



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Júlia Custódio Martins

**Influência da fotoativação na interface de união com sistemas de cimentos
resinosos duais na cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados**

Araraquara

2021



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Júlia Custódio Martins

Influência da fotoativação na interface de união com sistemas de cimentos resinosos duais na cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, área de concentração Dentística Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista como parte dos requisitos para título de Mestre.

Orientador: Marcelo Ferrarezi de Andrade

Coorientador: Milton Carlos Kuga

Araraquara

2021

M386i	Martins, Júlia Custódio Influência da fotoativação na interface de união com sistemas de cimentos resinosos duais na cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados / Júlia Custódio Martins. -- Araraquara, 2021 88 p. : il., tabs., fotos Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara Orientador: Marcelo Ferrarezi de Andrade Coorientador: Milton Carlos Kuga 1. Pinos dentários. 2. Cimentos de resina. 3. Adesão. 4. Força compressiva. 5. Cura luminosa de adesivos dentários. I. Título.
-------	---

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Odontologia, Araraquara. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

Júlia Custódio Martins

Influência da fotoativação na interface de união com sistemas de cimentos resinosos duais na cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados

Comissão julgadora

Dissertação para obtenção do grau de mestre

Presidente e orientador Marcelo Ferrarezi de Andrade

2º Examinador Eliane Cristina Gulin de Oliveira

3º Examinador José Roberto Cury Saad

Araraquara, 29 de janeiro de 2021

DADOS CURRICULARES

Júlia Custódio Martins

NASCIMENTO:

07/07/1992 - Araraquara – SP

FILIAÇÃO:

Rosana Cristina Custódio Martins
Marco Antônio Oliveira Martins

2011 – 2015:

Graduação em Odontologia – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – FORP/USP

2018 – 2020:

Especialização em Dentística Restauradora – Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia – FAEPO – Araraquara/SP

2018 – 2021:

Curso de Mestrado no programa de pós-graduação em Ciências Odontológicas – Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr/UNESP

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à **Deus**, pelo caminho incrível que ele tem me permitido trilhar até agora.

À **minha família**... minha fonte de apoio, incentivo, amor, zelo em qualquer circunstância. Qualquer mesmo! Vocês são minha vida!

Ao **meu companheiro**, Gustavo, por toda paciência e cuidado que tem comigo, por sempre me encorajar, me impulsionar a buscar meus sonhos e, conseqüentemente, conquistar os nossos juntos.

Gratidão imensa por ter **amigas** tão maravilhosas ao meu lado, cada uma com sua peculiaridade, me fazem querer encontrar a minha melhor versão.

À todos os **amigos e colegas da FOAr** que eu tive o prazer de compartilhar conhecimento, estudo, trabalho, risadas... muita gratidão. Só eu sei o quanto cada um contribuiu com o meu crescimento.

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara – FOAr/UNESP** por ter me acolhido e permitido que eu desfrutasse de toda a estrutura necessária para concluir meu projeto de pesquisa.

Agradeço a todos os **funcionários e professores** da FOAr que me guiaram durante todo esse período. Em especial ao meu orientador, **Professor Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade**, pela bondade, oportunidade e por toda a liberdade concedida a mim. E, ao meu coorientador, **Professor Dr. Milton Carlos Kuga**, eu chego a ficar sem palavras... foi essencial no meu mestrado, do início ao fim. É inspiração para todos que tem o privilégio de conhecer e poder trabalhar com ele. Muito obrigada, mesmo!

Obrigada a todos que fizeram parte dessa etapa (nada fácil) da minha vida e contribuíram para a finalização desse trabalho.

Martins JC. Influência da fotoativação na interface de união com sistemas de cimentos resinosos duais na cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2021.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do modo de fotoativação em relação à resistência de união e padrão de fratura de dois sistemas de cimentos resinosos na cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados, através do teste de “push out” e microscopia confocal a laser, respectivamente. O grau de contração de polimerização dos cimentos resinosos duais utilizados também foi avaliado através da microtomografia computadorizada. Foram utilizadas 60 raízes unirradiculares de dentes bovinos, padronizadas em 17 mm, tratadas endodonticamente. As raízes foram divididas aleatoriamente em 2 grupos (n=30), de acordo com o sistema de cimentação (Relyx ARC – A; ou Relyx Ultimate – U) e adesivo utilizado (Adper Scotch Bond Multiuso – A; ou Scotch Bond Universal - S) e subdivididas em 6 grupos (n=10), conforme o modo de ativação: 1) AA: fotoativação convencional (AA-CON); fotoativação em rampa (AA - RAM); fotoativação pulsátil (AA-PUL); 2) SU, fotoativação convencional (SU-CON); fotoativação em rampa (SU-RAM); fotoativação pulsátil (SU-PUL). Após seis meses, a resistência de união e o padrão de fratura foram avaliados. Para análise do grau de contração de polimerização, os cimentos foram manipulados, de acordo com as recomendações do fabricante e 48 tubos de poliuretano transparente (8mm de comprimento x 1mm de diâmetro interno) foram preenchidos com os cimentos, pesados, individualmente, em balança de precisão. Foram distribuídos, aleatoriamente, em 8 grupos (n = 6), de acordo com o protocolo de fotoativação: Relyx ARC, sem fotoativação (A-NEG); Relyx ARC, com fotoativação convencional (A-CON), RelyX ARC, com fotoativação pulsátil (A-PUL), RelyX ARC, com fotoativação em rampa (A-RAM). Os grupos U-NEG, U-CON, U-PUL e U-RAM seguiram o mesmo protocolo de fotoativação dos grupos A-NEG, A-CON, A-PUL e A-RAM, respectivamente, porém utilizando o cimento resinoso convencional dual Relyx Ultimate. Após a realização dos protocolos de fotoativação, os espécimes foram mantidos em repouso. Imediatamente após o repouso e após 24h, foram submetidos ao escaneamento em microtomógrafo computadorizado (Micro CT 1174; Skycan, ,

Aartselaar, BE). Para todos os estudos serão realizados o teste de Shapiro Wilk a fim de avaliar a normalidade de distribuição dos dados obtidos. Uma vez observada a homocedasticidade dos resultados, foram analisados por meio do ANOVA two-way e Tukey ($\alpha = 0.05$). A incidência do tipo de padrão de fratura foi descritiva e transformada em frequência para cada protocolo avaliado. Os modos de fotopolimerização pulsátil e em rampa interferiram negativamente na resistência de união da cimentação dos pinos de fibra de vidro anatomizados cimentados com o sistema resinoso dual RelyX ARC (adesivo etch-and-rinse), no terço apical . A fotopolimerização no modo pulsátil interferiu negativamente no percentual de contração de fotoativação, independente do cimento resinoso dual.

Palavras-chave: Pinos dentários. Cimentos de resina. Adesão. Força compressiva. Cura luminosa de adesivos dentários.

Martins JC. Influence of photoactivation on the bonding interface with dual resin cement systems on the cementation of anatomized fiberglass pins [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2021.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the effect of the photoactivation mode in relation to the bond strength and fracture pattern of two resin cement systems in the cementation of anatomized fiberglass pins through the push out test and laser confocal microscopy. The degree of polymerization contraction of the dual resin cements used were also evaluated using computed microtomography. 60 uniradicular roots of bovine teeth, standardized in 17 mm, were treated endodontically. Randomly divided into 2 groups (n = 30), according to the cementation system (Relyx ARC - A; or Relyx Ultimate - U) and adhesive used (Adper Scotch Bond Multiuse - A; or Scotch Bond Universal - S) and subdivided into 6 groups (n = 10), according to the activation mode: 1) AA: conventional photoactivation (AA-CON); ramp photoactivation (AA - RAM); pulsatile photoactivation (AA-PUL); 2) SU, conventional photoactivation (SU-CON); ramp photoactivation (SU-RAM); pulsatile photoactivation (SU-PUL). After 6 months, the bond strength and fracture pattern were assessed. To analyze the degree of polymerization contraction, the cements were handled, according to the manufacturer's recommendations, and 48 tubes polyurethane (8mm long x 1mm internal diameter) were filled with the cements, weighed individually on a precision scale. They were randomly distributed in 8 groups (n = 6), according to the photoactivation protocol: Relyx ARC, without photoactivation (A-NEG); Relyx ARC, with conventional photoactivation (A-CON), RelyX ARC, with pulsatile photoactivation (A-PUL), RelyX ARC, with ramp photoactivation (A-RAM). The U-NEG, U-CON, U-PUL and U-RAM groups followed the same photoactivation protocol as the A-NEG, A-CON, A-PUL and A-RAM groups, respectively, but using the conventional dual resin cement Relyx Ultimate. 24 hours after the photoactivation protocols they were submitted to scoring in a computerized microtomograph (Micro CT 1174; Skycon,, Aartselaar, BE). For all studies, the Shapiro Wilk test will be performed in order to assess the normal distribution of the data obtained. Once the homoscedasticity of the results was observed, they were analyzed using the two-way ANOVA and Tukey ($\alpha = 0.05$). The incidence of the type of fracture pattern was descriptive and transformed

into frequency for each evaluated protocol. The pulsed and ramp photopolymerization modes negatively interfered in the bond strength of the cemented fiberglass pins cemented with the dual resin system RelyX ARC (etch-and-rinse adhesive), in the apical third. The photopolymerization in the pulsatile mode negatively interfered in the percentage of photoactivation contraction independent of the dual resin cement.

Keywords: Dental pins. Resin cements. Dentin bonding. Compressive strength. Light cure of dental adhesives.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 PROPOSIÇÃO.....	14
3 PUBLICAÇÕES	15
3.1 Publicação 1	16
3.2 Publicação 2	39
4 CONSIDERAÇÕES FINAIS	72
 REFERÊNCIAS	 74
APÊNDICE	79
ANEXO A	88

1 INTRODUÇÃO

Elementos dentais submetidos ao tratamento endodôntico, na maioria das vezes, possuem sua estrutura coronal enfraquecida, devido a lesão de cárie e/ou restaurações extensas prévias ^{1, 2}. Dessa forma, como uma alternativa para contornar esse comprometimento estrutural, o uso de pinos intrarradiculares é, usualmente, recomendado para obter retenção adequada para as restaurações ³.

Atualmente, a escolha de materiais usados na restauração de dentes tratados endodonticamente tem sido aqueles que possuem módulo de elasticidade mais semelhantes à dentina ⁴, como as resinas compostas, os pinos de fibra de vidro ⁵ e os cimentos resinosos ⁶, distribuindo as forças oclusais uniformemente ao longo do comprimento da raiz ^{4, 7}. Desta forma, uma unidade mecanicamente homogênea pode ser criada ⁸, além de se obter uma estética final mais favorável, com menor desgaste do remanescente dental ^{7, 9}.

Em associação à utilização dos pinos de fibra de vidro, tem-se usado sistemas de cimentos resinosos duais, nos quais a fotopolimerização e a polimerização química podem promover uma melhor conversão dos monômeros ¹⁰. Estudos prévios demonstram a descimentação dos pinos de fibra de vidro como a principal causa de falha desse tipo de tratamento ^{11 - 13} e pode ser atribuída a defeitos nessas interfaces ¹⁴ que podem ter sido provocados por diversos fatores como, por exemplo, dificuldade de aplicação correta dos sistemas adesivos em espaços estreitos e profundos com acesso e visibilidade limitados e estresse causado pelo fator C entre a dentina e o cimento ^{15, 16}.

Alguns autores têm associado a formação do “gap” ¹⁷ e a baixa resistência de união ao alto fator C. Durante a fase pré-gel, a força de contração do cimento resino é baixa devido à sua alta fluidez. Contudo, quando a fase gel é atingida, a fluidez do material é perdida. Dessa forma, o estresse criado é transferido para o remanescente dental, podendo causar falha adesiva e outros efeitos adversos como fratura dental, micro trinca ¹⁸, ou porosidade do próprio material ¹⁹.

Uma maneira de melhorar a resistência de união é através da anatomização dos pinos de fibra de vidro. Essa técnica consiste na personalização do pino de fibra de

vidro, utilizando resina composta para moldagem do canal radicular²⁰, melhorando sua adaptação ao conduto e, conseqüentemente, diminuindo a linha de cimentação, proporcionando condições favoráveis de retenção do pino e diminuição do risco de falha adesiva, devido à diminuição da contração de polimerização do cimento, melhorando a resistência mecânica do mesmo²¹⁻²³. Outra maneira de controlar esse fator é reduzir a intensidade da luz de cura durante a polimerização do material. O uso da fotoativação em rampa (“soft”) ou pulsátil aumenta o período no qual o material resinoso permanece na fase gel^{24, 25}. Essa fotoativação tardia diminui a contração pós-gel estudada e o estresse de contração de polimerização^{26, 27}.

Apesar da técnica de fotopolimerização em rampa (ou “soft”) já ter sido bem-sucedida no seu uso com as resinas compostas²⁸ há poucos estudos em relação aos cimentos resinosos duais e a novos produtos que estão no mercado, como o sistema resinoso dual a base de terbutil peróxido trimetil hexanoato e persulfato de sódio. E, não há nenhum estudo em relação a técnica pulsátil associada aos cimentos resinosos duais. Assim, seus desempenhos na interface adesiva e na resistência de união na cimentação de pinos de fibra de vidro é pouco conhecida.

Diante disso, o objetivo desse estudo foi avaliar a influência de diferentes tipos de fotoativação na resistência de união e na contração de polimerização de dois diferentes sistemas de cimentos resinosos duais na cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados. A hipótese nula é que a resistência de união e na contração de polimerização não serão afetadas pelo tipo de fotoativação ou pelo cimento utilizado.

2 PROPOSIÇÃO

Proposição geral

O presente estudo teve como objetivo geral avaliar o efeito de diferentes tipos de fotoativação na resistência de união, no padrão de fratura e na contração de polimerização de dois diferentes sistemas de cimentos resinosos duais, na cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados.

Proposição específica

Como objetivo específico, o estudo avaliou o efeito do tipo de fotoativação (convencional, em rampa e pulsátil) sobre a resistência de união, padrão de fratura e a contração de polimerização de dois sistemas de cimentos resinosos duais convencionais (Relyx ARC e Relyx Ultimate), associados aos seus respectivos sistemas adesivos etch-and-rinse (Adper Scotch Bond Multiuso) e universal (Scotch Bond Universal), na cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados.

3 PUBLICAÇÕES

3.1 Publicação 1

“ Effects of ramp light curing mode on bond strength of different cementation systems in fiber post anatomized cementation”

A ser submetido no periódico European Journal of Dentistry

3.2 Publicação 2

“ Avaliação dos protocolos de fotoativação sobre a contração de polimerização e seus efeitos sobre a resistência de união de diferentes sistemas de cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados”

A ser submetido no periódico Dental Materials Journal

3.1 Publicação 1

Effects of ramp light curing mode on bond strength of different cementation systems in fiber post anatomized cementation

Júlia Custódio Martins,^a Thaís Piragine Leandrin,^b Cristiane de Melo Alencar,^c Andréa Abi Rached Dantas,^d Marcelo Ferrarezi de Andrade,^e Milton Carlos Kuga^f

^a Master student, Araraquara Dental School, UNESP, Univ Estadual Paulista, Araraquara, SP – Brazil

^b PhD student, Araraquara Dental School, UNESP, Univ Estadual Paulista, Araraquara, SP – Brazil

^c PhD student, Araraquara Dental School, UNESP, Univ Estadual Paulista, Araraquara, SP – Brazil

^d Professor, Department of Restorative Dentistry, Araraquara Dental School, UNESP, Univ Estadual Paulista, Araraquara, SP – Brazil

^e Professor, Department of Restorative Dentistry, Araraquara Dental School, UNESP, Univ Estadual Paulista, Araraquara, SP – Brazil

^f Professor, Department of Endodontics, Araraquara Dental School, UNESP, Univ Estadual Paulista, Araraquara, SP – Brazil

* O artigo segue as normas do periódico ao qual será submetido.

Júlia Custódio Martins: jc.martins@unesp.br

Thaís Piragine Leandrin: thaispiragine@hotmail.com

Cristiane de Melo Alencar: cristiane.alencar@unesp.br

Andréa Rached Dantas: aarached@yahpp.com.br

Marcelo Ferrarezi de Andrade: marcelo.ferrarezi@unesp.br

Milton Carlos Kuga: milton.kuga@unesp.br

***Correspondence:** Júlia Custódio Martins

Araraquara Dental School, UNESP, Universidade Estadual Paulista, Department of
Restorative Dentistry
1680 Humaitá St

Araraquara, SP - Brazil 14801-903

E-mail: jc.martins@unesp.br , Tel: +55 16 99717-2364

ABSTRACT

Objective(s): : The objective of this study was to evaluate the effects of ramp light curing on dentin bond strength of fiber post cementation systems using different adhesion protocols in the cementation of anatomized fiber posts.

Materials and Methods: Forty human-canine roots were endodontically treated and post spaces were prepared. Fiber posts were then anatomized with composite resin. Samples were randomized into four groups according to cementation protocol (n = 10): ARCc - Etch-and-rinse adhesive system, Relyx ARC (3M ESPE) cementation system and conventional light curing; ARCr - Etch-and-rinse adhesive system, Relyx ARC (3M ESPE) cementation system and ramp light curing, ULTc - Universal adhesive system, Relyx Ultimate (3M ESPE) cementation system and conventional light curing and ULTr - Universal adhesive system, as well as Relyx Ultimate (3M ESPE) cementation system and conventional light curing. After six months, the specimens were cross-sectioned and subjected to a push-out test and failure mode analysis. . One-way ANOVA and Tukey's tests were used for statistical analysis ($\alpha = 0.05$).

Results: There was no difference between the ARCc and ARCr groups in the apical third ($P > 0.05$), but the bond strength values were significantly lower than those demonstrated by ULTc and ULTr groups ($P < 0.05$).

Conclusion(s): Ramp light curing has no influence on the bond strength of dual resin-cemented systems of anatomized fiber posts. However, the use of protocol with universal adhesive provided the highest bond strength in the apical third of the post space.

Keywords: Adhesive; Dental Pin; Dental Curing Lights; Resin Cements

INTRODUCTION

Fiberglass posts are a promising alternative for prolonging retention of the coronary restoration of endodontically treated teeth.¹⁻³ However, errors during cementation procedures cause the interface to have poor adhesion with the dentin substrate, which may cause axial displacement of the root canal and compromise the success of the treatment.⁴⁻⁷ The main causes of these errors are related to difficulty in handling and applying the adhesive systems in the root canal, excessive polymerization contraction and/or deficient degree of conversion of cementation systems, difficulty in the propagation of light by post spaces, and choosing a cementation system that does not meet the clinical situation.^{8,9}

A recommended alternative for minimizing the risk of rupture of the adhesive interface (debonding) is to increase its frictional resistance with the dentinal surface of root canal through the use of fiber pins and composite resin.¹⁰ Consequently, this leads to a reduction of the line of cementation, which provides a smaller volume of resin cement and reduces the light curing shrinkage of cementation systems.¹¹⁻¹³

When the magnitude of the polymerization contraction is greater than the bond strength of the cementation system with the root dentin, there is a reduction in retention and consequent displacement of the fiber pin from the root canal.¹¹⁻¹⁴ The gradual incidence of light on resinous compounds, known as soft or ramp light curing, is one of the strategies available to minimize polymerization contraction, as it prolongs the period in which the resin cement remains in the pre-gel phase¹⁵. This consequently reduces the immediate formation of a highly crosslinked network, allowing greater mobility of reacting species.^{14, 16-18}

Although this mode of light curing has led to satisfactory results on composite resins ¹⁹, its effects on conventional dual resin cementation systems making use of universal adhesives, and to a smaller degree, etch-and-rinse adhesives, are poorly known, as both differ in terms of their mechanisms of adhesion to the root canal dentin substrate.

Therefore, the aim of the present study was to evaluate the effects of ramp light curing on bond strength of anatomized fiber post cementation systems using etch-and-rinse adhesive associated with conventional resin cement (Relyx ARC) compared to cementation system with universal adhesive associated with conventional resin cement (Relyx Ultimate). The null hypotheses were: H01 - There is no interference of the photopolymerization ramp mode on the bond strength of the different cementation systems, and H02 - There is no difference on bond strength between the different cementation systems.

MATERIALS AND METHODS

Sample preparation

The study was approved by the Animal Research Ethics Committee of the Faculty of Dentistry of Araraquara-UNESP (protocol 38/2018). Forty bovine incisors with similar root anatomy were selected, cleaned, and stored in 0.1% thymol at 4 °C until use. The roots were cross-sectioned with a double-sided diamond disc (KG Sorensen, São Paulo, SP, BR), standardizing the sample length by 17 mm from the root apex.

A single operator prepared the instrumentation of the root canals. Canal patency was performed with a #15 size K-file (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Jura-Nord

Vaudois, Switzerland) and Path-File instruments 1, 2, and 3 (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Jura-Nord Vaudois, Switzerland). The working length of the canals were standardized to 17 mm. The apical opening was sealed with composite resin (Z100; 3M/ESPE, Sumaré, SP, Brazil) and the root canals were mechanically prepared using an F5 instrument (ProTaper System; Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) following the manufacturer's recommendations. Endodontic irrigation was performed at each instrument gauge change with 5 mL of 2.5% sodium hypochlorite (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brazil). Final irrigation was carried out with 5mL of 17% EDTA (Biodynamics, Ibiporã, PR, Brazil), which was maintained in the root canal for three min followed by irrigation with 5 mL of 2.5% NaOCl.

Root canals were then dried with an absorbent paper tip (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brazil) filled with a single cone of gutta percha F5 (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brazil) using an endodontic cement based on epoxy resin (Sealer Plus; MKLife, Porto Alegre, RS, BR). Root cervical access was provisionally restored with temporary cement (Coltosol, Coltene, Rio de Janeiro, RJ, BR). The specimens were then kept in an oven at 37 °C, at 100% humidity, for 7 days.

Post space preparation

Post spaces were prepared with a Largo #3 drill (Dentsply, Petrópolis, RJ, BR) and standardized with a specific drill (DC#3; White Post, FGM, Joinville, SC, BR) in low rotation, without refrigeration, in the 12 mm extension, and according to manufacturer's recommendations. Final irrigation of the post space was performed with 5mL of distilled water and was dried with absorbent paper tips.

Preparation of anatomized fiber posts

The surface of 40 fiber posts (White Post DC #3; FGM, Joinville, SC, BR) were cleaned with 70% ethanol. Twenty fiber posts were cleaned with 70% ethanol, after which silane (Prosil; FGM, Joinville, SC, BR) was applied on their surfaces and then dried with a discreet air-jet for one min. The etch-and-rinse adhesive system (Adper Scotchbond Multipurpose; 3M/ESPE, St Louis, MN, USA) was then applied and photoactivated (D2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR) for 20 sec. The other 20 fiber posts were cleaned with 70% ethanol, after which the universal adhesive system (Scotchbond Universal; 3M/ESPE, St Louis, MN, USA) was vigorously rubbed on its surface for 20 sec, a discreet air-jet was applied for five sec, and was photoactivated for 20 sec (D2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR). The strategies for handling adhesive systems described above were in accordance with the manufacturer's recommendations.

The fiber posts were then anatomized with composite resin (Filtek Z350; 3M/ESPE, Sumaré, SP, BR), inserted in the post space previously lubricated with water-soluble gel (KY; Jhonson & Jhonson; São Paulo, SP, BR), and were then light cured (D2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR) for five sec. The fiber posts were then removed from the post space and photoactivation was completed on each face for 20 sec on each side.²⁰

After that, the surfaces of the anatomized posts were prepared for cementation according to each group. The Scotchbond Universal adhesive was not light cured as recommended by the manufacturer.²¹

Cementation of anatomized fiber posts

The specimens were divided into groups according to the chemical composition of the cementation system and the light curing method used:

- 1) ARCc group (Relyx ARC cementation system and convencional light curing): 37% phosphoric acid (Condac 37%, FGM Joinville, SC, Brazil) was used for conditioning of the dentin for 15 sec, followed by copious irrigation with distilled water for 30 sec and drying with absorbent paper tips. Then, an etch-and-rinse adhesive was applied (Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Adhesive, 3M ESPE, Sumaré, SP, Brazil). The primer was applied on dentin surfaces with a microapplicator (Brush KG; KG Sorensen, São Paulo, SP, BR) and rubbed for 20 sec, which was followed by gentle application of a 5-second air-jet. The bond was then applied with a microapplicator and subjected to photoactivation (D200; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, Brazil) for 20 sec. The convencional resin cement (Relyx ARC, 3M ESPE, Sumaré, SP, Brazil) was manually mixed in a proportion of 1:1 (base: catalyst) for 10 sec. Then, it was inserted into the post space using a millimeter probe (Duflex SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brazil). The fiber post was inserted into the post space under digital pressure in the apical direction, with the excess removed. The remainder of the fiber post was cross-sectioned at 3 mm from the cervical face of the specimen. Light curing was carried out with LED equipment (D200; DMC Equipmanetos, São Carlos, SP, BR) at a constant power of 1,100 mW/cm² for 40 sec on the specimen's cervical face.
- 2) ARCr group (Relyx ARC cementation system and ramp light curing): The procedure was similar to the one described for ARCc, except for the use of ramp mode for the light using the LED (D2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR) with a power of zero at 1,100 mW/cm² for the initial two sec and at a constant power of 1,100 mW/cm² for the remaining 38 sec.
- 3) ULTc group (Relyx Ultimate cementation system and convencional light curing): The universal adhesive system (Scotchbond™ Universal Adhesive, 3M ESPE,

Sumaré, SP, Brazil) was actively applied on the dentin surface for 20 sec. Then, the convencional resin cement (Relyx Ultimate™, 3M ESPE, Sumaré, SP, Brazil) was manually manipulated in a proportion of 1: 1 (base: catalyst) for 10 sec and inserted in the post space. The fiber post was positioned similarly as in the ARCc group. The specimens were submitted to convencional light curing using the same strategy described for the ARCc group.

4) ULTr group (Relyx Ultimate cementation system and ramp photopolymerization):

The cementation strategy used was similar to that described for the ULTc group. However, the ramp photopolymerization mode made use of the procedure done for the ARCr group.

The specimens were kept immersed in mineral oil (Nujol; Mantecorp Farmasa, São Paulo, SP, BR) for 6 months. Table 1 shows the commercial names, origins, and chemical compositions of the materials used in the cementation of the fiberglass pins.

Bond strength assessment

The specimens were vertically positioned and centered in a PVC matrix (21.3 in diameter X 20.0 mm in length). To assess the correct verticalization of the roots inside the matrices, they had their root apexes fixed with wax on a glass plate, with the positioning checked with a parallelometer (BioArt B2, São Carlos, SP, BR). The matrices were filled with polyester resin (Maxi Rubber, Diadema, SP, BR), keeping 1.0 mm of the cervical segment of the root out of inclusion. The whole set remained intact for 24 hours. After removing the matrices, the specimens were sectioned perpendicularly to their long axis with a diamond disc in a cutting machine for hard fabrics (Isomet; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA) under intense refrigeration. Three slices were obtained from each specimen from

the apical, middle and cervical thirds, respectively, with an average thickness of 2.0 mm. The irregularities of the sections were removed using sandpaper with granulation # 1200 (Norton, São Paulo, SP, BR), and were then washed in an ultrasonic vat (Cristófoli Biossegurança, Campo Mourão, PR, Brasil) with distilled water for five min. The slices were submitted to a push-out resistance test in a mechanical testing machine (EMIC, São José dos Pinhais, PR, BR) at a speed of 0.5 mm/min and with a load of 5 kN until the fiber post/cement/dentin of each slice completely ruptured.

The values of the force (F) necessary for rupture of the set to occur were obtained in N (Newton) and later transformed into bond strength (MPa) using the formula: $\text{MPa} = F/A$, where A corresponds to the area adherence. In turn, the adhesion area was calculated using the following formula: $A = \pi \cdot (R + r) \cdot g$, where R is the radius of the cervical surface of the root canal in mm, r = radius of the apical face of the root canal in mm, and g = cone generator inverted in mm.

The cervical and apical diameters of the root canals were obtained individually through measurement using a stereomicroscope with a magnification of 20× (Leica Microsystems, Wetzlar, Germany). The value of g was obtained from the equation: $g = \sqrt{(R - r)^2 + (2.0)^2}$.

Assessment of fracture pattern

After the push-out test, the perimeter of the root canal was divided into quadrants, and an image of each quadrant was obtained using a confocal laser microscope (LEXT OLS4100; Olympus, Shinjuku-ku, Tokyo, JPN). The fracture pattern was classified as: type 1 (adhesive) - between the fiber pin and the resin cement; type 2 (adhesive) - between the cementation system and the dentin; and type 3 (mixed) - association of different fracture patterns and type 4 (cohesive) - within the cementation

system.²² Figure 1 illustrates the fracture pattern obtained using laser confocal microscopy (LEXT OLS5000, Olympus Corporation, Tokyo, Japan)

Statistical analysis

The data obtained from the evaluation of bond strength was initially subjected to a Shapiro-Wilk test. Once homoscedasticity of the results was observed, they were analyzed using two-way ANOVA and Tukey tests ($\alpha = 0.05$). The incidences of the types of fracture pattern were transformed into frequencies for each evaluated protocol.

RESULTS

Bond strength assessment

Table 2 shows the mean and standard deviation of bond strength values (in MPa) in each third of the post space depending on the cementation system and light curing method. In the cervical and middle thirds, cementation protocols showed no difference for bond strength regardless of cementation system or mode of light curing ($P > 0.05$). In the apical third, ARCr group showed lower bond strength values than ARCc, ULTc, ULTr groups ($P < 0.05$).

Assessment of fracture pattern

Figure 2 shows the incidence (in percentage) of the fracture pattern depending on the cementation system and light curing method. The highest incidence of the cohesive fracture pattern occurred in the cementation protocols using the conventional light curing mode (ARCc and ULTc). In contrast, the highest incidence of the mixed fracture pattern occurred with the ramp photopolymerization mode.

DISCUSSION

The ramp light curing mode interfere with the bond strength values of convencional dual resin cement using the 3-step etch-and-rinse adhesives. Consequently, the H01 was rejected. In the apical third of the post space, conventional resin cement (Relyx ARC) using the etch-and-rinse adhesive (Adper Scotchbond Multipurpose) and ramp light cure demonstrated the lowest bond strength values compared to the use of conventional resin cement (Relyx Ultimate) with universal adhesive (Scotchbond Universal). Therefore, H01 was rejected.

In the present study, the bond strength of cementation system and light curing protocols was assessed using the push-out test. This methodology is routinely used to measure the adhesion of resin cementation systems, which are associated with fiber posts, with the dentin substrate.^{3, 23, 24} However, whether the adhesion of the adhesive system and/or dual resin cement was directly related to the results obtained with this method is still unknown, since several variables frequently found during the performance of the laboratory study may have interfered with the results.²⁵ The alignment of the specimen in relation to the application of the displacement force, punch size, and different diameters of the post space are factors that can interfere with the results of the push-out test, and do not represent clinical situations.^{23, 26} In order to minimize the effects of these parameters on the results of our study, the parallelism of axial application of the force with the electromechanical testing machine was previously checked with a parallelometer device during the inclusion of the specimens in the polyester resin.

Since the diameters of the root canal and fiber post are progressively reduced in the apical direction, with the punches needing to be in contact with the largest

possible surface of cementation system/fiber post,²⁶ punches with diameters of 1.2mm, 0.9mm, and 0.5mm were created in the slices of the cervical, middle and apical thirds of the post spaces, respectively. This provided the largest possible contact area of approximately 90% of the diameter of the set to be subjected to the axial displacement force.²⁷

In contrast, analysis of the type of fracture pattern contributed to the interpretation of the results in terms of what occurred at adhesion interfaces.²⁵ Analysis of the images obtained in each quadrant of the perimeter of post spaces by means of laser confocal microscopy allowed a more rigorous analysis of how the cementation system fracture occurred, which allowed quantification of the frequency of impairment at the adhesion interface with the dentin substrate.^{28, 29}

The adhesion mechanism of etch-and-rinse adhesives is mainly by micro-wrapping the adhesive with the dentin substrate. The persistence of residues derived from the preparation for the post space, mainly gutta percha and / or endodontic cement, negatively interferes with the adhesive interface.⁵ Despite the acid conditioning of the dentin substrate providing some degree of surface cleaning, the intensity of irradiation provided by the ramp curing protocols it may not have been adequately effective, in relation to that provided by the conventional protocol, mainly due to the approximate distance of 8 to 11 mm from the photoactivation device.^{14, 18, 19}

The polymerization shrinkage of the resinous cement was significantly reduced after the thickness of the cement line were made smaller. This subsequently reduced the debonding of the root dentin cementation systems.^{10, 30} In addition, the bonding area of the adapted posts seemed to have increased, which generated additional pressure during cementation and led to better contact between the cement/post assembly and the dentin, thus causing better retention.³¹ This likely explains the

similarity in values of bond strength of the cementation systems in the cervical and middle thirds of the post space using conventional light curing mode or a ramp. The modification of the anatomy of the fiber pins was performed with Filtek Z350 XT CT translucent resin, which has a lower amount of inorganic fillers (72.5 wt% or 55.5 vol%) and allows greater light passage.³² This translucency also favors a greater degree of conversion of resin cementation systems.³³ This characteristic may have contributed to greater bond strengths of the cementation systems in the cervical and middle thirds of the post space. In addition, the light intensity is greater in these thirds.³⁴

In contrast, the cementation system with universal adhesive associated with resin cement Relyx Ultimate, regardless of the light curing mode, showed the highest values of bond strength with dentin, but only in the apical third of the post space. The apical third of the pin space is the most critical area for obtaining an adequate adhesive interface in relation to humidity control, distance from the light-emitting tip of the light curing unit, quantity of dentinal tubules, and the quality of peritubular dentin.^{28, 29} The chemical composition and adhesion mechanism of the adhesives on the dentin substrate explain the greater bond strength of the cementation system with the universal adhesive in the apical third of the post space. This adhesive system has micromechanical retention with the dentin substrate, but its main adhesion mechanism is through the chemical bonding of acid monomers with hydroxyapatite. It also less sensitive to dentin moisture.^{11, 14, 35} The result may also be explained by the occurrence of a self-curing reaction between the universal adhesive and Relyx Ultimate resin cement due to the presence of a dark-cure activator present in the adhesive according to the manufacturer.³⁶

In relation to fracture patterns, there was a higher incidence of cohesive-type adhesive fractures in the cementation system of ARCc and ULTc groups, whereas the

mixed-type was more frequent in ARCr and ULTr groups. Through the interpretation of these results, it is possible to conclude when the photopolymerization ramp mode was used, the debonding of the cementation system to the dentin substrate became more frequent, which was likely due to lesser conversion of monomers.³⁷

This study has some experimental limitations, such as its isolated use of a one time-point of a ramp light curing unit which was previously anatomized. Therefore, further studies are necessary to evaluate the effects of the use of different times in ramp mode, fiber pins with or without anatomization, as well as cementation systems with different modes of adhesion to the dentin substrate.

CONCLUSIONS

Ramp light curing has influence on the bond strengths of anatomized fiberglass pins to dentin when the dual resin-cemented systems Relyx ARC was used in the apical third.

CONFLICT OF INTEREST

No potential conflict of interest relevant to this article was reported.

REFERENCES

1. Abduljawad M, Samran A, Kadour J, Al-Afandi M, Ghazal M, Kern M. Effect of fiber posts on the fracture resistance of endodontically treated anterior teeth with cervical cavities: An in vitro study. *J Prosthet Dent.* 2016;116(1):80-4.
2. Kurthukoti AJ, Paul J, Gandhi K, Rao DB. Fracture resistance of endodontically treated permanent anterior teeth restored with three different esthetic post systems: An in vitro study. *J Indian Soc Pedod Prev Dent.* 2015;33(4):296-301.
3. Boschian Pest L, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. *Dent Mater.* 2002;18(8):596-602.
4. Juloski J, Fadda GM, Monticelli F, Fajo-Pascual M, Goracci C, Ferrari M. Four-year Survival of Endodontically Treated Premolars Restored with Fiber Posts. *J Dent Res.* 2014;93(7 Suppl):52S-8S.
5. Barcellos RR, Correia DP, Farina AP, Mesquita MF, Ferraz CC, Cecchin D. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with intra-radicular post: the effects of post system and dentine thickness. *J Biomech.* 2013;46(15):2572-7.
6. Naumann M, Koelpin M, Beuer F, Meyer-Lueckel H. 10-year survival evaluation for glass-fiber-supported postendodontic restoration: a prospective observational clinical study. *J Endod.* 2012;38(4):432-5.
7. Ferrari M, Cagidiaco MC, Goracci C, Vichi A, Mason PN, Radovic I, et al. Long-term retrospective study of the clinical performance of fiber posts. *Am J Dent.* 2007;20(5):287-91.
8. Shafiei F, Memarpour M, Sarafriz Z. Effect of dimethyl sulfoxide on bond durability of fiber posts cemented with etch-and-rinse adhesives. *J Adv Prosthodont.* 2016;8(4):251-8.
9. 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;31(8):584-9.
10. Marcos RM, Kinder GR, Alfredo E, Quaranta T, Correr GM, Cunha LF, et al. Influence of the Resin Cement Thickness on the Push-Out Bond Strength of Glass Fiber Posts. *Braz Dent J.* 2016;27(5):592-8.

11. Gomes GM, Rezende EC, Gomes OM, Gomes JC, Loguercio AD, Reis A. Influence of the resin cement thickness on bond strength and gap formation of fiber posts bonded to root dentin. *J Adhes Dent*. 2014;16(1):71-8.
12. Ozcan E, Cetin AR, Tuncdemir AR, Ulker M. The effect of luting cement thicknesses on the push-out bond strength of the fiber posts. *Acta Odontol Scand*. 2013;71(3-4):703-9.
13. Mastoras K, Vasiliadis L, Koulaouzidou E, Gogos C. Evaluation of push-out bond strength of two endodontic post systems. *J Endod*. 2012;38(4):510-4.
14. Boing TF, Gomes GM, Gomes JC, Reis A, Gomes OM. Is the bonding of self-adhesive cement sensitive to root region and curing mode? *J Appl Oral Sci*. 2017;25(1):2-9.
15. Lim BS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Condon JR. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light-activation. *Dent Mater*. 2002;18(6):436-44.
16. Faria-e-Silva AL, Peixoto AC, Borges MG, Menezes Mde S, Moraes RR. Immediate and delayed photoactivation of self-adhesive resin cements and retention of glass-fiber posts. *Braz Oral Res*. 2014;28.
17. Charton C, Colon P, Pla F. Shrinkage stress in light-cured composite resins: influence of material and photoactivation mode. *Dent Mater*. 2007;23(8):911-20.
18. Lu H, Stansbury JW, Bowman CN. Impact of curing protocol on conversion and shrinkage stress. *J Dent Res*. 2005;84(9):822-6.
19. Hofmann N, Denner W, Hugo B, Klaiber B. The influence of plasma arc vs. halogen standard or soft-start irradiation on polymerization shrinkage kinetics of polymer matrix composites. *J Dent*. 2003;31(6):383-93.
20. Cardenas A, Siqueira F, Davila-Sanchez A, Gomes GM, Reis A, Gomes JC. Four-year Follow-up of a Direct Anatomical Fiber Post and Esthetic Procedures: A Case Report. *Oper Dent*. 2016;41(4):363-9.
21. Ubaldini ALM, Benetti AR, Sato F, Pascotto RC, Medina Neto A, Baesso ML, et al. Challenges in luting fibre posts: Adhesion to the post and to the dentine. *Dent Mater*. 2018;34(7):1054-62.
22. Carvalho MFF, Yamauti M, Magalhaes CS, Bicalho AA, Soares CJ, Moreira AN. Effect of ethanol-wet bonding on porosity and retention of fiberglass post to root dentin. *Braz Oral Res*. 2020;34:e020.

23. Castellan CS, Santos-Filho PC, Soares PV, Soares CJ, Cardoso PE. Measuring bond strength between fiber post and root dentin: a comparison of different tests. *J Adhes Dent*. 2010;12(6):477-85.
24. Soares CJ, Santana FR, Castro CG, Santos-Filho PC, Soares PV, Qian F, et al. Finite element analysis and bond strength of a glass post to intraradicular dentin: comparison between microtensile and push-out tests. *Dent Mater*. 2008;24(10):1405-11.
25. Goracci C, Grandini S, Bossu M, Bertelli E, Ferrari M. Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: a review. *J Dent*. 2007;35(11):827-35.
26. Pane ES, Palamara JE, Messer HH. Critical evaluation of the push-out test for root canal filling materials. *J Endod*. 2013;39(5):669-73.
27. Nagas E, Uyanik O, Durmaz V, Cehreli ZC. Effect of plunger diameter on the push-out bond values of different root filling materials. *Int Endod J*. 2011;44(10):950-5.
28. Ramos A, Belizario LG, Jordao-Basso KCF, Shinohara AL, Kuga MC. Effects of photodynamic therapy on the adhesive interface using two fiber posts cementation systems. *Photodiagnosis Photodyn Ther*. 2018;24:136-41.
29. Lorenzetti CC, Bortolatto JF, Ramos A, Shinohara AL, Saad JRC, Kuga MC. The effectiveness of glass ionomer cement as a fiber post cementation system in endodontically treated teeth. *Microsc Res Tech*. 2019;82(7):1191-7.
30. Rocha AT, Goncalves LM, Vasconcelos AJC, Matos Maia Filho E, Nunes Carvalho C, De Jesus Tavares RR. Effect of Anatomical Customization of the Fiber Post on the Bond Strength of a Self-Adhesive Resin Cement. *Int J Dent*. 2017;2017:5010712.
31. Eid R, Azzam K, Skienhe H, Ounsi H, Ferrari M, Salameh Z. Influence of Adaptation and Adhesion on the Retention of Computer-aided Design/Computer-aided Manufacturing Glass Fiber Posts to Root Canal. *J Contemp Dent Pract*. 2019;20(9):1003-8.
32. Salgado VE, Rego GF, Schneider LF, Moraes RR, Cavalcante LM. Does translucency influence cure efficiency and color stability of resin-based composites? *Dent Mater*. 2018;34(7):957-66.
33. Reginato CF, Oliveira AS, Kaizer MR, Jardim PS, Moraes RR. Polymerization efficiency through translucent and opaque fiber posts and bonding to root dentin. *J Prosthodont Res*. 2013;57(1):20-3.

34. Faria e Silva AL, Casselli DS, Ambrosano GM, Martins LR. Effect of the adhesive application mode and fiber post translucency on the push-out bond strength to dentin. *J Endod*. 2007;33(9):1078-81.
35. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent*. 2008;10(4):251-8.
36. Kanamori Y, Takahashi R, Nikaido T, Bamidis EP, Burrow MF, Tagami J. The effect of curing mode of a high-power LED unit on bond strengths of dualcure resin cements to dentin and CAD/CAM resin blocks. *Dent Mater J*. 2019;38(6):947-54.
37. De Souza G, Braga RR, Cesar PF, Lopes GC. Correlation between clinical performance and degree of conversion of resin cements: a literature review. *J Appl Oral Sci*. 2015;23(4):358-68.

Table 1. Materials used in this study.

Material	Manufacturer	Composition
RelyX Ultimate	3M ESPE	Base paste: Methacrylate monomer, radiopacifiers, silanized charge particles, initiator component, stabilizer, rheological additives and pigments. Catalyst paste: Methacrylate monomer, radiopacifiers, alkaline charge particles (basic), stabilizers, pigments, rheology additives, fluorescent components, lightless polymerization activator for Scotch Bond Universal
RelyX ARC	3M ESPE	Paste A: BisGMA, TEGDMA, zirconia silica, pigments, amines and photoinitiator system; Paste B: BisGMA, TEGDMA, zirconia silica, benzoyl peroxide
White Post DC	FGM	Fiberglass, epoxy resin, inorganic filler and polymerization promoters
Silane Prosil	FGM	3-methacryloxypropyltrimethoxysilane, ethanol and water
Adper Scotchbond Multipurpose Primer	3M ESPE	Aqueous solution of HEMA and a polyalkenoic acid
Adper Scotchbond Multipurpose	3M ESPE	Bismethacrylate (1-methylethylidene) bis (4,1- phenylenoxy [2-hydroxy-3,1-propanediyl]) and HEMA
Scotch Bond Universal	3M ESPE	Bis-GMA, 2-hydroxyethyl methacrylate, silica treated with silane, ethyl alcohol, decamethylene dimetacrilate, water, 1,10-decanodiol phosphate methacrylate, acrylic copolymer and itanic acid, canphoroquinone, N,N-dimethylbenzocain, 2-dimethylethyl methacrylate, methyl ethyl ketone.

Table 2 - Mean of the push-out bond strength (MPa) and standard deviations ($\pm$ SD), depending of cementation system and photoactivation mode.

	ARCC	ARCr	ULTc	ULTr
Cervical	16.12 $\pm$ 4.17 ^a	19.06 $\pm$ 3.71 ^a	19.52 $\pm$ 2.24 ^a	19.96 $\pm$ 2.31 ^a
Middle	16.95 $\pm$ 3.98 ^a	14.54 $\pm$ 3.17 ^a	18.49 $\pm$ 1.78 ^a	17.09 $\pm$ 5,20 ^a
Apical	16.51 $\pm$ 1.57 ^a	8.74 $\pm$ 3.83 ^b	17.38 $\pm$ 1.16 ^a	14.72 $\pm$ 2.39 ^a

^{a,b} Different letters on the same line indicate significant differences in the bond strength ($P < 0.05$). ARCC, Relyx ARC cementation system e convencional photoactivation; ARCr, RelyX ARC cementation system e ramp photoactivation; ULTc, RelyX Ultimate cementation system e convencional photoactivation; ULTr, RelyX Ultimate cementation system e ramp photoactivation.

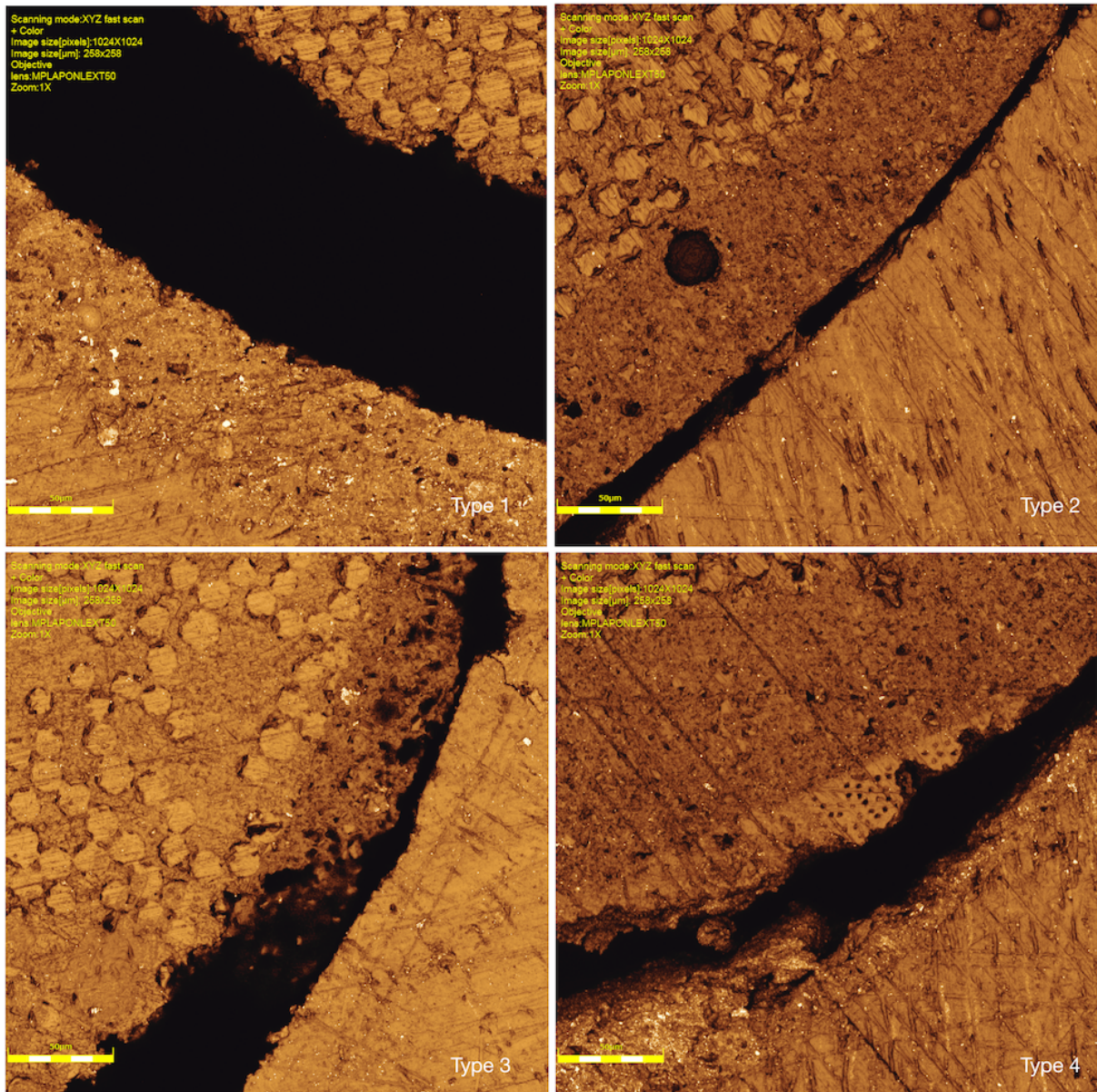


Figure 1. Illustration of the fracture pattern by means of laser confocal microscopy: type 1 (adhesive) - between the fiber pin and the resin cement; type 2 (adhesive) - between the cementation system and the dentin; type 3 (cohesive) - within the cementation system and type 4 (mixed) - association of different fracture patterns

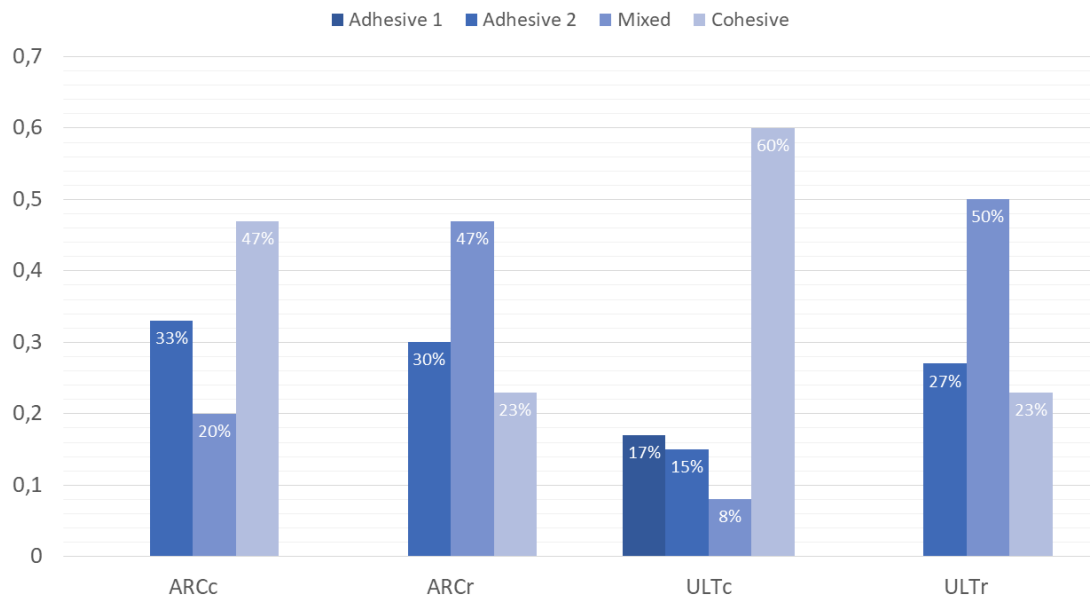


Figure 2. Failure modes found (%) in different photoactivation mode and resin cement systems.

3.2 Publicação 2

Avaliação dos protocolos de fotoativação sobre a contração de polimerização e seus efeitos sobre a resistência de união de diferentes sistemas de cimentação de pinos de fibra de vidro anatomizados

RESUMO

Objetivo: O objetivo do presente estudo foi avaliar a contração de polimerização dos cimentos resinosos convencional dual (A, Relyx ARC e U, Relyx Ultimate), submetidos aos protocolos de fotoativação convencional (CON), *pulsed curing* (PUL) ou *ramped curing* (RAM) e seus efeitos sobre a resistência de união dos sistemas de cimentação com o adesivo condiciona-e-lava (A) e universal (S). **Materiais e métodos:** Espécimes contendo os cimentos resinosos (n=6, cada) foram escaneados em μ CT, antes e após a fotoativação pelos protocolos CON, PUL, RAM. A contração de polimerização foi mensurada (em mm³) e transformada em percentual de redução. Sessenta raízes de dentes bovinos foram preparadas e, aleatoriamente, distribuídos em 6 grupos (n =10): AA-CON, AA-PUL, AA-ULT, SU-CON, SU-PUL e SU-RAM. Após 6 meses, as raízes foram seccionadas transversalmente e obtidas secções dos terços cervical, médio e apical do espaço para pino. O conjunto pino de fibra e sistema de cimento, submetido aos protocolos de fotoativação, foi submetido ao teste de *push-out bond strength*. Os dados obtidos foram analisados pelo teste de ANOVA One way e Tukey ($\alpha = 5\%$). **Resultados:** O protocolo de fotoativação *pulsed curing* proporcionou a maior contração de polimerização ($p < 0.05$). Os demais grupos apresentaram similares valores ($p > 0.05$). Os grupos avaliados demonstraram similares valores de resistência de união, nos terços cervical e médio do espaço para pino ($p > 0.05$). No terço apical, AA-PUL

* O artigo segue as normas do periódico ao qual será submetido.

e AA-RAM demonstraram os menores valores de resistência de união ($p < 0.05$).

Conclusão: O protocolo de fotativação *pulsed curing* ocasiona a maior contração de polimerização, independentemente da composição química do cimento resinoso, mas apenas no terço apical do espaço para pino, os protocolos de fotoativação PUL e RAM exerceram efeitos negativos sobre a resistência de união do sistema de cimentação AA-PUL e AA-RAM.

INTRODUÇÃO

O sucesso clínico das restaurações de dentes tratados endodonticamente, em dentes com significativa destruição da estrutura da coroa dental, está diretamente relacionado com uma adequada retenção dos pinos intrarradiculares.¹ Os pinos de fibra de vidro são os mais utilizados para esta finalidade, devido às suas satisfatórias propriedades físicas e estéticas.^{1,2}

Entretanto, a adaptação e retenção intrarradicular do pino de fibra pode ser comprometida devido à complexidade da anatomia dos canais radiculares, mesmo após o preparo do espaço para pino, com brocas específicas.³ A customização dos pinos de fibra é uma estratégia que proporciona uma melhor adaptação e incrementa a retenção intrarradicular, pelo maior atrito friccional com a dentina radicular.⁴ Os sistemas de cimentação complementam a retenção intrarradicular, por meio da união dos pinos de fibra com o substrato dentinário.⁵

A cimentação de pino de fibra é frequentemente utilizada com um adesivo condiciona-e-lava ou autocondicionante, associado com um cimento resinoso convencional dual.^{4,6} As estratégias de adesão podem ser por meio de micro retenção mecânica entre o adesivo condiciona-e-lava ou por meio da interação química entre os monômeros acídicos do adesivo universal com o conteúdo mineral do substrato dentinário.^{6,7} Porém, a intensidade da contração de polimerização dos cimentos resinosos pode exceder os valores da resistência de união com o substrato dentinário, dando origem a gaps na interface de adesão e deslocamento do pino de fibra.^{8,9} O stress resultante deste fenômeno, no interior do espaço para pino, está diretamente relacionado com a composição química do cimento resinoso e ao protocolo de fotoativação.¹⁰

O stress de contração de polimerização é baixo durante a fase pré-gel dos materiais resinosos, permitindo a mobilidade de espécimes reativos oxidativos entre as moléculas.^{9,11} A partir do momento em que a fase gel é atingida, a fluidez do cimento resinoso é sensivelmente reduzida e o stress transferido para a estrutura radicular, causando ruptura na interface de adesão, sendo crucial no canal radicular, devido ao alto fator-C do espaço para pino.^{9,12}

Algumas estratégias são sugeridas para minimizar a contração de polimerização, tais como a escolha por cimentos resinosos, com diferentes composições químicas e mecanismo de iniciação dual, contendo peróxido de benzoila e aminas terciárias (Relyx ARC, p.ex.) ou com outros iniciadores (Relyx Ultimate, p.ex.).^{11,12} Por outro lado, a modulação da irradiação fornecida pelo dispositivo de fotoativação, durante a polimerização do material, é outra estratégia de uso.¹³ O protocolo *pulsed curing* intercala períodos de alta intensidade e ausência de irradiação, ao passo que, o protocolo *ramped curing* proporciona uma elevação exponencial inicial de irradiação, seguida de alta intensidade até o término da fotoativação.^{14,15}

Embora estas estratégias sejam sugeridas em restaurações com resina composta, há carência de estudos que avaliem os seus efeitos destes protocolos de fotoativação sobre a resistência de união dos sistemas de cimentação com adesivos e cimentos resinosos com diferentes composições químicas.

Portanto, os objetivos do presente estudo foram avaliar os efeitos dos protocolos de fotoativação convencional, *pulsed curing* ou *ramped cured* sobre a contração final de polimerização, por meio de análise em micro ct, e na resistência de união de dois sistemas de cimentação resinoso convencional dual, com adesivo etch-and-rinse (Adper Scotchbond Multipurpose e Relyx ARC) ou Universal (Scotchbond

Universal e Relyx Ultimate), utilizando o teste de push-out bond strength, na dentina dos terços cervical, médio e apical do espaço para pino. A similaridade de valores de contração final de polimerização entre os protocolos de fotoativação e os sistemas de cimentação foi considerada como a hipótese nula H_01 . A inexistência de diferença entre os valores de resistência de cimentação entre os protocolos de fotoativação e os sistemas de cimentação, nos diferentes terços do espaço para pino, foi considerada como a hipótese nula H_02 .

MATERIAIS E MÉTODOS

O estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa em Animais (protocolo 38/2018). No presente estudo, foram utilizados dois cimentos resinosos convencional dual (A, Relyx ARC e U, Relyx Ultimate) e dois adesivos, sendo um etch-and-rinse (A, Adper Scotchbond Multipurpose) e outro universal (S, Scotchbond Universal). A composição química e procedência dos materiais estão descritos na tabela 1.

1. Contração de polimerização

Preparo dos espécimes

Após a manipulação dos cimentos, conforme as recomendações do fabricante, quarenta e oito tubos de poliuretano transparente, com as dimensões de 8.0 mm de comprimento x 1.0 mm de diâmetro interno, foram preenchidos com o cimento resinoso dual convencional A ($n = 24$) ou com o U ($n = 24$). Os cimentos foram introduzidos no interior dos tubos de poliuretano, com um dispositivo de inserção (Precision Applicator; Maquira Indústria de Produtos odontológicos, Maringá, PR, BR) e, individualmente, pesados em balança de precisão (Shimadzu, Barueri, SP, BR),

magnitude de 0.001g, para que todos apresentassem a mesma quantidade (em mg) e volume. (APÊNDICE A)

Em seguida, os espécimes foram aleatoriamente distribuídos em 8 grupos (n = 6), de acordo com a composição química do cimento resinoso e protocolo de fotoativação:

A-CON (Relyx ARC, com protocolo de fotoativação convencional): após a inserção do cimento resinoso no tubo de poliuretano, o dispositivo de fotoativação (D-2000; DMC, São Carlos, SP, BR), com comprimento de onda de 490 nm, irradiância de 1,100 mW/cm², foi acionado a 3mm do espécime, disposto na posição paralela à ponta do dispositivo fotoativador, por 40 s;

A-PUL (Relyx ARC, com protocolo de fotoativação *pulsed curing*): similar ao A-CON, porém por meio do protocolo de fotoativação no modo pulsátil do disposto fotopolimerizador, por 48s, conforme recomendação do fabricante;

A-RAM (Relyx ARC, com protocolo de fotoativação em *ramped curing*): similar ao A-CON, no entanto por meio do protocolo de fotoativação no modo em ramp, por 40s;

A-NEG (Relyx ARC, sem fotoativação): o cimento resinoso foi apenas manipulado e inserido no tubo de poliuretano;

Os grupos U-CON, U-PUL, U-RAM e U-NEG foram similares, respectivamente, aos grupos A-NEG, A-CON, A-PUL, A-RAM e U-NEG, porém utilizando o cimento resinoso convencional dual Relyx Ultimate. Após a inserção dos cimentos resinosos na matriz de poliuretano, uma fita de poliéster foi posicionada na abertura dos tubos, a fim de prevenir a interferência do oxigênio atmosférico sobre a reação de polimerização.⁹

Análise por microtomografia computadorizada

As fitas de poliéster foram removidas após 5 e 10 minutos, respectivamente para os cimentos A e U, para iniciar a obtenção das imagens. Cada amostra foi escaneada duas vezes, utilizando μ CT, antes e após a fotoativação para os grupos experimentais.¹³ Inicialmente, os espécimes foram submetidos ao escaneamento em microtomógrafo computadorizado (Micro CT 1174; Skycan, , Aartselaar, BE), com parâmetro de 50 kV, 800 μ A, 360°, zoom de 16.82 μ m e resolução de 1304 x 2014. Em seguida, as imagens obtidas foram individualmente reconstruídas, sob a forma tridimensional, com o software específico (NRecon v.1.6.3, Bruker micro-CT) e a análise volumétrica (mm^3) mensurada por meio do software CTAn v.1.12 (Bruker micro-CT, CTAn v1.11.10.0; SkyScan, Aartselaar, Bélgica).

Após a fotoativação, um novo escaneamento foi realizado de cada espécime. A diferença volumétrica, entre a mensuração volumétrica inicial (em mm^3) e a final, foi interpretada como a contração de polimerização final de cada espécime. A diferença obtida foi transformada em percentual de contração de polimerização (em mm^3).

2. Resistência de união

Preparo dos espécimes

Sessenta incisivos bovinos, com anatomia radicular similar e canal radicular com diâmetro equivalente a #80LK foram selecionados, mecanicamente limpos e armazenados em timol a 0.1%, a 4°C, até o momento do uso. Inicialmente, as raízes foram transversalmente seccionadas com um disco diamantado dupla face (KG Sorensen, São Paulo, SP, BR), definindo a padronização de 17 mm de comprimento a partir do ápice radicular.

Após a exploração inicial do canal radicular e a obtenção do glide path com #15 LK, a abertura foraminal foi vedada com resina composta (Z100; 3M/ESPE, Sumaré, SP, BR) e os canais radiculares foram mecanicamente preparados até o instrumento F5 (ProTaper System; Dentsply Maillefer, Ballaigues, SWZ), seguindo as recomendações do fabricante. A irrigação endodôntica foi realizada, a cada troca de calibre de instrumento, com 5 mL de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, BR). A irrigação final foi realizada com 5mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, BR), mantida no canal radicular por 3min e, novamente, irrigados com 5 mL de 2.5% NaOCl.

Em seguida, os canais radiculares foram secos com ponta de papel absorvente (Dentsply, Petrópolis, RJ, BR) e obturados com cone único de guta percha F5 (Dentsply, Petrópolis, RJ, BR) e cimento endodôntico à base de resina epóxi (Sealer Plus; MKLife, Porto Alegre, RS, BR) e o acesso cervical radicular, provisoriamente, restaurado com material temporário (Coltosol, Coltene, Rio de Janeiro, RJ, BR). Em seguida, os espécimes foram mantidos em estufa a 37°C, a 100% de umidade, por 7 dias.

O espaço para pino foi preparado com broca de Largo #3 (Dentsply, Petrópolis, RJ, BR) e padronizado com a broca específica (DC#3; White Post, FGM, Joinville, SC, BR), em baixa rotação, sem refrigeração, na extensão de 12 mm. A irrigação final do espaço para pino foi realizada com 5mL de água destilada e secos com pontas de papel absorvente.

Preparo dos pinos de fibra

A superfície de sessenta pinos de fibra (White Post DC#3; FGM, Joinville, SC, BR) foram limpas com etanol 70%. Em trinta pinos de fibra, o sistema adesivo

Universal (Scotchbond Universal; 3M/ESPE, St Louis, MN, USA) foi, vigorosamente, friccionado em toda a sua superfície por 20s, submetido a discreto jato de ar por 5s e fotoativado (D-2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR) por 20s. Nos outros trinta pinos de fibra, o silano (Prosil; FGM, Joinville, SC, BR) foi aplicado em toda a superfície, seco com discreto jato de ar por 1 min e aplicado o sistema adesivo etch-and-rinse (Adper Scotchbond Multipurpose; 3M/ESPE, St Louis, MN, USA) e fotoativado (D2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR), por 20 s. As estratégias para o manuseio dos sistemas adesivos foram de acordo com as recomendações do fabricante.

Os pinos de fibra foram customizados com resina composta (Filtek Z350XT CT; 3M ESPE, Sumanré, SP, BR), inseridos no espaço preparado para pino, previamente lubrificado com gel hidrossolúvel (KY; Jhonson & Jhonson; São Paulo, SP, BR) e submetidos a fotoativação (D-2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR) por 5s. Imediatamente após, os espécimes foram retirados dos canais radiculares e uma nova fotoativação foi realizada em cada face, por 20s. O segmento coronário do pino de fibra foi seccionado a 3mm da face cervical radicular.

Protocolos de cimentação e fotoativação

Os espécimes foram distribuídos aleatoriamente em 6 grupos ($n = 10$), de acordo com o sistema de cimentação e protocolo de fotoativação.

AA-CON (Adper Scotchbond Multipurpose, Relyx ARC e fotoativação convencional): A dentina do espaço para pino foi condicionada com ácido fosfórico a 37% (Condac 37%; FGM, Joinville, SC, BR), por 15s, seguido de copiosa irrigação com água destilada, por 30s. Após discreta secagem da dentina com pontas de papel absorvente, o primer do sistema adesivo foi aplicado sob fricção por 20s, na superfície dentinária e homogeneizado com discreto jato de ar, por 5s, seguido pela aplicação

do adesivo e fotoativação (D-2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR), por 20s. O cimento resinoso convencional dual (Relyx ARC), foi manualmente misturado, na proporção de 1:1 (base:catalisador), por 10s, e inserido no espaço para pino com um sistema de injeção específico (Precison; Maquira, Maringá, PR, BR) e também aplicado sobre toda a superfície do pino de fibra previamente customizado. O conjunto foi inserido no canal radicular sob discreta pressão digital e removidos os excessos na face cervical radicular. Imediatamente após, o conjunto foi submetido à fotoativação constante com dispositivo LED (D-2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR), com irradiância de $1,100 \text{ mW/cm}^2$, com comprimento de onda de 490 nm, por 40 s;

AA-PUL (Adper Scotchbond Multipurpose, Relyx ARC e fotoativação no protocolo pulsátil): Similar ao AA-CON, porém com o protocolo de fotoativação pulsátil do dispositivo LED (D-2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR), com irradiância de $1,100 \text{ mW/cm}^2$, por 0,8 s, seguido de 0,2 segundos sem irradiação, totalizando 48 s de utilização do dispositivo e 40s de fotoativação, conforme recomendações do fabricante;

AA-RAM (Adper Scotchbond Multipurpose, Relyx ARC e fotoativação em rampa): Similar ao AA-CON, porém com o protocolo de fotoativação em “ramp” (soft) do dispositivo LED (D-2000; DMC Equipamentos, São Carlos, SP, BR), com a irradiância de 0 a $1,100 \text{ mW/cm}^2$ nos 2s iniciais e $1,100 \text{ mW/cm}^2$ por 38s, totalizando 40s de fotoativação, de acordo com as recomendações do fabricante;

SU-CON (Scotchbond Universal, Relyx Ultimate e fotoativação convencional): O sistema adesivo Universal (Scotchbond Universal) foi ativamente aplicado sobre a superfície dentinária por 20s. Em seguida, o cimento resinoso convencional dual (Relyx Ultimate) foi manualmente manipulado, na proporção de 1:1 (base:catalisador),

inserido no espaço para pino e o pino de fibra posicionado e o conjunto submetido à fotoativação similar ao descrito em AA-CON;

SU-PUL (Scotchbond Unuversal, Relyx Ultimate e fotoativação no protocolo *pulsed curing*): similar ao descrito para o AA-PUL, porém o sistema de cimentação utilizado foi com o adesivo Universal (Scotchbond Universal) e o cimento resinoso convencional dual (Relyx Ultimate);

SU-RAM (Scotchbond Universal), Relyx Ultimate e fotoativação no protocolo em *ramped curing*): similar ao descrito para o AA-RAM, porém o sistema de cimentação utilizado foi com o adesivo Universal (Scotchbond Universal) e o cimento resinoso convencional dual (Relyx Ultimate).

Após a fotoativação dos sistemas de cimentação, os espécimes foram imersos em óleo mineral (Nujo; Mantecorp Farmasa, São Apulo, SP, BR), por 6 meses. A tabela 1 demonstra o nome comercial, procedência e composição química dos materiais utilizados para cimentação dos pinos de fibra de vidro.

2.2.4. Push-out bond strength

Os espécimes foram verticalmente posicionados e incluídos em resina poliéster (Maxi Ruber, Diadema, SP, BR), em uma matriz plástica (21.3 mm de diâmetro interno x 20,0 mm de comprimento). O conjunto foi removido da matriz plástica após 24h e seccionado transversalmente com disco diamantado, em máquina de corte de tecidos duros (Isomet; Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA). Três slices foram obtidos dos terços cervical, médio e apical do espaço para pino, com a espessura de $2.0\text{mm} \pm 0.3$, respectivamente a 1.0, 5.0 e 8.0mm da face cervical da raiz. A face cervical e apical de cada slice foi polida em lixa de carbetto de silício #1200 (Norton, São Paulo, SP, BR) e lavadas em unidade ultrassônica, por 5m.

Os slices foram submetidos ao teste de resistência de união na máquina de ensaio eletromecânica (EMIC, São José dos Pinhais, PR, BR), na velocidade de 0,5 mm/min, com célula de carga de 5 kN, até que ocorresse a completa ruptura do conjunto pino de fibra/sistema de cimentação da dentina do canal radicular. Os diâmetros do crosshead utilizados foram de 1.2mm, 0.9mm, e 0.5 mm, respectivamente para os terços cervical, médio e apical dos espécimes obtidos do espaço preparado para pino. Os valores da força (F) necessária para que ocorresse a ruptura do conjunto foi obtida em N (Newton) e, posteriormente transformada em resistência de união (MPa), por meio da fórmula: $MPa = F/AD$, conforme descrito por Magro et al.¹⁶

Padrão de fratura adesiva

Após o teste de push-out, o perímetro do canal radicular foi dividido em quadrantes e obtida uma imagem de cada um dos quadrantes, por meio de *laser confocal microscope* (LEXT OLS4100; Olympus, Shinjuku-ku, Tokyo, JPN) e o padrão de fratura classificado em: adesiva tipo 1, entre o pino de fibra e o cimento resinoso; adesiva tipo 2, entre o sistema de cimentação e a dentina; mista, associação de diferentes padrões de fratura e coesiva, no interior do sistema de cimentação, conforme descrito por Ramos et al.⁶ A figura 2 ilustra o padrão de fratura por meio de microscopia confocal a laser.

Análise estatística

Os dados obtidos na avaliação da resistência de união foram inicialmente submetidos ao teste de Shapiro-Wilk. Uma vez observada a homocedasticidade dos resultados, foram analisados por meio do ANOVA two-way e Tukey ($\alpha = 0.05$). A

incidência do tipo de padrão de fratura foi descritiva e transformada em frequência para cada protocolo avaliado.

RESULTADOS

Contração de polimerização

SU-PUL e AA-PUL demonstram o maior percentual de contração de fotoativação ($p < 0.05$), mas similares entre si ($p > 0.05$). AA-CON, AA-RAM, SU-COM e SU-RAM demonstraram similares valores entre si ($p > 0.05$). A tabela 2 demonstra a média aritmética e desvio padrão do percentual de contração, em função do cimento resinoso convencional dual e protocolo de fotoativação.

Resistência de união

No terço cervical e médio do espaço para pino, os grupos avaliados demonstraram similares valores de resistência de união, independentemente do protocolo de fotoativação e sistema de cimentação utilizado ($p > 0.05$). No terço apical, AA-RAM e AA-PUL demonstraram similar valor de resistência de união entre si ($p > 0.05$), mas menores que os demais grupos ($p < 0.05$), que foram similares entre si ($p > 0.05$).

A tabela 3 demonstra a média aritmética e desvio padrão dos valores de resistência de união protocolos sistemas de cimentação de pino de fibra, em função do protocolo de fotoativação.

Padrão de fratura adesiva

Nos protocolos com a fotoativação convencional (AA-CON e SU-CON) ocorreu maior incidência do padrão de falha coesiva. Nos protocolos com a fotoativação pulsátil (AA-PUL e SU-PUL) houve maior incidência de falha mista. Por outro lado, no protocolo de fotoativação pulsátil, o padrão de falha adesiva adesiva 2 foi o mais

frequente no AA-PUL, ao passo que, a mista foi a mais frequente no SU-PUL. A figura 3 demonstra a incidência (em porcentagem) do padrão de fratura, em função do sistema de cimentação do pino de fibra e protocolo de fotoativação.

DISCUSSÃO

A fotoativação pulsátil desencadeou os maiores valores de contração de polimerização, em relação aos demais protocolos de fotoativação, independentemente da composição química do cimento resinoso. Por outro lado, o sistema de cimentação com o adesivo etch-and-rinse e cimento resinoso convencional dual (AA) submetido à fotoativação pulsátil e em rampa demonstrou os menores valores de resistência de união no terço apical. Portanto, H₀1 e H₀2 foram rejeitadas.

Os efeitos do stress de contração de polimerização e o protocolo de fotoativação dos sistemas de cimentação de pino de fibra no canal radicular é frequentemente avaliado por meio dos testes de *push-out bond strength*.^{8, 17, 18} A análise por μ CT possibilita quantificar a alteração volumétrica (em mm³) dos compósitos, por meio da comparação das imagens obtidas antes e após a realização dos protocolos de fotoativação.^{13, 19, 20} Em nosso estudo, as imagens iniciais foram obtidas sem a fotoativação dos cimentos resinosos e, somente após o escaneamento inicial, os espécimes foram submetidos aos procedimentos de fotoativação, e uma segunda imagem foi então obtida após 24h. A metodologia com μ CT por nós utilizada difere da descrita por Burey et al,⁹ que avaliaram a contração de polimerização entre os cimentos resinosos self-adhesive (RU200) e convencional, (AllCem Core), sob condições de polimerização dual ou somente por iniciação química (sem fotoativação).

Entretanto, como a média de tempo necessária para o escaneamento e obtenção das imagens iniciais foi de aproximadamente 25 minutos, similar ao

observado por Atria et al.,¹³ é possível que esse lapso temporal tenha permitido a iniciação química e interferido sobre os resultados finais de contração de polimerização. Com a finalidade de verificar o impacto deste período sobre os resultados, dois grupos foram adicionados ao experimento como controle negativo, com os cimentos resinosos (Relyx ARC e Relyx Ultimate) somente com a iniciação química e comparados com os protocolos de fotoativação.⁹

A fotoativação foi realizada na extensão longitudinal do tubo plástico (8 mm de comprimento), de tal forma que todo o conteúdo fosse adequadamente polimerizado. Adicionalmente, no presente estudo utilizamos tubos de poliuretano, que possui peso molecular menor que os dos componentes dos cimentos resinosos e com o diâmetro interno de 1mm, para não interferir na propagação da irradiação do dispositivo de fotoativação.^{9, 20}

As análises volumétricas referentes à interpretação das imagens obtidas em μ CT, como a utilizada em nosso estudo, é uma importante ferramenta para quantificar a intensidade da contração de polimerização de materiais resinosos.^{21, 22} Além de ser um método conservador, pois não há a necessidade de destruição das amostras, permite a identificação de locais de contração de polimerização, revelando área de formação de gaps e das falhas adesivas.^{13, 23}

Por outro lado, em nosso estudo, a relevância clínica da contração de polimerização observada nas imagens obtidas em μ CT foi complementada por meio da avaliação da resistência de união entre o sistema de cimentação (adesivo e cimento resinoso dual) e o substrato dentinário do espaço para pino. O teste de *push-out bond strength* é rotineiramente utilizado para as análises da interface de adesão no canal radicular, em preferência aos testes de microtração, devido a orientação dos túbulos dentinários ser transversal ao sentido da força aplicada de deslocamento,

ocasionando uma fratura paralela na interface dentina e sistema de cimentação, que demonstra uma maior relevância clínica.^{9, 26, 31}

Os espécimes foram armazenados em óleo mineral por 6 meses após a cimentação dos pinos de fibra, com o objetivo de analisar a resistência de união somente após a conclusão da polimerização dual dos sistemas de cimentação, simulando uma situação clínica, e evitando os possíveis danos que a imersão em água ou solução salina poderia ocasionar sobre a estrutura do pino de fibra e/ou na interface adesiva, tais como a degradação hidrolítica e ação de metaloproteinases.^{24, 25}

As comparações da resistência de união dos sistemas de cimentação resinosos foram realizadas somente entre os grupos, no mesmo terço do espaço para pino.^{6, 16, 31} Isto foi devido ao fato de termos utilizado crosshead com diferentes diâmetros (1.2mm, 0.9mm, e 0.5 mm, respectivamente para os terços cervical, médio e apical), a fim de que a sua extremidade ocupasse 70 a 90% do diâmetro do canal radicular. (Pane) Este cuidado é necessário para evitar que a extremidade do crosshead atue somente em uma área e obter baixos valores de resistência de união devido a uma possível maior incidência de falha adesiva tipo 1.²⁷

O fenômeno de polimerização do cimento resinoso dual é complexo e envolve diversos fatores, tais como a composição química, sistema de iniciação, modo e tipo de dispositivo de fotopolimerização.^{13, 28} O protocolo de fotoativação gradual ou lenta (*ramped curing*) reduz a velocidade de polimerização por meio de uma baixa intensidade de irradiação inicial, que é incrementada com característica logarítmica até a maior intensidade de luz oferecida pelo dispositivo fotoativador.^{8, 14, 15} O mecanismo envolvido para reduzir o stress da contração de polimerização por este protocolo possivelmente está relacionado a um prolongamento da fase pré-gel, a qual permite uma maior fluidez e redução no grau de conversão do material resinoso.¹⁵

Por outro lado, o protocolo de fotoativação, com irradiância intermitente, é caracterizado pela aplicação da irradiação em períodos intermitentes, com e sem fotoativação, a qual possivelmente também reduz o stress da contração de polimerização, devido a uma redução da velocidade de formação e melhor adaptação das cadeias poliméricas, nos períodos iniciais de polimerização.^{14, 15}

No presente estudo, os cimentos resinosos submetidos ao protocolo de fotoativação *pulsed curing* demonstrou maior contração de polimerização que os demais grupos, que foram similares entre si. Não existe um consenso em relação à eficácia deste protocolo, sendo relatado uma redução na contração de polimerização de 11% a 43%, porém os dispositivos e tempo de fotoativação utilizados, além da composição química dos materiais resinosos avaliados serem diferentes dos avaliados em nosso estudo.^{15, 29}

A maior contração de polimerização demonstrada pelo protocolo *pulsed curing* possivelmente pode ser atribuída ao menor tempo na fase pré-gel (1.87s), em comparação aos demonstrado pelo protocolo *ramped curing* (4.57s).²⁹ Em adição, como o dispositivo de fotoativação utilizado foi previamente programado para 0.8s de fotoativação com irradiância de 1,100 mW/cm² e 0.2s sem fotoativação, foram necessários vários pulsos de fotoativação, que provavelmente interferiu negativamente sobre o rearranjo das cadeias dos polímeros e grau de conversão, que teve efeitos negativos sobre a contração de polimerização, em relação aos demais grupos.³⁰

A resistência de união dos sistemas de cimentação foi igual entre os grupos avaliados, nos terços cervical e médio do espaço para pino. Os efeitos dos protocolos de fotoativação sobre os cimentos resinosos foram minimizados devido à customização dos pinos de fibra, que incrementa a retenção friccional com a dentina

radicular e reduz a espessura do sistema de cimentação na interface adesiva, contribuindo para a similaridade de resultados no teste de *push out bond strength*.³

Por outro lado, no terço apical do espaço para pino, o sistema de cimentação com o adesivo etch-and-rinse associado ao cimento resinoso convencional dual, submetido aos protocolos *pulsed curing* e *ramp curing* demonstraram os menores valores de resistência de união. O tipo de sistema de cimentação, característica morfológica da região apical, intensidade e propagação da irradiação são fatores que contribuíram para a obtenção destes resultados.

O mecanismo de adesão dos adesivos etch-and-rinse é, principalmente, por meio do microembricamento do adesivo com o substrato dentinário.⁶ A persistência de resíduos derivados do preparo para o espaço para pino, principalmente guta percha e/ou cimento endodôntico, interfere negativamente sobre a interface adesiva.⁵ Apesar do condicionamento ácido do substrato dentinário proporcionar algum grau de limpeza superficial, a intensidade de irradiação proporcionada pelos protocolos *pulsed curing* e *ramp curing* pode não ter sido adequadamente eficaz, em relação a proporcionada pelo protocolo convencional, principalmente devido à distância aproximada de 8 a 11 mm do dispositivo de fotoativação.^{17, 20, 31}

Por outro lado, a reação química entre a hidroxiapatita e monômeros ácidos é o principal mecanismo de adesão do adesivo universal e o cimento resinoso dual (Relyxx Ultimate). No terço apical há uma redução na densidade de túbulos dentinários e, quando presente normalmente são escleróticos e/ou preenchidos com resíduos minerais.⁸ Consequentemente, estes fatores favorecem a adesão química com o adesivo universal (Scotchbond Univeral), que contribui para a similaridade nos valores de resistência de união, como observado no presente estudo.^{5, 24}

Qualquer estudo realizado em condições laboratoriais *in vitro* deve ser criteriosamente interpretado, antes de transportar os seus resultados para uma adequada relevância clínica.¹⁵ Ainda que todos os critérios adotados neste estudo tenham sido criteriosamente estabelecidos, tais como o envelhecimento das amostras por 6 meses, algumas limitações devem ser observadas, tais como a desconsideração da ação das metaloproteinases e catepsinas sobre a interface de adesão e a submissão de cargas oclusais axiais e/ou oblíquas sobre os espécimes.

Portanto, avaliações complementares são necessárias para endossar os resultados obtidos no presente estudo, principalmente avaliando outras formas de *ramp curing*, dispositivos e tempos de fotoativação diferentes e a interação destas variáveis com outros sistemas de cimentação resinoso *self-adhesive* e/ou convencional dual.

CONCLUSÃO

O protocolo *pulsed curing* demonstra maior stress de contração de polimerização, independentemente do cimento resinoso convencional dual (Relyx ARC e Relyx Ultimate). No terço apical do espaço para pino, o protocolo *pulsed curing* e *ramped curing* interferem negativamente sobre a resistência de união do sistema de cimentação com o adesivo etch-and-rinse e cimento resinoso convencional dual (Adper Scotchbond Multi Purpose e Relyx ARC).

REFERÊNCIAS

1. Naumann M, Sterzenbach G, Dietrich T, Bitter K, Frankenberger R, von Stein-Lausnitz M. Dentin-like versus rigid endodontic post: 11-year randomized controlled pilot trial on no-wall to 2-wall defects. *J Endod*. 2017;43:1770-1775.
2. Garcia PP, Cappelani A, Schelbauer RS, Correr GM, Gonzaga CC. Retrospective clinical and radiographic evaluation of restored endodontically treated teeth. *Restor Dent Endod*. 2020 7;45:e49.
3. Marcos RM, Kinder GR, Alfredo E, Quaranta T, Correr GM, Cunha LF, Gonzaga CC. Influence of the resin cement thickness on the push-out bond strength of glass fiber posts. *Braz Dent J*. 2016 ;27:592-8.
4. Freitas TL, Vitti RP, Miranda ME, Brandt WC. Effect of glass fiber post adaptation on push-out bond strength to root dentin. *Braz Dent J*. 2019 22;30:350-355.
5. Pereira KF, Vencão AC, Magro MG, Belizário LG, Porto TS, Andrade MF, Duarte MAH, Kuga MC. Effect of endodontic retreatment on the bond strength of resin cements to root canal dentin. *Am J Dent*. 2019;32:147-51.
6. Ramos ATPR, Belizário LG, Jordão-Basso KCF, Shinohara AL, Kuga MC. Effects of photodynamic therapy on the adhesive interface using two fiber posts cementation systems. *Photodiagnosis Photodyn Ther*. 2018;24:136-141.
7. Belizário LG, Kuga MC, Hungaro Duarte MA, Só MVR, Keine KC, Pereira JR. Effect of fiber post space irrigation with different peracetic acid formulations on the bond strength and penetration into the dentinal tubules of self-etching resin cement. *J Prosthet Dent*. 2019;122:46.e1-46.e7.

8. Boing TF, Gomes GM, Gomes JC, Reis A, Gomes OM. Is the bonding of self-adhesive cement sensitive to root region and curing mode? *J Appl Oral Sci.* 2017;25:2-9.
9. Burey A, Dos Reis PJ, Santana Vicentin BL, Dezan Garbelini CC, Grama Hoepfner M, Appoloni CR. Polymerization shrinkage and porosity profile of dual cure dental resin cements with different adhesion to dentin mechanisms. *Microsc Res Tech.* 2018;81:88-96.
10. Khoroushi M, Ghasemi M, Abedinzadeh R, Samimi P. Comparison of immediate and delayed light-curing on nano-indentation creep and contraction stress of dual-cured resin cements. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;64:272-80.
11. Lu H, Stansbury JW, Bowman CN. Impact of curing protocol on conversion and shrinkage stress. *J Dent Res.* 2005;84(9):822-6.
12. Charton C, Colon P, Pla F. Shrinkage stress in light-cured composite resins: influence of material and photoactivation mode. *Dent Mater.* 2007;23(8):911-20.
13. Atria PJ, Sampaio CS, Cáceres E, Fernández J, Reis AF, Giannini M, Coelho PG, Hirata R. Micro-computed tomography evaluation of volumetric polymerization shrinkage and degree of conversion of composites cured by various light power outputs. *Dent Mater J.* 2018 Jan 30;37(1):33-39.
14. Kanamori Y, Takahashi R, Nikaido T, Bamidis EP, Burrow MF, Tagami J. The effect of curing mode of a high-power LED unit on bond strengths of dual cure resin cements to dentin and CAD/CAM resin blocks. *Dent Mater J.* 2019;38:947-54.
15. Münchow EA, Meereis CTW, de Oliveira da Rosa WL, da Silva AF, Piva E. Polymerization shrinkage stress of resin-based dental materials: A systematic

- review and meta-analyses of technique protocol and photo-activation strategies. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018 Jun;82:77-86.
16. Magro MG, Kuga MC, Aranda-Garcia AJ, Victorino KR, Chávez-Andrade GM, Faria G, Keine KC, Só MV. Effectiveness of several solutions to prevent the formation of precipitate due to the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine and its effect on bond strength of an epoxy-based sealer. *Int Endod J.* 2015;48:478-83.
17. Daleprane B, Nemesio de Barros Pereira C, Oréfice RL, Bueno AC, Vaz RR, Moreira AN, Magalhães CS. The effect of light-curing access and different resin cements on apical bond strength of fiber posts. *Oper Dent.* 2014;39:E93-100.
18. Pereira RD, Valdívia AD, Bicalho AA, Franco SD, Tantbirojn D, Versluis A, Soares CJ. Effect of photoactivation timing on the mechanical properties of resin cements and bond strength of fiberglass post to root dentin. *Oper Dent.* 2015;40:E206-21.
19. Cho E, Sadr A, Inai N, Tagami J. Evaluation of resin composite polymerization by three dimensional micro-CT imaging and nanoindentation. *Dent Mater.* 2011;27:1070-8.
20. Gheller R, Burey A, Vicentin BLS, Dos Reis PJ, Appoloni CR, Garbelini CCD, Hoepfner MG. Microporosity and polymerization contraction as function of depth in dental resin cements by X-ray computed microtomography. *Microsc Res Tech.* 2020;83:658-666.
21. Sun J, Lin-Gibson S. X-ray microcomputed tomography for measuring polymerization shrinkage of polymeric dental composites. *Dent Mater.* 2008;24:228-34.

22. Zeiger DN, Sun J, Schumacher GE, Lin-Gibson S. Evaluation of dental composite shrinkage and leakage in extracted teeth using X-ray microcomputed tomography. *Dent Mater.* 2009;25:1213-20.
23. Hirata R, Clozza E, Giannini M, Farrokhmanesh E, Janal M, Tovar N, Bonfante EA, Coelho PG. Shrinkage assessment of low shrinkage composites using micro-computed tomography. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2015;103:798-806.
24. Cecchin D, Farina AP, Giacomini M, Vidal Cde M, Carlini-Júnior B, Ferraz CC. Influence of chlorhexidine application time on the bond strength between fiber posts and dentin. *J Endod.* 2014;40:2045-8.
25. Vichi A, Vano M, Ferrari M. The effect of different storage conditions and duration on the fracture strength of three types of translucent fiber posts. *Dent Mater.* 2008;24:832-8.
26. Pane ES, Palamara JE, Messer HH. Critical evaluation of the push-out test for root canal filling materials. *J Endod.* 2013 May;39(5):669-73.
27. Nagas E, Uyanik O, Durmaz V, Cehreli ZC. Effect of plunger diameter on the push-out bond values of different root filling materials. *Int Endod J.* 2011;44:950-5.
28. Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: a systematic review. *Dent Mater.* 2005 Oct;21(10):962-70.
29. Ilie N, Jelen E, Hickel R. Is the soft-start polymerisation concept still relevant for modern curing units? *Clin Oral Investig.* 2011;15:21-9.

30. Faria-e-Silva A, Boaro L, Braga R, Piva E, Arias V, Martins L. Effect of immediate or delayed light activation on curing kinetics and shrinkage stress of dual-cure resin cements. *Oper Dent*. 2011;36:196-204.
31. Belizário LG, Kuga MC, Castro-Núñez GM, Escalante-Otárola WG, Só MVR, Pereira JR. Effects of different peracetic acid formulations on post space radicular dentin. *J Prosthet Dent*. 2018;120:92-8.

Tabela 1. Materiais, procedência e composição dos materiais utilizados

Material	Manufacturer	Composition
RelyX Ultimate	3M ESPE	Base paste: Methacrylate monomer, radiopacifiers, silanized charge particles, initiator component, stabilizer, rheological additives and pigments. Catalyst paste: Methacrylate monomer, radiopacifiers, alkaline charge particles (basic), stabilizers, pigments, rheology additives, fluorescent components, lightless polymerization activator for Scotch Bond Universal
RelyX ARC	3M ESPE	Paste A: BisGMA, TEGDMA, zirconia silica, pigments, amines and photoinitiator system; Paste B: BisGMA, TEGDMA, zirconia silica, benzoyl peroxide
White Post DC	FGM	Fiberglass, epoxy resin, inorganic filler and polymerization promoters
Silane Prosil	FGM	3-methacryloxypropyltrimethoxysilane, ethanol and water
Adper Scotchbond Multipurpose Primer	3M ESPE	Aqueous solution of HEMA and a polyalkenoic acid
Adper Scotchbond Multipurpose	3M ESPE	Bismethacrylate (1-methylethylidene) bis (4,1-phenylenoxy [2-hydroxy-3,1-propanediyl]) and HEMA
Scotch Bond Universal	3M ESPE	Bis-GMA, 2-hydroxyethyl methacrylate, silica treated with silane, ethyl alcohol, decamethylene dimetacrilate,

		water, 1,10-decanodiol phosphate methacrylate, acrylic copolymer and itanic acid, canphoroquinone, N,N-dimethylbenzocain, 2-dimethylethyl methacrylate, methyl ethyl ketone.
--	--	--

Tabela 2. Média e desvio padrão do percentual de contração (em mm³), em função do cimento resinoso convencional dual e protocolo de fotoativação.

	A-CON	A-PUL	A-RAM	A-NEG	U-CON	U-PUL	U-RAM	U-NEG
média	4.35 ^a	11.56 ^b	5.56 ^a	6.41 ^a	4.84 ^a	12.59 ^b	4.47 ^a	6.47 ^a
SD	1.51	1.67	0.89	1.14	2.13	5.94	2.61	0.81
CI	3.14- 5.55	4.85- 6.28	10.22- 12.90	5.49- 7.33	3.13- 6.55	2.37- 6.55	7.83- 17.34	5.83- 7.11

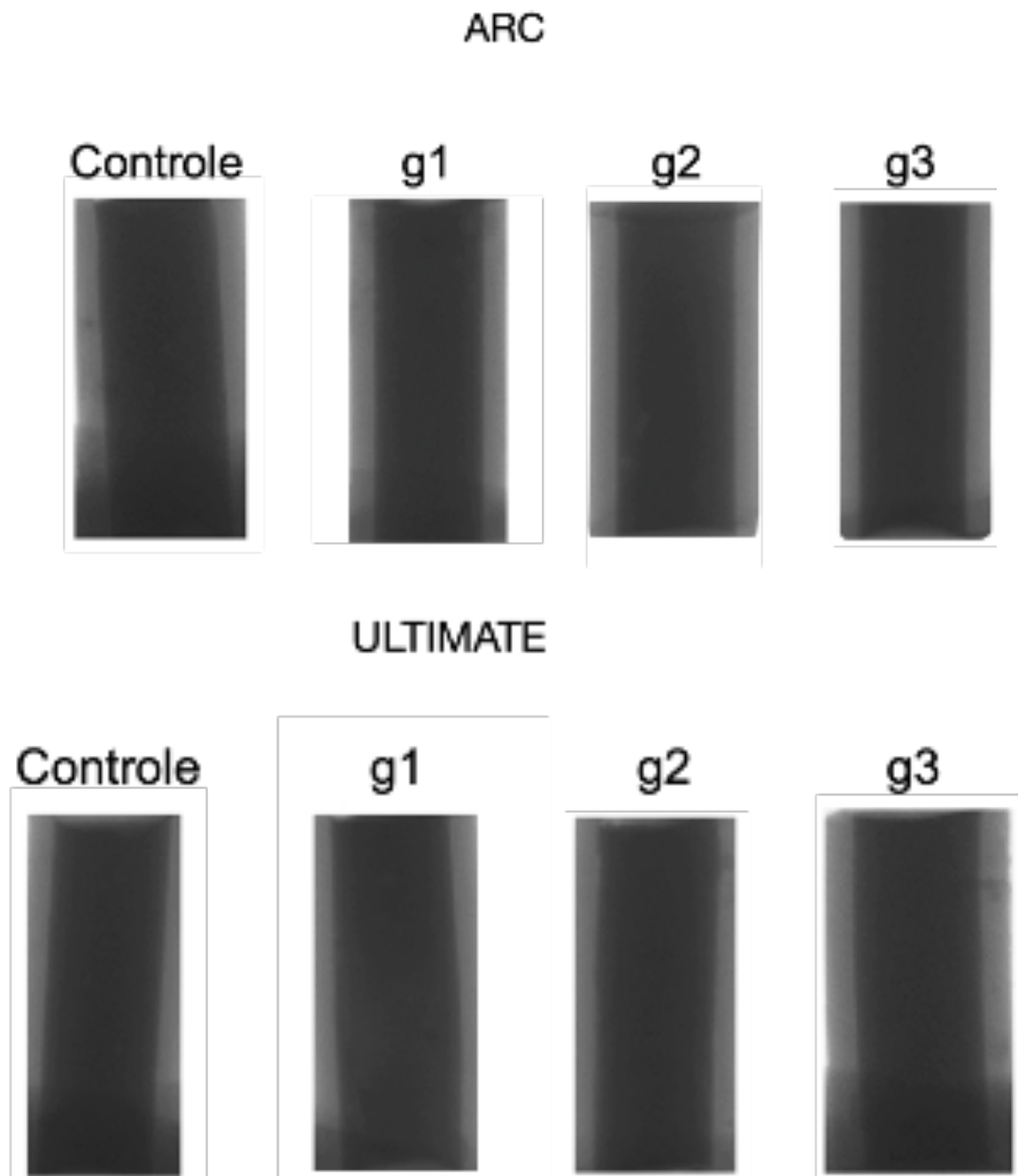
^{ab} Diferentes letras na mesma linha demonstra diferença estatística ($p < 0.05$). SD, desvio padrão; CI, confidence interval; A, Relyx ARC; U, Ultimate; CON, fotoativação convencional; PUL, fotoativação pulsátil; RAM, fotoativação em ramp, NEG, sem fotoativação.

Tabela 3. Média aritmética e desvio padrão dos valores de resistência de união dos sistemas de cimentação de pino de fibra, em função do protocolo de fotoativação.

	AA-CON	AA-PUL	AA-RAM	SU-CON	SU-PUL	SU-RAM
cervical	16.12 ^a	20.06 ^a	19.06 ^a	19.52 ^a	20.01 ^a	19.96 ^a
	(3.27)	(4.71)	(2.24)	(2.24)	(3.71)	(3.73)
middle	16.95 ^a	13.12 ^a	14.54 ^a	18.49 ^a	17.25 ^a	17.09 ^a
	(3.98)	(3.79)	(3.17)	(1.78)	(4.87)	(5.21)
apical	16.51 ^a	7.83 ^b	8.74 ^b	17.38 ^a	14.37 ^a	14.72 ^a
	(1.57)	(3.39)	(3.83)	(1.16)	(5.25)	(2.39)

^{ab} Diferentes letras, na mesma linha, demonstram diferença estatística ($p < 0.05$). AA, adesivo Adper Scotchbond Multipurpose e Relyx ARC; SU, adesivo Scotchbond Universal e Relyx Ultimate; COM, fotoativação convencional; PUL, fotoativação pulsátil; RAM, fotoativação em ramp.

Figura 1. Imagem representativa dos espécimes após o escaneamento em μ CT



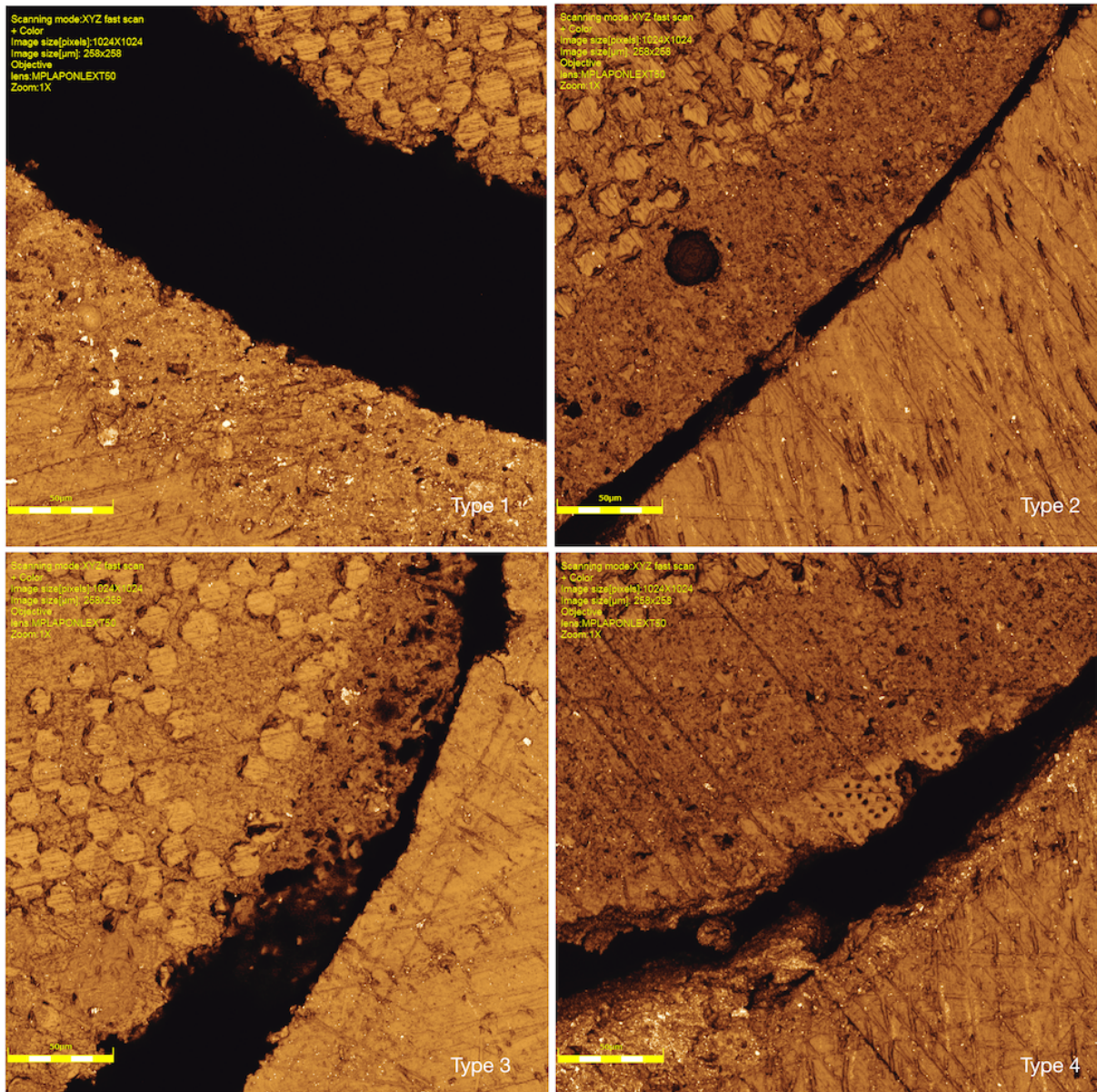
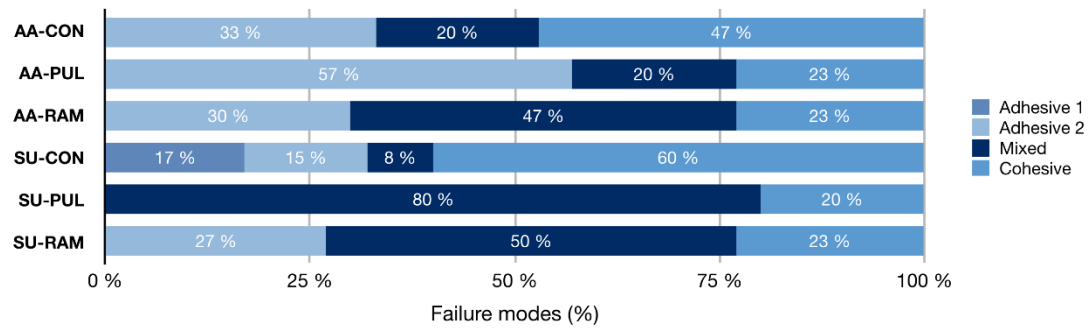


Figure 2. Illustration of the fracture pattern by means of laser confocal microscopy: type 1 (adhesive) - between the fiber pin and the resin cement; type 2 (adhesive) - between the cementation system and the dentin; type 3 (cohesive) - within the cementation system and type 4 (mixed) - association of different fracture patterns

Figura 3 - Incidência (em porcentagem) do padrão de fratura, em função do sistema de cimentação do pino de fibra e protocolo de fotoativação.



4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A contração de polimerização é um problema inerente aos cimentos resinosos duais e a busca de alternativas para minimizar essa adversidade tem sido constante.²⁹⁻²¹ Muitos estudos demonstram a influência da contração de polimerização dos cimentos resinosos duais sobre a resistência de união da dentina aos pinos de fibra de vidro.³² Em busca de diminuir esse efeito, uma das alternativas tem sido a aplicação de diferentes modos de fotoativação, visando aumentar o tempo da fase pré-gel e, conseqüentemente, diminuir o grau de contração de polimerização, aumentando a resistência de união.³³

Os resultados obtidos no primeiro artigo, em relação à resistência de união entre a dentina e os pinos de fibra de vidro anatomizados, proporcionada pelo sistema de cimentação Relyx ARC, mostram que o modo de fotopolimerização em rampa obteve valores menores na resistência de união, no terço apical.

No segundo trabalho, que foi a complementação do primeiro, o modo de fotopolimerização pulsátil também resultou em valores menores de resistência de união em relação ao sistema de cimentação Relyx ARC, no terço apical. Além disso, o modo de fotoativação pulsátil foi responsável pelo maior percentual de contração de polimerização na análise de microtomografia computadorizada.

Além do fato do terço apical ser desfavorecido na adesão pela quantidade de smear layer, existe o fato de que existe uma distribuição não homogênea da quantidade de túbulos dentinários, que diminui de cervical para apical, assim como dentina secundária irregular e presença de canais acessórios, tornando este terço radicular menos propenso à adesão.^{34, 35}

Com as limitações deste trabalho, podemos concluir que o modo de fotoativação teve maior interferência na resistência de união dos pinos de fibra de vidro anatomizados à dentina quando o sistema de cimentação Relyx ARC foi utilizado. Porém, o sistema de cimentação Relyx Ultimate obteve valores maiores para o mesmo teste, no terço apical. Além disso, o modo de fotoativação pulsátil apresentou o maior percentual de contração de polimerização. Assim, cremos que o mérito desse presente trabalho é também demonstrar que há necessidade em se investigar, através de mais estudos sobre essa importante temática, com vistas, especificamente, na obtenção de resultados que nos levem a fazer a indicação do método de fotoativação

e sistemas de cimentação mais adequado para a cimentação de pinos de fibra de vidro.

REFERÊNCIAS*

1. Goracci C, Grandini S, Bossu M, Bertelli E, Ferrari M. Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: a review. *J Dent*. 2007;35(11):827-35.
2. 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;20(7):617-22.
3. Zicari F, Couthino E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I, et al. Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater*. 2008;24(7):967-77.
4. Torres-Sanchez C, Montoya-Salazar V, Cordoba P, Velez C, Guzman-Duran A, Gutierrez-Perez JL, et al. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with glass fiber reinforced posts and cast gold post and cores cemented with three cements. *J Prosthet Dent*. 2013;110(2):127-33.
5. Schwartz RS, Robbins JW. Post placement and restoration of endodontically treated teeth: a literature review. *J Endod*. 2004;30(5):289-301.
6. Goracci C, Ferrari M. Current perspectives on post systems: a literature review. *Aust Dent J*. 2011;56 Suppl 1:77-83.
7. Kurthukoti AJ, Paul J, Gandhi K, Rao DB. Fracture resistance of endodontically treated permanent anterior teeth restored with three different esthetic post systems: an in vitro study. *J Indian Soc Pedod Prev Dent*. 2015;33(4):296-301.
8. Boschian Pest L, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. *Dent Mater*. 2002;18(8):596-602.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacao-atualizado.pdf>

9. Abduljawad M, Samran A, Kadour J, Al-Afandi M, Ghazal M, Kern M. Effect of fiber posts on the fracture resistance of endodontically treated anterior teeth with cervical cavities: an in vitro study. *J Prosthet Dent.* 2016;116(1):80-4.
10. Koran P, Kurschner R. Effect of sequential versus continuous irradiation of a light-cured resin composite on shrinkage, viscosity, adhesion, and degree of polymerization. *Am J Dent.* 1998;11(1):17-22.
11. Ferrari M, Cagidiaco MC, Goracci C, Vichi A, Mason PN, Radovic I, et al. Long-term retrospective study of the clinical performance of fiber posts. *Am J Dent.* 2007;20(5):287-91.
12. Juloski J, Fadda GM, Monticelli F, Fajo-Pascual M, Goracci C, Ferrari M. Four-year survival of endodontically treated premolars restored with fiber posts. *J Dent Res.* 2014;93(7 Suppl):52S-8S.
13. Naumann M, Koelpin M, Beuer F, Meyer-Lueckel H. 10-year survival evaluation for glass-fiber-supported postendodontic restoration: a prospective observational clinical study. *J Endod.* 2012;38(4):432-5.
14. Barcellos RR, Correia DP, Farina AP, Mesquita MF, Ferraz CC, Cecchin D. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with intra-radicular post: the effects of post system and dentine thickness. *J Biomech.* 2013;46(15):2572-7.
15. Shafiei F, Memarpour M, Sarafriz Z. Effect of dimethyl sulfoxide on bond durability of fiber posts cemented with etch-and-rinse adhesives. *J Adv Prosthodont.* 2016;8(4):251-8.
16. 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;31(8):584-9.
17. Bitter K, Noetzel J, Stamm O, Vaudt J, Meyer-Lueckel H, Neumann K, et al. Randomized clinical trial comparing the effects of post placement on failure rate of

postendodontic restorations: preliminary results of a mean period of 32 months. *J Endod.* 2009;35(11):1477-82.

18. Pereira RD, Valdivia AD, Bicalho A, Franco SD, Tantbirojn D, Versluis A, et al. Effect of photoactivation timing on the mechanical properties of resin cements and bond strength of fiberglass post to root dentin. *Oper Dent.* 2015;40(5):E206-21.

19. Malkoc MA, Sevimay M, Tatar I, Celik HH. Micro-CT detection and characterization of porosity in luting cements. *J Prosthodont.* 2015;24(7):553-61.

20. Marcos RM, Kinder GR, Alfredo E, Quaranta T, Correr GM, Cunha LF, et al. Influence of the resin cement thickness on the push-out bond strength of glass fiber posts. *Braz Dent J.* 2016;27(5):592-8.

21. Gomes GM, Rezende EC, Gomes OM, Gomes JC, Loguercio AD, Reis A. Influence of the resin cement thickness on bond strength and gap formation of fiber posts bonded to root dentin. *J Adhes Dent.* 2014;16(1):71-8.

22. Mastoras K, Vasiliadis L, Koulaouzidou E, Gogos C. Evaluation of push-out bond strength of two endodontic post systems. *J Endod.* 2012;38(4):510-4.

23. Ozcan E, Cetin AR, Tuncdemir AR, Ulker M. The effect of luting cement thicknesses on the push-out bond strength of the fiber posts. *Acta Odontol Scand.* 2013;71(3-4):703-9.

24. Lim BS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Condon JR. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light-activation. *Dent Mater.* 2002;18(6):436-44.

25. Tarle Z, Meniga A, Ristic M, Sutalo J, Pichler G, Davidson CL. The effect of the photopolymerization method on the quality of composite resin samples. *J Oral Rehabil* 1998;25:436-42.

26. Charton C, Colon P, Pla F. Shrinkage stress in light-cured composite resins: influence of material and photoactivation mode. *Dent Mater.* 2007;23(8):911-20.
27. Faria-e-Silva AL, Peixoto AC, Borges MG, Menezes Mde S, Moraes RR. Immediate and delayed photoactivation of self-adhesive resin cements and retention of glass-fiber posts. *Braz Oral Res.* 2014; 28(1): 1-6.
28. Hofmann N, Denner W, Hugo B, Klaiber B. The influence of plasma arc vs. halogen standard or soft-start irradiation on polymerization shrinkage kinetics of polymer matrix composites. *J Dent.* 2003;31(6):383-93.
29. Atria PJ, Sampaio CS, Cáceres E, Fernández J, Reis AF, Giannini M, et al. Micro-computed tomography evaluation of volumetric polymerization shrinkage and degree of conversion of composites cured by various light power outputs. *Dent Mater J.* 2018;37(1):33-9.
30. Cho E, Sadr A, Inai N, Tagami J. Evaluation of resin composite polymerization by three dimensional micro-CT imaging and nanoindentation. *Dent Mater.* 2011;27:1070-8.
31. Gheller R, Burey A, Vicentin BLS, Dos Reis PJ, Appoloni CR, Garbelini CCD, et al. Microporosity and polymerization contraction as function of depth in dental resin cements by X-ray computed microtomography. *Microsc Res Tech.* 2020;83:658-66.
32. Burey A, Dos Reis PJ, Santana Vicentin BL, Dezan Garbelini CC, Grama Hoepfner M, Appoloni CR. Polymerization shrinkage and porosity profile of dual cure dental resin cements with different adhesion to dentin mechanisms. *Microsc Res Tech.* 2018;81:88-96.
33. Daleprane B, Nemesio de Barros Pereira C, Oréfice RL, Bueno AC, Vaz RR, Moreira AN, et al. The effect of light-curing access and different resin cements on apical bond strength of fiber posts. *Oper Dent.* 2014;39:E93-100.

34. Ferrari M, Vichi A, Fadda GM, Cagidiaco MC, Tay FR, Breschi L, Polimeni A, Goracci C. A randomized controlled trial of endodontically treated and restored premolars. *J Dent Res.* 2012; 91(7): 72-8.
35. Pedreira AP, Pegoraro LF, de Goes MF, Pegoraro TA, Carvalho RM. Microhardness of resin cements in the intraradicular environment: effects of water storage and softening treatment. *Dent Mater.* 2009; 25(7): 868-76.

APÊNDICE A – MATERIAIS E MÉTODOS

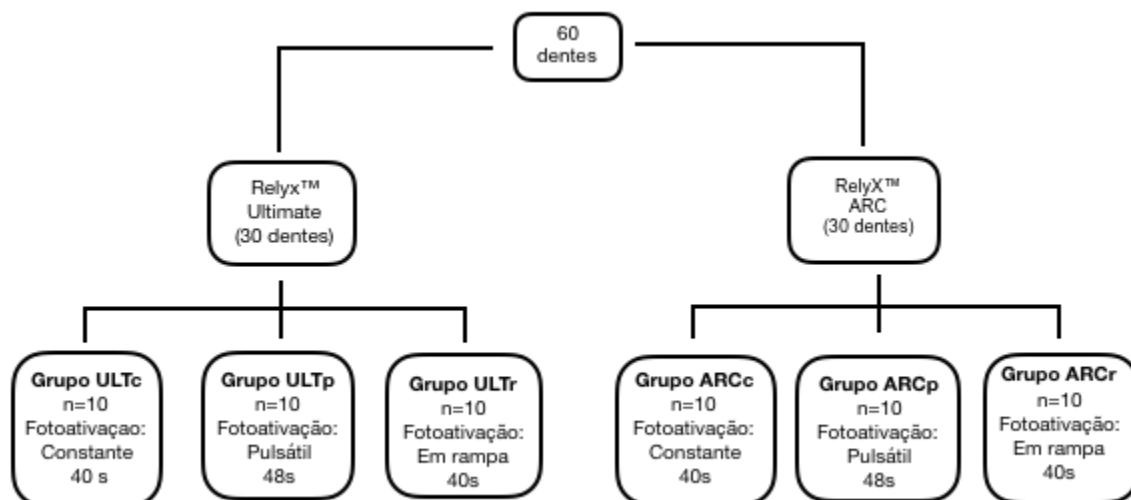
Delineamento experimental

Foram investigados dois sistemas de cimentos resinosos duais: RelyX™ Ultimate em associação ao sistema adesivo recomendado pelo fabricante Scotchbond Universal (3M/ESPE) e cimento RelyX™ ARC em associação com Adper™ Scotchbond™ Multiuso (3M/ESPE) na cimentação de pinos de fibra de vidro (White Post DC #3; FGM Produtos Odontológicos) em raízes de dentes bovinos (N=60), aplicando três diferentes tipos de fotoativação (modo convencional, pulsátil, em rampa) com fotopolimerizador LED de amplo espectro D2000 (DMC Importação e Exportação de Equipamentos LTDA. São Carlos/SP). Quadro 1

Após aplicação dos sistemas adesivos na dentina e fotoativação com fotopolimerizador LED de amplo espectro D2000 (DMC Importação e Exportação de Equipamentos LTDA. São Carlos/SP), 30 pinos (White Post DC #3; FGM Produtos Odontológicos) anatomizados com resina composta foram cimentados com cimento resinoso dual RelyX™ Ultimate, o qual inclui um componente que ativa a função de autopolimerização do agente de união e elimina a necessidade de um ativador de cura dupla adicional (o sistema de ativação química ocorre através da reação entre ter-butil peróxido trimetilhexanoato e persulfato de sódio) e também através da fotoativação com fotopolimerizador D2000 (DMC Importação e Exportação de Equipamentos LTDA. São Carlos/SP) de maneira convencional (n=10), pulsátil (n=10) e em rampa (n=10). Os outros 30 pinos (White Post DC #3; FGM Produtos Odontológicos) também anatomizados com resina composta foram cimentados com cimento resinoso dual RelyX™ ARC, no qual o sistema de ativação química ocorre através da reação entre peróxido de benzoíla e amina terciária e tem como fotoiniciador a canforoquinona - utilizando o fotopolimerizador D2000 (DMC Importação e Exportação de Equipamentos LTDA. São Carlos/SP) de maneira convencional (n=10), pulsátil (n=10) e em rampa (n=10).

A resistência de união e a contração de polimerização cimentação e a fotoativação dos pinos de fibra de vidro serão avaliados através do push out e da microtomografia computadorizada.

Quadro 1. Sistemas de cimentos resinosos duais e tipo de fotoativação utilizados.



Obtenção dos dentes

O projeto de pesquisa foi submetido ao Comitê de Ética em Pesquisa em Animais da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista e foi aprovado com o seguinte número de registro: 38/2018. Os dentes bovinos extraídos foram obtidos por doação de órgão específico.

Preparação dos espécimes

Sessenta incisivos centrais anatomicamente similares foram selecionados. Os dentes foram limpos com curetas periodontais (Duflex, SS White) para remoção do remanescente de tecido periodontal ou ósseo. Em seguida, foi realizada profilaxia com escova de Robson, pedra pomes e água em baixa rotação e os dentes foram então armazenados em timol a 0,1%. As coroas dentais foram seccionadas perpendicularmente à junção amelocementária longitudinalmente utilizando-se um disco diamantado sob refrigeração na máquina de corte para tecidos duros (Isomet 2000; BuehlerLtd., Lake Buff, IL, USA) em baixa rotação (250rpm). As raízes foram seccionadas e padronizadas com comprimento de 17mm entre a porção coronal e o ápice radicular. Os ápices das raízes foram selados com resina composta (Z100, 3M/ESPE, Sumaré; SP, Brasil). Então todos os canais radiculares foram preparados por um único

operador treinado. O tecido pulpar e a dentina foram removidos e os canais foram instrumentados até a lima rotatória F5 (Sistema Protaper - Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) sendo a irrigação realizada com 5ml da solução de hipoclorito de sódio 2,5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil), seguido de aspiração, a cada troca de calibre do instrumento. Foi utilizado 5ml de EDTA (Biodinâmica, Iporã, PR, Brasil) no interior do canal radicular por 3 minutos após finalização da instrumentação dos canais radiculares e, na sequência, aplicação novamente de hipoclorito 2,5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil) para neutralização. Os canais foram então secos com pontas de papel absorvente (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil) e obturados com guta percha e cimento endodôntico Sealer Plus (MK Life). Os dentes foram então armazenados em água destilada e mantidos em estufa 37°C por sete dias (presa final do material obturador).

Preparo dos condutos e dos pinos de fibra de vidro

Após a remoção do selamento temporário, as raízes foram preparadas utilizando a fresa específica do kit de pinos (White Post DC #3; FGM Produtos Odontológicos), em baixa rotação, de acordo com o recomendado pelo fabricante. Uma extensão de 12mm do canal foi preparada, sendo mantido 5mm de obturação apical. Os canais radiculares foram irrigados com 5ml de água destilada para remoção de eventuais debris.

Concluída a desobturação, os pinos de fibra de vidro (White Post DC #3; FGM Produtos Odontológicos), foram anatomizados. Sua superfície foi limpa com álcool 70%. Nos grupos ULTc, ULTr e ULTp - RelyX™ Ultimate e adesivo Scotchbond Universal, foi aplicada uma camada do adesivo por 20 segundos, jato de ar por 5 segundos (como recomenda o fabricante), fotoativação do adesivo por 20 segundos e, em seguida, aplicação da resina composta CT (Filtek Z350, 3M/ESPE) sobre o pino e inserção do mesmo no canal radicular (lubrificado com gel solúvel - KY) para anatomização. Aplicação da luz durante 5 segundos, depois movimentos de inserção e retirada do pino sob fotoativação durante 20 segundos e completa fotoativação do pino com 20 segundos em cada face do pino anatomizado fora do canal radicular. Nos grupos ARCC, ARCr e ARCP - RelyX™ ARC e Adper™ Scotchbond™ Multiuso (3M/ESPE) apenas o tratamento do pino foi alterado com a aplicação prévia de silano (Prosil, FGM Produtos Odontológicos) na superfície do pino, seguida de secagem com leves jatos de ar, durante 1 minuto e

utilização do sistema adesivo Scotchbond™ Multiuso (3M/ESPE), aplicando uma camada do bond, removendo os excessos seguida de fotoativação. A sequência do processo de anatomização dos pinos foi a mesma dos grupos ULTc, ULTp e ULTr.

Ao finalizar, a superfície do pino, agora anatomizada, foi limpa e condicionada da mesma forma, de acordo com cada grupo.

Concluído o preparo dos pinos, os sistemas adesivos foram aplicados na dentina intra-radicular de acordo com os grupos experimentais:

- **Grupo ULTc, ULTp e ULTr - RelyX™ Ultimate e 3M™ Scotchbond Universal**

O adesivo foi aplicado na superfície juntamente com fricção por 20 segundos (aplicação ativa). Leve jato de ar por 5 segundos para evaporação do solvente.

- **Grupo ARCc, ARCp e ARCr - RelyX™ ARC e Adper™ Scotchbond™ Multiuso (3M/ESPE)**

A dentina foi condicionada com ácido fosfórico (Condac 37%, FGM Produtos Odontológicos) por 15 segundos, enxágue com água por 30 segundos e seca com cone de papel absorvente. Foi aplicado o primer em todas as paredes da cavidade com um pincel descartável, aguardando 20 segundos e depois suave jato de ar durante 5 segundos. Aplicação do adesivo (bond) em toda a superfície com pincel descartável e remoção dos excessos. Fotopolimerização durante 20 segundos com fotopolimerizador DC 2000 (DMC Importação e Exportação de Equipamentos LTDA. São Carlos/SP).

Cimentação

Foram utilizados dois diferentes tipos de cimento resino dual. Um deles foi o RelyX™ Ultimate, o qual inclui um componente que ativa a função de autopolimerização do agente de união e elimina a necessidade de um ativador de cura dupla adicional (o sistema de ativação química ocorre através da reação entre ter-butil peróxido trimetilhilhexanoato e persulfato de sódio), e o outro, RelyX™ ARC, no qual o sistema de ativação química ocorre através da reação entre peróxido de benzoíla e amina terciária e a fototivação ocorre através da canforoquinona. Todos os grupos foram fotoativados com

fotopolimerizador D2000 (DMC Importação e Exportação de Equipamentos LTDA). O protocolo de cimentação para cada grupo está descrito abaixo.

- **Grupo ULTc, ULTp e ULTr - RelyX™ Ultimate e 3M™ Scotchbond Universal**

Foi realizada a manipulação das pastas do cimento resinoso dual RelyX™ Ultimate, misturando-as por 10 segundos. Em seguida, foi feita a inserção do cimento dentro do conduto com uma sonda milimetrada (Duflex SS White, RJ, Brasil). Uma camada do cimento também foi aplicada sobre a superfície dos pinos. Os pinos anatomizados foram então posicionados e pressionados digitalmente em direção apical, estabilizando-o e removendo os excessos antes da fotoativação com fotopolimerizador D2000 (DMC Importação e Exportação de Equipamentos LTDA. São Carlos/SP), que foi feita no sentido ocluso-apical, variando o tempo da fotopolimerização com o tipo que foi aplicado em cada grupo (convencional, pulsátil ou em rampa).

- **Grupo ARCc, ARCp e ARCr - RelyX™ ARC e Adper™ Scotchbond™ Multiuso (3M/ESPE)**

A manipulação do cimento resinoso dual RelyX ARC (3M/ESPE, St. Paul, USA) foi feita por 10 segundos, seguida de inserção dentro do conduto com uma sonda milimetrada (Duflex SS White, RJ, Brasil). Uma camada do cimento também foi aplicada sobre a superfície dos pinos. Os pinos anatomizados foram então posicionados e pressionados digitalmente em direção apical, estabilizando-o e removendo os excessos antes da fotoativação com fotopolimerizador D2000 (DMC Importação e Exportação de Equipamentos LTDA. São Carlos/SP), que foi feita no sentido ocluso-apical, variando o tempo da fotopolimerização com o tipo que será aplicado em cada grupo (convencional, pulsátil ou em rampa).

Fotopolimerização

Para a fotopolimerização da cimentação dos pinos de fibra de vidro anatomizados utilizamos o fotopolimerizador D2000 (DMC Importação e Exportação de Equipamentos

LTDA. São Carlos/SP) aplicando a luz no sentido ocluso-apical. Em cada grupo aplicamos um sistema diferente de fotoativação (com variação do tempo de aplicação da luz) que foram os seguintes: convencional, pulsátil e em rampa. Segue abaixo a descrição dos tipos de fotopolimerização utilizados em cada grupo.

- **Grupos ULTc e ARCc:** fotopolimerização convencional com intensidade de 1100 mW/cm² durante 40 segundos.
- **Grupos ULTp e ARCp:** fotopolimerização pulsátil (0,8 segundos com 1100 mW/cm² luz, 0,2 segundos sem luz) durante 48 segundos.
- **Grupos ULTr e ARCr:** fotopolimerização em rampa de 0 a 1100 mW/cm² nos primeiros 2 segundos e constante em 1100 mW/cm² durante os outros 40 segundos.

Armazenamento

Após cimentação dos retentores intrarradiculares, as raízes foram acondicionadas em estufa a 37°C, por 6 meses, em óleo mineral.

TESTE PUSH OUT

Preparação dos espécimes

Passado o período de armazenamento, as raízes foram, verticalmente, posicionadas em uma matriz circular plástica (16,5mm em diâmetro x 18 mm em comprimento) e incluídas em resina poliéster (Maxi Rubber, Diadema, SP, Brasil). Todos os espécimes foram mantidos intactos por 24 horas, para a completa polimerização da resina. As raízes foram seccionadas iniciando da porção cervical, onde foram obtidas três fatias (cervical, média e apical) de 2mm de espessura, com distância de 1mm (0,7mm + 0,3mm disco) entre si, utilizando-se uma máquina de corte (Isomet 2000; Buehler Ltd., Lake Buff, IL, USA) sob intensa refrigeração. As irregularidades das secções foram removidas com lixa d'água de granulação 1200 (Norton, São Paulo, SP, Brasil) e os espécimes foram limpos com ultrassom, durante 3 minutos.

Deslocamento do pino

Cada terço radicular foi submetido ao teste de “push-out” em máquina de ensaios mecânicos (DL 2000, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil), calibrada para uma velocidade de 0,5 mm/min, até que ocorresse deslocamento do pino de fibra de vidro anatomizado cimentado das paredes do canal radicular. Um cilindro para deslocamento foi utilizado com os diâmetros de 1,3 mm. Em todas as secções a face apical foi posicionada para entrar em contato com a ponta do dispositivo (entre o pino de fibra de vidro e a resina composta) para deslocamento, de tal forma que a força foi sempre aplicada de apical para cervical. Os valores da força da força máxima necessária para o deslocamento do pino foram registrados em Newton (N) e, posteriormente, transformados em força de adesão (MPa) através da fórmula: $MPa = F/AD$. A área de adesão foi calculada utilizando a seguinte fórmula: $AD = \pi \cdot (R + r) \cdot g$, onde R = raio cervical do canal radicular, em mm; r = raio apical do canal radicular, em mm; g = altura relativa do cone invertido, em milímetros.

O diâmetro cervical e apical dos canais radiculares foi obtido, individualmente, através de mensuração, com auxílio de estereomicroscópio, com magnificação de 50x (Leica Microsystems, Wetzlar, Germany). O valor de g foi obtido a partir da equação: $g^2 = (R - r)^2 + (2.0)^2$.

MICROTOMOGRRAFIA COMPUTADORIZADA

Preparo dos espécimes

Após a manipulação dos cimentos, conforme as recomendações do fabricante, quarenta e oito tubos de poliuretano transparente, com as dimensões de 8.0 mm de comprimento x 1.0 mm de diâmetro interno, foram preenchidos com o cimento resinoso dual convencional A (n = 24) ou com o U (n = 24). Os cimentos foram introduzidos no interior dos tubos de poliuretano, com um dispositivo de inserção (Precision Applicator; Maquira Indústria de Produtos odontológicos, Maringá, PR, BR) e, individualmente, pesados em balança de precisão (Shimadzu, Barueri, SP, BR),

magnitude de 0.001g, para que todos apresentassem, aproximadamente, a mesma quantidade de massa e de volume.

Após 10 minutos, os espécimes foram, aleatoriamente, distribuídos em 8 grupos ($n = 6$), de acordo com a composição química e protocolo de fotoativação:

A-NEG (Relyx ARC, sem fotoativação): o cimento resinoso somente foi inserido no tubo de poliuretano, mas nenhum procedimento de fotoativação foi realizado;

A-CON (Relyx ARC, com protocolo de fotoativação convencional): após a inserção do cimento resinoso no tubo de poliuretano, o dispositivo de fotoativação (D-2000; DMC, São Carlos, SP, BR), com comprimento de onda de 490 nm, irradiância de $1,100 \text{ mW/cm}^2$, foi acionado a 3mm do espécime, disposto na posição paralela à ponta do dispositivo fotoativador, por 40s;

A-PUL (Relyx ARC, com protocolo de fotoativação pulsátil): similar ao A-CON, porém por meio do protocolo de fotoativação, no modo pulsátil do disposto fotopolimerizador, por 48s, conforme recomendação do fabricante;

A-RAM (Relyx ARC, com protocolo de fotoativação em ramp): similar ao A-CON, porém por meio do protocolo de fotoativação, no modo em ramp, por 40s;

Os grupos U-NEG, U-CON, U-PUL e U-RAM foram similares respectivamente aos grupos A-NEG, A-CON, A-PUL e A-RAM, porém utilizando o cimento resinoso convencional dual Relyx Ultimate.

Análise por microtomografia computadorizada

Após a realização dos protocolos de fotoativação, os espécimes foram mantidos em repouso, em câmara escura, por 6 minutos (Relyx ARC) ou 10 minutos (Relyx Ultimate). Em seguida, foram submetidos ao escamento em microtomógrafo computadorizado (Micro CT 1174; Skycan, , Aartselaar, BE), com parâmetro de 50 kV,

800 μA , 360°, zoom de 16.82 μm e resolução de 1304 x 2014. Em seguida, as imagens obtidas foram individualmente reconstruídas, sob a forma tridimensional, com o software específico (NRecon v.1.6.3, Bruker micro-CT), e a análise volumétrica (mm^3) mensurada por meio do software CTAn v.1.12 (Bruker micro-CT, CTAn v1.11.10.0; SkyScan, Aartselaar, Bélgica).

Após 24 horas, um novo escaneamento foi realizado de cada espécime. A diferença volumétrica entre a mensuração volumétrica inicial (em mm^3) e a final foi interpretada como a contração de polimerização de cada espécime. A diferença obtida foi transformada em percentual de contração de polimerização (em mm^3).

ANEXO A – Certificado Comitê de Ética

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
Faculdade de Odontologia
Campus de Araraquara
Comissão de Ética no Uso de Animais - CEUA

CERTIFICADO

Certificamos que o protocolo nº 38/2018 referente à pesquisa **"INFLUÊNCIA DA FOTOATIVAÇÃO NA INTERFACE DE UNIÃO COM SISTEMAS DE CIMENTOS RESINOSOS DUAIS NA CIMENTAÇÃO DE PINOS DE FIBRA DE VIDRO ANATOMIZADOS"** sob a responsabilidade do **Prof. Dr. Milton Carlos Kuga** está de acordo com os Princípios Éticos em Experimentação Animal adotado pela legislação brasileira atualmente em vigor, tendo sido aprovado pela Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA) da Faculdade de Odontologia de Araraquara-UNESP.

CERTIFICATE

We certify that the protocolo 38/2018 referring to the research **"INFLUENCE OF LIGHT CURING ON THE UNION INTERFACE WITH DUAL RESIN CEMENT SYSTEMS IN THE CEMENTATION OF CUSTOMIZED FIBER GLASSES PINS "** under responsibility **Prof. Dr. Milton Carlos Kuga** in agreement with the nowadays specific brazilian laws and was approved by the Araraquara Dental School-UNESP Ethical Committee for Animal Research (CEUA).

Araraquara, 25 de setembro de 2020.


Profa. Dra. CARINA APARECIDA FABRICIO DE ANDRADE
Coordenador da CEUA/FOAr/UNESP

Não autorizo a reprodução deste trabalho até 29/01/2023

(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 29 de janeiro de 2021.

Júlia Custódio Martins