção da coroa provisória (25 pinos) e lesões periapicais ao exame radiográfico (16 dentes), sem diferença estatisticamente significativa entre os grupos. Os autores consideram a cimentação de pinos de fibra com cimentos resinosos um procedimento seguro e confiável.

Nos sistemas de pinos reforçados por fibras, as mesmas são apontadas como responsáveis pelo aumento da rigidez e resistência da matriz resinosa. Muitos sistemas são divulgados como portadores de características muito semelhantes às da dentina, sendo a adesão química entre o pino e o cimento resinoso, bem como ao material de reconstrução coronária, uma de suas maiores vantagens (TORBJORNER; KARLSSON;

ODMAN⁹⁷, 1995). Os pinos de resina reforçados por fibras contêm alta porcentagem de fibras ininterruptas embebidas em uma matriz polimérica, geralmente resinas epóxicas ou outros polímeros com alto grau de conversão e altos índices de ligações cruzadas (SEEFELD et al.⁸⁴, 2006). SEEFELD et al.⁸⁴, 2006, investigaram a correlação entre as características estruturais de oito sistemas de pinos reforçados por fibras e a resistência à fratura dos mesmos, por meio de testes de carga estática e posterior análise em MEV, e verificaram uma significativa correlação linear entre a proporção fibras/matriz dos pinos e sua resistência flexural.

O comportamento destes pinos é definido como anisotrópico, ou seja, demonstram propriedades físicas diferentes quando submetidos a cargas advindas de diferentes direções. O módulo de elasticidade é de 90GPa ao longo do eixo das fibras, 34GPa a uma incidência de 30° e 8GPa quando as cargas são perpendiculares às fibras. Tais valores são semelhantes aos encontrados para a dentina de um dente hígido, que apresenta um módulo de elasticidade de 18GPa para cargas incidentes a 30° e de 8GPa para cargas perpendiculares ao longo eixo das fibras. Neste sentido, a combinação dos pinos de fibra com um agente cimentante à base de Bis-GMA permite a obtenção de uma estrutura homogênea interposta entre o pino e a dentina radicular. Desta forma, o módulo de elasticidade baixo não está associado à fragilidade, e sim à boa resistência mecânica destes sistemas (SCOTTI; FERRARI⁸³, 2002).

Quando a parte coronária de um dente reconstruído com um pino é submetida a tensões, os diferentes materiais que compõem o conjunto – cimento adesivo, reconstrução coronária e dentina - recebem solicitações diferentes, de acordo com suas propriedades mecânicas. O pino muito rígido em relação aos materiais que o circundam tende a não se deformar, mesmo quando as estruturas circundantes estejam próximas do seu limite elástico. Quando o valor do estresse supera o limite elástico desses materiais, a raiz se fratura (SCOTTI; FERRARI⁸³, 2002). Quando o pino está circundado por uma camada de cimento resinoso, o prognóstico pode ser melhor para a raiz porque o cimento cede primeiro, causando o deslocamento do pino.

Um aspecto intensamente discutido na atualidade refere-se ao grau de conversão dos cimentos resinosos e sua influência sobre o comportamento biomecânico do conjunto. A cimentação de pinos ou núcleos intra-radulares com cimentos adesivos se constitui num procedimento altamente sensível, sujeito às adversidades técnicas que se iniciam durante a desobturação do conduto e envolvem todos os passos operatórios, até a polimerização final do cimento (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, CARVALHO¹⁸, 2004, CEBALLOS et al.²⁰, 2006, CURY et al.²⁵, 2006, FERRARI et al.⁴², 2000, FERRARI et al.⁴⁶, 2000, SCOTTI; FERRARI⁸³, 2002).

A primeira questão relevante refere-se exatamente à configuração anatômica dos condutos radulares, que torna os procedimentos adesivos intra-radulares ainda mais sensíveis à técnica. O limitado acesso dificulta o controle da umidade, do condicionamento ácido, da quantidade e

evaporação do adesivo e da intensidade de luz recebida pelos terços médio e apical, aumentando conseqüentemente as chances de insucesso. A utilização de sistemas adesivos simplificados trouxe ainda mais prejuízos à estabilidade e durabilidade da união adesiva e do próprio polímero (CARVALHO¹⁸, 2004, FERRARI; MANNOCCI⁴¹, 2000, FERRARI et al.⁴⁴, 2002).

Associado a esses fatores, está a alta contração de polimerização associada a compósitos de baixa viscosidade como os cimentos resinosos. Um dos maiores problemas relacionados à cimentação adesiva intra-radicular reside na dificuldade para o alívio dos estresses de contração nas porções profundas de canais estreitos (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, TAY et al.⁹⁰, 2005).

Estas variáveis vêm sendo extensivamente pesquisadas desde o surgimento dos primeiros procedimentos adesivos intra-radulares, na tentativa de melhorar o prognóstico dos dentes despolpados restaurados por meio de pinos de fibra e cimentos resinosos (FERRARI et al.⁴⁶, 2000, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, TAY et al.⁹⁰, 2005, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005). Os efeitos das mesmas sobre as propriedades físicas e mecânicas do polímero formado, principalmente nas regiões mais profundas do conduto, são determinantes do grau de degradação que estes materiais sofrerão em longo prazo (CARVALHO¹⁸, 2004, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005).

Por atuarem de formas distintas, as variáveis técnicas envolvidas nos procedimentos adesivos intra-radulares serão abordadas separadamente ao longo deste capítulo.

2.3. Fatores que interferem com a polimerização dos agentes cimentantes no interior do conduto radicular

2.3.1. Agentes químicos utilizados para a limpeza do conduto radicular

O uso de agentes químicos para a limpeza do conduto após a desobturação e previamente à aplicação do sistema adesivo foi também objeto de alguns estudos (ARI; YASAR; BELLI¹, 2003, MORRIS et al.⁶⁴, 2001, NGOH et al.⁶⁷, 2001). Soluções oxidantes como o hipoclorito de sódio (NaOCl) e o peróxido de hidrogênio (H₂O₂) são apontadas por alguns autores como responsáveis pelo comprometimento da adesão intra-radicular (ARI; YASAR; BELLI¹, 2003, BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, CARVALHO¹⁸, 2004). Outras substâncias, como o eugenol, também são consideradas nocivas à resistência adesiva intra-radicular (NGOH et al.⁶⁷, 2001). Resíduos destas soluções podem remanescer na superfície da dentina, especialmente no terço apical do conduto, comprometendo a polimerização dos sistemas adesivos e, conseqüentemente, influenciando sua predisposição à degradação em longo prazo.

NGOH et al.⁶⁷, 2001, compararam, por meio de testes de microtração, a resistência adesiva (RA) regional do cimento C&B Metabond à dentina radicular de dentes tratados ou não com o líquido de cimentos à base de eugenol, e verificaram que os espécimes tratados com eugenol apresentaram valores de RA significativamente inferiores quando comparados àqueles que não foram submetidos ao eugenol. A região analisada não influenciou a resistência adesiva, ou seja, os valores do terço cervical não diferiram dos valores do terço médio em ambos os grupos.

Em outro estudo, MORRIS et al.⁶⁴, 2001, analisaram a influência de diversas soluções, dentre elas o hipoclorito de sódio a 5% e o RC-Prep (peróxido de uréia a 10% e EDTA a 15%), sobre a resistência adesiva de um cimento resinoso (C&B Metabond) à superfície radicular. Foram preparados espécimes utilizando solução de NaCl (cloreto de sódio) a 0,9% como agente irrigador (controle), NaOCl a 5%, RC-Prep, NaCl a 0,9% seguido de ácido ascórbico a 10%, NaOCl a 5% seguido de ascorbato de sódio 10% (pH 4), NaOCl a 5% seguido de ascorbato neutro de sódio a 10% e RC-Prep seguido de ácido ascórbico a 10%. Todas as raízes foram preenchidas com o cimento C&B Metabond, armazenadas por 24h em meio úmido e seccionadas em 6 fatias de 1mm nos terços cervical e médio, que foram posteriormente desgastadas e submetidas ao teste de microtração. Os resultados demonstraram que tanto o NaOCl a 5% como o RC-Prep promoveram redução significativa na resistência de união do cimento à

dentina, mas essa redução foi revertida por meio da subsequente aplicação do ácido ascórbico a 10% ou do ascorbato de sódio a 10%.

A influência do hipoclorito de sódio a 5% também foi estudada por ARI; YASAR; BELLI¹, 2003, que analisaram as diferenças entre os valores de resistência adesiva de quatro agentes cimentantes (C&B Metabond, Panavia F, Variolink II e Rely X) em condutos previamente instrumentados e irrigados ou não com essa solução. Foram encontradas diferenças estatisticamente significativas entre os grupos cujas raízes foram previamente tratadas com hipoclorito e as não tratadas. C&B Metabond apresentou os maiores valores de resistência adesiva em relação aos demais do grupo controle, bem como em relação aos cimentos Panavia F e Variolink II do grupo irrigado com hipoclorito.

2.3.2. Adversidades relacionadas aos sistemas adesivos

A seleção do sistema adesivo é de extrema importância durante a cimentação adesiva de pinos intra-radulares. O conduto radicular é constituído em sua totalidade de dentina, que se constitui em um substrato naturalmente úmido e, conseqüentemente, requer uma técnica úmida de adesão. Desta maneira, a hidrofília do adesivo desempenha papel fundamental nos procedimentos adesivos intra-radulares, e, pensando nisto, diluentes resinosos hidrofílicos e solventes foram adicionados pelos

fabricantes às formulações. Entretanto, este fato exerce um efeito determinante sobre a degradação destes materiais em longo prazo (CARVALHO¹⁸, 2004, YIU et al.¹⁰⁴, 2006, YIU et al.¹⁰⁵, 2004).

Originalmente, os primeiros pinos de fibra de carbono a serem cimentados adesivamente no interior dos condutos deveriam utilizar, em conjunto com o agente cimentante, um sistema adesivo de 3 passos (FERRARI; MANNOCCI⁴¹, 2000, FERRARI et al.⁴⁴, 2002). O mecanismo de adesão desses sistemas é baseado no condicionamento ácido prévio, para remover a lama dentinária e desmineralizar a dentina. Dessa forma, uma rede de fibrilas de colágeno é exposta e pode ser posteriormente infiltrada por monômeros resinosos, originando os prolongamentos de resina e ramificações laterais responsáveis pela retenção micromecânica no interior do substrato dentinário desmineralizado (NAKABAYASHI; PASHLEY⁶⁵, 2000).

Recentemente, os chamados sistemas adesivos “simplificados” têm sido propostos, na tentativa de diminuir o número de passos operatórios e simplificar os procedimentos clínicos. Entretanto, apesar do crescente número de indicações, o comportamento clínico destes sistemas ainda está sendo estudado na atualidade.

Grande parte dos cimentos resinosos indicados para uso conjunto com pinos de fibra de vidro utiliza sistemas adesivos simplificados. A simplificação destes sistemas é uma tendência de mercado, decorrente da demanda pela simplificação técnica e redução do tempo clínico, mas trouxe

prejuízos à estabilidade e durabilidade da união adesiva e do próprio polímero (CARRILHO et al.¹⁵, 2005, CARVALHO¹⁸, 2004). Os sistemas utilizados para adesão intra-radicular são, em sua maioria, os mesmos utilizados nas técnicas restauradoras diretas e indiretas. Desta forma, podem ser utilizados sistemas adesivos convencionais ou autocondicionantes para essa finalidade (SCOTTI; FERRARI⁸³, 2002).

Segundo BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, o condicionamento total melhora os índices de resistência de união à superfície dentinária plana. Entretanto, o pobre controle da umidade e a incompleta impregnação dos monômeros resinosos podem comprometer a adesão. É mais provável que tais problemas ocorram no interior do conduto, onde o controle da umidade é problemático. Neste sentido, sistemas adesivos autocondicionantes têm sido propostos para uso conjunto com os cimentos resinosos, uma vez que esses sistemas podem ser utilizados sobre a dentina seca, e não requerem o enxágüe do agente condicionador ácido, o que poderia minimizar as chances de insucesso (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003).

Entretanto, tais sistemas incorporam em sua formulação monômeros resinosos ácidos, que simultaneamente desmineralizam e infiltram os tecidos dentais. As resinas de polimerização química e dual – incluem-se aqui os cimentos resinosos – podem sofrer influência da excessiva acidez dos sistemas adesivos simplificados ácidos – convencionais de 2 passos e autocondicionantes de passo único (CARVALHO¹⁸, 2004, SANARES et al.⁸², 2001, SUH et al.⁸⁸, 2003, TAY et al.⁹³, 2003, TAY et al.⁹⁴, 2003). Isto ocorre

devido ao fato de ambos os sistemas não receberem a cobertura de resina hidrofóbica, como ocorre nos sistemas convencionais de 3 passos e autocondicionantes de 2 passos. Na camada superficial, que foi inibida pelo oxigênio, remanescem monômeros ácidos que ao entrarem em contato com as aminas terciárias básicas presentes como componentes do catalisador de resinas de polimerização química e dual, inativam tais aminas. A falha por incompatibilidade ocorre na interface entre o agente cimentante e o sistema adesivo, podendo provocar a falha do sistema adesivo como um todo (SANARES et al.⁸², 2001, TAY et al.⁹³, 2003).

O estudo de SANARES et al.⁸², 2001, corroborou as evidências a respeito das interações adversas entre adesivos simplificados ácidos e resinas de polimerização química. Os autores compararam os valores de resistência adesiva (RA) de 4 adesivos convencionais de 2 passos (Prime&Bond NT, OptiBond Solo, Single Bond e One-Step) com diferentes graus de acidez, aplicados sobre dentina hígida e cobertos com resina foto ou quimicamente ativada. Após os testes, os espécimes foram analisados em MEV. Os valores de RA foram semelhantes para os compósitos fotopolimerizáveis, porém significativamente inferiores para os autopolimerizáveis. Neste último caso, observou-se uma relação linear entre o pH do adesivo e o valor de RA, ou seja, quanto menor o pH, menor era o valor de RA. A análise em MEV revelou falhas predominantemente na interface compósito químico/adesivo, sendo que a área de fratura era comumente caracterizada por amplas lacunas, sugerindo incompatibilidade

entre os mesmos. Desta forma, tornou-se evidente que alguns adesivos convencionais de 2 passos afetam a polimerização de compósitos autopolimerizáveis em decorrência de interações na interface.

TAY et al.⁹³, 2003, avaliaram, por meio de testes de microtração e análise em MET (microscopia eletrônica de transmissão), os possíveis fatores contribuintes para a incompatibilidade entre os sistemas adesivos autocondicionantes de passo único e os compósitos autopolimerizáveis e dual. Os espécimes constituíam-se de superfícies dentinárias oclusais hidratadas e desidratadas, onde foi aplicado o adesivo auto-condicionante de um passo Xeno CF Bond (Dentsply). A resina composta dual Bis-Core (Bisco) foi aplicada nos modos: fotopolimerização, fotopolimerização retardada (20 minutos) e autopolimerizável. Em alguns espécimes, aplicou-se um co-iniciador químico (Bond Link). Quatorze dentes foram utilizados para a microtração e outros 14 para MET. Para esta última análise o compósito dual foi substituído por um fotopolimerizável e por um autopolimerizável de mesma composição. A fotopolimerização retardada resultou em queda significativa de resistência adesiva para a dentina hidratada, quando comparada à fotopolimerização imediata; para a dentina desidratada, a queda não foi significativa. Porém, o valor mais baixo foi encontrado para dentina hidratada combinada ao cimento autopolimerizável. O valor aumentou ligeiramente para este cimento quando a dentina estava desidratada. Na adição do Bond Link à dentina hidratada, a resistência adesiva aumentou, mas ainda foi significativamente inferior à dentina

hidratada com fotopolimerização imediata. Este valor somente foi equiparado quando o Bond Link foi unido ao compósito autopolimerizável na dentina desidratada. A presença de bolhas de água predominou nos espécimes de dentina hidratada e fotopolimerização retardada e autopolimerização. Os autores concluíram que não só as reações químicas adversas entre os monômeros ácidos do adesivo e as aminas terciárias básicas das resinas autopolimerizáveis e dual são responsáveis pela incompatibilidade destes sistemas, mas também o fato de os adesivos autocondicionantes de passo único se comportarem como membranas permeáveis após a polimerização.

Os mesmos autores (TAY et al.⁹⁴, 2003) testaram a hipótese nula de que a combinação de adesivos convencionais de 2 passos (simplificados) e co-iniciadores químicos para união a compósitos de polimerização química ou dual não é afetada pelo estado de hidratação da dentina. Superfícies oclusais de dentina foram divididas em 9 grupos: grupo controle: dentina hidratada (H) e fotopolimerização imediata da resina (FI); grupo 2: H e fotopolimerização retardada (FR); grupo 3: dentina desidratada (D) e FR; grupo 4: H e resina autopolimerizável (Q); grupo 5: D e Q; grupo 6: H e Q combinado a um co-iniciador; grupo 7: D e Q com o mesmo co-iniciador do grupo 6; grupo 8: H e Q com 2% de sulfinato benzínico de sódio (co-iniciador); grupo 9: E e Q com o mesmo co-iniciador do grupo 8. Os autores encontraram uma redução significativa nos valores de RA no grupo 2 (H-FR) em relação ao grupo 1 (H-FI), que se recuperou com a desidratação da dentina (grupo 3). O grupo 4 (H-Q) apresentou os mais baixos valores, que

aumentaram levemente no grupo 5 (D-Q) sem se diferir estatisticamente do grupo 6, onde foi utilizado um co-iniciador. Este mesmo co-iniciador aplicado sobre a dentina desidratada (grupo 7) promoveu aumento significativo da RA, embora ainda inferior ao grupo 1. O uso do sulfinato benzínico de sódio somente elevou significativamente a resistência no grupo 9 (D-Q). Falhas adesivas foram exclusivamente observadas nos grupos 2, 4 e 8. A presença de nanoinfiltração foi observada na camada híbrida de todos os grupos, bem como um padrão de deposição de grãos de prata isolados na camada adesiva e híbrida. Os grupos 2, 6 e 8 apresentaram bolhas de água na interface adesivo-compósito ou no próprio compósito. Já os grupos 4 e 5 evidenciaram ausência total de união entre o adesivo e o compósito.

CARVALHO et al.¹⁶, 2004, avaliaram o efeito da permeabilidade do adesivo sobre a união de cimentos resinosos que utilizam primers autocondicionantes à dentina. Os autores testaram a hipótese nula de que a aplicação de uma cobertura de resina hidrofóbica sobre adesivos autocondicionantes de 1 e 2 passos não produziria efeitos na união de cimentos resinosos à dentina hidratada. Vinte e oito terceiros molares tiveram sua superfície oclusal removida, gerando superfícies dentinárias planas. Quatro grupos experimentais foram testados por meio de microtração, MEV e MET, sendo: grupo A: Panavia F/ ED Primer; grupo B: Panavia F/ ED Primer coberto por uma resina adesiva de baixa viscosidade (Scotchbond Multipurpose Plus), grupo C: Bistite II DC e respectivo adesivo (autocondicionante de 2 passos) e grupo D: Bistite II DC com o respectivo

adesivo coberto pelo mesmo adesivo do grupo B. No caso do Panavia F, houve um aumento significativo nos valores de RA quando o ED primer foi coberto por uma camada de Scotchbond (grupo B), o que não ocorreu para o Bistite II DC. Este último cimento, quando coberto pelo Scotchbond (grupo D), obteve resistência adesiva semelhante ao grupo B. A análise em MET revelou alterações na interface do grupo A (ED Primer) induzidas pela ação da água infiltrada. O adesivo auto-condicionante de 2 passos do Bistite II DC apresentou nanoinfiltração severa. Para ambos os cimentos, a nanoinfiltração foi reduzida pela adição do Scotchbond Multipurpose Plus. Conseqüentemente, a hipótese nula foi rejeitada.

Desta forma, apesar de apresentarem menor sensibilidade técnica uma vez que os inconvenientes do controle da umidade estão eliminados com o uso dos sistemas simplificados, diversos estudos apontam que estes sistemas permitem que a água do substrato dentinário permeie pela camada de adesivo e fiquem aprisionadas entre a mesma e o material restaurador (CHERSONI et al.²¹, 2005, CHERSONI et al.²², 2004, CHERSONI et al.²³, 2004, TAY et al.⁸⁹, 2004, TAY et al.⁹¹, 2004, TAY et al.⁹², 2002).

A água presente no interior do conduto radicular provém de diversas fontes: da inadequada secagem do conduto após o ataque ácido, da saliva, do meio bucal e da própria dentina radicular, que é um substrato naturalmente úmido (CARVALHO¹⁸, 2004, CHERSONI et al.²¹, 2005, CHERSONI et al.²², 2004, CHERSONI et al.²³, 2004). Apesar de uma pressão pulpar positiva estar ausente nos dentes tratados

endodonticamente, um aumento da permeabilidade radicular pode decorrer da redução da espessura dentinária radicular durante o preparo do conduto para a cimentação de pinos intra-radiculares. Este fato se agrava quando se realiza o condicionamento total ou utiliza-se sistemas adesivos muito ácidos, capazes de dissolver ou remover completamente a lama dentinária (CHERSONI et al.²¹, 2005).

A passagem de água pela camada híbrida foi avaliada por CHERSONI et al.²², 2004, utilizando os adesivos Prime&Bond NT (PB), Admira Bond (AB) e Clearfil SE Bond (SEB), aplicados sobre dentina condicionada com ácido fosfórico (grupo 1), condicionada com ácido fosfórico e irrigada com glutaraldeído a 10% por 120 segundos (grupo 2), e condicionada com ácido fosfórico e irrigada com hipoclorito de sódio a 5% por 120 segundos (grupo 3). Após seccionados e polidos, os espécimes foram moldados e réplicas foram confeccionadas imediatamente e após 3 e 12 horas para análise em MEV. Alguns espécimes foram também metalizados para serem comparados com as réplicas e encontrou-se que as características morfológicas de ambos (espécime e réplica) foram similares. Em todos os sistemas adesivos houve formação da camada híbrida, exceto quando tratado com NaOCl. Foram observadas bolhas de água na camada híbrida de todos os espécimes, exceto do grupo 2 (NaOCl), que foram similares após 3 e 12 horas de armazenagem.

O mesmo autor (CHERSONI et al.²¹, 2005) investigou in vivo a passagem de fluídos na dentina intra-radicular após a polimerização de

adesivos convencionais de 3 e 2 passos (All-Bond 2; Single Bond e One-Step Plus) e autocondicionantes de 1 e 2 passos (Tyrian SPE/One-Step Plus; Xeno III e One-Up Bond F). Vinte e oito dentes tratados endodonticamente foram utilizados, sendo 4 dentes para cada adesivo a ser testado. Para o grupo controle, 4 dentes foram selecionados, nos quais não foi aplicado nenhum sistema adesivo, sendo 2 submetidos ao condicionamento ácido e 2 não. Para avaliar a passagem de fluidos, os condutos foram moldados com silicona de adição para a obtenção de réplicas que foram observadas em MEV. Tanto no grupo controle quanto nos sistemas convencionais de 2 passos e autocondicionantes, foram observadas quantidades significativamente maiores de gotículas de fluídos na camada adesiva, comparado às réplicas onde se utilizou um sistema convencional de 3 passos. Neste último caso, apenas uma réplica apresentou uma inexpressiva passagem de fluídos. Este estudo evidenciou que, embora a adição de catalisadores terciários torne os adesivos simplificados mais compatíveis com os cimentos autopolimerizáveis e dual, sua afinidade à água faz com que funcionem como membranas permeáveis após a polimerização.

Um outro fator de extrema importância é o controle da quantidade e da evaporação de água e solventes presentes no adesivo, quando o mesmo é aplicado no interior do conduto. A técnica úmida requer a manutenção de certa quantidade de água na superfície de dentina previamente à aplicação do sistema adesivo, o que impedirá o colapso da matriz de dentina

desmineralizada e preservará os espaços interfibrilares em condição de expansão, favorecendo a infiltração da resina adesiva (NAKABAYASHI; PASHLEY⁶⁵, 2000). Essa água deve ser removida antes da aplicação do sistema adesivo; entretanto, existe uma probabilidade muito grande de que remanesçam resíduos de água na camada híbrida quando os sistemas adesivos são polimerizados dentro do tempo clínico recomendado pelos fabricantes (CARVALHO¹⁸, 2004). Dessa forma, a durabilidade da união adesiva torna-se prejudicada, uma vez que os espaços ocupados pelos resíduos de solvente ou água representam porosidades na interface adesiva, que comprometem a polimerização adequada dos monômeros resinosos e aumentam a susceptibilidade dos mesmos à degradação no meio bucal. Essa questão torna-se mais evidente quando da utilização de sistemas adesivos que também contém água em sua composição, o que adicionará mais água à superfície e dificultará ainda mais a sua evaporação (CARVALHO¹⁸, 2004, TAY et al.⁹², 2002).

Nesse sentido, apesar da menor sensibilidade técnica dos sistemas adesivos à base de água em relação àqueles que não contém água em sua composição (nos quais a dentina deveria se manter visivelmente úmida para prevenir o colapso das fibrilas de colágeno), o controle clínico da umidade torna-se ainda mais crítico no interior do conduto radicular, onde a umidade, a espessura da camada adesiva, a evaporação do solvente, dentre outros, são fatores de difícil controle (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, FERRARI et al.⁴⁵, 2001).

Além das variáveis técnicas, um importante fator a ser analisado é a qualidade da polimerização do sistema adesivo. O acesso à luz é questionável nas regiões profundas do conduto radicular, do que se depreende que resinas fotopolimerizáveis aplicadas nestas regiões poderão sofrer prejuízos em sua polimerização (LUI⁶¹, 1994, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, SIGEMORI et al.⁸⁵, 2005, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005).

2.3.3. Acesso à luz no interior do conduto radicular e a importância do grau de conversão

Apesar da grande popularidade alcançada pelos compósitos e dos significativos avanços tecnológicos na área, estes materiais ainda apresentam algumas limitações quanto ao seu comportamento clínico, dentre elas a contração de polimerização, que resulta em estresse na interface com a estrutura dentária, a incompleta conversão de monômeros para polímeros durante a polimerização e a absorção de água no ambiente oral (FERRACANE³⁸, 2005, FERRACANE³⁹, 2006, SOH; YAP⁸⁶, 2004).

O grau de conversão dos materiais poliméricos desempenha papel fundamental sobre as propriedades físicas e mecânicas do mesmo (EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003). Um inadequado grau de conversão resulta em propriedades físico-mecânicas inferiores, como baixa resistência ao desgaste, instabilidade de cor, microinfiltração, reações teciduais adversas,

aumento dos índices de sorção de água, maior solubilidade e maior probabilidade de falha precoce (FERRACANE³⁷, 1985, ORTENGREN et al.⁶⁸, 2001, ROSENSTIEL; LAND; CRISPIN⁷⁵, 1998).

Ao mesmo tempo em que um alto índice de conversão é altamente desejável a um compósito, existe uma grande dificuldade em obtê-lo devido a limitações na mobilidade das moléculas reativas, que é imposta pela rápida formação de uma rede de ligações poliméricas cruzadas durante a fotopolimerização. Desta forma, a conversão dos monômeros em polímeros nunca é completa, e sempre permanecem no interior da massa consideráveis quantidades de grupos metacrilatos não reagidos, ou monômeros residuais. Estudos que utilizaram espectroscopia infravermelha reportaram um grau de conversão variando de 35-80% (ASMUSSEN², 1982, FERRACANE³⁷, 1985, KOUPIIS et al.⁵⁷, 2004).

Diversos fatores podem influenciar e/ou modular o grau de conversão de um compósito. Os principais relacionam-se à composição do material, à densidade de potência da luz, comprimento de onda, tempo de exposição, distância da fonte de irradiação, quantidade e tamanho das partículas de carga do material (KOUPIIS et al.⁵⁷, 2004, RUEGGERBERG et al.⁷⁷, 1993).

No caso dos cimentos resinosos, a espessura da restauração cerâmica ou o tipo de pino intra-radicular utilizado podem influenciar a quantidade de luz recebida pelas porções mais profundas do material. Diversos estudos apontam um significativo decréscimo no potencial de polimerização de cimentos resinosos usados sob restaurações cerâmicas,

decorrente da atenuação da luz (EL-BADRAWY; EL-MOWAFY³⁰, 1995, HOFMANN et al.⁵³, 2001, RUEGGERBERG; CAUGHMAN⁷⁶, 1993).

Com o objetivo de contornar estas limitações, os fabricantes introduziram na formulação dos cimentos resinosos fotoativados produtos cuja polimerização se dá por iniciação química ou induzida pela luz, daí a denominação “dual”. Teoricamente, este tipo de material reuniria as características benéficas dos cimentos auto e fotopolimerizáveis, e seu benefício estaria no fato de as porções submetidas a uma quantidade insuficiente de luz sofreriam polimerização química tardia (CEBALLOS et al.²⁰, 2006, MILLER⁶², 2004, RUEGGERBERG; CAUGHMAN⁷⁶, 1993).

Os estudos que procuram acessar o grau de conversão de cimentos em função de diferentes situações e protocolos clínicos não são recentes. BREEDING; DIXON; CAUGHMAN¹², em 1991, avaliaram, por meio de testes de dureza Knoop, a influência de diferentes tempos de exposição à luz na polimerização de 3 resinas compostas utilizadas como cimentos sob restaurações de resina composta de diferentes espessuras e cores. Neste estudo, a resina dual atingiu os maiores valores de dureza, entretanto sua polimerização também dependeu de adequada exposição à luz, estando a mesma sujeita a limitações similares as dos cimentos fotoativados. Os autores atestam que não é possível obter adequada polimerização de um cimento resinoso fotoativado sob uma restauração mais espessa que 2mm, e que restaurações escuras ou opacas também podem limitar a polimerização desses materiais.

RUEGGERBERG; CAUGHMAN⁷⁶, 1993, investigaram o grau de conversão de quatro cimentos resinosos dual, submetidos a diferentes tratamentos, sendo: não fotopolimerizados, fotopolimerizados por 60 segundos sob tira de poliéster e polimerizados por 20 ou 60 segundos sob uma cobertura de 1,5mm de compósito. Espectroscopia infravermelha foi realizada 2, 5, 10, 30 e 60 minutos e 24 horas após a polimerização dos espécimes. Independentemente da marca, este estudo demonstrou que o componente químico da polimerização foi inferior quando comparado à exposição a qualquer quantidade de luz. Os autores concluíram que, apesar da afirmação dos fabricantes, não existem evidências de uma substancial polimerização induzida quimicamente nos cimentos resinosos dual após os mesmos terem sido submetidos à fotoativação. A polimerização obtida após 10 minutos foi quase equivalente à obtida após 24 horas.

PEUTZFELDT⁷⁰, 1995, avaliou o efeito da fotopolimerização sobre o grau de conversão de 8 cimentos resinosos de polimerização dual, por meio de análise em espectroscopia infravermelha, e verificou que a polimerização dual resultou em 19 e 38% de ligações duplas remanescentes, enquanto para a polimerização exclusivamente química, esses valores variaram entre 25 e 56%, sendo que um dos cimentos que não foi fotopolimerizado não endureceu. A fotopolimerização foi capaz de reduzir a quantidade de ligações duplas remanescentes de 6 cimentos.

EL-BADRAWY; EL-MOWAFY³⁰, 1995, investigaram a dureza de cimentos resinosos de polimerização química e dual utilizados sob inlays de

diferentes espessuras (1 a 6mm), deixando-os polimerizar apenas quimicamente ou de forma dual. Para todos os cimentos analisados, houve diferença estatisticamente significativa entre a dureza daqueles polimerizados quimicamente e dos que foram submetidos à fotopolimerização, sendo a dureza Knoop maior nos cimentos que foram fotoativados. Os autores consideram os cimentos resinosos autopolimerizáveis o tipo de cimento mais apropriado para cimentação de pinos, coroas e próteses, mesmo apresentando tempo de trabalho limitado e tempo de presa prolongado. Isso se deve ao fato de que nos cimentos resinosos com polimerização dual examinados, a cura exclusivamente química não foi suficiente para atingir a dureza máxima dos espécimes.

DARR; JACOBSEN²⁶, 1995, também procuraram correlacionar a dureza e a resistência flexural de cimentos resinosos de polimerização dual e química com o seu grau de conversão. Apesar dos valores de dureza apontarem um grau de conversão adequado, os cimentos testados demandaram 24 horas para atingir a cura máxima. A luz teve um efeito marcante nos primeiros 30 minutos, mas após esse período ambos os grupos atingiram valores similares de dureza. A polimerização dual foi considerada mais efetiva do que a polimerização exclusivamente química, mas os autores advertem sobre a possibilidade de ocorrência de áreas remanescentes pobremente polimerizadas em cavidades profundas.

HOFMANN et al.⁵³, 2001, testaram a hipótese de que o mecanismo de polimerização química dos cimentos dual é efetivo para a polimerização

desses materiais. O efeito da polimerização química foi comparado à fotoativação isolada (fotoativando-se a pasta base) e ao mecanismo dual (fotoativando-se a mistura pasta base/catalisadora), em relação à resistência flexural, módulo de elasticidade e dureza de superfície. Um cimento de polimerização exclusivamente química serviu como controle. Adicionalmente, a influência da polimerização dos cimentos fotoativado e de ativação dual foi analisada sob uma camada de 2,5mm de porcelana. Para todos os cimentos dual avaliados, as propriedades mecânicas foram superiores quando a mistura das pastas foi fotopolimerizada, comparados à fotoativação da pasta base somente, independentemente da presença da camada de 2,5mm de porcelana.

BRAGA; CESAR; GONZAGA¹⁰, 2002, analisaram a influência do modo de polimerização sobre a resistência flexural, o módulo flexural e a dureza de cimentos resinosos. Foram testados os cimentos Panavia e Variolink (fotopolimerizável, autopolimerizável e dual), Rely X ARC (autopolimerizável e dual) e C&B (autopolimerizável). Os espécimes foram fraturados utilizando um teste de curvatura de 3 pontos, e a dureza Knoop foi mensurada nos fragmentos obtidos após os testes de resistência flexural. Os cimentos Rely X ARC e Variolink mostraram maiores valores de dureza após a fotoativação. O cimento Enforce demonstrou valores similares para as versões autopolimerizável e dual. Não foi identificada correlação entre resistência flexural e dureza, indicando que outros fatores (como, por

exemplo, o conteúdo de carga e o tipo de monômero) afetam as propriedades mecânicas dos compósitos.

Paradoxalmente, MILLER⁶², 2004, levantou questionamentos acerca da efetividade e da continuidade do mecanismo de polimerização química após a fotoativação dos cimentos resinosos de polimerização dual utilizados sob inlays, onlays e coroas livres de metal. O autor especula que a fotoativação prejudicaria a atividade química de alguns destes cimentos. Para isso, baseou-se em estudos longitudinais das décadas de 80 e 90, que apontam altos índices de sucesso para restaurações cerâmicas cimentadas com cimentos fotopolimerizáveis, bem como em experimentos realizados em seu laboratório. Os cimentos de polimerização dual que foram manipulados e deixados polimerizar apenas quimicamente apresentaram dureza Knoop superior aos que foram submetidos à fotoativação. Desta forma, considera que os parâmetros para a indicação dos cimentos de polimerização dual deveriam ser reconsiderados, uma vez que os mesmos parecem não oferecer benefícios reais quando os critérios dureza e longevidade são analisados.

Nos casos de cimentação adesiva de pinos intra-radiculares por meio de cimentos resinosos, o mecanismo de polimerização assume importância ainda maior, tendo em vista que a fotopolimerização atinge somente a porção da resina mais próxima da luz. A eficiência dos pinos de fibra na transmissão de luz às porções mais profundas do conduto tem sido analisada na tentativa de determinar sua real influência sobre o grau de

conversão dos agentes cimentantes resinosos (CEBALLOS et al.²⁰, 2006, LUI⁶¹, 1994, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005).

O uso de pinos translúcidos tem o objetivo de melhorar a taxa de polimerização do cimento resinoso e de polimerizar o material adesivo de uma só vez. VICHÍ; GRANDINI; FERRARI⁹⁸, 2001, avaliaram o mecanismo de união de um sistema adesivo dual (Excite DSC) em conjunto a um cimento autopolimerizável (Multilink) no interior do conduto radicular por meio de análise em MEV, e verificaram presença de bolhas na camada de cimento de todas as amostras e ausência das mesmas nas interfaces pino/cimento e adesivo/dentina. Contudo, os prolongamentos de resina se formaram em todos os terços da raiz, exibindo a mesma morfologia de cone invertido, comprimentos e densidades semelhantes.

Em um estudo anterior, LUI⁶¹, 1994, já havia analisado a influência da utilização de pinos translumínicos plásticos de diferentes diâmetros sobre a profundidade de cura de uma resina composta inserida no interior de condutos com 14mm de profundidade e 4mm de diâmetro, utilizando como controle espécimes onde a resina foi fotopolimerizada sem o pino. Para avaliar a profundidade de cura, utilizou um instrumento que mensurava o deslocamento longitudinal de uma ponta calibradora contra a resina, da região apical para cervical. A profundidade de cura aumentou significativa e proporcionalmente ao diâmetro dos pinos, exceto para os pinos de 1,35 e 1,5mm. Com o pino de 1,8mm, atingiu-se profundidade de cura de 11,29mm.

ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, analisaram o efeito do uso de um pino translumínico sobre a profundidade de cura de uma resina composta fotopolimerizável inserida em ambiente intra-radicular por meio de dureza Knoop. Para isso, confeccionaram cilindros de 15mm de comprimento com resina Z100 e, na tentativa de simular a cimentação em conduto radicular, um pino translumínico foi inserido no centro e fotopolimerizado por 2 minutos. Como controle utilizaram espécimes idênticos em resina, porém sem o pino. Os valores de dureza Knoop aumentaram progressivamente em distâncias mais profundas para os espécimes com pino, porém somente nas áreas adjacentes a ele. Em profundidades superiores a 3mm, a relação entre profundidade de cura e dureza Knoop não alcançou a proporção de 80%, indicando polimerização insuficiente em ambos os grupos. Este estudo sugere que experimentos prévios talvez tenham superestimado a habilidade dos pinos translumínicos em aumentar a profundidade de cura no interior dos condutos radiculares.

Em um estudo semelhante, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005, testaram a microdureza Knoop de um compósito em conjunto com diferentes pinos, preenchendo cilindros plásticos pretos de 15mm de comprimento e 4mm de diâmetro com resina fotopolimerizável e posicionando pinos translumínicos plásticos ou pinos de resina reforçada por fibras de vidro em seu interior. Um grupo sem o pino serviu como controle; 24 horas após a polimerização a 460 mW/cm² por 90 segundos, os espécimes eram testados em um microdurômetro por 10 segundos, com carga de 100g nas profundidades de

2, 4, 6, 8, 10, 12 e 14mm. Para o grupo controle, as medidas não puderam ser efetuadas a partir dos 4mm devido a não polimerização do material. Para os espécimes que continham os pinos translumínicos e de fibra de vidro, não houve diferença nos valores de microdureza até os 10mm de profundidade. Contudo, a partir de 10mm a microdureza dos espécimes que continham o pino de fibra de vidro em seu interior não pôde ser avaliada em virtude da insuficiente polimerização. O pino translumínico permitiu análise da dureza até a profundidade 14mm.

Devido aos questionamentos acerca da efetividade da polimerização dos cimentos resinosos no ambiente intra-radicular, alguns estudos se propuseram a avaliar o comportamento de cimentos ionoméricos, comparados ou não a cimentos resinosos ou resinosos modificados por ionômero (CURY et al.²⁵, 2006, SIGEMORI et al.⁸⁵, 2005).

SIGEMORI et al.⁸⁵, 2005, compararam, por meio de testes de microdureza Knoop, a profundidade de cura de um cimento de ionômero de vidro (CIV) modificado por resina e dois cimentos resinosos, utilizados no interior de moldes retangulares medindo 14 x 2 x 2mm³. Os espécimes foram analisados 24h após a polimerização, por meio de mensurações realizadas nos terços superficial, médio e profundo. Os cimentos resinosos apresentaram os maiores valores de dureza Knoop no terço superficial; entretanto, no terço médio não houve diferença estatisticamente significativa entre os materiais. No terço profundo, o cimento de ionômero de vidro apresentou os mais altos valores de dureza, enquanto a dureza dos

cimentos resinosos diminuiu sensivelmente na medida em que a profundidade aumentou.

CURY et al.²⁵, 2006, compararam, por meio de testes de *push-out*, o comportamento de um cimento resinoso, uma resina composta, um cimento de ionômero de vidro convencional e dois cimentos de ionômero de vidro modificados por resina utilizados para a cimentação de pinos intra-radiculares de fibra de vidro em relação à sorção de água e à resistência ao deslocamento. A hipótese nula era de que o tipo de cimento e o seu potencial para expansão higroscópica não influenciavam a retenção dos pinos de fibra de vidro. Após a cimentação dos pinos, os espécimes foram armazenados em água ou óleo mineral por uma semana, e então seccionados em fatias de 1mm de espessura para serem submetidos ao teste de *push-out*. A análise estatística mostrou que para os cimentos resinosos, não houve diferença significativa quando os mesmos foram armazenados em água ou em óleo. Ao contrário, o cimento ionomérico e os cimentos de ionômero modificado por resina apresentaram valores de resistência ao *push-out* significativamente superiores quando armazenados em meio aquoso. Apesar do cimento de ionômero de vidro convencional apresentar valores de resistência inferiores aos resinosos quando armazenados em óleo, após o armazenamento em água seus valores de resistência foram superiores ao dos cimentos resinosos armazenados em água.

CEBALLOS et al.²⁰, 2006, avaliaram, por meio de nanoindentação, o comportamento mecânico de pastilhas de cimentos resinosos em relação ao seu modo de polimerização (fotopolimerizáveis, autopolimerizáveis ou dual). Os resultados foram comparados com as mensurações obtidas dentro do sistema pino-cimento-dentina de espécimes, e com fotomicrografias obtidas em MEV. Diferenças significativas foram observadas entre o comportamento mecânico dos cimentos em pastilhas e daqueles utilizados na simulação da situação clínica, ou seja, em ambiente intra-radicular. Os autores afirmam que o confinamento do cimento entre o pino e a dentina exerce uma importante influência sobre o comportamento mecânico desses materiais, e que os cimentos de polimerização dual apresentariam a melhor combinação de propriedades desejáveis.

Este último estudo nos direciona para outra importante variável: o Fator C ou fator de configuração cavitária, que deve ser considerado dentro do contexto da cimentação adesiva de pinos intra-radiculares.

2.3.4. O Fator C no interior do conduto e suas implicações

A formação de ligações lineares e cruzadas durante o processo de polimerização dos materiais resinosos é responsável pela contração de polimerização dos compósitos, uma vez que as mesmas são de natureza molecular, e conseqüentes da aproximação dos monômeros durante a

formação das cadeias poliméricas. Esta reação promove uma redução volumétrica à medida que ligações covalentes são formadas (CARVALHO et al.¹⁷, 1996, FEILZER; DAUVILLIER³⁵, 2003, FERRACANE³⁸, 2005). Aliado a este fato, diferenças entre o coeficiente de expansão térmica da matriz polimérica e das partículas de carga também originam estresses na interface carga/matriz. Sendo assim, o estresse é um processo dinâmico, e não pode ser prognosticado por meio de cálculos dos valores finais. A contração volumétrica resultante da polimerização de compósitos é da ordem de 1,5 a 5%, com conseqüente desenvolvimento de estresses internos, que são transferidos à interface como forças de tração (FERRACANE³⁸, 2005).

A geometria da cavidade e a espessura da camada de resina também são fatores determinantes do maior ou menor grau do estresse de contração (TAY et al.⁹⁰, 2005). O fator C, ou fator de configuração cavitária, é descrito como a razão entre o número de superfícies aderidas sobre o número de superfícies não aderidas de uma cavidade. Durante a polimerização, o compósito pode se mover e escoar na superfície não aderida, o que promove o alívio dos estresses associados à contração de polimerização. Portanto, quanto maior o número de superfícies não aderidas, maior o escoamento e menor o estresse gerado (FERRACANE³⁸, 2005, TAY et al.⁹⁰, 2005).

Segundo CARVALHO et al.¹⁷, 1996, o material resinoso quando inserido em cavidades estabelece uma competição entre as forças de contração de polimerização e a resistência de união à estrutura dentária.

Dependendo da magnitude das tensões geradas, pode ocorrer a formação de fendas e subsequente infiltração e degradação. Segundo os autores, no caso de restaurações de resina composta, pode-se tentar controlar a magnitude desses estresses por meio da configuração do preparo cavitário, do uso de materiais para base ou forramento e pela técnica de incrementos.

Na situação intra-radicular, é praticamente impossível o controle desta variável. A cimentação de pinos intra-radiculares representaria, nesse contexto, o pior cenário em relação ao fator de configuração cavitário. Uma vez que a superfície não aderida torna-se extremamente reduzida, como no caso de condutos longos e estreitos, o relaxamento dos estresses por escoamento torna-se insuficiente, podendo promover a perda de integridade da camada adesiva, ou seja, aumentando a probabilidade de “descolamento” do material das paredes dentinárias (CEBALLOS et al.²⁰, 2006, CURY et al.²⁵, 2006, TAY et al.⁹⁰, 2005).

A composição do material e seu modo de polimerização também influenciam de maneira decisiva a quantidade de contração produzida durante a polimerização. Para diminuir a viscosidade e facilitar sua manipulação clínica, os cimentos resinosos tiveram sua porcentagem de carga reduzida, e por isso exibem maior grau de contração quando comparados às resinas com alto conteúdo de carga inorgânica. Adicionalmente, compósitos fotoativados exibem maior estresse de contração de polimerização e menor escoamento em relação aos quimicamente ativados (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, TAY et al.⁹⁰, 2005).

BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, testaram a hipótese de que a resistência adesiva de cimentos resinosos à dentina radicular estaria reduzida em função do fator de configuração cavitário, do processo de polimerização e do tipo de agente cimentante, e seria menor em direção ao ápice. Os autores encontraram valores mais altos de resistência de união quando a cimentação de pinos era feita em raízes seccionadas e valores inferiores para as situações onde a adesão era feita em raízes íntegras, como ocorre clinicamente. Os cimentos quimicamente ativados (C&B Metabond e Fuji Plus) apresentaram polimerização mais lenta e, devido a isso, menor incidência de falha espontânea. Sugeriram que a força de contração ou os problemas associados à inacessibilidade do canal podem ter sido responsáveis pelas falhas, uma vez que os estresses de polimerização gerados em condutos radiculares podem ser tão intensos que os cimentos resinosos perdem a união com as paredes dentinárias, originando falhas na interface.

No mesmo artigo (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003), os autores especulam que o Fator C, que tipicamente varia de 1 a 5 nas restaurações intracoronárias, pode exceder 200 no interior do conduto. Isto foi estimado por meio de cálculos matemáticos, dividindo-se a área de superfície livre de 150µm da espessura da película de cimento (área não aderida) ao redor do pino de 1,7mm de diâmetro pela área total aderida (área de superfície do pino somada à área de superfície dentinária). Uma das formas de contornar o problema seria a utilização de materiais que apresentam polimerização

mais lenta, que permitem o escoamento e aliviam o estresse na interface adesiva, conforme foi observado neste estudo.

TAY et al.⁹⁰, 2005, propuseram um modelo matemático para análise das variáveis geométricas que afetam a adesão no interior dos condutos radiculares. Para isso, consideraram os condutos radiculares como sendo cones afilados e calcularam os possíveis valores para o fator de configuração cavitária (Fator C), dividindo a área total disponível para adesão pela área livre em mm². O diâmetro apical dos cones variou de 0,20 a 0,40mm e o comprimento dos condutos variou de 10 a 28mm. Diferentes cenários foram simulados, desde o total preenchimento do conduto com cimento resinoso dual até espessuras de cimento variando de 1 a 500µm. O Fator C calculado foi de aproximadamente 500 para condutos medindo 10mm de comprimento. Quando a espessura de película do material resinoso diminuía de 20µm para 1µm, a superfície livre para o escoamento da resina também diminuía, fazendo com que o Fator C aumentasse rapidamente. Quando o conduto foi completamente preenchido por resina, o Fator C ainda permaneceu 32, extremamente alto quando comparado ao de uma cavidade classe I, que seria 5.

De uma maneira geral, um ótimo grau de conversão e uma mínima contração de polimerização são objetivos antagônicos (BRAGA; FERRACANE¹¹, 2002, EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003). Uma vez que um grau de conversão adequado é altamente desejável a qualquer material polimérico, outros fatores decorrentes ou não da conversão de monômeros

em polímeros deveriam ser conhecidos e controlados, para a obtenção de um polímero de melhor qualidade (FERRACANE³⁸, 2005).

Cimentos resinosos de polimerização química e cimentos ionoméricos têm sido sugeridos por alguns autores como alternativas para a cimentação de pinos de fibra (BACHICHA et al.⁸, 1998, BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, CURY et al.²⁵, 2006), pois apesar de sofrerem contração durante sua presa, suas propriedades viscoelásticas os tornam mais favoráveis em relação à manutenção da integridade adesiva. Além disso, a expansão higroscópica pós-maturação dos cimentos de ionômero de vidro convencionais e modificados por resina compensa a contração inicial de presa desses materiais. Isto pode resultar em uma adaptação mais íntima do cimento com as paredes do substrato no período pós-maturação (CURY et al.²⁵, 2006, WALLS¹⁰⁰, 1986).

2.4. Testes utilizados para determinação do grau de conversão

Devido à preocupação com a qualidade da polimerização dos compósitos, diversos estudos têm sido conduzidos ao longo dos últimos anos focando a determinação do grau de conversão de diferentes materiais poliméricos (ASMUSSEN², 1982, DARR; JACOBSEN²⁶, 1995, EL-BADRAWY; EL-MOWAFY³⁰, 1995, EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003, FERRACANE³⁷, 1985, HASEGAWA; BOYER; CHAN⁴⁹, 1991,

KUMBULOGLU et al.⁵⁸, 2004, LUI⁶¹, 1994, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, RUEGGERBERG; CAUGHMAN⁷⁶, 1993, SADAMORI et al.⁸⁰, 1990, SOH; YAP⁸⁶, 2004, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005).

Alguns desses estudos utilizam como parâmetro a quantidade de duplas ligações remanescentes, lançando mão de técnicas espectroscópicas, como fotoespectroscopia infravermelha e espectroscopia RAMAN, e outras como a calorimetria exploratória diferencial. Estes são considerados métodos diretos de avaliação do grau de conversão. Os métodos espectroscópicos medem os níveis de conversão na superfície do material estudado, pela mensuração de como o pico alifático-aromático se altera durante a polimerização. A calorimetria exploratória diferencial baseia-se na mensuração da quantidade de calor gerada durante a polimerização, sendo capaz de analisar o interior da massa do material (EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003).

Uma vez que as propriedades mecânicas são afetadas pelo grau de conversão dos compósitos, a avaliação de algumas dessas propriedades fornece uma medida indireta da extensão da cura. Assim, avaliações indiretas do grau de conversão podem ser realizadas por meio de testes de microdureza, uma vez que valores mais altos de dureza são um indicativo de uma maior extensão de polimerização (BRAGA; CESAR; GONZAGA¹⁰, 2002, CEBALLOS et al.²⁰, 2006, DEWALD; FERRACANE²⁸, 1987, FERRACANE³⁷, 1985, HASEGAWA; BOYER; CHAN⁴⁹, 1991, HOFMANN et al.⁵³, 2001, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, RUEGGERBERG; CRAIG⁷⁸, 1988,

SIGEMORI et al.⁸⁵, 2005, SOH; YAP⁸⁶, 2004, WITZEL et al.¹⁰¹, 2005, YAP et al.¹⁰², 2004, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005).

A sorção de água e a liberação de componentes por meio de testes de miscibilidade também fornecem medidas indiretas da extensão da polimerização de compósitos (RUEGGERBERG; CRAIG⁷⁸, 1988), uma vez que estabilidade da matriz polimérica irá ditar sua susceptibilidade à degradação química (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁵, 2001, LEE et al.⁵⁹, 1998).

Diversos autores procuraram, ao longo das últimas décadas, determinar a sensibilidade dos métodos diretos e indiretos de avaliação do grau de conversão ou correlacioná-los entre si. A relação entre dureza e grau de conversão já está estabelecida na literatura científica por meio de diversos estudos relacionados ao tema (ASMUSSEN³, 1982, BRAGA; CESAR; GONZAGA¹⁰, 2002, DEWALD; FERRACANE²⁸, 1987, FERRACANE³⁷, 1985, KUMBULOGLU et al.⁵⁸, 2004, PIANELLI et al.⁷², 1999, RUEGGERBERG; CRAIG⁷⁸, 1988, WITZEL et al.¹⁰¹, 2005).

O teste de microdureza Knoop foi especificamente utilizado para análise do grau de conversão e profundidade de cura de compósitos restauradores e cimentos resinosos em diferentes situações clínicas, incluindo a cimentação de pinos intra-radiculares (CHUNG; GREENER²⁴, 1990, DARR; JACOBSEN²⁶, 1995, EL-BADRAWY; EL-MOWAFY³⁰, 1995, HOFMANN et al.⁵³, 2001, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, SIGEMORI et al.⁸⁵, 2005).

FERRACANE³⁷, em 1985, correlacionou o teste de microdureza ao grau de conversão de três compósitos sem carga, determinado previamente por espectroscopia infravermelha. Apesar de boa correlação entre o aumento da dureza e um maior grau de conversão para as resinas avaliadas, o autor atesta que um valor específico de dureza não pode ser correlacionado a um específico grau de conversão quando comparadas diferentes formulações de materiais. Desta forma, as duas técnicas não devem ser utilizadas de forma intercambiável como indicativas do grau de conversão de diferentes resinas, uma vez que cada uma delas é sensível a diferentes variáveis.

Entretanto, a análise do grau de conversão não fornece uma caracterização completa da estrutura polimérica. As propriedades mecânicas também são dependentes da densidade da rede de ligações cruzadas formada durante o processo de polimerização (BRAGA; CESAR; GONZAGA¹⁰, 2002, FERRACANE³⁷, 1985, SOH; YAP⁸⁶, 2004, WITZEL et al.¹⁰¹, 2005). Os valores de conversão são medidas médias, que não levam em consideração que áreas com alto e baixo índice de conversão podem apresentar a mesma quantidade de ligações duplas remanescentes, em função da maior ou menor homogeneidade na polimerização. Além disso, polímeros diferentes em linearidade, ou seja, com maior ou menor grau de ligações cruzadas, podem apresentar valores de conversão similares (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁵, 2001).

Segundo DARVELL²⁷, 2002, um alto índice de ligações cruzadas inibe sensivelmente a mobilidade das cadeias poliméricas umas sobre as outras, e um polímero com tais características pode ser considerado mais resistente e exibir maior módulo de elasticidade, mas, entretanto, pode ser mais friável e exibir pequena ou nenhuma deformação plástica.

A qualidade da rede formada durante a polimerização irá ditar a extensão da captação de moléculas e expansão do compósito quando o mesmo é submetido à imersão em um solvente. Redes poliméricas com alta densidade de ligações cruzadas mostram reduzida captação de solventes do meio e também menor expansão, devido ao reduzido volume livre dentro da rede, bem como a ligações covalentes que mantêm a proximidade das cadeias poliméricas (FERRACANE³⁹, 2006). Desta forma, polímeros com alta densidade de ligações cruzadas são mais resistentes à degradação uma vez que apresentam menores espaços disponíveis para a difusão de moléculas do meio externo para dentro da estrutura (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁵, 2001, FERRACANE³⁹, 2006).

Em várias situações clínicas, o compósito localizado na superfície está sujeito à maior densidade de potência durante a irradiação, enquanto as partes profundas do material estão sujeitas à atenuação da luz devido à absorção e dispersão, recebendo menor densidade de potência. A taxa de polimerização diminui à medida que a distância da fonte de luz aumenta, tornando-se zero a partir de certa distância da superfície. Estudos prévios demonstram que a taxa de polimerização influencia a estrutura do polímero.

É presumível que compósitos fotoativados exibam, nas porções mais profundas, o mesmo grau de conversão da resina superficial, porém com uma reduzida densidade de ligações cruzadas (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003, PEUTZFELDT; ASMUSSEN⁷¹, 2005, YAP et al.¹⁰², 2004).

A densidade de ligações cruzadas pode ser estimada pela mensuração da temperatura de transição vítrea (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003) ou por meio de testes de intumescimento (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁷, 2003). A solução a 75% de etanol-água tem sido o solvente de escolha para simular a ação de alimentos no ambiente oral e sua relação com o envelhecimento de compósitos (LEE et al.⁵⁹, 1998). Tendo em vista que o PMMA (polimetil metacrilato) dissolve-se completamente em etanol, supõe-se que um polímero mais linear sofreria um maior amolecimento em relação ao polímero com maior densidade de ligações cruzadas (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003). Além disso, esta solução possui o parâmetro de solubilidade próximo ao do Bis-GMA, o que resulta em máximo amolecimento do material (KAO⁵⁵, 1989, LEE et al.⁵⁹, 1998, YAP et al.¹⁰², 2004).

O estudo de ASMUSSEN⁴, 1984, foi um dos primeiros a analisar o efeito do etanol e de outros ácidos orgânicos da placa sobre polímeros à base de Bis-GMA. O teste de dureza Wallace foi realizado antes e após a imersão dos espécimes em etanol, ácido acético, ácido propiônico e ácido

lático. A quantificação da deterioração sofrida pelos materiais foi estimada subtraindo-se do valor de dureza inicial, prévio ao condicionamento em solvente (KHN1), o valor de dureza pós-condicionamento (KHN2), obtendo-se dessa forma a variação do valor de dureza (ΔKHN), segundo a fórmula $\Delta KHN = KHN1 - KHN2$. O amolecimento das substâncias foi mais pronunciado quando o polímero era originado de misturas de monômeros com baixos conteúdos de diluentes.

KAO⁵⁵, 1989, analisou o efeito de solventes simuladores dos ácidos bucais, de diferentes concentrações, sobre o comportamento de resinas compostas para dentes anteriores e posteriores e de um ionômero de vidro restaurador, utilizando testes de dureza Knoop e MEV. Os menores valores de dureza para as resinas cuja matriz era à base de Bis-GMA foram observados quando da imersão em solução de etanol a 75%; entretanto, para o ionômero de vidro e as resinas com matriz à base de UDMA, o amolecimento máximo foi observado para a solução de etanol a 50%.

Segundo LEE et al.⁵⁹, 1998, a estabilidade da matriz polimérica e a liberação de subprodutos de degradação estão entre as maiores preocupações quando do uso de compósitos no ambiente oral. Os autores analisaram a liberação de monômeros residuais de compósitos utilizando três soluções (ácido acético a 99,9%, ácido propiônico a 90% e etanol a 75%), e o efeito resultante sobre a resistência à tração diametral. Segundo os autores, tanto o intumescimento quanto a lixiviação de moléculas são resultantes do processo de difusão, que pode ser induzido não somente pelo

etanol, como por ácido orgânicos da placa. A eficiência destes solventes pode ser prevista com base no parâmetro de solubilidade dos mesmos, ou seja, em sua capacidade em penetrar e dissolver o material. Nesse sentido, a água apresentaria um efeito insignificante quando comparada aos solventes orgânicos, por possuir um parâmetro de solubilidade muito aquém ao de compósitos à base de Bis-GMA.

ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, analisaram a estrutura do polímero em uma resina fotopolimerizável em relação à distância da superfície irradiada. Para isso, foram confeccionados 10 cilindros medindo 4 x 8mm, os quais foram irradiados a 580mW/cm² por 40 segundos e armazenados em meio úmido a 37°C, durante uma semana. Em seguida, a dureza Wallace dos espécimes foi mensurada antes e após imersão em etanol por 24h. Antes do armazenamento em etanol e a distâncias de até no máximo 0,5 a 3,5mm da superfície, não foram observadas diferenças nos valores de dureza. O armazenamento em etanol promoveu o amolecimento do polímero, que foi significativamente mais pronunciado na profundidade de 3 a 3,5mm do que na profundidade de 0,5 a 2,5mm. Estes dados foram explicados como sendo resultado de uma polimerização mais lenta que ocorre a distâncias maiores da superfície irradiada, resultando em um polímero com menor densidade de ligações cruzadas.

Em outro estudo, ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁷, 2003, avaliaram o efeito da modulação da fotoativação sobre o grau de conversão e a susceptibilidade ao amolecimento de um compósito após imersão em etanol,

utilizando espectroscopia infravermelha (FTIR) e dureza Wallace. No grupo controle os espécimes foram fotopolimerizados por 20 segundos a 750mW/cm^2 . No grupo de fotopolimerização em dois passos, a intensidade pré-polimerização foi de 25, 50, 100, 200 ou 400mW/cm^2 por 10, 20 ou 40 segundos. Em seguida, os espécimes eram fotopolimerizados por 20 segundos a 750mW/cm^2 . O grau de conversão não diferiu para os espécimes de alta (controle) e baixa densidade de energia (intensidade x tempo), porém foi inferior para as densidades de energia intermediárias. A dureza Wallace não revelou diferença significativa previamente ao armazenamento em etanol, porém, o contrário ocorreu com os espécimes de alta e baixa densidade de energia e valores significativamente mais altos (maior penetração) eram observados nos grupos que receberam densidade intermediária.

SOH; YAP⁸⁶, 2004, utilizaram um método direto (scanner de calorimetria) e um método indireto (imersão em etanol) para avaliar a densidade de ligações cruzadas de um compósito (Z100, 3M ESPE) quando fotopolimerizado utilizando diferentes técnicas: uniforme contínuo (convencional), gradual, pulso e pulso tardio. A dureza Knoop dos espécimes foi analisada antes e após 24h de imersão em etanol 75%. Os resultados do estudo mostraram boa correlação entre ambos os métodos de avaliação. A técnica de pulso tardio resultou na menor densidade de ligações cruzadas dentre todas as avaliadas, originando polímeros com maior susceptibilidade ao amolecimento em etanol.

Uma vez evidenciado que os polímeros odontológicos podem absorver água e agentes químicos, bem como liberar componentes para o ambiente bucal, a extensão da degradação desses materiais em longo prazo bem como sua relação com o grau de conversão passaram a ser extensivamente estudados. Essas relações serão enfocadas no tópico subsequente.

2.5. Degradação dos polímeros e interfaces adesivas

A degradação de um compósito varia de acordo com sua composição química, grau de conversão, densidade de ligações cruzadas da matriz polimerizada e características relacionadas ao ambiente. A degradação química é causada geralmente por processos oxidativos e/ou hidrólise, principalmente na matriz resinosa. Os fatores tempo e conteúdo de carga também afetam as características da sorção de água (FERRACANE; BERGE; CONDON⁴⁰, 1998, ORTENGREN et al.⁶⁸, 2001, WALKER; SPENCER; DAVID EICK⁹⁹, 2003).

Quando polímeros como os cimentos resinosos encontram-se sob função na cavidade bucal, sua degradação pode ocorrer como resultado dos mecanismos intra-orais de sorção, intumescimento, hidrólise ou fadiga dinâmica. Desta forma, sob condições fisiológicas, o mecanismo de degradação dos cimentos resinosos não ocorre como um processo isolado,

mas simultânea e conjuntamente com outras variáveis (WALKER; SPENCER; DAVID EICK⁹⁹, 2003).

Segundo FERRACANE³⁹, 2006, diversos fatores relacionados à química e à estrutura da rede polimérica são importantes na determinação da extensão em que o material se degrada em ambiente aquoso. Dentre as características químicas importantes, relacionam-se a hidrofília do polímero e as diferenças entre o parâmetro de solubilidade do polímero e do solvente. Dentre os parâmetros estruturais, encontram-se a densidade de ligações cruzadas e a porosidade da rede polimérica. A quantidade de carga também exerce influência sobre a sorção e solubilidade da estrutura polimérica.

A água penetra na rede polimérica por meio de porosidades e de espaços intermoleculares. A extensão e proporção da captação de água dependem da densidade da rede formada e do potencial para interações polares, expressa em termos de parâmetro de solubilidade (FERRACANE³⁹, 2006).

FERRACANE³⁹, 2006, realizou uma extensa revisão da literatura com objetivo de detalhar os fatores relacionados à degradação higroscópica e hidrolítica dos polímeros odontológicos. O autor salienta que a performance dos materiais restauradores poliméricos é desconhecida, embora a maioria dos estudos analisados tenha feito alusão a potencial redução no tempo de vida útil desses materiais.

Como já foi abordado, nenhum compósito odontológico apresenta 100% de conversão de monômeros para polímeros, tendo em vista as restrições espaciais que não permitem flexibilidade suficiente da cadeia polimérica para que todos os radicais reajam e se convertam em polímeros. A resina sub-polymerizada é mais susceptível à absorção de água, o que afeta não somente suas propriedades mecânicas imediatas, como também sua durabilidade. A soma desses e outros fatores, como a deficiência de polimerização no interior dos condutos radiculares, faz com que o polímero final torne-se um polímero de qualidade ainda pior (CARVALHO¹⁸, 2004).

No interior do conduto radicular, a água provém de diversas fontes: da inadequada secagem do conduto após o ataque ácido, da saliva, do meio bucal e da própria dentina radicular, que é um substrato naturalmente úmido. As dificuldades inerentes à configuração do conduto dificultam a completa evaporação da água quando se utiliza a técnica úmida. Adicionalmente, a simplificação dos sistemas adesivos resulta em materiais mais hidrofílicos, mesmo quando polymerizados na ausência de água. A presença de monômeros hidrofílicos, solvente e água após a polimerização fazem com que a água do meio externo seja absorvida e migre para as áreas de porosidade interna onde se localizam as moléculas hidrofílicas (CARVALHO¹⁸, 2004, CHERSONI et al.²¹, 2005, CHERSONI et al.²², 2004, CHERSONI et al.²³, 2004). Estas áreas podem ser visualizadas em microscopia eletrônica de transmissão, utilizando solução de nitrato de prata amoniacal como agente traçador. Esta solução, além de permitir a

identificação de nanoinfiltração na camada híbrida, permite definir zonas ou regiões que são supostos sítios hidrofílicos tanto na camada de adesivo como na camada híbrida (CARVALHO¹⁸, 2004, TAY et al.⁹³, 2003, TAY et al.⁹⁴, 2003).

O efeito da água no processo de degradação dos sistemas adesivos foi evidenciado no estudo de CARRILHO et al.¹⁴, 2005, no qual foram realizadas restaurações com adesivos à base de acetona, etanol e água, e um autocondicionante. As mesmas foram armazenadas em água ou óleo mineral por períodos de até 1 ano. Os espécimes armazenados em água sofreram perdas significativas de resistência adesiva nos primeiros seis meses de armazenamento, enquanto os espécimes armazenados em óleo não sofreram perda de resistência adesiva nem mesmo após um ano.

Em outro estudo, os mesmos autores (CARRILHO et al.¹³, 2004) analisaram as propriedades mecânicas (resistência à tração e módulo de elasticidade) de espécimes armazenados em água e óleo por seis meses, e verificaram a rápida deterioração da estrutura dos polímeros que haviam sido armazenados em água.

FERRACANE; BERGE; CONDON⁴⁰, 1998, já haviam analisado o efeito do armazenamento em água de compósitos experimentais nos quais o grau de conversão, o volume de carga e a porcentagem do agente silano eram variados. Os espécimes foram analisados quanto à resistência à fratura, módulo de elasticidade, resistência flexural e microdureza. O armazenamento em água reduziu significativamente a resistência à fratura

de todos os compósitos testados, e a microdureza de aproximadamente a metade dos mesmos. Entretanto, pequeno efeito em longo prazo foi observado sobre o módulo de elasticidade e a resistência flexural. Os autores sugeriram que a sorção de água leva ao amolecimento do polímero por meio da dilatação da malha e redução das forças friccionais entre as cadeias poliméricas, mas é pouco provável que os compósitos sofram aumento significativo nos índices de fratura ou desgaste como resultado de degradação exclusivamente pela água. Dessa forma, outros solventes aquosos poderiam ser mais agressivos dentro da cavidade oral, principalmente sob carga cíclica.

WALKER; SPENCER; DAVID EICK⁹⁹, 2003, analisaram as propriedades mecânicas de cimentos resinosos após armazenamento em água quando submetidos ou não a testes de carga cíclica. O módulo e a resistência flexural do cimento Panavia F foram avaliados por meio de carga estática após 48h, 31 dias e 60 dias. MEV foi utilizada para caracterização da morfologia das superfícies fraturadas e potencial identificação de componentes susceptíveis à degradação. Os espécimes foram testados em quatro pontos, em uma máquina de ensaios universal até a ruptura para o cálculo do módulo e da resistência flexural. Não houve diferenças na resistência flexural para os espécimes armazenados em água com ou sem ciclagem dinâmica. A ciclagem aumentou o módulo flexural em todos os tempos de armazenagem. Os espécimes armazenados em água sem ciclagem apresentaram fraturas na matriz de resina, causadas pela redução

da resistência flexural, resultado da plastificação da matriz em contato com a água e possível degradação hidrolítica.

Existe, atualmente, a preocupação adicional acerca da relação entre captação de solventes e degradação hidrolítica e a indução de danos biológicos aos tecidos intra-orais. As moléculas de água que se difundem para o interior do polímero desencadeiam a degradação química que resulta na formação de produtos de degradação, que podem ser liberados para o ambiente oral. Esta difusão também promove a erosão do compósito e a liberação de monômeros não reagidos (residuais), que se constituem em potenciais agentes sensibilizantes e irritantes (KOUPIIS et al.⁵⁷, 2004, ORTENGREN et al.⁶⁸, 2001).

De acordo com ORTENGREN et al.⁶⁸, 2001, a degradação e erosão de materiais à base de compósito ocorrem como resultado de uma polimerização incompleta e também sob influência de fluídos orais, especialmente a água. Os autores avaliaram a sorção e a solubilidade à água de vários compósitos, inclusive dos cimentos C&B, Sono-Cem e Variolink II e identificaram, por meio de cromatografia líquida de alta performance, os monômeros liberados da matriz orgânica durante a armazenagem em água por 4 e 7 horas, 7, 60 e 180 dias. A menor sorção de água foi encontrada para o Sono-Cem, seguido pelo Variolink II e C&B. O TEGDMA foi a principal substância liberada nos cimentos Variolink II e Sono-Cem, apresentando concentração máxima após 7 dias de armazenagem. Este estudo evidencia que a composição da matriz da resina desempenha

um importante papel sobre os padrões de sorção e solubilidade à água em longo prazo.

ITO et al.⁵⁴, 2005, analisaram os efeitos da hidrofilia de diferentes resinas comerciais e experimentais sobre a sorção, solubilidade e o módulo de elasticidade das mesmas quando armazenadas em água ou óleo. Nenhum dos espécimes armazenados em óleo apresentou redução significativa no módulo de elasticidade, enquanto todas as resinas armazenadas em água exibiram uma redução tempo-dependente em seu módulo de elasticidade. Os resultados evidenciaram claramente que tal redução foi proporcional à extensão de sorção de água nestas resinas experimentais, e que ambos (sorção de água e diminuição do módulo de elasticidade) foram proporcionais ao parâmetro de solubilidade de Hoy para forças polares. Ou seja, quanto maior a polaridade da resina, maior a sorção e maior a redução do módulo de elasticidade.

Apesar de alguns fabricantes (ESPE³⁴, 2006) atestarem a superioridade de novos materiais, a literatura revisada evidencia as divergências entre os resultados e a escassez de estudos controlados, de forma que permanecem dúvidas acerca do grau de conversão e degradação dos materiais poliméricos nas diferentes condições clínicas e laboratoriais.

FOB USP

3

proposição

3. Proposição

O objetivo geral desse estudo foi analisar a microdureza de quatro cimentos resinosos de polimerização dual, usados na cimentação de pinos intra-radiculares de fibra de vidro, nos períodos inicial, após 24 horas de imersão em etanol a 75% e após 3 meses de armazenamento em água.

Como objetivo específico, testar a hipótese de que não há diferença entre os resultados de microdureza nos terços cervical, médio e apical para os diferentes cimentos avaliados.

FOB USP

4

Material *e Métodos*

4. Material e Métodos

4.1. Seleção dos dentes e cimentação dos pinos intra-radulares

Para a realização deste trabalho foram utilizados 40 incisivos bovinos, recentemente extraídos e com dimensões semelhantes. As raízes dos dentes foram seccionadas a 15mm do ápice com um disco diamantado sob irrigação para padronizar o comprimento radicular, armazenadas em soro fisiológico contendo Timol a 0,1% e mantidas refrigeradas durante as fases da pesquisa.

As raízes tiveram seus condutos instrumentados até a lima nº 35 e obturados com guta-percha (Endo Points, lote 0305) e cimento à base de hidróxido de cálcio (Sealer 26/ Dentsply, Rio de Janeiro, RJ, lote 236881), pela técnica de condensação lateral.

Os condutos foram desobturados com a fresa Fibrekor® (Fibrekor, Jeneric Pentron Incorporated, USA) de 1,0mm de diâmetro na profundidade de 11mm, para criar um guia de inserção para o pino intra-radicular. Em seguida, com a fresa Fibrekor® de 1,5mm de diâmetro, o conduto foi desobturado na profundidade de 10mm, para que a linha de cimentação originada possuísse uma espessura de aproximadamente 0,25mm em toda a sua extensão (Figura 1).

Figura 1 – Esquema do preparo dos condutos para a cimentação dos pinos intra-radiculares

As 40 raízes com os respectivos pinos cimentados foram divididos aleatoriamente em 4 grupos de 10, de acordo com o cimento utilizado. Todos os cimentos possuíam modo de polimerização dual.

A descrição e a composição dos materiais testados encontram-se nas Tabelas 1 e 2.

Tabela 1 – Cimentos testados

	Cimento	Lote	Adesivo	Fabricante
Grupo 1	Panavia F 2.0	61123	ED Primer A & B	Kuraray Medical Inc, Japan
Grupo 2	Variolink	H28127	Excite DSC (small endo)	Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein
Grupo 3	Rely X Unicem	56828	Não necessita	3M ESPE, Germany
Grupo 4	Duolink	0600002208	All Bond 2	Bisco Inc, USA

Tabela 2 - Composição química dos cimentos resinosos e sistemas adesivos

Cimento	Sistema Adesivo
<p>PANAVIA F 2.0: Pasta A: sílica silanizada, sílica coloidal, bisfenol A polietoxi dimetacrilato, 10-metacriloiloxidecil dihidrogênio fosfato, dimetacrilato hidrofóbico e hidrofílico, peróxido de benzoíla e canforoquinona; Pasta B: vidro silanizado de bário, óxido silanizado de titânio, fluoreto de sódio, sílica coloidal, bisfenol A polietoxi dimetacrilato, dimetacrilato hidrofílico, dimetacrilato hidrofóbico, n,n'-dietanol-p-toluidina, sulfinato de sódio 2,4,6-triisopropil benzeno. Oxiguard: polietileno glicol, glicerina, sulfinato benzínico de sódio, n,n'-dietanol p-toluidina.</p>	<p>ED PRIMER A & B: ED Primer A: 2-hidroxietil metacrilato, 10-metacriloiloxidecil dihidrogênio fosfato, ácido n-metacrilolil 5-aminosalicílico, n,n'-dietanol p-toluidina e água; ED Primer B: ácido n-metacrilolil 5-aminosalicílico, sulfinato benzínico de sódio, n,n'-dietanol p-toluidina e água.</p>
<p>VARIOLINK: Matriz de monômero (Bis-GMA, dimetacrilato de uretano e trietilenoglicol dimetacrilato) e carga inorgânica (vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio e óxidos mistos esferoidais), catalisadores, estabilizadores e pigmentos.</p>	<p>EXCITE DSC Small Endo: HEMA, dimetacrilato, acrilato do ácido fosfônico, dióxido de silício altamente disperso, iniciadores e estabilizadores em solução alcoólica. Micropincel revestido com os iniciadores.</p>
<p>RELY X UNICEM: Pó: partículas de vidro, iniciadores, sílica, pirimidina substituída, hidróxido de cálcio, composto de peróxido e pigmento; Líquido: éster do ácido fosfórico metacrilato, dimetacrilato, acetato, estabilizador e iniciador.</p>	<p>Não necessita</p>
<p>DUOLINK: Ambas as pastas contém bisfenol A diglicidil metacrilato, trietilenoglicol dimetacrilato, fibra de vidro. Somente a pasta base contém uretano dimetacrilato.</p>	<p>ALL BOND 2 : Primer A: acetona, etanol e Na-N-tolilglicina glicidilmetacrilato; Primer B: acetona, etanol e bifenil dimetacrilato; Dentin/Enamel Bonding Resin: bisfenol A diglicidil metacrilato, uretano dimetacrilato e hidroxietil metacrilato; Pre-Bond Resin: bisfenol A diglicidil metacrilato, trietilenoglicol dimetacrilato e peróxido de benzoíla. Uni-etch: ácido fosfórico a 37%.</p>

Todos os procedimentos de cimentação seguiram as instruções dos fabricantes, conforme descrito a seguir:

Grupo 1: PANA VIA F 2.0 (Figura 2a)

O cimento resinoso Panavia F 2.0 utiliza um sistema adesivo autocondicionante de passo único, não requerendo, desta forma, o ataque ácido prévio da estrutura dentária.

Após desobturação do conduto, limpeza com água deionizada e secagem com pontas de papel absorventes, eram dispensadas sobre um recipiente específico uma gota do ED primer A e uma gota do ED primer B, que eram misturadas e aplicadas ao interior do conduto por meio de um micropincel de pequeno diâmetro (KGbrush – KG Sorensen, São Paulo, Brasil), sob agitação, por 30 segundos. Em seguida, os excessos do material eram removidos com pontas de papel absorvente e um jato de ar era cuidadosamente dispensado com seringa, por 10 segundos, para facilitar a evaporação do solvente. Quantidades iguais da Pasta A e da Pasta B eram dispensadas sobre um bloco de papel e misturadas manualmente, por 20 segundos, com espátula plástica. O cimento era então dispensado com espátula sobre o pino previamente limpo com etanol 77% e posicionado cuidadosamente no interior do conduto. Os excessos de cimento eram removidos com um micropincel limpo e seco, o Oxiguard® era aplicado às margens do cimento expostas ao oxigênio e o material era então

fotopolimerizado por 20 segundos. A ponta da lâmpada fotopolimerizadora (Optilux 501, 750 mW/cm²) era colocada sobre a extremidade do pino para que a própria pressão exercida pela mesma mantivesse o pino em posição até a polimerização do cimento.

Grupo 2: VARIOLINK (Figura 2b)

Após desobturação do conduto, limpeza com água deionizada e secagem com pontas de papel absorventes, o gel de ácido fosfórico a 37% (Total Etch, Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein), fornecido pelo fabricante era aplicado ao interior do conduto por 15 segundos, e lavado com água deionizada por meio de irrigação com uma seringa luer por 30 segundos. Os excessos de água eram removidos com cones de papel absorvente. O micropincel contendo o iniciador em suas cerdas era introduzido no compartimento que continha o adesivo dual Excite DSC, e em seguida levado às paredes do conduto, em toda sua extensão. Os excessos eram removidos com um cone de papel absorvente e leves jatos de ar e, após um minuto, procedeu-se a fotopolimerização do adesivo pela embocadura do conduto por 20 segundos. A pasta base era misturada à pasta catalisadora, aplicada sobre o pino previamente limpo com etanol 77% e levada ao interior do conduto com uma broca lentulo. Em seguida o pino era inserido no conduto, os excessos eram removidos e o cimento fotopolimerizado por 40 segundos. A ponta da lâmpada fotopolimerizadora (Optilux 501, 750 mW/cm²) era colocada sobre a

extremidade do pino para que a própria pressão exercida pela mesma mantivesse o pino em posição até a polimerização do cimento.

Grupo 3 :RELY X UNICEM (Figura 2c)

O Rely X Unicem® é um cimento auto-adesivo pó-líquido que não requer tratamento prévio do substrato dentário (condicionamento ácido e aplicação de primer/adesivo). As cápsulas contendo pó e líquido são ativadas por meio de uma seringa ativadora (Aplicap® Activator - 3M ESPE), misturadas por meio de um agitador de alta frequência e aplicados por meio de uma seringa aplicadora (Aplicap® Applier – 3M ESPE).

Após a desobturação, limpeza do conduto com água deionizada e secagem com pontas de papel absorvente, a cápsula do material era posicionada na seringa ativadora e a alavanca era empurrada para baixo e mantida por 2 segundos, para ativação da cápsula. Em seguida, a cápsula ativada era posicionada em um amalgamador (Ultramat 2 - SDI Digital FastBr), e submetida a agitação por 10 segundos, quando era então removida e posicionada na seringa aplicadora. O bico aplicador da cápsula era suspenso e o material diretamente aplicado sobre o pino previamente limpo com etanol 77%, o qual era cuidadosamente inserido no interior do conduto. Os excessos de cimento eram removidos com um micropincel limpo e seco e em seguida o material era fotopolimerizado por 20 segundos. A ponta da lâmpada fotopolimerizadora (Optilux 501, 750 mW/cm²) era colocada sobre a

extremidade do pino para que a própria pressão exercida pela mesma mantivesse o pino em posição até a polimerização do cimento.

Grupo 4: DUOLINK (Figura 2d)

Este sistema permite a mistura consistente da base e do catalisador por meio de uma ponta misturadora. Após desobturação do conduto, limpeza com água deionizada e secagem com pontas de papel absorvente, o condicionador ácido Uni-etch era aplicado no interior do conduto por meio de uma seringa, sem agitação, por 15 segundos. Em seguida, o conduto era lavado abundantemente com água utilizando-se uma seringa luer e novamente seco com pontas de papel absorvente, sem dessecá-lo. Uma gota do primer A e uma gota do primer B eram dispensadas, misturadas e aplicadas em 5 camadas consecutivas com um micropincel de pequeno diâmetro (KGbrush – KG Sorensen, São Paulo, Brasil), sem secagem entre as camadas. O excesso de primer era removido com pontas de papel absorvente e um jato de ar era aplicado cuidadosamente durante 5 segundos, a uma distância de aproximadamente 20cm da embocadura do conduto, para facilitar a evaporação dos solventes. Em seguida, uma gota de Pre-bond e uma gota de Dentin/enamel Bonding Resin eram misturadas e aplicadas no interior do conduto com um micropincel, e após a remoção dos excessos por meio de pontas de papel absorvente, o mesmo era fotopolimerizado por 20 segundos. O cimento era então dispensado diretamente sobre o pino de fibra, previamente

limpo com etanol 77%, por meio do sistema de aplicação por seringa dupla. Em seguida o pino era cuidadosamente introduzido no interior do conduto, os excessos de cimento eram removidos com um micropincel limpo e seco e o material era fotopolimerizado por 40 segundos. A ponta da lâmpada fotopolimerizadora (Optilux 501, 750 mW/cm²) era colocada sobre a extremidade do pino para que a própria pressão exercida pela mesma mantivesse o pino em posição até a polimerização do cimento.

Fig. 2a

Fig. 2b

Fig. 2c

Fig. 2d

Figura 2 – Agentes cimentantes avaliados: Panavia F (a); Variolink (b); Unicem (c); Duolink (d)

Após a cimentação dos pinos, as raízes eram armazenadas em recipientes à prova de luz, imersos em 10mL de água deionizada e mantidas a 37°C até o momento do experimento.

Nesta fase, as raízes de cada grupo foram divididas em 2 subgrupos cada, sendo 5 seccionadas após 7 dias e 5 mantidas íntegras em água deionizada por 3 meses (trocas quinzenais), para após este período serem seccionadas e submetidas à avaliação da microdureza final.

4.2. Seccionamento das raízes

As raízes eram seccionadas longitudinalmente com um disco diamantado (Diamond Wafering Blade – Extec, EUA) em uma máquina especial para cortes seriados (Isomet 2000 precision saw - Buehler, EUA), em baixa velocidade e constante irrigação. O corte era feito tangenciando o pino (Figura 3a), para que a linha de cimentação pudesse ser posteriormente exposta por meio da seqüência de polimento, realizada previamente aos testes de microdureza. Para facilitar o posicionamento do espécime na mesa do microdurômetro, de modo a deixar a superfície analisada perpendicular à objetiva, após o primeiro corte (tangencial ao pino) era realizado um corte lateral limitado à estrutura dentária (Figura 3b). Desta forma, toda a linha do cimento foi exposta para avaliação da microdureza nos terços cervical, médio e apical (Figura 4a,b).

Fig. 3a

Fig. 3b

Figura 3 – a: Raiz sendo seccionada tangencialmente ao pino; b: Segundo corte, apenas em dentina, paralelo ao primeiro.

Fig. 4a

Fig. 4b

Figura 4: Espécime seccionado, vista lateral (a) e frontal (b)

4.3. Tratamento superficial dos espécimes para os testes de microdureza

Os espécimes eram fixados em discos de resina acrílica pré-fabricada (± 3 cm de diâmetro por ± 8 mm de espessura) com godiva de baixa fusão, tendo sua superfície interna voltada para cima (Figura 5), e levados à Politriz (APL-4 AROTEC, Cotia, SP) para polimento sob refrigeração constante de água, de acordo com a seguinte seqüência:

- 1- Lixa de granulação 600 (EXTEC – Erios Internacional São Paulo, SP), 2 pesos (86 g cada), por 1 minuto em baixa velocidade;
- 2- Lixa de granulação 1200, 3 pesos (86g cada), por 5 minutos em alta velocidade;
- 3- Papel feltro para polimento (Polishing Cloth BUEHLER 40-7618) e pasta de diamante (Extex I Diamond Compound, Extex Corp, 1 micron, lote 1100504), 3 pesos, por 5 minutos em alta velocidade.

Entre cada seqüência de polimento, os espécimes eram lavados com jatos de água deionizada durante 30 segundos e submetidos ao ultra-som (Ultrasonic Cleaner Mod. USC 750; Unique Ind. E Com. de Produtos Eletrônicos Ltda, São Paulo-SP) imersos em água deionizada, durante 2 minutos. Até o momento da análise de microdureza do cimento, os espécimes eram conservados em ambiente úmido e protegidos da luz.

Figura 5 – Espécime posicionado sobre disco de resina para o polimento

4.4. Avaliação da microdureza inicial

A análise da microdureza da linha de cimento era realizada no microdurômetro Shimadzu Micro Hardness Tester HMV-2.000 (Shimadzu Corporation, Japan) (Figura 6), acoplado ao Software para análise de imagem CAMS-WIN (NewAge Industries, USA), com penetrador tipo Knoop, carga estática de 50 gramas e tempo de 10 segundos. Estes valores eram estabelecidos em testes piloto, nos quais a carga estática e o tempo eram adaptados até que a endentação possuísse dimensões compatíveis com a linha de cimento (Figura 7b).

Figura 6 – Microdurômetro Shimadzu Micro Hardness Tester Hmv-2.000

O espécime fixado ao disco de resina era posicionado sobre a mesa do microdurômetro (Figura 7a), e a linha de cimento era localizada com a lente objetiva 10x. Uma vez identificada a faixa de cimento, a objetiva 40x era rotacionada para melhor visualização da área. Era realizada 1 endentação por milímetro (Figura 7b), iniciando-se 1mm abaixo da superfície irradiada, na interface cuja linha de cimentação apresentasse-se mais homogênea (possuísse menor número de artefatos relacionados à técnica de cimentação), obtendo-se, ao final da análise de cada espécime, no mínimo 10 valores de microdureza (3 para o terço cervical, 4 para o terço médio e 3 para o terço apical). Ao final das mensurações, foi obtida a média do valor de microdureza para cada um dos terços descritos.

Fig.7a

Fig.7b

Figura 7 – a: Espécime posicionado sobre a mesa do microdurômetro; b: Endentação Knoop na linha de cimento(objetiva 10x).

4.5. Avaliação da microdureza após imersão em etanol 75%

O teste de imersão em etanol pode ser utilizado como parâmetro útil na avaliação da densidade de ligações de polímeros. Tendo em vista que o PMMA dissolve-se em etanol, supõe-se que um polímero mais linear sofreria um maior amolecimento em relação a um polímero com maior densidade de ligações cruzadas (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, SOH; YAP⁸⁶, 2004).

Após a análise inicial (realizada no 7º dia após a cimentação dos pinos), os espécimes eram armazenados em frascos pretos, imersos em 10mL de solução contendo 75% de etanol e 25% de água deionizada e mantidos em estufa à temperatura de 37° C por 24h (SOH; YAP⁸⁶, 2004). O horário de imersão era anotado no rótulo do frasco de cada espécime, para que os mesmos fossem posteriormente reavaliados na mesma seqüência, utilizando-se a metodologia descrita anteriormente.

4.6. Avaliação da microdureza após 3 meses de armazenamento em água

Para análise do efeito da água sobre as propriedades mecânicas dos cimentos, as raízes armazenadas em água deionizada por 3 meses a 37°C, em frascos à prova de luz, eram seccionadas após este período e tinham sua microdureza avaliada, seguindo-se a mesma metodologia da análise inicial.

O resumo de toda a metodologia descrita encontra-se ilustrado na Figura 8.

Figura 8 – Fluxograma representativo de cada uma das etapas do experimento: a: seccionamento das raízes bovinas no comprimento de 15mm; b,c: tratamento endodôntico das mesmas; d: desobturação com a broca de 1mm de diâmetro até o comprimento de 11mm; e: desobturação com a broca de 1,5mm de diâmetro até o comprimento de 10mm; f: pino cimentado; g: divisão dos grupos, sendo 20 raízes armazenadas por 3 meses em água deionizada e 20 seccionadas uma semana após a cimentação dos pinos; h: corte das raízes para obtenção dos espécimes; i: polimento dos espécimes em polítriz; j: limpeza dos espécimes em ultrassom; k: análise da microdureza na linha de cimento; l: imersão dos espécimes em etanol 75% por 24h para reavaliação.

4.7. Obtenção dos espécimes do grupo controle

Este grupo foi estabelecido com o objetivo de auxiliar na avaliação da influência de aspectos adversos presentes no interior do conduto, e servir como parâmetro da microdureza do material quando manipulado na ausência de umidade e em condições ideais de temperatura e acesso à luz.

Para este grupo foram confeccionados 40 espécimes em forma de pastilhas, divididos em 4 grupos de 10, em função do cimento utilizado. Foram utilizados moldes cilíndricos de plástico preto medindo 5mm de diâmetro e 2mm de altura (HOFMANN et al.⁵³, 2001), que eram posicionados sobre uma lamínula de vidro transparente. Os cimentos eram manipulados conforme as orientações dos fabricantes e inseridos no interior dos moldes por meio de uma seringa centrix. Em seguida, uma tira de poliéster era posicionada sobre o cimento, e o mesmo era fotopolimerizado segundo o tempo preconizado para cada cimento. A face irradiada foi demarcada por meio de uma lâmina de bisturi para que pudesse ser posteriormente identificada.

Para cada grupo, 5 espécimes eram armazenados por 7 dias em meio seco a 37°C e 5 espécimes eram armazenados a 37°C por 3 meses em água deionizada, com trocas quinzenais, para avaliação da microdureza após esse período.

4.8. Avaliação da microdureza no grupo controle

Para análise da microdureza do grupo controle, os espécimes eram fixados em discos de resina pré-fabricada com cera pegajosa, tendo a superfície irradiada (previamente demarcada) voltada para cima, e submetidos à sequência de polimento já descrita. A superfície polida era novamente demarcada com uma lâmina de bisturi, de forma que cada pastilha era dividida em 4 quadrantes. Os espécimes eram então levados ao microdurômetro e submetidos a 5 endentações sobre a superfície, sendo uma em cada quadrante e uma no centro do mesmo (Figura 9).

Figura 9 – Esquema representativo do teste de microdureza nos espécimes do grupo controle

Após a mensuração inicial, os espécimes eram removidos dos discos de resina e armazenados em frascos pretos, imersos em 10mL de solução contendo 75% de etanol e 25% de água deionizada, e mantidos em estufa à temperatura de 37° C por 24h. O horário de imersão era anotado no rótulo do frasco de cada espécime, para que os mesmos fossem posteriormente fixados

em discos de resina e reavaliados na mesma seqüência, utilizando-se a metodologia descrita anteriormente.

Ao final do experimento, foi obtida a média dos valores de microdureza por espécime, antes e após imersão em etanol.

Os espécimes armazenados em água deionizada a 37°C por 3 meses foram, após esse período, submetidos à seqüência de polimento descrita e avaliados da mesma forma.

4.9. Análise Estatística

Foi utilizada análise de variância (ANOVA) a 3 critérios (material, tempo, fases) e o teste de Tukey para comparações individuais, a um nível de significância de 5%.

FOB USP

5

Resultados

5. Resultados

Os resultados médios de microdureza para os cimentos nas diferentes condições testadas estão apresentados na Tabela 3, e podem ser melhor visualizados no Gráfico 1.

Tabela 3 – Média e desvio padrão dos resultados de microdureza dos grupos experimentais nas fases inicial (i), após 24h de imersão em solução de etanol a 75% (24h_etanol) e 3 meses em água (3m).

Cimento	Inicial / 3 meses_ água	24h_ etanol
Panavia_i	43,96 (5,58) Aa	34,20 (3,46) Ba
Panavia_3m	41,93 (2,92) a	
Variolink_i	38,87 (0,91) Ab	23,94 (1,30) Bb
Variolink_3m	39,36 (1,72) b	
Unicem_i	39,10 (2,36) Ab	31,68 (2,31) Ba
Unicem_3m	55,50 (3,33) c	
Duolink_i	37,48 (2,25) Ab	25,43 (2,08) Bb
Duolink_3m	38,91 (1,57) b	

N = 5 espécimes em cada grupo; $p < 0,05$.

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

Gráfico 1 - Médias dos resultados de microdureza para todos os cimentos analisados nas fases inicial, após 24h de imersão em etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).

A descrição dos resultados de microdureza para os diferentes cimentos, terços e fases analisados estão sumarizados na Tabela 4.

Tabela 4 – Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para os quatro cimentos avaliados nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).

Cimento	Terço Cervical	Terço Médio	Terço Apical	Cervical 24h/ etanol	Médio 24h/ etanol	Apical 24h/ etanol
Panavia_i	45.90 (6.54)	42,62 (4,01)	43,38 (6,20)	35,44 (4,49)	34,14 (3,32)	33,04 (2,58)
Panavia_3m	42.86 (3.53)	41,88 (2,77)	41,06 (2,48)			
Variolink_i	43.10 (1.48)	37,88 (0,85)	35,64 (0,41)	28,36 (1,10)	22,98 (1,39)	20,50 (1,43)
Variolink_3m	43.08 (1.20)	38,68 (2,15)	36,34 (1,83)			
Unicem_i	39.16 (2.59)	39,38 (2,26)	38,76 (2,24)	31,18 (3,33)	31,94 (1,81)	31,94 (1,79)
Unicem_3m	57.56 (3.61)	56,54 (3,41)	52,40 (2,97)			
Duolink_i	40.48 (1.01)	36,88 (2,73)	35,10 (3,01)	28,38 (1,98)	23,42 (2,02)	24,50 (2,26)
Duolink_3m	40.52 (1.71)	38,62 (1,18)	37,60 (1,83)			

O teste ANOVA a 3 critérios apontou diferenças estatisticamente significativas entre cimentos, terços e períodos (inicial ou após 24h de imersão em etanol a 75%), bem como interações entre cimento/terços e cimento/períodos de avaliação. Todos os cimentos apresentaram microdureza significativamente menor após 24h de imersão em solução de etanol a 75%, levando-se em consideração o valor médio por espécime (média dos terços cervical, médio e apical). Após 3 meses de armazenamento em água, a microdureza do cimento Unicem foi estatisticamente superior à microdureza inicial, sem diferença estatística para os demais cimentos.

As imagens dos grupos experimentais obtidas com as lentes objetivas 10x e 40x do microdurômetro evidenciaram endentações com aspecto mais regular e maior nitidez na região cervical quando comparadas às endentações realizadas nos terços médio e apical, para todos os cimentos analisados. Da mesma forma, as endentações se mostraram menos nítidas após 24h de armazenamento em etanol, bem como após 3 meses de armazenamento em água, quando comparadas às endentações iniciais (Figura 10 a,b).

Figura 10 – Endentações no terço cervical (a) e apical (b) de um espécime Duolink, sendo a endentação da esquerda (menor) realizada antes da imersão em etanol 75%, e a da direita após a imersão (Objetiva 10x)

Para um melhor entendimento, os resultados estatísticos foram divididos levando-se em consideração cada um dos cimentos analisados (Tabelas 5, 6, 7 e 8). Em seqüência, são apresentados os gráficos e fotos ilustrativas correspondentes a cada um dos períodos de avaliação (Gráficos 2, 3, 4 e 5; Figuras 11, 12, 13 e 14 respectivamente)

Tabela 5 – Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para o cimento Panavia F nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).

Cimento	Terço Cervical	Terço Médio	Terço Apical	Cervical 24h/ etanol	Médio 24h/ etanol	Apical 24h/ etanol
Panavia_i	45,90 (6,54) Aa	42,62 (4,01) Aa	43,38 (6,20) Aa	35,44 (4,49) B	34,14 (3,32) B	33,04 (2,58) B
Panavia_3m	42,86 (3,53) Aa	41,88 (2,77) Aa	41,06 (2,48) Aa			

N = 5 espécimes em cada grupo; $p < 0,05$.

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

Gráfico 2 – Resultados médios de microdureza para o cimento Panavia F nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).

Figura 11 – Endentações realizadas no terço cervical de espécimes do cimento Panavia F, nos períodos inicial (a), após 24h de imersão em etanol (b) e 3 meses de armazenamento em água (c) (objetiva 40x).

Tabela 6 – Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para o cimento Variolink nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).

Cimento	Terço Cervical	Terço Médio	Terço Apical	Cervical 24h/ etanol	Médio 24h/ etanol	Apical 24h/ etanol
Variolink_i	43,10 (1,48) Aa	37,88 (0,85) Bb	35,64 (0,41) Cc	28,36 (1,10) D	22,98 (1,39) E	20,50 (1,43) F
Variolink_3m	43,08 (1,20) Aa	38,68 (2,15) Bb	36,34 (1,83) Cc			

N = 5 espécimes em cada grupo; p < 0,05.

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

Gráfico 3 – Resultados médios de microdureza para o cimento Variolink nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).

Figura 12 – Endentações realizadas no terço cervical de espécimes do cimento Variolink nos períodos inicial (a), após 24h de imersão em etanol (b) e 3 meses de armazenamento em água (c) (objetiva 40x).

Tabela 7 – Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para o cimento Unicem nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).

Cimento	Terço Cervical	Terço Médio	Terço Apical	Cervical 24h/ etanol	Médio 24h/ etanol	Apical 24h/ etanol
Unicem_i	39,16 (2,59) Aa	39,38 (2,26) Aa	38,76 (2,24) Aa	31,18 (3,33) B	31,94 (1,81) B	31,94 (1,79) B
Unicem_3m	57,56 (3,61) Ab	56,54 (3,41) Ab	52,40 (2,97) Ab			

N = 5 espécimes em cada grupo; $p < 0,05$.

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

Gráfico 4 – Resultados médios de microdureza para o cimento Unicem nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).

Figura 13 – Endentações realizadas no terço cervical de espécimes do cimento Unicem nos períodos inicial (a), após 24h de imersão em etanol (b) e 3 meses de armazenamento em água (c) (objetiva 40x).

Tabela 8 – Média e desvio padrão (DP) dos resultados de microdureza para o cimento Duolink nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).

Cimento	Terço Cervical	Terço Médio	Terço Apical	Cervical 24h/ etanol	Médio 24h/ etanol	Apical 24h/ etanol
Duolink_i	40,48 (1,01) Aa	36,88 (2,73) Ba	35,10 (3,01) Ba	28,38 (1,98) C	23,42 (2,02) D	24,50 (2,26) D
Duolink_3m	40,52 (1,71) Aa	38,62 (1,18) Ba	37,60 (1,83) Ba			

N = 5 espécimes em cada grupo; p < 0,05.

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

Gráfico 5 – Resultados médios de microdureza para o cimento Duolink nos terços cervical, médio e apical e fases inicial (i), após 24h em solução de etanol a 75% (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).

Figura 14 – Endentações realizadas no terço cervical de espécimes do cimento Duolink, nos períodos inicial (a), após 24h de imersão em etanol (b) e 3 meses de armazenamento em água (c) (objetiva 40x).

A análise do grupo controle apontou diminuição estatisticamente significativa dos resultados de dureza após 24h de armazenamento em solução de etanol a 75% para todos os cimentos, com exceção do Unicem. Após 3 meses de armazenamento em água, todos os cimentos, exceto o Duolink, exibiram resultados de dureza estatisticamente inferiores.

Tabela 9 – Média e desvio padrão (DP) dos resultados de dureza para o grupo controle (Pastilhas) dos cimentos avaliados nas fases inicial (i), após 24h em etanol (24h/ etanol) e 3 meses em água (3m).

Cimento (Pastilhas)	Dureza Inicial	24h/ etanol
Panavia_i	77,60 (1,95) Aa	56,36 (5,65) Ba
Panavia_3m	49,80 (1,88) b	
Variolink_i	52,00 (2,32) Ac	30,76 (1,21) Bb
Variolink_3m	41,44 (1,28) d	
Unicem_i	51,76 (2,18) Ac	50,60 (1,67) Aa
Unicem_3m	45,18 (1,27) d	
Duolink_i	45,36 (0,74) Ad	27,72 (1,33) Bb
Duolink_3m	41,52 (0,30) d	

N = 5 espécimes em cada grupo; p < 0,05.

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

Gráfico 6 – Resultados médios de dureza para o grupo controle (Pastilhas) dos cimentos avaliados nas fases inicial (i), após 24h em etanol (24h/ etanol) e 3 meses em água (3 meses/ água).

FOB USP

6

Discussão

6. *Discussão*

Devido ao número de variáveis envolvidas no desenho experimental deste estudo, e para um melhor entendimento dos resultados obtidos, este capítulo foi dividido em duas partes. A parte A refere-se à análise dos resultados de microdureza inicial, mensurada no 7º dia pós-cimentação dos pinos e que foi comparada aos resultados de microdureza dos mesmos espécimes após sua imersão em etanol a 75% por 24h. Na parte B, os resultados de microdureza inicial foram comparados aos resultados dos espécimes que permaneceram em água deionizada por 3 meses. Desta forma, os efeitos do etanol e da água sobre os materiais puderam ser analisados e discutidos separadamente.

PARTE A

O inadequado grau de conversão dos cimentos resinosos está associado a propriedades físico-mecânicas inferiores, como baixa resistência ao desgaste, instabilidade de cor, microinfiltração, aumento dos índices de sorção de água e maior solubilidade (EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003, FERRACANE³⁷, 1985, KOUPIS et al.⁵⁷, 2004, ORTENGREN et al.⁶⁸, 2001, ROSENSTIEL; LAND; CRISPIN⁷⁵, 1998, RUEGGEBERG; CAUGHMAN⁷⁶,

1993). Desta forma, a avaliação de algumas dessas propriedades pode fornecer uma medida indireta da extensão da polimerização dos cimentos resinosos.

A dureza dos compósitos está entre as propriedades mecânicas que podem sofrer influência do grau de conversão. Maiores valores de dureza são, em geral, indicativos de maior grau de conversão, ou seja, melhor qualidade de polimerização (ASMUSSEN², 1982, BRAGA; CESAR; GONZAGA¹⁰, 2002, CEBALLOS et al.²⁰, 2006, DEWALD; FERRACANE²⁸, 1987, FERRACANE³⁷, 1985, HASEGAWA; BOYER; CHAN⁴⁹, 1991, HOFMANN et al.⁵³, 2001, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, RUEGGEBERG; CRAIG⁷⁸, 1988, SIGEMORI et al.⁸⁵, 2005, SOH; YAP⁸⁶, 2004, WITZEL et al.¹⁰¹, 2005, YAP et al.¹⁰², 2004, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005).

A dureza de um material é definida como a resistência do mesmo à endentação ou penetração (DARVELL²⁷, 2002). A dureza Knoop é largamente utilizada em odontologia como um método indireto para a determinação do grau de conversão de compósitos, uma vez que sua correlação com a espectroscopia infravermelha já está estabelecida na literatura (DEWALD; FERRACANE²⁸, 1987, FERRACANE³⁷, 1985, SOH; YAP⁸⁶, 2004).

Na situação específica deste estudo, que busca simular com fidelidade uma situação clínica, a determinação do grau de conversão por meio da realização de testes de espectroscopia infravermelha não seria possível. Testes de espectroscopia infravermelha demandam a confecção de espécimes com espessura extremamente reduzida, o que a configuração e natureza dos

espécimes desse experimento não permitiriam. A utilização do teste de microdureza nesse desenho experimental permitiu analisar variações nesta propriedade ao longo da linha de cimento que envolve o pino intra-radicular, em toda a extensão do conduto. A importância da análise dos cimentos *in situ* deve-se à grande variabilidade no comportamento dos mesmos em função da presença de bolhas, de variações na espessura de película e do fator C (CEBALLOS et al.²⁰, 2006), bem como às condições de temperatura, umidade, acesso à luz e utilização de adesivos (CARVALHO¹⁸, 2004). O comportamento de uma camada muito fina de cimento pode diferir muito daquele observado no interior da massa de um corpo sólido do material (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, CEBALLOS et al.²⁰, 2006, TAY et al.⁹⁰, 2005), como por exemplo, em pastilhas de cimento freqüentemente utilizadas em testes laboratoriais.

A captação de solventes do meio e a degradação hidrolítica reduzem a vida útil dos compósitos, além de acarretar preocupações acerca de reações teciduais adversas, relacionadas à presença de monômeros residuais (FERRACANE³⁹, 2006, LEE et al.⁵⁹, 1998, ORTENGREN et al.⁶⁸, 2001, YAP et al.¹⁰³, 2001). A natureza hidrofílica de um polímero está, em grande parte, relacionada à química dos monômeros que o constituem e à natureza das ligações estabelecidas entre eles (FERRACANE³⁹, 2006). A densidade de ligações cruzadas pode ser estimada pela mensuração da temperatura de transição vítrea (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003) ou por meio de testes de intumescimento (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁷, 2003). Tendo em vista que o PMMA dissolve-se

completamente em etanol, a solução a 75% de etanol-água tem sido o solvente de escolha para simular a ação de alimentos no ambiente oral e sua relação com o envelhecimento de compósitos (LEE et al.⁵⁹, 1998). Essa solução possui o parâmetro de solubilidade próximo ao do Bis-GMA, o que resulta em máxima plastificação do material (ASMUSSEN⁴, 1984, FERRACANE³⁹, 2006, LEE et al.⁵⁹, 1998, YAP et al.¹⁰², 2004).

No presente estudo, diferenças estatisticamente significativas entre cimentos, terços e períodos (inicial ou após 24h de imersão em etanol a 75%) foram observadas, bem como interações entre cimento/terços e cimento/períodos de avaliação.

Ao analisarem-se os resultados médios por espécime (média dos terços), observa-se que todos os cimentos apresentaram resultados de microdureza significativamente menores após 24h de imersão em solução de etanol a 75%. No período inicial, o cimento Panavia apresentou resultados de microdureza estatisticamente superiores, sem diferenças significativas entre os demais cimentos. Após a imersão em etanol, os cimentos Panavia e Unicem foram significativamente diferentes dos cimentos Variolink e Duolink (Tabela 10).

Tabela 10 - Média e desvio padrão dos resultados de microdureza dos grupos experimentais nas fases inicial e após 24h de imersão em solução de etanol a 75% (24h/ etanol)

Cimento	Dureza inicial	24h/ etanol
Panavia	43,96 (5,58) Aa	34,20 (3,46) Ba
Variolink	38,87 (0,91) Ab	23,94 (1,30) Bb
Unicem	39,10 (2,36) Ab	31,68 (2,31) Ba
Duolink	37,48 (2,25) Ab	25,43 (2,08) Bb

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

Apesar de a dureza relativa ser um indicativo da extensão da polimerização dos cimentos resinosos de presa dual, fatores como o conteúdo de carga (CHUNG; GREENER²⁴, 1990), o tipo de monômero (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁵, 2001, FEILZER; DAUVILLIER³⁵, 2003), a concentração de diluentes, o modo de ativação, o tipo e quantidade de iniciadores também desempenham um importante papel sobre suas propriedades (BRAGA; CESAR; GONZAGA¹⁰, 2002).

A análise da microdureza inicial por terços mostrou que os cimentos Panavia e Unicem não exibiram diferenças significativas entre os três terços, e foram superiores aos dos cimentos Variolink e Duolink para todos os terços. Os cimentos Variolink e Duolink apresentaram menores valores em relação à condição inicial, sendo que a microdureza do terço cervical manteve-se superior a dos demais terços.

A avaliação individual por terços após a imersão em etanol evidenciou um decréscimo dos resultados de microdureza para todos os cimentos. A análise estatística mostrou um comportamento similar entre os resultados obtidos para os quatro cimentos, antes e após a imersão em etanol (Tabela 11).

Tabela 11 – Média e desvio padrão dos resultados de microdureza para todos os cimentos, levando-se em consideração os terços e as fases inicial e 24h de imersão em solução de etanol a 75% (24h/ etanol)

Cimento	Terço Cervical	Terço Médio	Terço Apical	Cervical 24h/ etanol	Médio 24h/ etanol	Apical 24h/ etanol
Panavia	45.90 (6.54) Aa	42,62 (4,01) Aa	43,38 (6,20) Aa	35,44 (4,49) B	34,14 (3,32) B	33,04 (2,58) B
Variolink	43.10 (1.48) Aa	37,88 (0,85) Bb	35,64 (0,41) Cc	28,36 (1,10) D	22,98 (1,39) E	20,50 (1,43) F
Unicem	39.16 (2.59) Aa	39,38 (2,26) Aa	38,76 (2,24) Aa	31,18 (3,33) B	31,94 (1,81) B	31,94 (1,79) B
Duolink	40.48 (1.01) Aa	36,88 (2,73) Ba	35,10 (3,01) Ba	28,38 (1,98) C	23,42 (2,02) D	24,50 (2,26) D

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

A semelhança entre os comportamentos dos cimentos Panavia e Unicem provavelmente se deve à efetividade da polimerização química desses materiais nas porções menos expostas à luz. Entretanto, MILLER⁶², 2004, questionou a necessidade do uso de cimentos de polimerização dual, visto que a fotoativação prejudicaria a atividade química de alguns destes cimentos. O autor baseou-se em experimentos nos quais cimentos de polimerização dual que foram deixados polimerizar apenas quimicamente apresentaram dureza Knoop superior aos que foram submetidos à fotoativação imediata. Este fato não foi observado por CEBALLOS et al.²⁰, 2006, que ao analisarem por nanoindentação cimentos autopolimerizável, fotopolimerizável e de polimerização dual, verificaram que os cimentos fotoativados apresentavam altos valores de dureza e rigidez, mas apesar disso eram mais friáveis, enquanto o cimento de polimerização química demonstrou maior capacidade de deformação, apesar de dureza ligeiramente inferior. Os autores atribuíram

aos cimentos de polimerização dual a melhor combinação de propriedades mecânicas.

O cimento Unicem, apesar de intitulado pelo fabricante como um cimento resinoso, possui a combinação química de cimentos de ionômero de vidro convencionais e modificados por resina, que foram acrescidos de cargas silanizadas, metacrilatos e iniciadores. Desta forma, o mesmo apresenta, além da polimerização por radicais iniciada pela luz ou pelo sistema redox, a reação ácido-base típica dos cimentos ionoméricos, o que pode ter contribuído para uma polimerização homogênea nos três terços, independentemente da atenuação da luz em direção ao ápice (ESPE³⁴, 2006).

Os resultados obtidos para os cimentos Variolink e Duolink estão de acordo com os experimentos de LUI⁶¹, 1994, ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, YOLDAS; ALACAM¹⁰⁶, 2005, e evidenciam que a proximidade da fonte de luz é um fator determinante sobre a extensão da polimerização. Segundo ROBERTS et al.⁷⁴, 2004, a proximidade da fonte irradiadora faz com que, na superfície do compósito, um amplo número de fótons esteja disponível para absorção pelos fotoiniciadores, o que contribuirá para a formação de um maior número de radicais livres e a conseqüente propagação do processo de polimerização. A atenuação e dissipação da luz em decorrência da espessura do material, a distância em relação à superfície e o tamanho e quantidade de partículas de cargas produzem uma diminuição gradual da polimerização, conhecida como 'profundidade de cura'.

Estudos prévios demonstram que a taxa de polimerização influencia a estrutura do polímero, de forma que compósitos fotoativados podem exibir o mesmo grau de conversão nas regiões superficial e profunda, porém com uma reduzida densidade de ligações cruzadas nas regiões distantes da luz (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003, PEUTZFELDT; ASMUSSEN⁷¹, 2005, SOH; YAP⁸⁶, 2004, YAP et al.¹⁰², 2004).

Como mencionado, a densidade de ligações cruzadas pode ser estimada por meio de testes de intumescimento (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁷, 2003), sendo a solução a 75% de etanol-água um dos solventes mais efetivos na simulação da degradação intra-bucal de compósitos (LEE et al.⁵⁹, 1998). Supõe-se que um polímero mais linear sofreria maior plastificação em etanol quando comparado a um polímero com maior densidade de ligações cruzadas (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003).

A susceptibilidade ao amolecimento em etanol pode ser explicada pelas interações entre o solvente e o polímero. O efeito do solvente sobre a rede polimérica é descrito como plastificador, sendo a redução dos valores de dureza um produto da separação das cadeias poliméricas por moléculas que não formam ligações primárias com as mesmas, mas apenas ocupam um espaço entre elas. O polímero não é dissolvido, mas intumescce quando em contato com o solvente, uma vez que as forças de atração entre as cadeias poliméricas são excedidas pelas forças de atração entre as moléculas do solvente e os componentes das cadeias. Em consequência disso, ocorre um aumento de volume da rede polimérica e uma potencial plastificação,

decorrente da menor interação entre as cadeias (FERRACANE³⁹, 2006). Entretanto, as ligações secundárias polímero-solvente não são capazes de vencer as ligações cruzadas valentes¹ primárias, de forma que polímeros com altas densidades de ligações cruzadas não são solúveis, apesar de poderem sofrer algum intumescimento dependendo da extensão dessas ligações (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, YAP et al.¹⁰², 2004).

Com o objetivo de facilitar a leitura das variações de dureza, a quantificação da plastificação promovida pelo solvente pode ser obtida subtraindo-se do resultado de dureza Knoop inicial, prévio ao condicionamento em etanol (KHN1), o resultado de dureza Knoop pós-condicionamento (KHN2), obtendo-se, dessa forma, a *variação de dureza* (ΔKHN) segundo a fórmula $\Delta KHN = KHN1 - KHN2$ (ASMUSSEN⁴, 1984, SOH; YAP⁸⁶, 2004, YAP et al.¹⁰², 2004).

Ao aplicar-se a fórmula para cada um dos materiais, por terço, verifica-se que o cimento Unicem apresentou os menores resultados de ΔKHN , o que significa que esse material sofreu menor influência do etanol, seguido dos cimentos Panavia, Duolink e Variolink, respectivamente (Tabela 12).

¹ Valência refere-se ao poder ou capacidade dos elementos químicos expressos em termos do número de átomos de hidrogênio com que o átomo ou grupo pode combinar-se ou deslocar para formar um composto (DARVELL²⁷, 2002).

Tabela 12 – Variação da microdureza knoop (ΔKHN) entre os períodos inicial e após imersão em etanol.

	Terço cervical	Terço médio	Terço apical
Panavia	10,46	8,48	10,34
Variolink	14,74	14,90	15,14
Unicem	7,98	7,44	6,82
Duolink	12,10	13,46	10,60

Embora os cimentos Variolink e Duolink tenham sofrido com maior intensidade a influência da atenuação da luz em direção ao ápice, tanto no período inicial como após a imersão em etanol, a degradação (expressa em ΔKHN) foi similar nos três terços. ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, ao analisarem a dureza de compósitos em relação à distância da superfície irradiada e sua relação com a plastificação dos mesmos em etanol, verificaram que a porção do polímero mais distante da fonte de luz sofreu maior plastificação em relação à porção da superfície. Os autores creditaram este fato à ocorrência de uma polimerização mais lenta a distâncias maiores da superfície irradiada, que resulta na formação de um polímero mais linear.

Uma vez que o grau de conversão dos compósitos está relacionado à densidade de energia luminosa emitida pela fonte de luz (expressa em J/cm^2), que por sua vez é um produto da densidade de potência (expressa em mW/cm^2) pelo tempo de exposição (em segundos), seria possível obter diferentes graus de conversão por meio da combinação destes dois parâmetros (EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003, WITZEL et al.¹⁰¹, 2005). Como mencionado, as partes mais profundas do compósito, devido à absorção e dissipação da luz, recebem menor densidade de potência em relação à superfície, o que reduz

progressivamente a taxa de polimerização e influencia a estrutura do polímero formado (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003). Desta forma, um reduzido número de radicais livres seria gerado na região apical, resultando em uma estrutura polimérica mais linear e, conseqüentemente, mais susceptível à degradação em etanol (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁵, 2001, ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, EMAMI; SODERHOLM³¹, 2003, WITZEL et al.¹⁰¹, 2005). Todavia, este fato não foi observado para os cimentos analisados, apesar da heterogeneidade no padrão de polimerização dos mesmos, podendo-se deduzir que a influência da luz sobre o grau de conversão é material-dependente, ou seja, pode variar em função da composição dos mesmos.

Desta forma, as disparidades em relação ao padrão de polimerização e degradação podem estar relacionadas às diferentes formulações. A proporção Bis-GMA/TEGDMA influencia a densidade de ligações cruzadas e, conseqüentemente, a plastificação em etanol (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁵, 2001). Os cimentos Variolink e Duolink, por exemplo, contêm TEGDMA e UDMA em sua composição, o que poderia torná-los mais hidrofílicos e, conseqüentemente, mais propensos à degradação (FERRACANE³⁹, 2006). O TEGDMA é o monômero mais comumente utilizado como diluente nos compósitos à base de Bis-GMA, uma vez que este último, apesar de sua alta reatividade, é extremamente viscoso, o que torna difícil sua manipulação (DARVELL²⁷, 2002). Entretanto, especula-se que a diluição dos compósitos com TEGDMA pode surtir efeitos indesejáveis, como o aumento dos índices de sorção de água e contração de polimerização, uma vez que este é mais

hidrofílico quando comparado ao Bis-GMA (DARVELL²⁷, 2002, FEILZER; DAUVILLIER³⁵, 2003, FERRACANE³⁹, 2006). KAO⁵⁵, 1989, ao analisar o efeito de diferentes concentrações de solventes sobre a dureza de sete resinas compostas e um CIV restaurador, observou que o CIV e as resinas com matriz à base de UDMA sofriam máximo amolecimento em solução de etanol a 50%, enquanto as resinas cuja matriz era à base de Bis-GMA sofriam maior amolecimento em solução de etanol a 75%, que possui um parâmetro de solubilidade ligeiramente superior. Este estudo evidenciou que resinas com matrizes quimicamente similares tendem a se comportar de maneira similar quando submetidas à ação de solventes.

Para cada um dos cimentos analisados, um grupo controle foi estabelecido com o objetivo de analisar a influência de aspectos adversos presentes durante a cimentação intra-radicular. Desta forma, este grupo serviu como parâmetro para a análise da microdureza do material quando manipulado na ausência de umidade e em condições ideais de temperatura e acesso à luz.

Os resultados mostram que o cimento Panavia foi estatisticamente superior aos demais, seguido pelos cimentos Variolink e Unicem, que não apresentaram diferenças significativas entre si, e pelo cimento Duolink. Após a imersão em etanol, os resultados foram significativamente inferiores, com exceção do cimento Unicem, cujos valores de dureza permaneceram praticamente inalterados (Tabela 13).

Tabela 13 – Média e desvio padrão (DP) dos valores de microdureza para o grupo controle (Pastilhas) dos cimentos avaliados nas fases inicial e após 24h em etanol (24h/ etanol)

Cimento (Pastilhas)	Dureza inicial	24h/ etanol
Panavia	77,60 (1,95) Aa	56,36 (5,65) Ba
Variolink	52,00 (2,32) Ac	30,76 (1,21) Bb
Unicem	51,76 (2,18) Ac	50,60 (1,67) Aa
Duolink	45,36 (0,74) Ad	27,72 (1,33) Bb

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

Ao contrário do grupo experimental, o Unicem não sofreu plastificação pelo etanol no grupo controle. Este fato poderia ser justificado pelas melhores condições de umidade, temperatura e acesso à luz em que a polimerização das pastilhas foi processada. Os monômeros multifuncionais presentes na composição deste material conferem-lhe uma alta reatividade, e fazem com que o mesmo se polimerize formando uma matriz altamente ramificada, homogênea e estável. A estabilidade em longo prazo se dá pelo aumento do pH durante a polimerização, que utiliza o mesmo conceito dos cimentos ionoméricos, a reação dos grupamentos ácidos com partículas de carga básicas (ESPE³⁴, 2006). A estabilidade da matriz desse material poderia ser o determinante desse comportamento, de forma que o mesmo demandaria um período superior a 24h para sua plastificação.

Um importante fator reside ainda na união das partículas de carga com a matriz. Alguns estudos fornecem evidências de que a degradação da interface carga/ matriz contribui para a plastificação dos compósitos após armazenamento em etanol (FERRACANE³⁹, 2006, FERRACANE; BERGE;

CONDON⁴⁰, 1998, KAO⁵⁵, 1989). Nas resinas compostas e cimentos resinosos, essa união se dá por meio de um agente silano, de forma que o solvente poderia facilmente penetrar na matriz orgânica, causando o intumescimento do material e separando a carga da matriz (KAO⁵⁵, 1989). Como o cimento Rely X Unicem possui uma combinação química dos cimentos de ionômero de vidro convencionais e modificados por resina (devido à adição de cargas básicas), dos compômeros e compósitos (devido à adição de cargas silanizadas) (ESPE³⁴, 2006), as partículas de carga básica participam do processo de reação, assim como nos CIVs (KAO⁵⁵, 1989). Isso faz com que o cimento polimerizado se constitua em uma matriz estável, dentro da qual permanecem as partículas de carga parcialmente reagidas e fortemente embebidas, contribuindo para a manutenção de suas propriedades mecânicas (ESPE³⁴, 2006). Neste sentido, esse material se comportaria de maneira distinta devido à natureza química de sua matriz e da ligação da mesma com as partículas de carga. Tendo em vista que as variáveis presentes durante a cimentação adesiva intra-radicular estavam ausentes na presente situação, a qualidade da polimerização foi superior quando comparada à condição *in situ*.

A degradação dos cimentos Panavia, Variolink e Duolink em etanol, como já foi mencionado, relaciona-se, dentre outros fatores, à incompleta conversão dos monômeros em polímeros, mesmo quando a polimerização é processada em condições supostamente ideais. O conteúdo de carga (CHUNG; GREENER²⁴, 1990), o tipo de monômero (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁵, 2001), a concentração de diluentes, o modo de ativação, o tipo

e quantidade de iniciadores influenciam o grau de conversão (BRAGA; CESAR; GONZAGA¹⁰, 2002). Quantidades consideráveis de grupos metacrilatos não reagidos sempre remanescem no interior da massa de compósito, de forma que o mesmo poderá sofrer algum intumescimento e plastificação dependendo da quantidade e extensão de ligações cruzadas (ASMUSSEN; PEUTZFELDT⁶, 2003, YAP et al.¹⁰², 2004). Este fato condiz com a literatura, já que o grau de conversão reportado varia de 35-80% (ASMUSSEN², 1982, FERRACANE³⁷, 1985, KOUPIS et al.⁵⁷, 2004).

Para efeito de comparação, os resultados do grupo controle foram confrontados com aqueles obtidos no terço cervical do grupo experimental, por ser esta a região que apresenta as condições mais semelhantes às do grupo controle.

A Tabela 14 mostra os resultados médios de microdureza (inicial e após 24h de imersão em etanol) superiores para o grupo controle, em relação à média do terço cervical do grupo experimental.

Tabela 14 – Descrição dos resultados de microdureza do grupo controle comparada ao terço cervical do grupo experimental, levando em consideração as fases inicial e 24h de imersão em etanol (24h/etanol)

Cimento		Dureza inicial	Dureza 24h/ etanol
Panavia	Controle	77,60	56,36
	Experimental	45,90	35,44
Variolink	Controle	52,00	30,76
	Experimental	43,10	28,36
Unicem	Controle	51,76	50,60
	Experimental	39,16	31,18
Duolink	Controle	45,36	27,72
	Experimental	40,48	28,38

A análise dos dados aponta diferenças entre os resultados dos espécimes do grupo controle e os resultados do terço cervical dos espécimes do grupo experimental, para a maioria dos cimentos analisados. Entretanto, esta variação foi material-dependente e heterogênea. Apenas o cimento Duolink exibiu resultados muito semelhantes no grupo controle e no terço cervical do grupo experimental, tanto para o período inicial como após 24h de imersão em etanol.

Desta forma, fica evidente a influência de fatores relacionados à conformação da cavidade, acesso à luz, umidade, permeabilidade dentinária, dentre outros, sobre a polimerização de cimentos resinosos em ambiente intra-radicular. Esses dados estão de acordo com o experimento de CEBALLOS et al.²⁰, 2006, que encontrou diferenças significativas nas propriedades mecânicas de discos de cimentos resinosos, confeccionados em laboratório, comparados ao comportamento dos mesmos quando inseridos dentro do 'sistema pino-cimento-dentina'.

Esta última análise confirma as observações acerca das variações no comportamento desses materiais em função de sua composição química e da situação clínica em que são aplicados. O confinamento dos cimentos resinosos entre o pino e a dentina em ambiente intra-radicular pode influenciar o comportamento mecânico desses materiais (BOUILLAGUET et al.⁹, 2003, CEBALLOS et al.²⁰, 2006, TAY et al.⁹⁰, 2005).

PARTE B

Polímeros detentores de grupos polares com radicais hidrofílicos podem absorver quantidades significativas de água quando em função (DARVELL²⁷, 2002). A extensão em que os processos higroscópicos e hidrolíticos afetam a estrutura dos compósitos permanece desconhecida. Entretanto, sabe-se que a água promove alterações nas propriedades mecânicas, na estabilidade dimensional e biocompatibilidade desses materiais (DARVELL²⁷, 2002, FERRACANE³⁹, 2006, ITO et al.⁵⁴, 2005).

Fatores relacionados à química e à estrutura da rede polimérica são determinantes da extensão em que o material se degrada em um ambiente aquoso. Dentre as características químicas importantes, relacionam-se a hidrofiliidade do polímero e as diferenças entre o parâmetro de solubilidade do polímero e do solvente. Dentre os parâmetros estruturais, encontram-se a densidade de ligações cruzadas e a porosidade da rede polimérica (FERRACANE³⁹, 2006). A degradação e erosão poderão ocorrer como resultados da incompleta polimerização, sendo o tempo e o conteúdo de cargas fatores adicionais a estes processos (ORTENGREN et al.⁶⁸, 2001).

A análise dos resultados após 3 meses de armazenamento em água deionizada, levando-se em consideração a média por espécime, não revelou diferenças estatisticamente significativas entre os dois períodos para os cimentos Panavia, Variolink e Duolink. Os resultados do cimento Unicem foram

estatisticamente superiores aos demais cimentos após 3 meses de armazenamento em água (Tabela 15).

Tabela 15 – Média e desvio padrão dos resultados de microdureza dos grupos experimentais nas fases inicial e após 3 meses de armazenamento em água (3 meses/ água).

Cimento	Dureza inicial	3 meses/ água
Panavia	43,96 (5,58) Aa	41,93 (2,92) Aa
Variolink	38,87 (0,91) Ab	39,36 (1,72) Aa
Unicem	39,10 (2,36) Ab	55,50 (3,33) Bb
Duolink	37,48 (2,25) Ab	38,91 (1,57) Aa

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

A eficiência de um solvente pode ser prevista com base em seu parâmetro de solubilidade, ou seja, em sua capacidade em penetrar e dissolver o material (LEE et al.⁵⁹, 1998). Quando dois líquidos diferentes apresentam interação molecular e parâmetros de solubilidade semelhantes, implica em dizer que são miscíveis. No caso de um líquido e um sólido polimérico, quando apresentam parâmetros de solubilidade similares, o líquido pode penetrar no polímero levando a um intumescimento do mesmo. Nessa condição, as moléculas do polímero estão em contato íntimo com as moléculas do solvente (FERRACANE³⁹, 2006). Tendo em vista que a água possui um parâmetro de solubilidade muito aquém do de compósitos à base de Bis-GMA, a mesma apresentaria um efeito insignificante comparado aos solventes orgânicos, exercendo, portanto, pouca influência sobre as interações moleculares da cadeia polimérica (LEE et al.⁵⁹, 1998). Isto poderia explicar porque o teste de

microdureza não verificou alterações expressivas nos espécimes armazenados em água por 90 dias.

FERRACANE; BERGE; CONDON⁴⁰, 1998, observaram uma modesta redução nas propriedades mecânicas de compósitos armazenados em água por períodos de até 2 anos. Provavelmente, testes de sorção poderiam melhor identificar os efeitos da água sobre esses materiais, apesar de FERRACANE³⁹, 2006, atestar que a relação entre sorção e grau de conversão não é uma constante. Segundo o mesmo autor, existe uma tendência à maior sorção em soluções de etanol/água quando comparada à água somente, ainda que a natureza química dos monômeros não possa ser subestimada.

O aumento nos resultados de microdureza do cimento Unicem após 3 meses de armazenamento em água pode estar relacionado a sua composição química, que como já mencionado, combina componentes dos cimentos de ionômero de vidro convencionais e modificados por resina, compômeros e compósitos, associados a metacrilatos fosforilados ácidos, responsáveis pelas características adesivas desse material (ESPE³⁴, 2006). Assim, o Unicem apresenta duas formas de polimerização, sendo prevalente a reação de radicais, iniciada pela luz ou pelo sistema redox, que confere ao material alta estabilidade dimensional e baixos índices de solubilidade e intumescimento. Além desta, existe a reação dos grupamentos funcionais modificados por ácido fosfórico com os sais básicos e a estrutura dentária, na qual água é formada durante a neutralização. Isto, segundo o fabricante, aumenta a tolerância do material à umidade (ESPE³⁴, 2006).

O papel da água sobre as propriedades mecânicas de cimentos resinosos, ionoméricos e híbridos já havia sido evidenciado por CURY et al.²⁵, 2006. Os autores verificaram que a resistência ao deslocamento de pinos de fibra cimentados com cimentos resinosos não sofreu influência do meio de armazenamento, enquanto para o CIV convencional e híbridos, a mesma aumentou sensivelmente após o armazenamento do conjunto em água.

A análise do grupo controle revelou que após 3 meses de armazenamento em água, todos os cimentos, exceto o Duolink, sofreram diminuição significativa nos resultados de microdureza (Tabela 16).

Tabela 16 – Média e desvio padrão (DP) dos valores de microdureza para o grupo controle (Pastilhas) dos cimentos avaliados nas fases inicial e após 3 meses em água.

Cimento (Pastilhas)	Dureza inicial	3 meses/ água
Panavia	77,60 (1,95) Aa	49,80 (1,88) Ba
Variolink	52,00 (2,32) Ab	41,44 (1,28) Bb
Unicem	51,76 (2,18) Ab	45,18 (1,27) Ba,b
Duolink	45,36 (0,74) Ac	41,52 (0,30) Ab

Letras maiúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por linha)

Letras minúsculas iguais = sem diferença estatística (análise por coluna)

Esta redução poderia ser explicada pelo formato dos espécimes do grupo controle, que possibilitava o maior contato superficial com a água do meio, o que não ocorreu quando o cimento estava inserido no interior do conduto. A maior superfície de contato favorece a interação com o solvente, e conseqüentemente, acelera o efeito plastificador.

A polaridade da resina é considerada um fator determinante do equilíbrio durante a captação de água, sendo um sítio hidrofílico o local determinante para o estabelecimento de ligações polares pela água, com conseqüente quebra das ligações poliméricas (DARVELL²⁷, 2002). A estrutura química dos monômeros rotineiramente utilizados nas formulações comerciais revela a presença de grupos hidroliticamente susceptíveis, como éster, uretano, éter e grupos hidroxila, de forma que os polímeros resultantes poderão absorver água em maior ou menor extensão, dependendo da densidade de ligações cruzadas e do potencial para a formação de pontes de hidrogênio e interações polares (FERRACANE³⁹, 2006).

ITO et al.⁵⁴, 2005, observaram uma redução tempo-dependente no módulo de elasticidade de resinas comerciais e experimentais quando armazenadas em água, sendo esta proporcional à sorção de água e relacionada ao parâmetro de solubilidade de Hoy para forças polares. Quanto maior a polaridade da resina, maior o seu parâmetro de solubilidade, e maior foi a sorção de água e a redução do módulo de elasticidade. Adicionalmente, a água funciona como um ácido fraco, podendo produzir erosão na superfície das partículas de carga (FERRACANE³⁹, 2006).

O aumento da microdureza do Unicem no grupo experimental após 3 meses de armazenamento em água, e sua diminuição no grupo controle, pode igualmente ser elucidado pela composição química deste cimento. O Unicem é um cimento autocondicionante e, conseqüentemente, contém monômeros ácidos em sua composição. A princípio, o mecanismo auto-adesivo à estrutura

dentária se dá devido à presença de radicais metacrilatos fosforilados (ESPE³⁴, 2006). Em contato com a dentina radicular, esses monômeros são neutralizados pelo substrato durante a presa do material. Nas pastilhas do grupo controle, onde não houve contato do cimento com o substrato dentinário, os monômeros ácidos não foram totalmente neutralizados durante a presa, promovendo maior hidrofilia do material e, conseqüentemente, maior degradação neste grupo. Além disso, a maior superfície de contato da pastilha com o meio de armazenamento, e o maior tempo de armazenamento, quando comparado à imersão em etanol por 24h, são também determinantes desses resultados.

Quando comparados ao terço cervical dos espécimes do grupo experimental, os espécimes do grupo controle exibiram resultados de microdureza superiores. Após a imersão em água, verifica-se uma redução da microdureza para todos os cimentos no grupo controle, sendo essa diferença menor no grupo experimental, exceto para o Unicem, que exibiu aumento da microdureza como pode ser visualizado na tabela 17.

Tabela 17 – Descrição dos resultados de microdureza do grupo controle comparada ao terço cervical do grupo experimental, levando em consideração as fases inicial e 3 meses em água

Cimento		Dureza inicial	Dureza 3 meses/ água
Panavia	Controle	77,60	49,80
	Experimental	45,90	42,86
Variolink	Controle	52,00	41,44
	Experimental	43,10	43,08
Unicem	Controle	51,76	45,18
	Experimental	39,16	57,56
Duolink	Controle	45,36	41,52
	Experimental	40,48	40,52

A diferença no comportamento dos dois tipos de corpos-de-prova pode ser justificada pelo maior contato superficial dos espécimes do grupo controle com a água, e corrobora os resultados discutidos anteriormente, nos quais evidenciou-se que esta diferença é material-dependente.

As imagens obtidas com as lentes objetivas 10x e 40x do microdurômetro evidenciaram endentações com aspecto mais regular e maior nitidez na região cervical quando comparadas às endentações realizadas nos terços médio e apical, para todos os cimentos analisados. Isso poderia ser reflexo de uma melhor qualidade de polimerização na região cervical, quando comparada à apical. As endentações também se mostraram menos nítidas após 24h de imersão em etanol e após 3 meses de armazenamento em água, principalmente no terço apical, provavelmente em decorrência da ação superficial dessas soluções sobre o material, uma vez que as endentações

menos nítidas coincidiam com as regiões cujos valores de dureza eram menores.

Apesar das dificuldades na simulação das condições intrabucais *in vitro*, principalmente no que diz respeito aos padrões de estresse e umidade, os resultados desse experimento evidenciam os obstáculos na obtenção de um adequado grau de conversão em ambiente intra-radicular. Quando testes de dureza são utilizados como uma mensuração indireta do grau de conversão de compósitos, é importante considerar as diferentes composições químicas das marcas avaliadas, tendo em vista que as mesmas influenciam a densidade de ligações cruzadas formadas durante a polimerização e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas do material (FERRACANE³⁷, 1985). Desta forma, não existe um valor de dureza capaz de prever o grau de conversão ideal de um compósito (BRAGA; CESAR; GONZAGA¹⁰, 2002). Apesar disso, os testes de dureza permitem verificar a efetividade dos componentes auto e fotopolimerizáveis presentes nos cimentos de polimerização dual (PEUTZFELDT⁷⁰, 1995).

Diante do exposto, fica claro ainda que o comportamento dos cimentos resinosos pode variar de maneira significativa quando inserido em uma cavidade com as conformações de um conduto radicular, em decorrência das diversas variáveis envolvidas como o controle da umidade, da quantidade e evaporação do adesivo, agentes químicos de limpeza, acesso à luz no interior do conduto, fator C dentre outros. Especificamente em relação aos sistemas adesivos, que desempenham um importante papel na cimentação

adesiva intra-radicular, o desenho experimental deste estudo não permitiu identificar a influência relativa dos mesmos sobre a degradação dos espécimes armazenados em água por 3 meses.

Portanto, o custo benefício da cimentação adesiva intra-radicular deve ser analisado com cautela, e estudos clínicos controlados devem ser conduzidos para corroborar os dados laboratoriais acerca dos prováveis resultados clínicos da adesão intra-radicular em longo prazo.

FOB USP

7

Conclusões

7. Conclusões

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- O cimento Panavia exibiu os maiores resultados de microdureza inicial. Os resultados médios de microdureza inicial não variaram significativamente para os demais cimentos analisados;
- A média dos valores de microdureza inicial por terços não seguiu um padrão homogêneo. Os cimentos Variolink e Duolink exibiram valores de microdureza significativamente superiores no terço cervical, sem diferença significativa entre os terços para os demais cimentos;
- A imersão em etanol reduziu significativamente a média dos valores de dureza para todos os cimentos analisados. O comportamento por terços variou em função do material;
- O armazenamento em água por 3 meses não exerceu influência sobre a dureza da maioria dos cimentos no grupo experimental, com exceção do Unicem, que exibiu aumento significativo dos valores de dureza após esse período.

Portanto, a hipótese proposta neste estudo foi rejeitada.

FOB USP

Referências

Bibliográficas

Referências Bibliográficas

1. Ari H, Yasar E, Belli S. Effects of NaOCl on bond strengths of resin cements to root canal dentin. *J Endod*. 2003 Apr;29(4):248-51.
2. Asmussen E. Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. *Scand J Dent Res*. 1982 Dec;90(6):490-6.
3. Asmussen E. Restorative resins: hardness and strength vs. quantity of remaining double bonds. *Scand J Dent Res*. 1982 Dec;90(6):484-9.
4. Asmussen E. Softening of BISGMA-based polymers by ethanol and by organic acids of plaque. *Scand J Dent Res*. 1984 Jun;92(3):257-61.
5. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci*. 2001 Aug;109(4):282-5.
6. Asmussen E, Peutzfeldt A. Polymer structure of a light-cured resin composite in relation to distance from the surface. *Eur J Oral Sci*. 2003 Jun;111(3):277-9.
7. Asmussen E, Peutzfeldt A. Two-step curing: influence on conversion and softening of a dental polymer. *Dent Mater*. 2003 Sep;19(6):466-70.
8. Bachicha WS, Difiore PM, Miller DA, Lautenschlager EP, Pashley DH. Microleakage of endodontically treated teeth restored with posts. *J Endod*. 1998 Nov;24(11):703-8.

9. Bouillaguet S, Troesch S, Wataha JC, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH. Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. *Dent Mater*. 2003 May;19(3):199-205.
10. Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *J Oral Rehabil*. 2002 Mar;29(3):257-62.
11. Braga RR, Ferracane JL. Contraction stress related to degree of conversion and reaction kinetics. *J Dent Res*. 2002 Feb;81(2):114-8.
12. Breeding LC, Dixon DL, Caughman WF. The curing potential of light-activated composite resin luting agents. *J Prosthet Dent*. 1991 Apr;65(4):512-8.
13. Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. *Am J Dent*. 2004 Apr;17(2):104-8.
14. Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Yiu C, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent*. 2005 Dec;18(6):315-9.
15. Carrilho MR, Tay FR, Pashley DH, Tjaderhane L, Carvalho RM. Mechanical stability of resin-dentin bond components. *Dent Mater*. 2005 Mar;21(3):232-41.
16. Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Silva NR, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine. *J Dent*. 2004 Jan;32(1):55-65.
17. Carvalho RM, Pereira JC, Yoshiyama M, Pashley DH. A review of polymerization contraction: the influence of stress development versus stress relief. *Oper Dent*. 1996 Jan-Feb;21(1):17-24.

18. Carvalho RM, Carrilho MR, Pereira LCG, Garcia FCP, Marquesini Junior L, Silva SMA. Sistemas adesivos: fundamentos para a aplicação clínica. Biodonto. 2004 Jan/Fev;2(1):89p.
19. Caughman WF, Chan DC, Rueggeberg FA. Curing potential of dual-polymerizable resin cements in simulated clinical situations. J Prosthet Dent. 2001 May;85(5):479-84.
20. Ceballos L, Garrido MA, Fuentes V, Rodriguez J. Mechanical characterization of resin cements used for luting fiber posts by nanoindentation. Dent Mater. 2006 Jan 20.
21. Chersoni S, Acquaviva GL, Prati C, Ferrari M, Grandini S, Pashley DH. In vivo fluid movement through dentin adhesives in endodontically treated teeth. J Dent Res. 2005 Mar;84(3):223-7.
22. Chersoni S, Suppa P, Breschi L, Ferrari M, Tay FR, Pashley DH. Water movement in the hybrid layer after different dentin treatments. Dent Mater. 2004 Nov;20(9):796-803.
23. Chersoni S, Suppa P, Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Yiu C. In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. J Dent Res. 2004 Jun;83(6):459-64.
24. Chung KH, Greener EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. J Oral Rehabil. 1990 Sep;17(5):487-94.

25. Cury AH, Goracci C, De Lima Navarro MF, Carvalho RM, Sadek FT, Tay FR. Effect of hygroscopic expansion on the push-out resistance of glass ionomer-based cements used for the luting of glass fiber posts. *J Endod.* 2006 Jun;32(6):537-40.
26. Darr AH, Jacobsen PH. Conversion of dual cure luting cements. *J Oral Rehabil.* 1995 Jan;22(1):43-7.
27. Darvell BW. *Materials Science for Dentistry*. 7th ed. Hong Kong: BW Darvell; 2002.
28. Dewald JP, Ferracane JL. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res.* 1987 Mar;66(3):727-30.
29. Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent.* 1999 Feb;81(2):135-41.
30. El-Badrawy WA, El-Mowafy OM. Chemical versus dual curing of resin inlay cements. *J Prosthet Dent.* 1995 Jun;73(6):515-24.
31. Emami N, Soderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *Eur J Oral Sci.* 2003 Dec;111(6):536-42.
32. Erdemir A, Ari H, Gungunes H, Belli S. Effect of medications for root canal treatment on bonding to root canal dentin. *J Endod.* 2004 Feb;30(2):113-6.
33. Erdemir A, Eldeniz AU, Belli S, Pashley DH. Effect of solvents on bonding to root canal dentin. *J Endod.* 2004 Aug;30(8):589-92.

34. Espe 3M. Rely X Unicem Self-Adhesive Universal Resin Cement. Germany: 3M ESPE; 2006 (Bula).
35. Feilzer AJ, Dauvillier BS. Effect of TEGDMA/BisGMA ratio on stress development and viscoelastic properties of experimental two-paste composites. *J Dent Res*. 2003 Oct;82(10):824-8.
36. Fernandes AS, Shetty S, Coutinho I. Factors determining post selection: a literature review. *J Prosthet Dent*. 2003 Dec;90(6):556-62.
37. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater*. 1985 Feb;1(1):11-4.
38. Ferracane JL. Developing a more complete understanding of stresses produced in dental composites during polymerization. *Dent Mater*. 2005 Jan;21(1):36-42.
39. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater*. 2006 Mar;22(3):211-22.
40. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water--effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *J Biomed Mater Res*. 1998 Dec 5;42(3):465-72.
41. Ferrari M, Mannocci F. A 'one-bottle' adhesive system for bonding a fibre post into a root canal: an SEM evaluation of the post-resin interface. *Int Endod J*. 2000 Jul;33(4):397-400.

42. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidiaco MC, Mjor IA. Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. *Am J Dent.* 2000 Oct;13(5):255-60.
43. Ferrari M, Mason PN, Goracci C, Pashley DH, Tay FR. Collagen degradation in endodontically treated teeth after clinical function. *J Dent Res.* 2004 May;83(5):414-9.
44. Ferrari M, Vichi A, Grandini S, Geppi S. Influence of microbrush on efficacy of bonding into root canals. *Am J Dent.* 2002 Aug;15(4):227-31.
45. Ferrari M, Vichi A, Grandini S, Goracci C. Efficacy of a self-curing adhesive-resin cement system on luting glass-fiber posts into root canals: an SEM investigation. *Int J Prosthodont.* 2001 Nov-Dec;14(6):543-9.
46. Ferrari M, Vichi A, Mannocci F, Mason PN. Retrospective study of the clinical performance of fiber posts. *Am J Dent.* 2000 May;13(Spec No):9B-13B.
47. Goracci C, Fabianelli A, Sadek FT, Papacchini F, Tay FR, FERRARI M. The contribution of friction to the dislocation resistance of bonded fiber posts. *J Endod.* 2005 Aug;31(8):608-12.
48. Goto Y, Nicholls JI, Phillips KM, Junge T. Fatigue resistance of endodontically treated teeth restored with three dowel-and-core systems. *J Prosthet Dent.* 2005 Jan;93(1):45-50.
49. Hasegawa EA, Boyer DB, Chan DC. Hardening of dual-cured cements under composite resin inlays. *J Prosthet Dent.* 1991 Aug;66(2):187-92.

50. Hayashi M, Takahashi Y, Imazato S, Ebisu S. Fracture resistance of pulpless teeth restored with post-cores and crowns. *Dent Mater*. 2006 May;22(5):477-85.
51. Hersek NE, Canay S. In vivo solubility of three types of luting cement. *Quintessence Int*. 1996 Mar;27(3):211-6.
52. Heydecke G, PETERS MC. The restoration of endodontically treated, single-rooted teeth with cast or direct posts and cores: a systematic review. *J Prosthet Dent*. 2002 Apr;87(4):380-6.
53. Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B. Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil*. 2001 Nov;28(11):1022-8.
54. Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomaterials*. 2005 Nov;26(33):6449-59.
55. Kao EC. Influence of food-simulating solvents on resin composites and glass-ionomer restorative cement. *Dent Mater*. 1989 May;5(3):201-8.
56. Knobloch LA, Kerby RE, Clelland N, LEE J. Hardness and degree of conversion of posterior packable composites. *Oper Dent*. 2004 Nov-Dec;29(6):642-9.
57. Koupis NS, Vercruysse CW, Marks LA, Martens LC, Verbeeck RM. Curing depth of (polyacid-modified) composite resins determined by scraping and a penetrometer. *Dent Mater*. 2004 Dec;20(10):908-14.

58. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. *Int J Prosthodont*. 2004 May-Jun;17(3):357-63.
59. Lee SY, Huang HM, Lin CY, Shih YH. Leached components from dental composites in oral simulating fluids and the resultant composite strengths. *J Oral Rehabil*. 1998 Aug;25(8):575-88.
60. Lui JL. Composite resin reinforcement of flared canals using light-transmitting plastic posts. *Quintessence Int*. 1994 May;25(5):313-9.
61. Lui JL. Depth of composite polymerization within simulated root canals using light-transmitting posts. *Oper Dent*. 1994 Sep-Oct;19(5):165-8.
62. Miller MB. Do we really need dual-cure cements? *Gen Dent*. 2004 Nov-Dec;52(6):494-5.
63. Monticelli F, Grandini S, Goracci C, Ferrari M. Clinical behavior of translucent-fiber posts: a 2-year prospective study. *Int J Prosthodont*. 2003 Nov-Dec;16(6):593-6.
64. Morris MD, Lee KW, Agee KA, Bouillaguet S, Pashley DH. Effects of sodium hypochlorite and RC-prep on bond strengths of resin cement to endodontic surfaces. *J Endod*. 2001 Dec;27(12):753-7.
65. Nakabayashi N, Pashley DH. *Hibridização dos tecidos dentais duros*. São Paulo Quintessence; 2000.
66. Naumann M, Preuss A, Frankenberger R. Reinforcement effect of adhesively luted fiber reinforced composite versus titanium posts. *Dent Mater*. 2006 Feb 4.

67. Ngoh EC, Pashley DH, Loushine RJ, Weller RN, Kimbrough WF. Effects of eugenol on resin bond strengths to root canal dentin. *J Endod.* 2001 Jun;27(6):411-4.
68. Ortengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil.* 2001 Dec;28(12):1106-15.
69. Peroz I, Blankenstein F, Lange KP, Naumann M. Restoring endodontically treated teeth with posts and cores--a review. *Quintessence Int.* 2005 Oct;36(9):737-46.
70. Peutzfeldt A. Dual-cure resin cements: in vitro wear and effect of quantity of remaining double bonds, filler volume, and light curing. *Acta Odontol Scand.* 1995 Feb;53(1):29-34.
71. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *J Dent Res.* 2005 Jul;84(7):659-62.
72. Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res.* 1999;48(5):675-81.
73. Robbins JW. Restoration of the endodontically treated tooth. *Dent Clin North Am.* 2002 Apr;46(2):367-84.
74. Roberts HW, Leonard DL, Vandewalle KS, Cohen ME, Charlton DG. The effect of a translucent post on resin composite depth of cure. *Dent Mater.* 2004 Sep;20(7):617-22.

75. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent.* 1998 Sep;80(3):280-301.
76. Rueggeberg FA, Caughman WF. The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. *Oper Dent.* 1993 Mar-Apr;18(2):48-55.
77. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW, JR., Davis HC. Factors affecting cure at depths within light-activated resin composites. *Am J Dent.* 1993 Apr;6(2):91-5.
78. Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res.* 1988 Jun;67(6):932-7.
79. Rueggeberg FA, Ergle JW, Mettenburg DJ. Polymerization depths of contemporary light-curing units using microhardness. *J Esthet Dent.* 2000;12(6):340-9.
80. Sadamori S, Shigeto N, Hamada T, Okuda K. A method of determining residual monomer in acrylic resin using methyl ethyl ketone. *Aust Dent J.* 1990 Dec;35(6):509-13.
81. Sahafi A, Peutzfeldt A, Ravnholt G, Asmussen E, Gotfredsen K. Resistance to cyclic loading of teeth restored with posts. *Clin Oral Investig.* 2005 Jun;9(2):84-90.
82. Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater.* 2001 Nov;17(6):542-56.

83. Scotti R, Ferrari M. Pinos de Fibra: Considerações Teóricas e Aplicações Clínicas. São Paulo: Artes Médicas; 2002.
84. Seefeld F, Wenz HJ, Ludwig K, Kern M. Resistance to fracture and structural characteristics of different fiber reinforced post systems. *Dent Mater.* 2006 Mar 3.
85. Sigemori RM, Reis AF, Giannini M, Paulillo LA. Curing depth of a resin-modified glass ionomer and two resin-based luting agents. *Oper Dent.* 2005 Mar-Apr;30(2):185-9.
86. Soh MS, Yap AU. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent.* 2004 May;32(4):321-6.
87. Soh MS, Yap AU, Siow KS. Comparative depths of cure among various curing light types and methods. *Oper Dent.* 2004 Jan-Feb;29(1):9-15.
88. Suh BI, Feng L, Pashley DH, Tay FR. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. *J Adhes Dent.* 2003 Winter;5(4):267-82.
89. Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM. Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. In vivo evidence. *J Dent.* 2004 Nov;32(8):611-21.
90. Tay FR, Loushine RJ, Lambrechts P, Weller RN, Pashley DH. Geometric factors affecting dentin bonding in root canals: a theoretical modeling approach. *J Endod.* 2005 Aug;31(8):584-9.

91. Tay FR, Pashley DH, Garcia-Godoy F, Yiu CK. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part II. Silver tracer penetration evidence. *Am J Dent*. 2004 Oct;17(5):315-22.
92. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent*. 2002 Sep-Nov;30(7-8):371-82.
93. Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent*. 2003 Spring;5(1):27-40.
94. Tay FR, Suh BI, Pashley DH, Prati C, Chuang SF, Li F. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and self-cured or dual-cured composites. Part II. Single-bottle, total-etch adhesive. *J Adhes Dent*. 2003 Summer;5(2):91-105.
95. Tjan AH, Nemetz H. Effect of eugenol-containing endodontic sealer on retention of prefabricated posts luted with adhesive composite resin cement. *Quintessence Int*. 1992 Dec;23(12):839-44.
96. Torbjorner A, Fransson B. A literature review on the prosthetic treatment of structurally compromised teeth. *Int J Prosthodont*. 2004;17:369-76.
97. Torbjorner A, Karlsson S, Odman PA. Survival rate and failure characteristics for two post designs. *J Prosthet Dent*. 1995 May;73(5):439-44.
98. Vichi A, Grandini S, Ferrari M. Clinical procedure for luting glass-fiber posts. *J Adhes Dent*. 2001 Winter;3(4):353-9.

99. Walker MP, Spencer P, David Eick J. Mechanical property characterization of resin cement after aqueous aging with and without cyclic loading. *Dent Mater.* 2003 Nov;19(7):645-52.
100. Walls AW. Glass polyalkenoate (glass-ionomer) cements: a review. *J Dent.* 1986 Dec;14(6):231-46.
101. Witzel MF, Calheiros FC, Goncalves F, Kawano Y, Braga RR. Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in ethanol and contraction stress of resin-based materials. *J Dent.* 2005 Oct;33(9):773-9.
102. Yap AU, Soh MS, Han TT, Siow KS. Influence of curing lights and modes on cross-link density of dental composites. *Oper Dent.* 2004 Jul-Aug;29(4):410-5.
103. Yap AU, Tan SH, Wee SS, Lee CW, Lim EL, Zeng KY. Chemical degradation of composite restoratives. *J Oral Rehabil.* 2001 Nov;28(11):1015-21.
104. Yiu CK, King NM, Carrilho MR, Sauro S, Rueggeberg FA, Prati C. Effect of resin hydrophilicity and temperature on water sorption of dental adhesive resins. *Biomaterials.* 2006 Mar;27(9):1695-703.
105. Yiu CK, King NM, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Carrilho MR. Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. *Biomaterials.* 2004 Nov;25(26):5789-96.

106. Yoldas O, Alacam T. Microhardness of composites in simulated root canals cured with light transmitting posts and glass-fiber reinforced composite posts. J Endod. 2005 Feb;31(2):104-6.

FOB USP

Abstract

Abstract

MICROHARDNESS ANALYSIS OF THE POLYMERIZATION QUALITY AND DEGRADATION OF RESIN CEMENTS USED FOR FIBER POSTS CEMENTATION

Resin cements have been largely used in dentistry for retaining intraradicular posts and to minimize tension between them. However, the degree of conversion influences mechanical properties, biocompatibility and susceptibility of water and acid degradation of these polymers. Hardness tests are used to estimate the degree of conversion of composites, as it shows good correlation with infrared spectroscopy. The aim of this study was to evaluate the microhardness of four resin cements used for fiber posts cementation at the initial period, 24h-immersion in a 75% ethanol solution and after 3-month water storage. Forty bovine incisors were endodontically treated and restored with 1mm diameter Fibrekor® posts (Jeneric/Pentron), being: Group 1 – Panavia F 2.0 (Kuraray Medical Inc.), Group 2 - Variolink (Ivoclar), Group 3 - Rely X Unicem (3M ESPE) and Group 4 - Duolink (Bisco). After cementation, each group was divided in two subgroups: 5 roots were sectioned 7 days after cementation for initial hardness measurement and 5 roots were immersed in deionized water for 3 months for final hardness measurements using Shimadzu Micro Hardness Tester (HMT, Japan). After the initial measurements, the sectioned roots were immersed in 10mL 75% ethanol solution for 24h at 37°C,

and tested again. Differences in hardness values have been detected among resin cements, radicular thirds and periods (initial or 24h-immersion in a 75% ethanol solution). Data also revealed significant interaction to cement/third and cement/period of evaluation. Panavia showed higher hardness values, with no statistical differences among the other cements. It was not verified a homogeneous pattern regarding radicular third; Variolink and Duolink exhibited higher hardness values for the cervical third, without differences among radicular thirds for the other cements. Hardness values decreased after ethanol immersion for all resin cements and the hardness according to radicular thirds varied among the materials. The hardness of tested resin cement showed no influence after 3-month water storage, except for Unicem as it showed an increase in Knoop hardness after this period. Therefore, the null hypothesis proposed was rejected.

Key Words: Resin cements. Fiber posts. Degree of conversion. Hardness tests.