UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS FACULDADE DE ODONTOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

LETÍCIA NUNES DE ALMEIDA

EFEITO DO PRÉ-AQUECIMENTO E DA PÓS-POLIMERIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E GRAU DE CONVERSÃO DE UM COMPÓSITO EXPERIMENTAL REFORÇADO COM FIBRA DE VIDRO

Goiânia 2016





TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAR AS TESES E DISSERTAÇÕES ELETRÔNICAS NA BIBLIOTECA DIGITAL DA UFG

Na qualidade de titular dos direitos de autor, autorizo a Universidade Federal de Goiás (UFG) a disponibilizar, gratuitamente, por meio da Biblioteca Digital de Teses e Dissertações (BDTD/UFG), regulamentada pela Resolução CEPEC nº 832/2007, sem ressarcimento dos direitos autorais, de acordo com a Lei nº 9610/98, o documento conforme permissões assinaladas abaixo, para fins de leitura, impressão e/ou *download*, a título de divulgação da produção científica brasileira, a partir desta data.

1. Identificação do material bibliográfico: [x] Dissertação [] Tese

2. Identificação da Tese ou Dissertação

Nome completo do autor: Letícia Nunes de Almeida

Título do trabalho: Efeito do pré-aquecimento e da pós-polimerização nas propriedades mecânicas e grau de conversão de um compósito experimental reforçado com fibra de vidro.

3. Informações de acesso ao documento:

Concorda com a liberação total do documento [x] SIM [] NÃO¹

Havendo concordância com a disponibilização eletrônica, torna-se imprescindível o envio do(s) arquivo(s) em formato digital PDF da tese ou dissertação.

lumes de Almida Assinatura do (a) autor (a)

Data: 31/08/16

¹ Neste caso o documento será embargado por até um ano a partir da data de defesa. A extensão deste prazo suscita justificativa junto à coordenação do curso. Os dados do documento não serão disponibilizados durante o período de embargo.

LETÍCIA NUNES DE ALMEIDA

EFEITO DO PRÉ-AQUECIMENTO E PÓS-POLIMERIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E GRAU DE CONVERSÃO DE UM COMPÓSITO EXPERIMENTAL REFORÇADO COM FIBRA DE VIDRO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás, para obtenção do título Mestre em Odontologia, área de concentração Clínica Odontológica.

Linha de Pesquisa: Desempenho dos materiais odontológicos

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca

Goiânia 2016





Ministério da Educação Universidade Federal de Goiás Faculdade de Odontologia Programa de Pós-Graduação em Odontologia



Ata de Defesa de Dissertação número 158

Aos vinte e cinco dias do mês de fevereiro de 2016, às 08:30 horas, reuniu-se na sala 02 da Faculdade de Odontologia, a Comissão Julgadora infranomeada para proceder ao julgamento da Defesa de Dissertação de Letícia Nunes de Almeida intitulada "Efeito do pré-aquecimento e da póspolimerização nas propriedades mecânicas e grau de conversão de um compósito experimental reforçado com fibra de vidro", como parte de requisitos necessários à obtenção do título de Mestre, área de concentração Clínica Odontológica. Inicialmente, Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca apresentou a Comissão Examinadora da qual é presidente, e concedeu a palavra a candidata, para exposição de sua dissertação em trinta minutos. A seguir, o senhor presidente concedeu a palavra aos examinadores, os quais passaram a arguir a candidata conforme os termos regimentais. Finalizada a arguição, a Comissão expressou seu Julgamento conforme abaixo:

Comissão Examinadora

Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca - Presidente Prof. Dr. João Batista de Souza- Membro Prof. Dr. Murilo de Sousa Menezes- Membro

Aprovado(a)/Reprovado(a)

Annova

Em face do resultado obtido, a Comissão Examinadora considerou a candidata Letícia Nunes de Almeida

(γ) Aprovada – A candidata deverá fazer as modificações eventualmente sugeridas e apresentar a versão definitiva à Coordenadoria do Programa em no máximo trinta (30) dias após a defesa (artigo 57 da Resolução CEPEC 1136/2013 que regulamenta este Programa).

() Reprovada – A candidata ()poderá ()não poderá submeter-se a outra defesa em um prazo de dias (mínimo 30, máximo 90 dias) (artigo 55, parágrafo 2º, Resolução CEPEC 1136/2013).

Alteração de título da dissertação? ()Não ()Sim, para_

Outras observações da Comissão Examinadora (se necessário):

Nada mais havendo a tratar eu, Gláucia Terra e Silva, secretária do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, lavrei a presente ata que segue assinada pelos membros da Comissão Examinadora, pela candidata e por mim.

Comissão Examinadora

Prof. Dr. . Rodrigo Borges Fonseca – Presidente Prof. Dr. João Batista de Souza – Membro Prof. Dr. Murilo de Sousa Menezes - Membro

Candidata

Letícia Nunes de Almeida Secretária Maucic Gláucia Terra e Silva 🗸 MCL

Ata homologada em reunião da Coordenadoria de Pós-Graduação em 13 104 / 2016 Assinatura da Coordenadora do Programa:

ssinatura Enter de baye

Ioria de Pós-Graduação em <u>13 10412</u> CC_lie Anodri 5 Prof. Dr. Cláudio R. Leles

Fac. Ociontologia - UFG

DEDICATÓRIA

À **Deus**, que iluminou esta caminhada cobrindo meus dias com bênçãos e saúde, colocando as pessoas certas em meu caminho e me dando forças para superar cada desafio.

Aos meus pais **José e Diusa** e ao meu irmão **Lucas** que são as pessoas mais importantes da minha vida. Pelo amor, carinho, incentivo, parceria, motivação, torcida, apoio. Vocês são meu porto seguro, minha alegria, meus presentes de Deus. Sem vocês eu jamais teria chegado até aqui.

Às minhas "orientadoras", "professoras", e acima de tudo, grandes amigas **Amanda e Isabella**. Só tenho a agradecer por todos os ensinamentos, motivação, amizade, companheirismo, carinho e apoio. Vocês fizeram toda a diferença na minha formação e são pessoas incríveis que levarei para o resto da vida.

AGRADECIMENTOS

À **Faculdade de Odontologia e Universidade Federal de Goiás**, das quais faço parte desde 2009 e tenho vivido momentos únicos. Tenho muito orgulho de fazer parte desta instituição em que possuo a oportunidade de ter uma excelente formação.

Ao **Programa de Pós-Graduação em Odontologia** da Universidade Federal de Goiás, que me acolheu muito bem durante esses dois anos. Fico muito feliz de fazer parte deste programa e ver seu crescimento a cada dia. Tenho certeza que muitas coisas boas ainda estão por vir.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo auxílio financeiro através da concessão da bolsa de mestrado que permite minha dedicação integral ao programa.

Aos técnicos-administrativos e funcionários da Faculdade de Odontologia, especialmente aos funcionários da Central de Material e Esterilização que me permitiram o uso da autoclave em todos os momentos que precisei.

Ao **Labóratório de Microscopia** (LabMic) do Instituto de Física da Universidade Federal de Goiás onde pude realizar às microscopias desta pesquisa.

A todos os **professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia** que contribuíram imensamente para minha formação durante esses dois anos.

À Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, instituição a qual eu tive oportunidade de conhecer e realizar a análise de grau de conversão destre trabalho. Agradeço especialmente à aluna de mestrado Marcela Gonçalves Borges pela recepção, ajuda, disponibilidade. Uma pessoa que tive o imenso prazer de conhecer, fez com que eu me sentisse em casa no CPBio e não mediu esforços para me ajudar nas análises. Tenho certeza que ainda colheremos muitos frutos desta amizade. Agradeço ainda à aluna de graduação Thaís Souza Maia, que foi uma companhia incrível no laboratório. E ao Prof. Dr. Murilo de Souza Menezes por aceitar o convite para ser membro da banca examinadora deste trabalho.

À **Professora Dra. Terezinha Barata**, uma pessoa incrível na qual eu tenho oportunidade de conviver há 5 anos na disciplina de Pré-Clínica. Muito obrigada pela confiança, pelos ensinamentos, pelas contribuições e por ser essa pessoa que contagia todos nós com muita alegria. É sempre muito bom estar com você querida professora.

Aos demais professores da disciplina de **dentística Lawrence Gonzaga Lopes, João Batista de Souza, Alberto Magno Gonçalves e Gersinei Carlos de Freitas**, pelos ensinamentos, pela contribuição em minha formação e na avaliação deste trabalho.

Aos meus colegas de pós-graduação **Karol, Dhiogo e Maurício** os quais eu tive o imenso prazer de conhecer e vivenciar ótimos momentos durante esses dois anos. **Monarko** que é um grande amigo desde à graduação pelo qual eu tenho uma imensa consideração. **Lívia** que é uma pessoa contagiante e uma pessoa que considero muito desde à graduação. **Túlio,** meu vizinho de laboratório com o qual posso compartilhar os desafios da pesquisa e da vida, muito obrigada pela amizade.

Aos alunos de graduação que tive a grande oportunidade de conhecer e conviver durante o Estágio em Docência. Muito obrigada pela confiança e carinho nas clínicas e laboratório. Agradeço especialmente aos alunos da **turma 77**, os quais tive a oportunidade de conviver durante minha monitoria na disciplina de pré-clínica na graduação, e na CAB e Estágio em Clínica Integrada durante o estágio em docência. Sem sombra de dúvidas é uma turma muito especial pra mim.

Aos alunos da graduação com os quais pude construir uma grande amizade. Leonardo, Júlia, Stefhanie, Thaís, Carol Montemezzo, Karol, Bárbara, Denner, Suzana, Igor, Guilherme, Víctor, Jéssica, Rhaisa, Héllen e Thaynara. Vocês fizeram toda a diferença na minha vida durante estes dois anos. Muito obrigada pelo carinho, admiração, torcida, respeito e pelos momentos únicos de descontração. Contem comigo sempre!

Às alunas de iniciação científica **Thaís, Paula, Amanda Alves e Wanessa**. Pela confiança durante à escrita de seus projetos, pela ajuda na parte laboratorial deste trabalho e pelo respeito. Tenho certeza de que este ano será muito produtivo e vocês desenvolverão suas pesquisas de forma incrível!

Aos meus grandes amigos de vida **Bruna, Diego, Thaís, Cynthia, Ariadina, Danilo e Salma**. Amizades que ganhei na faculdade e carrego com muito carinho. Muito obrigada pela torcida, pelo companheirismo e por serem estas pessoas tão especiais em minha vida! Ao **Guilherme**, umas das melhores pessoas que a vida me deu. Obrigada pela amizade, fidelidade, companheirismo, reciprocidade, apoio, carinho. Em você eu confio de olhos fechados. Obrigada por estar sempre disposto a meu ouvir e por ser uma das melhores amizades que tenho. Obrigada por me apoiar nos momentos difíceis, por me fazer companhia no laboratório quando eu estava sozinha e por me ajudar a tirar as fotos desta pesquisa. Você é único!

Aos meus pais **José e Diusa** por serem tão presentes em minha vida. Por me apoiarem a cada decisão. Por me ensinarem a ser uma pessoa melhor a cada dia e por serem grandes inspirações para mim. Por me mostrarem a importância dos maiores valores da vida. E pelo amor incondicional que têm por nossa família. Vocês são os grandes responsáveis por minhas conquistas e agradeço a Deus por ter a oportunidade de dividir cada momento com vocês. Juntod somos imbatíveis, obrigada por tudo!

Ao meu irmão **Lucas,** meu grande companheiro que mesmo longe sempre está muito presente e sempre na torcida. Obrigada por me receber tão bem Uberlândia e por ser esse irmão tão companheiro.

Ao meu grande parceiro e amigo **Gustavo**, pessoa incrível, ímpar, divertida e muito especial. Uma grande amizade que possuo desde à graduação e iniciação científica. Sou muito feliz por estarmos juntos nessa caminhada! Você faz os dias de laboratório mais divertidos, me acalma nos momentos de estresse, escuta os problemas da pesquisa e da vida e não mede esforços para me ajudar na pesquisa. Muito bom saber que teremos mais 3 anos juntos no doutorado e espero aplaudir de perto seu sucesso que é evidente! Muito obrigada por tudo!

À minha grande amiga e parceira de pesquisa **Marcella**. Uma pessoal muito especial desde à graduação. Muito obrigada pela amizade, pela parceria, reciprocidade, pela imensa ajuda nas pesquisas que viemos desenvolvendo, por escutar meus desabafos, pela confiança, pela companhia em vários momentos da minha vida. Tenho a certeza de que levarei esta amizade para a vida toda.

Aos maiores presentes que a pesquisa me deu, **Amanda e Isabella**. Após quatro anos de convivência diária hoje reconheço que sem vocês eu não estaria tão preparada para enfrentar os desafios. Obrigada, pela reciprocidade e parceria inigualável... Acredito que Deus escolhe a dedo as pessoas que colocará em nosso caminho, e definitivamente Ele acertou em cheio. Sem vocês eu não teria chegado até o final. Obrigada por ampararem minas quedas, por

não me deixarem desistir, por acreditarem no meu crescimento. Pela companhia no laboratório aos sábados, por fazerem da casa de vocês uma segunda casa pra mim, por fazerem meus dias mais felizes e por absolutamente tudo que me ensinaram. Obrigada acima de tudo por essa amizade pela qual tenho imensa consideração.

E especialmente ao meu orientador, **Prof. Dr. Rodrigo Borges Fonseca**, uma das pessoas mais importantes em minha formação. Um grande profissional e grande pessoa na qual tenho oportunidade de conviver e aprender desde à minha iniciação científica. Muito obrigada pelos ensinamentos diários, pelo estímulo, pela convivência, por fazer de nós uma grande equipe, pela confiança, por nos ensinar a ter amor pelo que fazemos. É uma grande honra poder ser orientada e poder aprender com uma pessoa que tem uma capacidade incrível de passar seu conhecimento adiante e que é uma das minhas grandes referências profissionais

"O futuro pertence àqueles que acreditam na beleza de seus sonhos" (Eleanor Roosevelt)

TABELAS E FIGURAS

Tabela 1 - Materiais utilizados no estudo	38
Tabela 2 - Grupos experimentais	39
Figura 1 - Componentes da resina experimental. (A) Bis-GMA. (B) TEGDMA. (Caforoquinona. DMAEMA. (E) BHT	C) 40
Figura 2 - Manipulação da resina experimental. (A) Aspecto da resina após a mistura d monômeros. (B) Adição da resina às partículas de carga. (C) Aspecto final após incorporação das resinas às particulas de carga	os a 41
Figura 3 – Mistura das fibras à resina de metacrilato. (A) Fibras de vidro (3 mm). (A) Compósito experimental após incorporação das fibras à resina de metacrilato4	B) 11
Figura 4 – Confecção das amostras para teste de resistência à tração diametral. (A) Matriz e silicone obtida após moldagem de padrão de alumínio nas dimanesões de 3 x 6 mm. (A) Inserção do compósito experimental na matriz de silicone. (C) Aspecto após cobertura co tira de poliéster. (D) Fotopolimerização por 40 segundos na região superior da amostra. Fotopolimerização por 40 segundos na região superior da amostra. (G) Acabamento e lixadeira com água corrente. (H) Aspecto final das amostras	de B) om E: em 42
Figura 5 – Confecção das amostras para teste de resistência flexural. (A) Matriz de silicon obtida a partir de moldagem de padrão de alumínio nas dimensões de 25 x 2 x 2 mm. (A) Inserção do compósito experimental na matriz. (C) Cobertura com tira de poliéster. (A) Fotopolimerização por 40 segundos em cada terço da amostra. (E) Amostras imediatamenta após a polimerização. (F) Acabamento em lixadeira com água corrente. (G) Conferência d dimensões da amostra com paquímetro digital. (H) Aspecto final das amostras	ne B) D) nte las

Figura 7 - Teste de resistência à tração diametral. (A) Máquina de ensaio universal Instron 5965 com o dispositivo de tração diametral. (B) Amostra posicionada para início do teste....45

Figura 8 – Teste de resistência flexural de 3 pontos45
Figura 9 - Teste de microdureza knoop. (A) Microdurômetro HMV-G 21DT. (B) Amostra
posicionada para endentação46
Figura 10 - Aumento de 40x. Endentação realizada em região de fibras (setas) e resina
(asterisco)
Figura 11 – Espectrômetro de Infravermelho Transfromado de Fourrier47
Figura 12 – (A) Padrão de alumínio nas dimensões de 10 x 5 x 1 mm. (B) Matriz de silicone
por adição. (C) Inserção do compósito experimental na matriz. (D) Cobertura com tira de
poliéster. (E) Fotopolimerização do compósito. (F) Aspecto final das amostras48
Figura 13 - Posicionamento da amostra para realização da análise do grau de conversão. (A)
Cristal de diamante do ATR do espectrômetro. (B) Posicionamento da amostra sobre o cristal
de ATR. (C) Fixação da amostra com dispositivo do equipamento48
Figura 14 - Espectros do compósito nos estados polimerizado (rosa) e não-polimerizado
(azul)

SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS

- BHT Hidroxitolueno butilado
- Bis-GMA 2,2-bis [4-(2 hidróxi-3-metilacriloxipropoxi)fenil]-propano)

cm - centímetro

CRF - compósito reforçado por fibra

DMAEMA - metacrilato de dimetilaminoetil

F- fotopolimerização convencional

F+M - fotopolimerização convencional + pós-polimerização em microondas

F+A - fotopolimerização convencional + pós-polimerização em autoclave

AQ+F - pré-aquecimento + fotopolimerização convencional

AQ+F+M – pré-aquecimento + fotopolimerização convencional + pós-polimerização em microondas

AQ+F+A – pré-aquecimento + fotopolimerização convencional + pós-polimerização em autoclave

FTIR - Espectroscopia de Infravermelho por Transformação de Fourrier

 J/cm^2 - joule por centímetro quadrado

KHN - número de microdureza knoop

LED - diodo emissor de luz

MEV - microscopia eletrônica de varredura

Min - minuto

MK - microdureza knoop

Mm – milímetro

MPa - Mega Pascal

mW/cm² - miliwatt por centímetro quadrado

 ${\bf N}$ - Newton

- **PMMA** polimetilmetacrilato
- PVC policloreto de vinila
- RF resistência flexural
- **s** segundo
- RTD resistência à tração diametral
- TEGDMA dimetacrilato de trietilenoglicol
- μm micrômetro
- **nm -** nanômetro
- °C graus celsius
- Ø diâmetro

RESUMO

O aquecimento prévio à polimerização e a pós-polimerização podem melhorar propriedades mecânicas em compósitos, embora inexistam estudos em compósitos reforçados com fibra. O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do pré-aquecimento e da pós-polimerização em autoclave e microondas na resistência flexural (RF), resistência à tração diametral (RTD), microdureza knoop (KHN) e grau de conversão (GC) de um compósito experimental reforçado por fibra de vidro. O material experimental foi confeccionado com 30% de fibras de vidro (3 mm), 22,5% de matriz resinosa (40/60 Bis-GMA/TEGDMA) e 47,5% de partículas de silicato de bário. Seis grupos experimentais foram criados pela interação entre os fatores em estudo: aquecimento, em dois níveis (controle sem aquecimento e aquecimento a 60°C) e pós-polimerização, em 3 níveis (fotopolimerização convencional sem pós-polimerização, autoclave (120°C por 15 minutos) e microondas (540 W por 5 minutos). Os grupos foram: F fotopolimerização à 1500 mW/cm² por 40 segundos; F+M - fotopolimerização e póspolimerização em microondas; F+A - fotopolimerização e pós-polimerização em autoclave; AQ+F - aquecimento do compósito previamente à fotopolimerização; AQ+F+M aquecimento previamente à fotopolimerização e pós-polimerização em microondas; AQ+F+A - aquecimento previamente à fotopolimerização e pós-polimerização e autoclave. O aquecimento foi realizado em estufa digital por 5 minutos a 60ºC. Dez amostras de RF nas dimensões de 25 x 2 x 2 mm e de RTD nas dimensões de 3 x 6 mm foram testadas em máquina de ensaio universal Instron 5965, a 0,5mm/min. O teste de KHN foi realizado em amostras de 3 x 6 mm com carga de 50 g por 30 s, totalizando 50 endentações por grupo. O GC foi obtido através de Espectroscopia de Infravermelho por Transformação de Fourrier (FTIR) em 5 amostras. Os dados foram analisados por um modelo linear geral fatorial 2x3 e testes de ANOVA e Tukey (α=0,05). A análise fatorial mostrou interação significativa entre os fatores apenas para RTD (p=0,0001); o fator pré-aquecimento foi significante para RF (p=0,0001), RTD (p=0,020) e KHN (p=0,0001); o fator pós-polimerização foi significante para KHN (p=0,0001). Os testes de ANOVA e Tukey mostraram diferença estatística entre os grupos para RTD (p = 0,001: AQ+F \ge AQ+F+M = F+A = AQ+F+A = F+M \ge F), RF (p = 0,016: AQ+F+M \geq AQ+F+A = AQ+F = AQ+A \geq F+M \geq F) e KHN (p = 0,0001: AQ+F+M \geq $AQ+F+A = F+A = F+M \ge AQ+F \ge F$). Os resultados de GC não apresentaram diferença estatisticamente significante. Através do coeficiente de correlação de Pearson foi possível observar correlação positiva significante entre o GC e RTD (r = 0.473, p = 0.008) e entre RTD e RF (r = 0,263, p = 0,042). O pré-aquecimento e a pós-polimerização mostraram-se favoráveis para promover melhores propriedades mecânicas do compósito reforçado por fibra estudado, sendo específicos para cada propriedade analisada.

Palavras-chave: Compósito reforçado por fibra. Grau de conversão. Temperatura de polimerização. Pós-polimerização. Propriedades mecânicas

ABSTRACT

EFFECT OF PRE-HEATING AND POST-CURING ON MECHANICAL PROPERTIES AND DEGREE OF CONVERSION OF AN EXPERIMENTAL FIBER-REINFORCED COMPOSITE.

The pre-heating and post-curing can improve the mechanical properties of composites, even though there be no studies of fiber reinforced composites. The aim of this study was to evaluate the effect of pre-heating and post-curing autoclave and microwave in flexural strength (FS), diametral tensile strength (DTS), knoop microhardness (KHN) and degree of conversion (DC) of a experimental fiber-reinfoced composite. The experimental material was prepared with 30% glass fibers (3 mm), 22.5% of the resin matrix (40/60 Bis-GMA / TEGDMA) and 47.5% barium silicate particles. Six experimental groups were created by the interaction between the factors under study: heating, on two levels (without heating and heating at 60°C) and post-curing in 3 levels (conventional curing without post-curing, autoclave (120°C for 15 minutes) and microwaves (540 W for 5 minutes) The groups were: F - curing at 1500 mW/cm² for 40 seconds; F + M - curing and post-polymerization in microwave; F + A - curing and post-curing in an autoclave, AQ + F - the composite heating prior to curing, AO + F + M - heating prior to curing and post-curing in microwave:. AO + F+ A - heating prior to curing and post-curing and autoclave heating was conducted digital oven for 5 minutes at 60°C. Ten samples of the RF dimensions 25 x 2 x 2 mm and DTS in dimensions of 3 x 6 mm were tested in a universal testing machine Instron 5965, 0.5 mm/min. the KHN test was performed on samples of 3 x 6 mm with a load of 50 g for 30 sec, totaling 50 indentations per group. GC was obtained by Spectroscopy Fourier Transform Infrared (FTIR) on 5 samples. Data were analyzed by a factorial 2x3 and general linear model ANOVA and Tukey tests ($\alpha = 0.05$). Factor analysis showed significant interaction between the factors just for RTD (p = 0.0001); preheating was significant factor for RF (p = 0.0001), RTD (p = 0.020) and KHN (p = 0.0001); post-curing factor for KHN was significant (p =0.0001). ANOVA and Tukey tests showed statistically significant differences between groups for DTS (p = 0.001: AQ + F \ge AQ + F + M = F + A = AQ + F + A = F + M \ge F), FS (p = 0.016: $AQ + F + M \ge AQ + F + A + F = AQ = AQ + A + M \ge F \ge F$) and KHN (p = 0.0001: $AQ + F + M \ge AQ + A + F = F = F + A + M \ge F \ge M + AQ$). GC results showed no statistically significant difference. Through the Pearson correlation coefficient was observed significant positive correlation between the GC and RTD (r = 0.473, p = 0.008) and between DTS and FS (r = 0.263, p = 0.042). The pre-heating and post-polymerization were shown to

be favorable to promote better mechanical properties of fiber reinforced composite by studied, specific for each property being analyzed.

Key-words: Fiber-reinforced composites. Degree of conversion. Curing temperature. Postcuring. Mechanical properties.

1 INTRODUÇÃO	17
2 REVISÃO DE LITERATURA	
2.1 COMPÓSITOS REFORÇADOS POR FIBRA	20
2.1.1 Quantidade de fibras dispostas na matriz resinosa	20
2.1.2 Localização e posição das fibras na matriz resinosa	22
2.1.3 Comprimento das fibras	22
2.1.4 Adesão das fibras à matriz resinosa	
2.1.5 Métodos de polimerização dos compósitos reforçados por fibra	24
2.1.6 Compósitos reforçados por fibra para confecção de retentores intrarrad	liculares.25
2.2 FOTOPOLIMERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS RESINOSOS	
2.3 AQUECIMENTO DE COMPÓSITOS PREVIAMENTE À FOTOPOLIMERI	ZAÇÃO.29
2.4 PÓS-POLIMERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS	32
3 OBJETIVOS	36
3.1 OBJETIVO GERAL	
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	36
4 MATERIAL E MÉTODOS	
4.1 GRUPOS EXPERIMENTAIS	
4.2 OBTENÇÃO DO COMPÓSITO EXPERIMENTAL	40
4.3 CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS	42
4.3.1 Confecção das amostras de resistência à tração diametral	
4.3.2 Confecção das amostras de resistência flexural	
4.3.3 Confecção das amostras de microdureza knoop	
4.4 TESTES MECÂNICOS	44
4.4.1 Teste de resistência à tração diametral	44
4.4.2 Teste de resistência flexural	45
4.4.3 Teste de microdureza knoop	46
4.5 ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO	47
4.6 ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETÔNICA DE VARREDURA	50
4.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS	50
5 ARTIGO	51
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	
REFERÊNCIAS	

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO

Dentes tratados endodonticamente são mais susceptíveis à falhas biomecânicas em relação a dentes vitais, e sua reabilitação têm sido alvo de pesquisas durante anos (1, 2). Na maioria das situações clínicas, a grande perda de estrutura dental implica na necessidade de se utilizar um meio de retenção intrarradicular para possibilitar a restauração protética (3). A principal indicação dos pinos intrarradiculares é proporcionar retenção ao material restaurador que será utilizado (4).

Os pinos de fibra de vidro pré-fabricados têm sido o material de escolha para a restauração de dentes tratados endodonticamente, devido à sua estética, à capacidade adesiva, às boas propriedades mecânicas e por apresentar módulo de elasticidade semelhante à estrutura dental (5, 6), o que favorece a distribuição de tensões na raiz (7). Entretanto, em casos de grande perda de estrutura radicular os pinos pré-fabricados podem não preencher todo o diâmetro do canal radicular, o que pode gerar uma linha de cimentação muito espessa e uma adesão ineficiente (8). O diâmetro limitados dos pinos pode ainda resultar em menor resistência mecânica e maior deformação, com chances de fratura do mesmo (9). Além disso, estes pinos são compostos basicamente de fibras de vidro unidirecionais dispostas em uma matriz de resina epóxi, que é altamente reticulada quando polimerizada, o que promove uma dificuldade de adesão entre o pino e a estrutura dentinária, cimento resinoso e material de preenchimento (10, 11).

Diante das limitações relacionadas aos pinos de fibra de vidro, alguns estudos buscam desenvolver novos materiais para a confecção de pinos intrarradiculares. Em 2007, Garoushi, Vallittu e Lassila (12) analisaram as propriedades mecânicas de um material experimental reforçado por 22,5% (em peso) de fibras de vidro picotadas (3mm), em 22,5% matriz de metacrilato fotopolimerizável (Bis-GMA, TEGDMA e polimetilmetacrilato) e 55% de partículas inorgânicas de sílica silanizadas. Os autores observaram melhora significativa nas propriedades mecânicas do compósito em comparação à uma resina composta comercial. Já em 2009, os mesmos autores (13) avaliaram este material para construção de pinos intrarradiculares personalizados, alcançando um aumento significativo de resistência à fratura em comparação com pinos de fibra de vidro convencionais. Em, 2011 Bijelic et al. (14) mostraram que este compósito contribui significativamente para o reforço da estrutura dental remanescente em dentes tratados endodonticamente. A matriz resinosa de metacrilato apresenta boa reatividade com o cimento resinoso e a estrutura dentária (11), além disso as

fibras tem a capacidade de promover reforço aos polímeros odontológicos, consequentemente o uso deste material para a confecção de pinos intrarradiculares individualizados e justapostos às paredes do canal favorece a redução de fraturas catastróficas em dentes tratados endodonticamente (13, 14).

As fibras de vidro têm sido pesquisadas há anos, demonstrando boa qualidade estética e eficiência de reforço em comparação a outros tipos de fibra disponíveis (15, 16). Entretanto, sua eficácia de reforço é dependente de algumas variáveis, dentre elas comprimento (16, 17), arquitetura (18, 19), quantidade de fibras (16, 17, 20), localização e posição das fibras (21, 22) e adesão com a matriz resinosa (21, 23). Fibras curtas aleatoriamente dispostas na matriz resinosa promovem um reforço isotrópico multidirecional, de forma que o material se comporte da mesma forma independente do local em que é aplicada à força (16).

Em 2011, Bitencourt (24) realizou a inclusão de 30% de fibras de vidro curtas (3 mm) aleatoriamente dispostas em 70% de resina à base de Bis-GMA e TEGDMA. O material foi inserido diretamente dentro do canal radicular preparado, de maneira incremental. Os resultados mostraram valores de resistência à fratura superiores aos relatados por Garoushi, Vallittu e Lassila (13), entretanto, este material apresentou resistência à fratura inferior aos pinos de fibra de vidro pré-fabricados e apresentou-se fluido ao ser comprimido mesmo após sua interação com as fibras de vidro, o que demonstrou a necessidade de inclusão de partículas de carga de modo a ampliar a viscosidade. Buscando melhorias em relação ao material, Favarão (25) em 2013 utilizou um material contendo 30% de fibras de vidro curtas, 22,5% de matriz resinosa e 47,5% de partículas de carga e obteve resistência à fratura superior ao estudo de Bitencourt, entretanto o pino de fibra de vidro pré-fabricado obteve maior valor de resistência à fratura. No mesmo ano, Kasuya (26) avaliou o comportamento biomecânico e à resistência à fratura de incisivos bovinos restaurados com compósito experimental obtido pela mistura de 30% de fibras de vidro, 22,5% de matriz resinosa e 47,5% de partículas de carga. Os resultados de resistência à fratura obtidos pelos incisivos reabilitados com pinos confeccionados com o compósito experimental foram inferiores aos restaurados com pino de fibra de vidro pré-fabricados, entretanto a distribuição de tensões foi mais favorável nos dentes restaurados com o compósito experimental, mostrando as vantagens do uso deste material. Apesar de apresentar resultados promissores, o material ainda necessitava de melhorias em seu desempenho.

A polimerização adequada dos compósitos é um fator importante para assegurar um bom desempenho clínico (27). A sub-polimerização pode desencadear propriedades físicas e mecânicas inferiores (28), alta solubilidade no meio oral devido à presença de monômeros não reagidos, suscetibilidade à abrasão (29) e instabilidade da cor (30). Foi demonstrado que o aquecimento prévio da resina composta anteriormente à fotopolimerização promove melhor adapatação marginal em restaurações diretas devido ao aumento da fluidez do material (31, 32). Além disso, o aquecimento pode aumentar a mobilidade dos radicais livres (33), e consequentemente as propriedades físicas e mecânicas através do alcance de um alto grau de conversão monomérica (33-35). Estudos mostraram (33, 35) que o pré-aquecimento em temperaturas de 54 a 60°C promoveu melhora no grau de conversão e microdureza no topo e na base de superfícies de resinas compostas.

Com a intenção de promover maior conversão dos monômeros em cadeias de polímeros é realizada a polimerização adicional ou pós-polimerização em resinas compostas (37). A adição de calor, pressão, ou radiação após a polimerização inicial promove melhores propriedades de resistência à tração diametral, compressão e flexão de compósitos resinosos utilizados de forma direta (38-40). A maior parte da reação de polimerização ocorre nos primeiros minutos da irradiação de luz, o que causa diminuição na mobilidade interna dos monômeros devido à formação da rede polimérica, entretanto uma parte da reação pode ocorrer após a conversão inicial já que existem radicais livres remanescentes (41). Estudos mostraram que métodos de pós-polimerização podem promover melhora nas propriedades mecânicas (40, 42) e no grau de conversão (43) em resinas compostas convencionais.

Foi demonstrado que o aquecimento previamente à polimerização e o uso de métodos de pós-polimerização promovem melhores propriedades mecânicas e grau de conversão em resinas compostas convencionais (33, 34, 42, 43). Baseado nisto cria-se a necessidade de avaliar este efeito em compósitos reforçados por fibra. Espera-se que o aquecimento prévio à polimerização favoreça à manipulação do material experiemental e à adesão das fibras de vidro à matriz resinosa. Além disso, com o uso do pré-aquecimento associado à pós-polimerização é esperado que o compósito experimental apresente maior grau de conversão e melhores propriedades mecânicas ampliando suas possibilidades de uso para a confecção de pinos intrarradiculares.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 COMPÓSITOS REFORÇADOS POR FIBRA

Devido às deficiências dos pinos de fibra de vidro disponíveis no mercado, alguns estudos tem buscado confeccionar pinos intrarradiculares individualizados com fibras de vidro aleatoriamente dispostas em uma matriz resinosa à base de metacrilato e partículas de carga (13, 14, 26). Nos últimos 30 anos, diversos estudos têm sido realizados para o reforço dos polímeros odontológicos com vários tipos de fibras (15, 44) e estes compósitos tem sido utilizadas não só para a confecção de pinos mas para o reforço de próteses totais e coroas livres de metal de um a três elementos (19, 45, 46). Existem diversos tipos de fibra disponíveis para este fim, tais como, fibras de vidro, polietileno de alto peso molecular, kevlar, carbono, cerâmica, aramida ou ainda a associação destes materiais (47, 48). As fibras de vidro têm maior destaque na odontologia principalmente devido às suas qualidades estéticas, alta resistência à tração e boa adesão à uma matriz resinosa quando silanizadas (49).

Baseado nestes conhecimentos, alguns estudos tem buscado estudar o comportamento das fibras de vidro em matriz resinosa de metacrilato modificando a localização, posição, diâmetro, comprimento e quantidade de fibras, além de métodos de polimerização de forma a melhorar as propriedades mecânicas do material para que este seja utilizado para a confecção de pinos intrarradiculares.

2.1.1 Quantidade de fibras dispostas na matriz resinosa

A quantidade de fibra disposta na matriz resinosa influencia diretamente na eficácia do reforço dos compósitos reforçados por fibra (CRF) (16, 20). Foi demonstrado que aumentando a quantidade de fibra à resistência flexural aumenta linearmente de acordo com a lei de misturas (50). Entretanto, uma quantidade elevada de fibras resulta em um aglomerado de fibras que não são completamente envolvidas pela matriz resinosa formando espaços na amostra polimerizada e consequentemente provocando aumento da sorção de água (51).

Em 2006, Garoushi, Lassilla e Vallittu (16) estudaram o efeito da quantidade de fibras (em volume) na resistência flexural e resistência à compressão de um compósito reforçado por fibra. O compósito foi confeccionado com fibras de vidro de 5 mm e matriz resinosa (40% de Bis-GMA e 60% TEGDMA). O estudo contou com um grupo controle sem fibras e os outros grupos apresentaram porcentagem em volume de fibras de 8, 5, 10, 14,7 e

22%. O grupo com 22% de fibras em volume apresentou os maiores resultados de resistência flexural, módulo flexural e resistência à compressão. Os autores concluíram que aumentando a quantidade de fibra melhores propriedades mecânicas dos CRF podem ser obtidas.

Callaghan, Vaziri e Nayeb-Hashemi (17), em 2006, verificaram o efeito da quantidade de fibras em volume nas propriedades de desgaste de CRF. O compósito foi obtido através da mistura de matriz resinosa (75% Bis-GMA/ 25% TEGDMA) e fibras de vidro curtas de 1,5 e 3 mm. Os conteúdos de fibra em volume foram 2, 5,1, 5,7 e 7,6%. O grupo com 5,7% de fibras de 3 mm apresentou os melhores resultados de resistência ao desgaste. Os autores associaram os menores valores do grupo com 7,6% devido a grande quantidade de fibras, o que dificultou a adesão entre as fibras e a matriz. Os autores concluíram que a quantidade ideal de fibras para promover melhora nas propriedades de desgaste é entre 2 e 5,7% e que a relação entre a resistência ao desgaste e a quantidade de fibras.

Em 2007, Garoushi, Vallittu e Lassila (12) realizaram um estudo para avaliar as propriedades mecânicas de um compósito experimental preparado pela mistura de 22,5% em peso de fibras de vidro de 3 mm aleatoriamente dispostas na matriz, 22,5% de matriz resinosa à base de Bis-GMA e TEGDMA e 55% de partículas de sílica. A resistência flexural alcançada pelo compósito foi de 210 MPa.

Em 2011, Abdulmajeed et al. (52) avaliaram o efeito do aumento da quantidade de fibras em volume nas propriedades mecânicas de um compósito reforçado por fibras composto por fibras unidirecionalmente dispostas na matriz. O compósito foi criado com matriz resinosa à base de metacrilato (50% Bis-GMA/ 50% TEGDMA) e a quantidade de fibras variou de 51,7% a 61,7% em volume, sendo que no grupo com 53,6% de fibras foi acrescentado 5% de partículas de carga e no grupo com 57,4% foi acrescentado 10% de partículas de carga. Os resultados mostraram que do grupo com 51,7% de fibras para o grupo com 61,7% o módulo de elasticidade aumentou em 27%, a tenacidade aumentou em 34% e a resistência flexural em 8%. Os autores concluíram que maiores quantidades de fibra podem aumentar algumas propriedades mecânicas dos compósitos reforçados por fibra.

Em 2015, Fonseca et al. (20) realizaram um estudo com o objetivo de verificar a influência da quantidade de fibra (em peso) na resistência flexural e resistência à tração diametral de um compósito experimental. O compósito foi confeccionado com fibras de vidro curtas, partículas de silicato de bário e matriz resinosa à base de Bis-GMA e TEGDMA. O grupo controle foi confeccionado com 22,5% de fibra, 22,5% de matriz resinosa e 55% de partículas de carga e nos demais foi aumentada a quantidade de fibra em até 30% e diminuída

a quantidade de partículas de carga em até 47,5%. O grupo com 30% de fibra apresentou resistência flexural de 259 MPa, sendo superior estatisticamente a todos os outros grupos.

2.1.2 Posição e orientação das fibras na matriz resinosa

A orientação das fibras influencia nas propriedades mecânicas e térmicas dos compósitos reforçados por fibra (19, 53). As fibras podem ser dispostas de forma unidirecional ou multidirecional na matriz resinosa. As fibras dispostas de forma contínua e unidirecional apresentam um comportamento anisotrópico, logo apresentam diferentes propriedades conforme a direção em que é aplicada a força. Nestes casos quando uma força é aplicada paralelamente ao longo eixo das fibras a capacidade de resistência é menor do que quando a força é aplicada perpendicularmente às fibras. Por outro lado, fibras dispostas de forma multidirecional na matriz apresentam um reforço isotrópico, promovendo a mesma eficiência de reforço em qualquer direção em que a força for aplicada (16, 19). Foi reportado que materiais resinosos reforçados com fibras de vidro curtas aleatoriamente dispostas na matriz promovem um reforço isotrópico direcional e adequados valores de resistência (54).

Em 2004, Dyer et al. (19) verificaram o efeito da posição e orientação das fibras na resistência flexural de CRFs. Compósitos particulados indiretos foram reforçados com fibras em diferentes orientações e posições e após os testes os autores verificaram que a localização e posição das fibras influenciam no reforço do compósito. Os valores mais baixos foram encontrados para a disposição diagonal das fibras e os maiores na disposição das fibras em uma única direção nos lados de tensão e compressão da amostra de resistência flexural.

Em 2006, Tezvergil, Lassila e Vallittu (55) avaliaram a influência da orientação das fibras na contração de polimerização de um CRF. As fibras foram dispostas de forma contínua e unidirecional, multidirecional e bidirecional. Duas resinas compostas convencionais e uma resina sem carga também foram testadas. Os autores concluíram que as fibras dispostas aleatoriamente na matriz apresentaram menor contração de polimerização.

2.1.3 Comprimento das fibras

Para que as fibras atuem como um reforço efetivo para os polímeros as tensões devem ser transferidas da matriz resinosa para as fibras, para isso as fibras devem ter comprimento igual ou maior que o comprimento crítico de fibra (12, 13. Para resinas à base de metacrilato este comprimento varia de 0,5 a 1,6 mm (56).

Em 2005, Petersen (57) realizou um estudo para verificar a capacidade de fibras de 3 mm de comprimento aumentarem as propriedades mecânicas de resinas compostas convencionais. Fibras com 3 mm de comprimento e 9 µm de diâmetro tratadas com agente de união silano foram adicionadas à uma matriz resinosa à base de metacrilato com 50% de Bis-GMA, 50% de TEGDMA e 66,8% de partículas de carga. Este compósito foi adicionado nas resinas Z-100 (3M ESPE) e Herculite XRV (Kerr) na quantidade de 35% em peso. Foram confeccionadas amostras de resistência flexural das resinas com e sem a adição de fibras de vidro. Os resultados mostraram que os grupos reforçados por fibras foram estatisticamente superiores e demonstraram resistência flexural até 200 MPa acima dos grupos sem fibras. Os autores concluíram que o uso de fibras acima do comprimento crítico produz melhora significativa no reforço de resinas à base de metacrilato.

Em 2006, Garoushi, Lassila e Vallittu (16) avaliaram o efeito do comprimento das fibras nas propriedades mecânicas de um compósito reforçado por fibra. O comprimento das fibras variou entre 1 e 6 mm. O compósito foi confeccionado com uma matriz resinosa a base de Bis-GMA, TEGDMA e PMMA com 15% de fibras em volume silanizadas. Foram confeccionadas amostras para teste de resistência flexural e resistência à compressão. Os resultados mostraram que o comprimento de 5 mm obteve os melhores resultados de resistência flexural e resistência à compressão sendo estatisticamente superior aos outros grupos. Os grupos de 2, 3 e 4 mm foram semelhantes estatisticamente. Os menores resultados foram obtidos pelo grupo de 6 mm.

2.1.4 Adesão das fibras à matriz resinosa

A adesão entre as fibras de vidro e a matriz resinosa é um fator importante para que o reforço dos compósitos com fibra seja eficaz fibra (58). Uma boa adesão entre fibras e matriz resinosa pode ser obtida através do processo de silanização das fibras já que quando silanizadas estas apresentam alta energia de superfície (59). Foi reportado que uma ponte de siloxano é formada pela reação de condensação entre o grupo silanol e uma molécula inorgânica das fibras resultando em um aumento adicional da resistência à adesão e menor sorção de água (49, 60).

Em 2002, Ellakwa et al. (23) realizaram um estudo para verificar a influência do tipo de fibra e agente de união na resistência e módulo flexural de um compósito indireto reforçado por fibra. Foram utilizadas fibras de polietileno de alto peso molecular, kevlar e fibras de vidro para reforçar o compósito indireto Artglass e um grupo controle sem reforço

com fibra foi confeccionado. Foram adicionadas às fibras um agente de união contendo silano e um sem silano. O grupo confeccionado com fibra de vidro e agente de união contendo silano apresentou os maiores valores de resistência flexural (383 MPa) sendo superior estatisticamente a todos os outros grupos. Os autores concluíram que a escolha correta do tipo de fibra e do agente de união tem influência nas propriedades flexurais de compósitos reforçados por fibra, e que o uso de fibras de vidro com um agente de união contendo silano aumentou a resistência flexural 364% em relação ao compósito sem reforço com fibra.

Em 2014, Fonseca et al. (61) avaliaram a influência do tratamento térmico do silano e do tipo de fibra de vidro (industrializada ou pura) na resistência flexural e resistência compressiva de barras de resina de metacrilato à base de 50% de Bis-GMA e 50% de TEGDMA reforçadas por fibras de vidro com 3 mm de comprimento. Seis grupos experimentais foram criados, com fibra silanizada ou pura, nos quais um com adição de silano com tratamento térmico, um com adição de silano sem tratamento térmico e um sem silano. Os grupos em que o silano passou por tratamento térmico apresentaram os maiores resultados de resistência flexural e compressiva tanto com fibras puras ou industrializadas. Os autores concluíram que o tratamento térmico do silano promoveu aumento significante da resistência flexural e compressiva de metacrilato reforçada com fibras de vidro curtas.

2.1.5 Métodos de polimerização dos compósitos reforçados por fibra

O processo de polimerização tem influência na dureza e nas propriedades flexurais de um compósito resinoso (62, 63). Tendo em vista à composição resinosa dos compósitos reforçados por fibra, o método de polimerização pode influenciar suas propriedades mecânicas. Apesar disso, poucos trabalhos reportaram a influência do método de polimerização na resistência dos CRF.

Em 2000, Behr et al. (64) verificou o efeito do uso do vácuo/pressão no processo de confecção de CRF em suas propriedades flexurais. Dois sistemas utilizados para formar estruturas reforçadas por fibras para próteses parciais fixas foram utilizados. O sistema Vectris (Ivoclar) que é baseado em uma adaptação com vácuo e pressão das fibras em um molde, e o sistema FiberKor (Jeneric/ Pentron) que utiliza uma adaptação manual. Após o teste de resistência flexural os resultados mostraram que o sistema Vectris apresentou maior resistência em relação ao sistema FiberKor. Os autores concluíram que o sistema de polimerização com vácuo e pressão não necessariamente melhora as propriedades mecânicas dos CRF, porém permite uma maior incorporação de fibra , tendo em vista que o sistema

Vectris possui 28,1% de fibras em volume, e o sistema FiberKor possui 12,8%. A quantidade de fibras pode ter favorecido os melhores resultados do sistema Vectris.

Lassila e Vallittu (21) em 2004 verificaram o efeito da condição de polimerização nas propriedades flexurais e grau de conversão de um compósito reforçado por fibra. O ativador não particulado da resina indireta Sinfony foi utilizado para impregnar as fibras de vidro e partículas de polimetilmetacrilato (PMMA). Posteriormente este material foi incorporado à resina particulada Sinfony. Um grupo controle foi confeccionado apenas com a resina particulada do sistema Sinfony, sem o acréscimo de fibras. Três grupos foram polimerizados incialmente com o sistema Visio Alfa (3M ESPE) por 10 segundos, e posteriormente foi realizada a polimerização final no sistema Visio Beta Vario (luz e vácuo) por 15 minutos. Os outros três grupos foram polimerizados incialmente com o sistema Elipar Highlight (ESPE) por 10 segundos, e posteriormente foi realizada a polimerização final no sistema LicuLite (Dentsply) por 15 minutos. Os resultados mostraram que o processo de polimerização com o sistema LicuLite promoveu maiores valores de resistência flexural e grau de conversão, provavelmente devido a maior temperatura (85°C) alcançada durante a polimerização em relação ao sistema Visio Beta Vario (60°C), além de possuir maior intensidade de luz. Os autores concluíram que a polimerização em maiores temperaturas aumenta o grau de conversão e resistência flexural do compósito.

Uctasli et al. (65) em 2005, realizaram um estudo com o objetivo de verificar o grau de conversão de um compósito resinoso à base de metacrilato reforçado por fibras contínuas unidirecionais submetido à fotopolimerização com lâmpada halógena com intensidade de 700 mW/cm² e 980 mW/cm² por 20 e 40 segundos, lâmpada de LED com intensidade de 920 mW/cm² por 20 e 40 segundos, e lâmpada de arco de plasma com intensidade de 2000 mW/cm² por 3 e 6 segundos. Foram utilizadas como controle uma resina composta particulada e uma resina não particulada. Os resultados de grau de conversão dos grupos estudados mostraram-se estatisticamente semelhantes. A resina não particulada apresentou os maiores valores de grau de conversão, e as resinas compostas particuladas, os menores. Em relação à unidade fotopolimerizadora, o arco de plasma resultou em menor grau de conversão em relação as outras duas fontes de luz.

2.1.6 Compósitos reforçados por fibra para confecção de retentores intrarradiculares

Garoushi, Vallittu e Lassila (13) em 2009, verificaram a resistência à fratura de incisivos extensamente destruídos com 2 mm de férula restaurados com pinos de fibra pré-

fabricados e com pinos confeccionados com um material composto por 22,5% de fibra de vidro curta aleatoriamente disposta em 22,5% de matriz resinosa à base de Bis-GMA, TEGDMA e PMMA e 47,5% de partículas de carga. O grupo A consistiu de um dente íntegro, o grupo B de um dente tratado endodonticamente restaurado com pino de fibra de vidro pré-fabricado e o grupo C teve o compósito experimental inserido no interior do canal incrementalmente até a confecção do núcleo. As coroas foram confeccionadas com resina composta convencional. Os resultados mostraram que os dentes restaurados com o material experimental (363 N) apresentaram maior resistência à fratura do que os dentes restaurados com pino de fibra de vidro pré-fabricado (211 N).

Bitencourt (24) em 2011 avaliou a resistência e padrão de fratura de incisivos bovinos extensamente destruídos restaurados com pinos de fibra pré-fabricados reembasados ou não com resina composta e com pinos anatômicos confeccionados com um material composto por 30% de fibra de vidro curta aleatoriamente disposta em 70% de matriz resinosa à base de Bis-GMA e TEGDMA. Os pinos de fibra pré-fabricados reembasados com resina composta alcançaram melhores valores de resistência à fratura (703 N). Todos os tipos de pinos causaram padrões de fratura não catastróficos. O compósito reforçado por fibra apresentou-se fluido devido a ausência de partículas de carga, o que pode justificar os menores valores de resistência à fratura (495,01 N) deste grupo.

Em 2011, Bijelic et al. (14) avaliaram a resistência à fratura de caninos restaurados com diferentes tipos de pinos de fibra. Cinco grupos experimentais foram criados: o primeiro, sem remanescente coronário (férula), o segundo, terceiro e quarto com 2 mm de férula e o quinto com fragilização de 2 mm. Todos os grupos foram restaurados com pinos confeccionados com compósito experimental com 22,5% de matriz resinosa à base de Bis-GMA e TEGDMA (50/50%), 22,5% de fibras de vidro com 3 mm de comprimento préimpregnadas com PMMA e 55% de partículas de carga. Para controle, todos os grupos também foram confeccionados sem a cimentação de pinos. Em todos os grupos a parte coronária foi construída com resina composta convencional, exceto o grupo 4, no qual foi confeccionada coroa com o compósito experimental. Não houveram diferenças significativas nas restaurações feitas com resinas compostas ou compósito reforçado por fibra, entretanto os dentes restaurados com pinos apresentaram maior resistência à fratura do que os dentes em que não foram cimentados pinos. A presença de férula aumentou a resistência à fratura significativamente.

Bijelic et al. (66) em 2013 avaliaram a resistência à fratura de incisivos tratados endodonticamente extensamente destruídos restaurados com pino, núcleo e coroa

confeccionados com diferentes materiais. O compósito experimental foi obtido através da mistura de 22,5 % de fibras de vidro curtas (3 mm), 22,5% de matriz resinosa à base de Bis-GMA e TEGDMA e 55% de partículas de sílica. Quarenta incisivos humanos tiveram os 2/3 incisais da coroa removidos e receberam tratamento endodôntico. Dois grupos não receberam pinos e receberam restaurações diretas de resina composta ou compósito experimental. Dois grupos receberam pino de fibra de vidro pré-fabricado e núcleo e coroa confeccionados com resina composta convencional ou compósito experimental. E no último grupo, pino, núcleo e coroa foram confeccionados com o compósito experimental. Os resultados mostraram que o uso do compósito reforçado por fibra para confecção do pino, núcleo e coroa promoveu melhor resistência à fratura do que apenas a restauração direta com resina composta. Quando foram utilizadas coroas confeccionadas com o compósito, não houve diferença entre os grupos restaurados com pino de fibra de vidro pré-fabricado e ou o pino confeccionado incrementalmente com o compósito.

Favarão (25) em 2013 realizou um estudo com o objetivo de caracterizar as propriedades mecânicas de um compósito experimental reforçado por fibra polimerizado de maneira convencional, e avaliar a resistência e padrão de fratura de incisivos bovinos restaurados com pinos confeccionados com o compósito experimental de maneira direta ou indireta e compará-las com pinos de fibra de vidro pré-fabricados. O compósito foi confeccionado com 22,5% de fibra de vidro curta (3 mm), 22,5 % de matriz resinosa à base de Bis-GMA e TEGDMA e 45,7% de partículas de silicato de bário. Foi avaliada a resistência flexural, resistência à tração diametral, microdureza knoop, módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson do compósito experimental. Os incisivos bovinos foram restaurados com pino de fibra de vidro pré-fabricado, pino confeccionado com compósito experimental inserido diretamente no canal, ou pino confeccionado com compósito experimental polimerizado de forma indireta. O compósito apresentou propriedades mecânicas adequadas para o uso como pino intrarradicular. Já na análise da resistência à fratura, quando o compósito foi utilizado como pino intrarradicular foi demonstrado que o método de confecção dos pinos apresenta influência significativa na resistência à fratura, sendo a confecção indireta o melhor método. Apesar de a técnica indireta ter proporcionado altos resultados de resistência, menores valores de resistência à fratura foram encontrados para pinos confeccionados com compósito experimental em relação à pinos de fibra de vidro préfabricados.

Kasuya (26) em 2013 avaliou a distribuição de tensões e resistência à fratura de pinos personalizados confeccionados com um compósito experimental obtido através da mistura de 22,5% de resina de metacrilato à base de Bis-GMA e TEGDMA, 30% de fibras de vidro curtas silanizadas (3 mm) e 47,5% de partículas de carga, comparados com pinos de fibra de vidro pré-fabricados reembasados ou não na restauração de incisivos bovinos. Quatro grupos experimentais foram criados: pino de fibra de vidro pré-fabricado, pino de fibra de vidro pré-fabricado reembasado com resina composta, pino de fibra de vidro pré-fabricado reembasado com compósito experimental e pino de fibra confeccionado com compósito experimental. O grupo de pinos confeccionados com compósito experimental apresentou distribuição de tensões mais homogêneas. O grupo de pinos pré-fabricados reembasados com o compósito apresentou os maiores valores de resistência à fratura, sendo semelhante estatisticamente ao grupo de pinos pré-fabricados. O grupo de pinos pré-fabricado reembasado com resina composta apresentou os menores valores de resistência à fratura.

2.2 FOTOPOLIMERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS RESINOSOS

A polimerização de uma resina composta ocorre pela conversão de monômeros em uma rede de polímeros a partir de um contato com energia luminosa. As resinas compostas atuais tem basicamente em sua composição monômeros de dimetacrilato (Bis-GMA e TEGDMA) que apresentam uma polimerização via radicais livres (67). A química da polimerização das resinas compostas fotoativadas se dá por meio da estimulação de um fotoiniciador presente em sua composição (68). A canforoquinona é o fotoinicador mais comumente utilizado e absorve energia luminosa num comprimento de onda de aproximadamente 470 nanômetros, no qual atinge seu estado de excitação e se combina com uma amina presente no meio, geralmente o metacrilato de dimetilaminoetil (DMAEMA), promovendo então a formação de radicais livres (69). Os radicais livres são capazes de reagir com as duplas ligações de carbono (C=C) presentes nos monômeros, tornando-as altamente reativas e iniciando a reação de polimerização (70, 71). Por meio desta reação, as cadeias poliméricas vão sendo gradativamente estruturadas em uma rede tridimensional formada por ligações intramoleculares que podem ser do tipo linear ou cruzada (67, 72).

O tempo de exposição, a intensidade ou densidade de energia de luz e o comprimento de onda são fatores que podem interferir na polimerização de resinas compostas (73-75). A potência de um aparelho de luz se define pela quantidade de fótons emitidos (mW/cm^2) (76). A energia de um fóton isolado está relacionada com a sua localização no

espectro eletromagnético que se refere ao comprimento de onda (77). O processo pelo qual ocorre a polimerização tem uma relação direta com a intensidade de luz, sendo que quanto maior a quantidade de fótons que atingem o fotoiniciador, maior a quantidade de radicais livres que iniciarão a reação (78).

A densidade de energia (E) é a quantidade total de energia que chega até a resina composta durante o procedimento de irradiação e pode ser definida pelo produto da potência (P) do aparelho fotoativador, em mW/cm², pelo tempo (T) de exposição, em segundos. Logo, $E = P \times T$, onde a densidade de energia é obtida em J/cm² (76). A densidade da energia exerce um papel fundamental sobre as características finais de uma resina composta, dentre elas o grau de conversão, a profundidade de polimerização, a contração de polimerização e as propriedades mecânicas (79-81).

Potências de luz maiores requerem menos tempo de exposição para atingir a mesma energia, formando polímeros com ligações cruzadas, o que resulta em maior resistência. Por outro lado, tempos de exposição maiores requerem menor potência de luz, para a mesma energia, com tendência a proporcionar maior grau de conversão das resinas e não necessariamente melhores propriedades mecânicas, devido às características do polímero formado. Entretanto, esta relação deve ser considerada parabólica e não diretamente proporcional, o que significa dizer que potência e tempo devem ser equilibrados de modo a proporcionar boa resistência e conversão, e os extremos tendem a piorar as propriedades (26).

2.3 AQUECIMENTO DE COMPÓSITOS PREVIAMENTE À FOTOPOLIMERIZAÇÃO

A temperatura de polimerização afeta o grau de conversão monomérica e as propriedades mecânicas dos compósitos (32, 82). O pré-aquecimento da resina composta diminui a viscosidade do material e consequentemente possibilita uma maior mobilidade dos radicais livres disponíveis (31, 34).

Daronch, Rueggerberg e de Goes (32), em 2005, investigaram o efeito da temperatura do compósito antes da polimerização e da duração da exposição de luz na conversão monomérica de uma resina composta (Esthet X, Dentsply). As temperaturas do compósito testadas foram: 3, 10, 20, 22 (controle), 25, 27, 30, 40, 54 e 60 °C. O compósito foi mantido por 30 segundos em um dispositivo na temperatura desejada. A fotopolimerização com luz halógena foi realizada nos tempos de 5, 10, 20 (controle) e 40 segundos. O grau de conversão foi obtido no topo e na base (2 mm de profundidade) da amostra. Os resultados mostraram que o pré-aquecimento da resina composta aumentou significativamente o grau de

conversão da resina composta. Os autores concluíram que a duração da exposição de luz pode ser reduzida em até 75% quando o compósito é pré-aquecido, já que resultou em uma conversão igual ou significativamente maior em relação ao grupo controle (22 °C por 20 segundos).

Em 2006, Daronch et al. (34) avaliaram a cinética de polimerização de compósitos pré-aquecidos. A cinética da polimerização foi obtida através de Espectroscopia de Infravermelho por Tranformação de Fourrier (FTIR). As amostras foram fotoativadas por 5, 10, 20 ou 40 segundos entre 3°C e 60°C. Os resultados indicaram que o pré-aquecimento da resina composta aumenta o grau de conversão, reduz o tempo de fotoativação e resulta em maior taxa de conversão, sem alterar o tempo em que a taxa máxima ocorre.

Wagner et al. (83) em 2008 avaliou o efeito do pré-aquecimento de resinas compostas na microinfiltração de restaurações. Foram realizadas restaurações Classe II utilizando resina composta pré-aquecida, resina composta não aquecida e resina flow não aquecida em terceiros molares nas superfícies mesial e distal. Após a secção mésio-distal dos dentes restaurados foi avaliada a presença de microinfiltração. O pré-aquecimento do compósito resultou em diminuição significativa da microinfiltração na margem cervical quando comparado com a resina flow e com o compósito não aquecido.

Em 2009, Lohbauer et al. (84) estudaram o efeito do pré-aquecimento da resina composta na conversão monomérica e na contração de polimerização. Amostras da resina composta Tetric EvoCeram (Ivoclar Vivadent) foram submetidas a análise de grau de conversão imediatamente e 24 horas após a polimerização no topo e na base da superfície por Espectroscopia de Infravermelhor por Transformada de Fourrier (FTIR). As temperaturas de pré-aquecimento do compósito foram: 10, 23, 39 e 68°C alcançadas através de refrigerador ou estufa. Os resultados não mostraram diferença significativamente estatística nos grupos em que o compósito foi pré-aquecido nas temperaturas de 23, 39 e 68°C. Os autores destacaram que o pré-aquecimento da resina composta pode ser favorável para diminuir a viscosidade do compósito e consequentemente melhorar a manipulação e adaptação marginal.

Em 2010, Fróes-Salgado et al. (85) avaliaram o efeito do pré-aquecimento e da densidade de energia na adaptação marginal, grau de conversão, resistência flexural e densidade de ligações cruzadas da resina composta Filtek Z-350 (3M ESPE). Para a análise da microinfiltração foram realizadas restaurações Classe V em incisivos bovinos. A temperatura do compósito foi ambiente (25°C) ou aquecidada à 68°C no dispositivo Calset (AdDent). O compósito foi fotopolimerizado por 20 ou 40 segundos com 600 mW/cm². Os resultados mostraram que o pré-aquecimento promoveu menor microinfiltração e melhor adaptação à

cavidade independente da densidade de energia. O grau de conversão, resistência flexural e densidade de ligações cruzadas não apresentaram diferença estatística entre as diferentes temperaturas.

Deb et al. (86), em 2011 realizaram um estudo com o objetivo de avaliar o préaquecimento de resinas compostas na fluidez, adapatação marginal, contração de polimerização, biocompatibilidade e resistência flexural. As amostras foram confeccionadas com diversas resinas compostas em temperatura ambiente de laboratório (21°C) ou préaqueciedas à 60°C no dispositivo Calset (AdDent). Os autores concluíram que o préaquecimento dos compósitos promoveu aumento da fluidez e no grau de conversão, a depender do compósito estudado. A contração de polimerização aumenta com o aumento do grau de conversão entretanto a resistência flexural não aumentou significativamente.

Dos Santos et al. (87) em 2011 avaliaram o efeito do pré-aqueciemento de resina compostas e das unidades fotopolimerizadoras na microinfiltração de restaurações classe II submetidas à termociclagem. Noventa cavidades foram preparadas nas superfícies proximais de incisivos bovinos. As potências das unidades fotopolimerizadoras foram: 420 mW/cm² (halógena), 1100 mW/cm² (LED), e 700 mW/cm² (LED). As temperaturas da resina composta previamente à fotopolimerização foram: 23°C, 54°C e 60°C. Os resultados mostraram que não houve diferença estatística entre as unidades fotopolimerizadoras na temperatura de 23 °C. O pré-aquecimento da resina composta não diminuiu significativamente a microinfiltração quando luzes de LED foram utilizadas, entretanto houve diminuição significativa quando a luz halógena foi utilizada.

Em 2011, Tantbirojn et al. (88) verificaram o efeito do pré-aqueciemento e do tempo de polimerização de duas resinas compostas na dureza e na contração pós-gel. As resinas compostas (Filtek Z-250, 3M ESPE e Filtek Supreme Plus, 3M ESPE) foram pré-aquecidas no dispositivo Calset (AdDent) na temperatura de 68°C e a fotopolimerização foi realizada por 5, 10, 20 e 40 segundos após pré-aquecimento ou em temperatura ambiente das resinas compostas. A dureza Vickers foi aferida no topo e na base (2 mm) da superfície da amostra. O pré-aquecimento da resina composta aumentou significativamente a dureza no topo da superfície das amostras de resina composta Filtek Supreme Plus em todos os tempos de fotopolimerização. Os autores concluíram que o pré-aquecimento pode aumentar a dureza de resinas compostas e não afeta a contração pré-gel. A redução do tempo de polimerização reduz significativamente a dureza no topo e na base das superfícies das amostras.

Osternak et al. (89), em 2013 avaliaram o efeito do pré-aquecimento e do préresfriamento na dureza e contração de polimerização de uma resina composta polimerizada
com luz halógena (800 mW/cm²) e luz de LED (1200 mW/cm²). A resina composta foi submetida às temperaturas de 4, 23 e 60°C anteriormente à polimerização. A média de dureza dos grupos foram semelhantes independente da temperatura. Para as temperatura de 4°C e 60°C o topo da superfície polimerizada com luz de LED aumentou redução significativa da contração quando comparado com a base das superfícies polimerizadas com luz halógena. Os autores concluíram que a dureza knoop não foi afetada pelo pré-resfriamento ou pré-aquecimento, porém afetam a contração.

Ayub et al. (90), em 2014 avaliaram o efeito do pré-aquecimento na microdureza e viscosidade de quatro resinas compostas. As amostras foram preparadas pela inserção das resinas compostas na temperatura ambiente do laboratório (24°C) ou após pré-aquecimento à 68°C no dispositivo Calset (AdDent). Os resultados mostraram que o pré-aquecimento das resinas compostas aumentou a microdureza e diminuiu a viscosidade das amostras. Os autores concluíram que o pré-aquecimento das resinas compostas favorece a adaptação do material na cavidade além de melhorar a conversão monomérica.

2.4 PÓS-POLIMERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS

A pós-polimerização ou polimerização adicional foi introduzida com a intenção de promover melhores propriedades mecânicas aos compósitos resinosos (37). O uso de calor, pressão e radiação como polimerização adicional tem a capacidade de aumentar as propriedades de tração diametral, compressão, resistência flexural e grau de conversão de compósitos (37, 38).

Na polimerização convencional de uma resina composta a simples ativação por luz, independente do tempo de aplicação e intensidade, resulta em uma polimerização incompleta. Isso ocorre pois durante a polimerização, a luz fornece energia necessária para a ativação dos monômeros, que se ligam formando uma rede polimérica tridimensional composta por ligações cruzadas. Em um determinado momento a energia fornecida pela luz não é mais suficiente para que novas moléculas sejam incorporadas à rede de polímeros, já que a mobilidade dos monômeros é limitada pelas ligações cruzadas resultando em duplas ligações e radicais livres remanescentes no material (91). Com o tratamento térmico adicional, o calor gerado aumenta a flexibilidade dos polímeros e a mobilidade dos monômeros residuais, permitindo sua difusão entre as cadeias poliméricas. Desta forma é permitido que ocorra um maior número de ligações cruzadas, e consequentemente maior grau de conversão e polimerização da resina (92). Wendt (93) em 1987, realizou um trabalho para verificar as mudanças nas propriedades mecânicas (resistência à tração diametral, resistência compressiva, módulo de elasticidade, resiliência e tenacidade) de três resinas compostas. Após a fotopolimerização com luz foi realizada a aplicação de calor em forno nas temperaturas de 60, 100, 125, 150, 175 e 200 °C por 10 minutos. O uso de polimerização adicional aumentou significativamente a resistência à tração diametral das resinas compostas testadas. O autor destacou que o uso de calor não torna o material mais friável.

Em um trabalho no mesmo ano, Wendt (94) verificou a influência do uso de calor como polimerização adicional no desgaste, dureza e estabilidade de cor de resinas compostas. O autor destacou que a polimerização adicional foi favorável para melhorar as propriedades estudadas. Além disso, o autor considerou a temperatura de 125 °C ideal para promover melhor resistência ao material, já que esta é semelhante a temperatura de transição vítrea das resinas compostas.

Em 1992, Ferracane (95) avaliou o grau de conversão, tenacidade à fratura, módulo de elasticidade e dureza de superfície de três resinas compostas utilizadas para a confecção de inlays. Após a fotopolimerização convencional algumas amostras foram submetidas à pós-polimerização em forno a 120°C por 10 minutos e à 120°C por 3 horas imediatamente e 7 dias após a fotopolimerização incial. Os resultados mostraram que o tratamento térmico promoveu melhora significativa no grau de conversão e nas propriedades mecânicas avaliadas das resinas compostas. O autor ressaltou ainda que o tratamento térmico por 10 minutos foi tão eficaz quanto o tratamento por 3 horas e que o tratamento após 7 dias foi semelhante a tratamento imediato.

As técnicas indiretas de inlay e onlay surgiram com o propósito de aumentar as propriedades físicas e a qualidade das restaurações de dentes posteriores. O aspecto mais importante dos compósitos que são utilizados indiretamente é a possibilidade do uso de luz laboratorial de alta intensidade e outros mecanismos de pós-polimerização como calor, pressão e luz laboratorial (96-98). Assmussem e Peutzfeldt (99) em 1990 investigaram o efeito da temperatura de pós-polimerização nas propriedades mecânicas de resinas compostas utilizadas para a técnica indireta. Os resultados mostraram que o aumento na temperatura de pós-polimerização promoveu aumento linear na resistência à tração diametral, sendo os melhores valores obtidos nas temperaturas entre 100 e 200°C.

Tendo em vista que as resinas compostas diretas apresentam composição semelhante às resinas compostas indiretas (92, 100) alguns autores propuseram a póspolimerização de resinas compostas diretas com o objetivo de que estas alcançassem propriedades iguais ou melhores do que resinas compostas indiretas. Em seu trabalho em 1996, Park e Lee (37) determinaram a diferença no grau de conversão em várias espessuras de diferentes resinas compostas diretas e uma resina composta indireta depois de polimerização adicional com luz e calor. Amostras de resina de 4 mm de espessura e 5 mm de diâmetro foram polimerizadas incialmente por 60 segundos a 400 mW/cm² e pós-polimerizadas em forno para onlay em diferentes tempos e temperaturas. Após a pós-polimerização as amostras foram cortadas formando 4 discos de 1 mm. Os resultados mostraram que quanto maior for a distância da fonte luminosa, menor será o grau de conversão, principalmente em espessuras maiores que 2 mm. Os autores destacaram que após polimerização adicional houve um aumento no grau de conversão em todas as resinas compostas, sendo que as resinas diretas apresentaram grau de conversão igual ou maior que a resina indireta.

Bagis e Rueggeberg (101) em 1997, estudaram o efeito da temperatura e uso do aquecimento na conversão monomérica da resisna composta Herculite (Kerr). As amostras foram preparadas em forma de cilindro (10 mm diâmetro x 1 mm altura) em moldes de alumínio, onde foram fotoativadas, com excessão ao grupo controle. As temperaturas variaram entre 50, 75, 100 e 125°C por tempos de polimerização de 30 s; 1 min; 3 min, 5 min e 7 min. Após a polimerização, as amostras permaneceram estocadas em local escuro durante uma semana e em seguida foram analisadas pelo método do FTIR. Os valores alcançados com temperaturas de 50 °C foram de 57,7% e com 125°C foram de 69,9%. O aumento da temperatura por 3 e 7 min foi maior que 30 s e 1 minuto. Os autores concluíram que o aumento de temperatura foi significativo para aumentar o grau de conversão.

Em 2000, Peuzfeldt e Asmussen (102) avaliaram o grau de conversão, resistência flexural e resistência à tração diametral das resinas compostas Z-100 e Charisma após polimerização convencional e pós-polimerização com calor através de diferentes aparelhos, tempos e temperaturas. Os métodos de pós-polimerização foram mais eficientes para melhorar as propriedades mecânicas e grau de conversão da resina Charisma em relação a resina Z-100, possivelmente devido às diferentes proporções de Bis-GMA e TEGDMA, mas promoveu melhora nas duas resinas compostas. Os autores ressaltaram que o melhor método de pós-polimerização foi a 110°C de 10 a 60 minutos.

Soares et al. (39) em 2005, compararam a microdureza knoop e a resistência a tração diametral de duas resinas compostas de uso direto submetidas a fotopolimerização convencional e diferentes métodos de pós-polimerização comparando-as com uma resina de uso indireto submetida a fotopolimerização laboratorial. As resinas de uso direto receberam a fotopolimerização convencional por 40 segundos e posteriormente foram pós-polimerizadas

em fonte de luz laboratorial multifocal por 7 minutos, em microondas a 500 W por 5 minutos, autoclave a 100°C por 15 minutos ou estufa a 100°C por 15 minutos. A resina de uso indireto foi fotopolimerizada com luz laboratorial. Os resultados mostraram que as resinas compostas diretas após os métodos de pós-polimerização apresentaram maiores valores de resistência à tração diametral e microdureza knoop em relação à resina indireta. Os autores concluíram que os métodos de pós-polimerização promovem aumento na resistência de resinas compostas diretas, porém isto depende da interação entre o método de pós-polimerização e a resina utilizada.

Em 2007, Silva et al. (41) realizaram um estudo para verificar a microdureza knoop e resistência à tração diametral de duas resinas compostas híbridas (TPH Spectrum e FIItek Z-250) submetidas a seis diferentes fontes de luz laboratoriais em comparação com uma polimerização convencional com luz halógena com diferentes métodos de póspolimerização. Os grupos presentes no estudo foram: polimerização com luz halógena a 850 mW/cm² por 40 segundos e pós-polimerização em autoclave por 15 minutos a 100°C; polimerização com luz estroboscópica de xênon por 90 segundos e polimerização final por 3 minutos na mesma unidade; polimerização em luz halógena laboratorial multifocal por 3 minutos e polimerização final por 7 minutos na mesma unidade; polimerização com luz halógena por 10 segundos e polimerização final a 400 mW/cm² e 95°C por 25 minutos no sistema laboratorial Targis Power; polimerização em luz halógena laboratorial multifocal por 3 minutos, polimerização final por 7 minutos na mesma unidade e pós-polimerização em unidade laboratorial sob 413 MPa de pressão por nitrogênio e temperatura de 135°C por 20 minutos; polimerização convencional com luz halógena por 40 segundos e pós-polimerização em unidade laboratorial sob 413 MPa de pressão por nitrogênio e temperatura de 135°C por 20 minutos. Os resultados mostraram que o uso de unidades de polimerização laboratorial em conjunto com pós-polimerização com calor ou pressão aumentou significativamente a microdureza e resistência à tração diametral dos compósitos. O uso de fotopolimerização com luz halógena e pós-polimerização em autoclave resultou em propriedades mecânicas comparáveis ou até superiores à fotopolimerização laboratorial.

Em 2009, Miyazaki et al. (103) avaliaram a resistência flexural de uma resina composta indireta (BellGlass) e uma resina composta direta (Fill Magic) submetida a póspolimerização em forno a 170°C por 5, 10 e 15 minutos. Os resultados mostraram que a póspolimerização da resina composta direta promoveu os maiores valores de resistência flexural, o que favorece seu uso de forma indireta, sendo uma alternativa de menor custo em relação ao uso de resinas compostas indiretas.

3 OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a influência do aquecimento prévio à polimerização e da póspolimerização nas propriedades mecânicas e grau de conversão de uma resina experimental contendo 22,5% de BISGMA/TEGDMA (40/60% em peso), 30% de fibras de vidro e 47,5% partículas de carga.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

• Avaliar a resistência flexural, resistência à tração diametral e microdureza knoop de amostras do compósito experimental reforçado por fibra de vidro, variando a temperatura do compósito previamente à polimerização (ambiente e 60°C) e o método de pós-polimerização (autoclave e micro-ondas);

• Avaliar o grau de conversão através de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourrier (FTIR) de amostras do compósito experimental reforçado por fibra de vidro variando a temperatura do compósito previamente à polimerização (ambiente e 60°C) e o método de pós-polimerização (autoclave e micro-ondas);

• Avaliar a interação entre fibra de vidro e matriz resinosa através de microscopia eletrônica de varredura

4 MATERIAL E MÉTODOS

a) Tipo de estudo

Este estudo classifica-se com um estudo laboratorial in vitro.

b) Fatores em estudo

- temperatura do compósito anteriormente à fotopolimerização: temperatura ambiente (25°C) ou aquecido em estufa digital por 5 minutos à 60°C.

o método de pós-polimerização do material: fotopolimerização convencional a 1500mW/cm² por 40s associado à pós-polimerização em microondas (540W por 5 minutos) ou autoclave (120 °C por 15 minutos).

c) Variáveis resposta

Resistência flexural, resistência à tração diametral, microdureza knoop e grau de conversão.

c) Local da Pesquisa.

Esta pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Biomecânica da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Goiás e no Centro de Pesquisa de Biomecânica, Biomateriais e Biologia Celular (CpBio) da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia.

Os materiais utilizados no presente trabalho estão listados na Tabela 1.

Material	Fabricante	Lote
Fibra de vidro	Owens Corning, Ribeirão Claro, SP, Brasil	3552
Agente de união (silano)	Angelus, Londrina, PR, Brasil	34013
Silicone por condensação (Clonage)	Nova DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brasil	3220
Silicone por adição (Futura)	Nova DFL	4579
Lixa de carbeto de silício 600, 1200 e 2000	Norton Abrasivos, Saint-Gobain, Paris France	**
BIS-GMA: 2,2-bis[4-(2 - hidróxi-3- metilacriloxipropoxi)fenil]-propano)	Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, EUA	MKBK4290V
TEGDMA: dimetacrilato de trietilenoglicol	Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, EUA	STBC51937
Canforoquinona	Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, EUA	STBC7007V
DMAEMA: Metacrilato de dimetilaminoetil	Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, EUA	BCBJ3899V
BHT: Hidroxitolueno butilado	Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, EUA	MKBL3562V
Partículas de silica	Esstech Inc., Essington, Pennsylvania, EUA	TSMP005935
Resina de poliestireno	Cristal, Araquímica, Araçariguama, São Paulo, Brasil	11165

Tabela 1 - Materiais utilizados no estudo

4.1 GRUPOS EXPERIMENTAIS

Seis grupos experimentais (n=10 para resistência flexural e resistência à tração diametral; n=50 para microdureza knoop; e n=5 para análise do grau de conversão) fizeram parte deste estudo no qual os fatores em estudo foram a temperatura do compósito anteriormente à polimerização, em dois níveis, e o método pós-polimerização, em 3 níveis, conforme visto na Tabela 2.

Grupos	Método utilizado	Temperatura do compósito pré-polimerização	Método de pós- polimerização
F	Fotopolimerização convencional (controle)	ambiente	ausente
F+M	Fotopolimerização + pós- polimerização em microondas	ambiente	Microondas (540 W por 5 minutos)
F+A	Fotopolimerização + pós- polimerização em autoclave	ambiente	Autoclave (120°C por 15 minutos)
AQ+F	Fotopolimerizacão após pré- aquecimento	60°C	ausente
AQ+F+M	Pré-aquecimento + fotopolimerização + pós- polimerização em microondas	60°C	Microondas (540 W por 5 minutos)
AQ+F+A	Pré-aquecimento + fotopolimerização + pós- polimerização em autoclave	60°C	Autoclave (120°C por 15 minutos)

Tabela 2 - Grupos experimentais

Para os grupos F, F+M e F+A as amostras foram confeccionadas à temperatura ambiente do laboratório (25°C). Para os grupos AQ+F, AQ+F+M e AQ+F+A o compósito experimental foi mantido em estufa digital (SX 1.0, Digital Timer, Sterilifer, São Paulo, Brasil) em uma temperatura controlada de 60°C por 5 minutos anteriormente à confecção das amostras e 5 minutos anteriormente à fotopolimerização. A fotopolimerização foi realizada com luz de LED (DB-686-lb, COXO, China) à 1500 mW/cm² por 40 segundos. As amostras submetidas à pós-polimerização foram colocadas em autoclave ou microondas imediatamente após à fotopolimerização.

4.2 OBTENÇÃO DO COMPÓSITO EXPERIMENTAL

O compósito experimental foi obtido pela mistura de 22,5 % (em peso) de resina à base de metacrilato, 47,5 % de partículas de carga e 30% de fibras de vidro com 3 mm de comprimento e 12 µm de diâmetro. A manipulação iniciou-se pela resina à base de metacrilato que teve em sua composição 40% de Bis-GMA (Figura 1A) e 60% de TEGDMA (Figura 1B) em um sistema fotoiniciador composto por 1 mol% de canforoquinona (Figura 1C), 2 mol% de metacrilado de dimetilaminoetil (Figura 1D), e 0,1 mol% de hidroxitolueno butilado (Figura 1E). Todos os componentes foram pesados em balança analítica (HR-200, A&D Companhia Limitada, Japão) e misturados em homogeneizador magnético (ANS-000, SBS) por 30 minutos até à obtenção de um material homogêneo.



Figura 1- Componentes da resina experimental. (A) Bis-GMA. (B) TEGDMA. (C) Caforoquinona. (D) DMAEMA. (E) BHT (Fonte: Autor)

Em seguida, as partículas de carga de vidro boro-silicato de bário (Figura 2B) com diâmetro médio de 0,7 μm (Esstech Inc., Essington, Pensilvânia, USA) foram pesadas e

incorporadas manualmente a resina já manipulada na proporção definida até a obtenção de um material homogêneo (Figura 2C). As fibras de vidro de corte industrial de 3mm de comprimento (Owens Corning, Toledo, PR, Brasil) (Figura 3A) foram submetidas a tratamento superficial com agente de união silano (Angelus, Londrina, Paraná, Brasil) 24 horas antes da mistura aos metacrilatos, para evaporação dos solventes à temperatura ambiente. A incorporação e mistura das fibras à resina de metacrilato foi realizada manualmente até à obtenção de um material homogêneo (Figura 3B).



Figura 2 - Manipulação da resina experimental.(A) Aspecto da resina após a mistura dos monômeros. (B) Adição da resina às partículas de carga. (C) Aspecto final após a incorporação das resinas às particulas de carga (Fonte: Autor)



Figura 3 – Mistura das fibras à resina de metacrilato. (A) Fibras de vidro (3 mm). (B) Compósito experimental após incorporação das fibras à resina de metacrilato (Fonte: Autor)

4.3 CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS

4.3.1 Confecção das amostras de resistência à tração diametral

Um molde de silicone foi construído a partir de um padrão de alumínio a fim de permitir a confecção padronizada das amostras cilíndricas nas dimensões de 3,0mm ($\pm 0,1$) de altura x 6,0mm ($\pm 0,1$) de diâmetro (Figura 4A), estando de acordo com a especificação da ADA n.27 (104). O compósito foi inserido na matriz e sobreposto com tira de poliéster (Figuras 4B e 4C). Logo após foi realizada a fotopolimerização nas faces superior (Figura 4D) e inferior (Figuras 4E e 4F) da amostra por 40 segundos com 1500 mW/cm² (DB-686-lb, COXO, China) e pós-polimerização de acordo com a Tabela 2. Após a confecção das amostras as mesmas foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas. Antes do início dos testes as amostras foram acabadas com lixas de carbeto de silício nas granulações 600, 1200 e 2000, em lixadeira (Teclago, Vargem Grande Paulista, São Paulo) com água corrente, por 10 segundos em cada face (Figura 4G e 4H).



Figura 4 – Confecção das amostras para teste de resistência à tração diametral. (A) Matriz de silicone obtida após moldagem de padrão de alumínio nas dimanesões de 3 x 6 mm. (B)Inserção do compósito experimental na matriz de silicone. (C) Aspecto após cobertura com tira de poliéster. (D) Fotopolimerização por 40 segundos na região superior da amostra. E: Fotopolimerização por 40 segundos na região superior da amostra. (G) Acabamento em lixadeira com água corrente. (H) Aspecto final das amostras. (Fonte: Autor)

4.3.2 Confecção das amostras de resistência flexural

Um molde de silicone foi construído a partir de um padrão de alumínio nas dimensões de 25 mm ($\pm 0,1$) x 2 mm ($\pm 0,1$) x 2 mm ($\pm 0,1$) (Figuras 5A), estando de acordo com a norma ISO 4049 (105). O compósito foi inserido no molde e sobreposto com tira de poliéster (Figura 5B e 5C). Logo após, foi realizada a fotopolimerização (Figura 5D) e póspolimerização de acordo com a Tabela 2. A fotopolimerização ocorreu em 3 etapas, consistindo em 40 segundos em cada terço da amostra por 40 segundos com 1500 mW/cm² (DB-686-lb, COXO, China). Após a confecção das amostras as mesmas foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas. Antes do início dos testes as amostras foram acabadas com lixas de carbeto de silício nas granulações 600, 1200 e 2000, em lixadeira com água corrente (Teclago, Vargem Grande Paulista, São Paulo), por 10 segundos em cada face (Figura 5E e 5F) e as dimensões foram conferidas com paquímetro digital (Mitutoyo, Japão).



Figura 5 – Confecção das amostras para teste de resistência flexural. (A) Matriz de silicone obtida a partir de moldagem de padrão de alumínio nas dimensões de 25 x 2 x 2 mm. (B) Inserção do compósito experimental na matriz. (C) Cobertura com tira de poliéster. (D) Fotopolimerização por 40 segundos em cada terço da amostra. (E) Amostras imediatamente após a polimerização. (F) Acabamento em lixadeira com água corrente. (G) Conferência das dimensões da amostra com paquímetro digital. (H) Aspecto final das amostras. (Fonte: Autor)

4.3.3 Confecção das amostras de microdureza knoop

Para avaliação da microdureza do compósito, foram confeccionadas dez amostras para cada grupo experimental nas dimensões de 3 mm ($\pm 0,1$) x 6 mm ($\pm 0,1$), seguindo o mesmo protocolo descrito para as amostras confeccionadas para o teste de resistência à tração diametral (Figuras 6A e 6B). Após armazenamento à 37°C por 24 horas as amostras foram incluídas em resina de poliestireno autopolimerizável (Cristal; Araquímica, Araçariguama, São Paulo, Brasil) através de fixação em cera e envolvimento por cilindro de policloreto de vinila (PVC) (Figura 6C). A resina de poliestireno foi vertida no interior do cilindro e quatro horas após o conjunto foi removido do interior do cilindro de PVC (Figura 6D) e foi submetido a acabamento e polimento em lixadeira com àgua corrente (Teclago, Vargem Grande Paulista, São Paulo) com lixas nas granulações de 600, 1200, 2000 (Figura 6E) até a obtenção de uma superfície visualmente lisa e uniforme (Figura 6F).



Figura 6 – Confecção das amostras para teste de microdureza knoop. (A) Inserção do compósito em matriz de silicone nas dimensões de 3 x 6 mm. (B) Amostras prontas para inclusão em resina de poliestireno (C) Amostras fixadas em cera e envolvidas por cilindro de PVC. (D) Aspecto após inclusão e remoção do cilindro de PVC. (E) Acabamento e polimento em lixadeira com água corrente. (F) Aspecto final da amostra (Fonte: Autor)

4.4 TESTES MECÂNICOS

4.4.1 Teste de resistência à tração diametral

As amostras foram posicionadas em máquina de ensaio universal (Instron 5965) (Figura 7A e 7B). Uma carga compressiva à velocidade constante de 0,5 mm/min foi aplicada na superfície diametral das amostras até sua ruptura, sendo a carga máxima registrada em N. A resistência à tração diametral de cada amostra foi obtida, em MPa, de acordo com a seguinte fórmula: $f=2F/\pi dL$, onde "f" é a resistência à tração por compressão diametral, "F" é carga máxima obtida no ensaio (kgF), "d" é o diâmetro do corpo-de-prova (6,0 mm) e "L" a altura (3,0 mm).



Figura 7 - Teste de resistência à tração diametral. (A) Máquina de ensaio universal Instron 5965 com o dispositivo de tração diametral. (B) Amostra posicionada para início do teste. (Fonte: Autor)

4.4.2 Teste de resistência flexural

As amostras foram posicionadas em máquina de ensaios universais (Instron 5965) sobre dois pontos com 20 mm de distância entre si e equidistantes do centro (Figuras 8). Um ponto central de aplicação de carga foi definido e foi aplicada uma carga à velocidade constante de 0,5 mm/min, e a carga máxima à fratura foi registrada em N. A Resistência Flexural de cada amostra foi obtida, em MPa, de acordo com a seguinte fórmula: RF=3.P.L/2.w.b², onde "P" é a carga máxima, "L" é a distância entre os apoios (20mm), "w" é a espessura da amostra (2 mm) e "b" a altura (2 mm).



Figura 8 - Teste de resistência flexural de 3 pontos

4.4.3 Teste de microdureza knoop

Para a realização do teste de microdureza knoop foi utilizado o endentador knoop do microdurômetro (HMV-G 21DT; Shimadzu, Tóquio, Japão) com carga de 50 g por 30 s (Figura 9A e 9B). Foram realizadas 5 endentações por amostras totalizando 50 endentações para cada grupo. Cada endentação foi registrada como número de microdureza Knoop (KHN) e a média das cinquenta endentações foi obtida como valor final de microdureza knoop para cada grupo. Para melhor aferição da microdureza do material foram selecionados locais da amostra que apresentavam fibra e resina (Figura 10), obedecendo uma distância mínima de 1,5x a diagonal maior da endentação anterior, estando de acordo com a norma da ASTM E-384-99 (106).



Figura 9 – Teste de microdureza knoop. (A) Microdurômetro HMV-G 21DT (Fonte: Shimadzu). (B) Amostra posicionada para endentação (Fonte:Autor).



Figura 10 – Aumento de 40x. Endentação realizada em região de fibras (setas) e resina (asterisco).

4.5 ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO

Para a análise do grau de conversão foi utilizado Espectrômetro Infravermelho Transformado de Fourier (FTIR) com um elemento de reflectância total atenuada (ATR) acoplado (FTIR; Vertex 70, Bruker Optik, Alemanha) (Figura 11). A quantidade de duplas ligações de carbono do compósito foi obtida nos estados polimerizado e não polimerizado. As amostras foram confeccionadas através de um molde de silicone por condensação feito a partir de um padrão de alumínio nas dimensões de 10 mm x 5 mm x 1 mm (Figuras 12A e 12B). O compósito foi aquecido previamente à polimerização para os grupos AQ+F, AQ+F+M e AQ+F+A. A matriz foi preenchida com o compósito experimental e este foi coberto com tira de poliéster (Figuras 12C, 12D). As amostras submetidas à póspolimerização foram colocadas em autoclave ou microondas imediatamente após à fotopolimerização. As amostras do compósito polimerizado foram removidas da matriz (Figura 12F) e armazenadas à seco, em estufa à 37°C, ao abrigo da luz, por 24 horas.



Figura 11 – Espectrômetro de Infravermelho Transfromado de Fourrier (Fonte: Autor)



Figura 12 – (A) Padrão de alumínio nas dimensões de 10 x 5 x 1 mm. (B) Matriz de silicone por adição. (C) Inserção do compósito experimental na matriz. (D) Cobertura com tira de poliéster. (E) Fotopolimerização do compósito. (F) Aspecto final das amostras (Fonte: Autor)

Posteriormente, as amostras foram posicionadas sobre o cristal de diamante do ATR do espectrômetro (Figuras 13A e 13B), estando a superfície que esteve em contato direto com a fonte ativadora de luz voltada para a abertura da ATR, e fixadas com o dispositivo apropriado do equipamento (Figura 13C).



Figura 13 – Posicionamento da amostra para realização da análise do grau de conversão. (A) Cristal de diamante do ATR do espectrômetro. (B) Posicionamento da amostra sobre o cristal de ATR. (C) Fixação da amostra com dispositivo do equipamento. (Fonte: Autor)

Os espectros do compósito nos estados polimerizado e não polimerizado foram obtidos por meio do *software* OPUS (Spectroscopy Software, Bruker Optik GmbH, Ettlingen, Germany) entre o pico de absorbância localizado em 1608 cm⁻¹ da cadeia aromática de carbono C=C e o pico em 1638 cm⁻¹ da cadeia alifática de carbono C=C (Figura 14), com resolução de 4 cm⁻¹ e 32 *scans*.



Figura 14 - Espectros do compósito nos estados polimerizado (rosa) e não-polimerizado (azul).

Todas as análises foram realizadas sob condições controladas de temperatura $(25\pm1^{\circ}C)$ e umidade $(60\pm5\%)$. O GC (%) foi calculado pela fórmula: GC = $(1 - P/NP) \times 100$, sendo P a razão da intensidade em 1638 cm⁻¹/1608 cm⁻¹ no estado polimerizado e NP a razão da intensidade em 1638 cm⁻¹/1608 cm⁻¹ no estado não-polimerizado.

4.6 ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Uma amostra aleatória de cada grupo de resistência flexural foi selecionada e analisada em MEV. As amostras foram fixadas em bases metálicas e colocadas em cuba ultrasônica com água deionizada durante 10 minutos e, em seguida recobertas com uma fina camada de ouro, sob vácuo, num dispositivo de pulverização catódica (MED 010; Balzers União, Balzers, Liechtenstein). As amostras foram analisadas por MEV (DSM 940A; Zeiss, Oberkoshen, Germany), para verificar a interação entre a matriz resinosas e as fibras de vidro.

4.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS

Os resultados deste estudo foram avaliados pelo software SPSS 20.0 (IBM, Nova Iorque, EUA) com um nível de significância de 5%. Uma análise fatorial foi realizada com um modelo linear geral para comparação dos fatores em estudo: pré-aquecimento, em dois níveis (pré-aquecido ou não), e pós-polimerização em três níveis (sem pós-polimerização, pós-polimerização em microondas, pós-polimerização em autoclave). Posteriormente os dados foram submetidos ao teste de Kolmogorov-Smirnov para verificar a normalidade de distribuição, seguido pelos testes ANOVA one-way e Tukey HSD. O coeficiente de correlação de Pearson foi calculado para verificar a inter-relação entre todas as variáveis.

5 ARTIGO

Título: Effect of pre-heating and post-curing on mechanical properties and degree of conversion of a novel fiber-reinforced composite

Autores: Letícia Nunes de Almeida, Amanda Vessoni Barbosa Kasuya, Isabella Negro Favarão, Gustavo Adolfo Martins Mendes, Marcela Gonçalves Borges, Murilo de Souza Menezes, Rodrigo Borges Fonseca

Periódico ao qual será submetido: Dental Materials

Impact factor ou cites per doc: 3.769

Qualis (Odontologia): A1

Link para instruções aos autores: https://www.elsevier.com/journals/dental-materials/0109-5641/guide-for-authors Effect of pre-heating and post-curing on mechanical properties and degree of conversion of a novel fiber-reinforced composite.

Letícia N. de Almeida¹, Amanda V. B. Kasuya¹, Isabella N. Favarão¹, Gustavo A. M. Mendes¹, Marcela G. Borges², Murilo S. Menezes², Rodrigo B. Fonseca¹

1 - Department of Restorative and Operative Dentistry, Dentistry School, Federal University of Goiás, Goiânia, Goiás, Brazil

2 - Department of Restorative and Operative Dentistry, Dentistry School, Federal University of Uberlândia, Uberlândia, Minas Gerais, Brazil

Short title: Properties of a novel fiber-reinforced composite

Corresponding author:

Rodrigo Borges Fonseca Dentistry School, UFG, Primeira Avenida esquina com Praça Universitária, s/n, Faculdade de Odontologia, Setor Universitário – CEP 74605-220 Goiânia-GO, Brazil. Phone: +55 62 3209 6050 Fax: +55 62 3521 1882 rbfonseca.ufg@gmail.com Effect of pre-heating and post-curing on mechanical properties and degree of conversion of a novel fiber-reinforced composite.

ABSTRACT

Objectives. To evaluate mechanical properties (diametral tensile strength (DTS), flexural stength (FS), knoop microhardness (KHN)) and degree of conversion (DC) of an experimental fiber-reinforced composite subject to pre-heating and post curing methods.

Material and methods. Experimental composite specimens (30wt% of 3 mm-short glass fiber, 22.5wt% of methacrylated-based resin and 47.5wt% of filler particles) were subjected to: P – photopolymerization at 1500 mW/cm² (control); P/M – photopolymerization and microwave post-curing for 5 minutes; P/A – photopolymerization and autoclave post-curing for 15 minutes; PH-P - pre-heating (60°C for 5 minutes) and photopolymerization; PH-P/M - pre-heating, photopolymerization and microwave post-curing; PH-P/A - pre-heating, photopolymerization and autoclave post-curing. Samples for DTS (\emptyset 3 x 6 mm) and FS (25 x 2 x 2 mm) were tested on Instron 5965. DC was measured utilizing FTIR spectroscopy.

Results. Factorial analysis showed that pre-heating was significative for DTS (p = .002), FS (p = .0001) and KHN (p = .0001). Post-curing was significative for KHN (p = .0001). The interaction between factors was significant just for DTS (p = .016). ANOVA and Tukey test showed statistical difference between groups for DTS (p = .001), flexural strength (p = .016), and knoop microhardness (p = .000). Pearson analysis showed a positive correlation between DC and DTS (r = .473, p = .008) and FS and DTS (r = .263, p = .042).

Significance. Pre-heating and post-curing improved mechanical properties of the experimental fiber reinforced composite, but selection of these methods depends on the desired properties since results were specific for DTS, FS or KHN.

Key-words: fiber-reinforced composite, pre-heating, post-curing, mechanical properties, degree of conversion.

1. Introduction

In recente years, fiber-reinforced composites (FRC) has been widely used in dentistry [1, 2], mainly as a reinforce of fixed partial dentures [3] and direct restorations [4], to produce intrarradicular posts [5] and orthodontic applications [6]. FRCs have been developed to improve the mechanical properties of composite resins, employing polyethilene [7], aramid [8], carbon [9] or glass fibers [10]. Actually, glass fibers are preffered because of their documented reinforcing efficiency and favorable esthetic qualities [11].

The effectiveness of fiber reinforcement depends on many variables, including the quantity of fibers in the resin matrix [12], length [13], shape and orientation of fibers [14], adhesion of fibers to the polymer matrix and impregnation of fibers with the resin [15]. Short random fibers provide an isotropic reinforcement effect in multidirections instead of one or two directions [13]. Another important factor is the adhesion between the fibers and the resin matrix. Without adequate adhesion the fibers act as an foreign body in the resin matrix, which actually weakens the composite [16, 17]. Also, the void volume content between the fibers decreases the flexural properties of FRCs [12, 16].

The development and use of fiber-reinforced composite as root canal posts has increased in the last years [5, 18]. Garoushi, Lassila and Vallittu [19] showed a FRC made by 22.5 wt% of short glass fibers and 22.5 wt% of methacrylate-based resin with 55 wt% silane treated silica filler with improved mechanical performance when compared to conventional restorative composites. After that, the same authors evaluated the load-bearing capacity of FRC posts and reported significant increase in fracture resistance compared to conventional fibers posts [5]. In a recent study [12], it has been showed that increasing the fiber content to 30 wt% in a Bis-GMA/TEGDMA particle filled resin matrix increases diametral tensile strength and flexural strength in relation to the previous composition with only 22.5 wt% of fibers. Despite these better properties, a fiber-reinforced composite with a higher percentage

of fibers could present regions of poorly impregnated fibers, with the presence voids and defects at the fiber/matrix interface. Techniques should be developed in order to increase fiber content and simultaneously reduce internal flaws.

The adequate conversion of resin composite material is important to enable high mechanical performance [20]. Pre-heating resin composites have been advocated as a method to reduce paste viscosity and enhance radical mobility, resulting in improvement of monomer conversion and marginal adaptation of restorations [21-23]. Studies [23, 24] showed that pre-heating resin composites up to 54°C or 60°C promotes an increase on the degree of conversion and hardeness. Is expected that preheating fiber-reinforced composite decreases the viscosity of the resin promoting better interaction between fibers and resin matrix, besides increasing degree of conversion.

Under polymerization of composites is usually associated with poor physical and mechanical properties, higher solubility, suceptibily to abrasion and color stability. [25-27]. Ideally all the monomer content in the resin composite should convert to polymer, but dimethacrylate monomers exhibit residual carbon double bonds in the final material [28]. The polymerization reaction causes internal mobility restrictions within the growing polymer matrix network, which in turn reduces polymerization rate [29]. Consequently, the free radicals reduce the movement within the matrix, so the polymerization continues at a slower rate [30]. Since the post-curing polymerization continues up to 24 hours after initial irradiation [31, 32], additional curing procedures have been proposed including high ligth intensity, secundary heating and pressure application, after convencional polymerization [32, 33]. It has been reported that post-curing methods promotes better mechanical properties [32, 34] and high degree of conversion [35] of conventional composite resins. The use of post-curing increases the amplitude of the segmental chain vibration, allowing near radicals and methacrylate groups to colide, increasing monomer conversion. [36].

Due to the potencial benefit of pre-heating and post-curing conventional composite resins it seems necessary to evaluate mechanical properties and degree of convesion of fiber reinforced composites submitted to pre-heating and post-curing. Thus, the aim of this study was to evaluate the effect of preheating and post-curing on mechanical properties (diametral tensile strength, flexural strength and knoop microhardness) and degree of conversion of an experimental fiber-reinforced composite developed for making intrarradicular posts.

2. Materials and methods

2.1 Experimental groups

Materials, batch numbers and manufactures are listed in Table 1. Six experimental groups were created using an experimental short fiber-reinforced composite, having as factors under study the pre-polymerization composite temperature, in two levels (room-temperature and 60°C), and post-curing methods, in three levels (none, microwave or autoclave), according to Table 2.

2.2 Experimental composite manipulation

The experimental composite was made up by a mixture of 22.5 wt% methacrylatebased resin, 47.5 wt% filler particles and 30 wt% E-glass fibers (original dimensions (length/diameter): 3 mm/12 µm). The methacrylate-based resin mixture was composed by: 40% Bis-GMA and 60% TEGDMA in a photoinitiator system mode with 1 mol% of camphorquinone, 2 mol% of dimethylaminoethyl methacrylate (DMAEMA), and 0.1 mol% butylated hydroxytoluene (BHT). All components were weighted on an analytical balance (HR-200, A&D Company Limited, Japan) and mixed in a high magnetic homogenizer (ANS-000, SBS), as described by Fonseca et al [12].

After that, 0.7 μ m silanated BaAlSiO₂ filler particles were manually mixed into the resin until a visual homogeneous mixture was reached. Glass fibers were submitted to a surface treatment with a silane coupling agent before incorporation into the resin. Fibers were completely wetted by silane and stored at room temperature for 24 h. Then, they were manually incorporated into the resin. Both filler particles and glass fibers were weigthed on an analytical balance right before incorporation in the resin mixture.

2.3 Strength tests

2.3.1. Diametral tensile strength (DTS) test

A condensation silicon impression material mold was obtained from a stainless steel pattern to produce standardized cylindrical specimens with dimensions of 3.0mm (±0.1) of height x 6.0mm (±0.1) of diameter, according to ADA specification No. 27 [37]. The experimental composite was inserted into the mold and overlaid with a polyester strip, being light polymerized with a LED curing light (DB-686-lb, COXO, China) at 1500 mW/cm² for 40 s at the top and bottom surface. The specimens (n=10) were stored in distilled water at 37°C for 24 h before testing. For testing, specimens were positioned on an universal testing machine (Instron 5965, Canton, USA) and a crosshead speed of 0.5 mm/min was applied at the diametrical surface of samples until fracture, being the maximum load recorded in Newton (N). The diametral tensile strength of each sample was obtained in MPa, according to the following formula: DTS = $2F/\pi dL$, where "F" is the maximum load achieved in the test (kgF), "d" is the diameter of the specimen (6.0 mm) and "L" (3.0 mm) is the height. The specimens' height were measured with a digital caliper (Mitutoyo, Japan) before testing.

2.3.2 Flexural strength (FS) test

A condensation silicon impression material mold was made from a stainless steel pattern to produce standardized rectangular specimens with dimensions of 25 mm (\pm 0.1) × 2 mm (\pm 0.1) × 2 mm (\pm 0.1), according to ISO 4049/2000 [38]. The experimental composite was inserted into the mold and overlaid with polyester strip and then light polymerized (DB-686-lb, COXO, China) at 1500 mW/cm² for 40 s at top surface. The specimens were stored in distilled water at 37°C for 24 hours before testing. Specimens were positioned on a 3-point bending flexural strength testing apparatus (Instron 5965) with two supports 20 mm apart, and

tested at a crosshead speed of 0.5 mm/min. The load at fracture was recorded in Newton and Flexural Strength (FS) was calculated in MPa with the following equation: FS=3PL/2wb², where "P" is the maximum load at fracture, "L" is the distance between the supports (20 mm), "w" is the sample thickness and "b" the height. The specimens' thickness and height were measured with a digital caliper (Mitutoyo, Japan) before testing.

2.3.3 Knoop microhardness (KHN)

Specimens (n=10) were made as described for diametral tensile strength test, stored in distilled water at 37 °C for 24 hours, and then embedded in polystyrene resin cylinders. The cylinders were finished with 600, 1200 and 2000 grit silicon carbide paper (Norton, São Paulo, SP, Brazil) under constant water stream to produce a smooth and uniform surface, and expose the top of each sample. Knoop hardness was determined with an universal indenter (HMV-G 21DT, Shimadzu, Tokyo, Japan), by application of 50 g for 30 s. Ten indentations were made on each sample resulting in fifty indentations per group.

2.4 Degree of conversion (DC)

The degree of conversion (DC) of the tested material was evaluated 24 h after storage in dried and dark recipient at 37°C, using Fourier Transformed Infrared Spectroscopy (FTIR) (n = 5). The quantitative determination of DC was based on the two bands technique. The DC was assessed using FTIR (Vertex 70, Bruker Optik GmbH, Ettlingen, Germany) with attenuated total reflectance (ATR crystal) sampling and deuterated triglycine sulfate (DTGS) detector elements (Bruker Optik). The spectra was obtained between aromatic C=C bond stretching vibrations (1608 cm⁻¹) and aliphatic C=C bond stretching vibrations (1638 cm⁻¹), with 4 cm⁻¹ resolution and 32 scans. All analyses were performed under controlled temperature (25±1°C) and humidity (60±5%) conditions. DC was calculated from the equivalent aliphatic (1638 cm⁻¹) and aromatic (1608 cm⁻¹) molar ratios of cured (C) and uncured (U) experimental composite specimens, according to the following equation: DC (%) = $(1 - C/U) \times 100$.

2.5 Scanning electron microscopy (SEM) analysis

Random fractured samples from flexural strength test were selected and submitted to SEM analysis. The samples, fixed on metal stubs, were sputtered with gold (1 cycle of 120 s), under vacum, in a sputtering device (Denton Vacuum, Desk V, Moorestown, NJ, EUA). The surfaces were analyzed by SEM (JEOL, JSM – 6610; Thermo scientific NSS Spectral Imaging, São Paulo, SP, Brazil), focusing on the fracture features, integrity and homogeneity along the interfaces between glass fibers and resin matrix.

2.6 Statistical analysis of data

Data were analyzed by SPSS 20.0 software (IBM, New York, USA) at a significance level of 5%. A fatorial analysis was performed with a general linear model procedure, comparing factors under study: pre-heating, in two leves (pre-heated or not pre-heated) and post-curing, in three levels (not post-cured, microwave post-curing or autoclave post-curing). After that, data were submitted to Kolmogorov-Smirnov test of normal distribution, followed by one-way ANOVA and Tukey HSD Test. Finally, Pearson correlation coefficient was calculated to examine the relationship between all variables.

3. Results

Factorial analysis (Table 3) showed that pre-heating was significative for DTS (p = .002), FS (p = .0001) and KHN (p = .0001). Post-curing was significative for KHN (p = .0001). The interaction between factors was significant just for DTS (p = .016). ANOVA and Tukey test showed statistical difference between groups for DTS (p = .001), flexural strength (p = .016), and knoop microhardness (p = .000). ANOVA, following Tukey-HSD results for DTS, FS, KM and DC are shown in Table 4. Pearson analysis showed a positive correlation between DC and DTS (r = 0.473, p = .008) (Table 5) and FS and DTS (r = .263, p = .042).

3.1 Diametral tensile strength

The interaction between factors under study was significant for DTS (p = .016), wich means that pre-heating is better for an specific post cured group. Table 3 showed that preheated samples reached high DTS when no postcure method was accomplished, but without preheating, all postcured groups reached high DTS values. ANOVA and Tukey-HSD revealed a significant difference between groups (p < 0.05): P showed the lowest strength value, although similar to P/M, PH-P/A, P/A and PH-P/M. PH-P showed the highest DTS value although similar to P/M, PH-P/A, P/A and PH-P/M groups.

3.2 Flexural strength

Factorial analysis showed that preheating (p = .0001) was the only significant factor for FS. The P group showed the lowest FS although similar to P/M, P/A and PH-P. PH-P/M presented the highest FS value, although similar to PH-P/A, P/M, P/A. PH-P/A presented the second higher FS value, but similar to PH-P/M (the highest one), P/M, P/A and PH-P.

3.3 Knoop microhardness

For KHN, factorial analysis showed that preheating (p = .0001) and post-curing (p = .0001)

.0001) were significant, but not for the interaction between these factors (p = .963). In fact, it means that preheating or postcuring results in high KNH, in relation to controls, as seen in Table 3. ANOVA and Tukey-HSD revealed a significant difference between groups (p < 0.05). The P group showed the lowest KNH value followed by PH-P. PH-P/M and PH-P/A groups presented the highest values, although similar to P/M and P/A. In addition, PH-P was similar to all groups without preheating.

3.4 Degree of conversion

For DC, factorial analysis showed that pre-heating (p = .478), post-curing (p = .310) and their interaction (p = .887) were not significative. ANOVA also revealed no statistical difference between groups (p = .724).

3.5 SEM analysis

SEM analysis showed the interaction between resin and fibers in pre-heated and not pre-heated groups. The presence of resin remants at the fiber surface was observed in pre-heated and nor pre-heated groups showing good micromechanical interlocking (Figs. 1, 2 and 3). However, pre-heating clearly promotes better micromechanical interlocking and adhesion between fibers and resin as can be seen in Figure 1B, 2B and 3B, showing an intimate contact between the fibers and resin.

4. Discussion

The use of glass fiber to reinforce dental polymers has been reported in several studies [39-42]. Fiber-reinforced composites (FRC) has been used to reinforce fixed partial dentures, post and core restorations and intrarradicular posts [2, 4, 18]. The resin matrix of FRCs is based in Bis-GMA/TEGDMA monomers; consequently, the temperature of composite before photopolymerization and the use of post-curing methods tend to influence its mechanical properties and degree of conversion. This study evaluated the effect of pre-heating and post-curing in diametral tensile strength, flexural strength, knoop microhardness and degree of conversion of an experimental fiber-reinforced composite. It was initially hypothesized: pre-heating the composite before and post-curing after initial photopolymerization could increase mechanical properties and degree of conversion. The results demontrated that pre-heating was significant for DTS, FS and KNH; post curing was significant just for KNH; the interaction between pre-heating and post-curing was significative just for DTS; finally, the degree of conversion was not affected by different factors under study. Consequently, the hypotesis of this study was partially confirmed.

Fiber reinforcement is only successfull if the stress is transfered from the polymer matrix to fibers [43]. This is achieved if the fibers have equal or greater length than the critical fiber length [44]. It has been measured using fiber fragmentation test that the critical fiber lengths of glass fiber with Bis-GMA polymer matrix vary between 0.5 and 1.6mm [45]. It has been suggested that short glass fibers randomly distributed provides an isotropic reinforcement in many directions rather than one direction [46], and this is preferable when the direction of the highest stress is not known. Moreover, the quantity of fibers in matrix resin is an important factor to achieve good performance of FRCs [13, 47]. In 2016, Fonseca et al [12] demonstrated that increasing fiber content until 30 wt% the mechanical properties of this composites were improved. Based on this knowledge, the experimental composite used in

the present study was reinforced with 30% (wt%) of 3mm-short E-glass fibers in a multidirectional arrangement in the matrix. Filler particles, as well as glass fibers, improve mechanical properties of composites [48]. Filler composition, size, percentages by weight, morphology and distribution in the material have also an influence on hardness and viscosity of the resin [48, 49]. On this basis, this study used pre-silanized spherical filler particles with 0.7 micron.

Previous studies demonstred that increasing the temperature of composite resin promotes better values of hardness, degree of conversion, better adaptation of resin composite to tooth structure and improve physical properties [23, 24, 50, 51]. Pre-heating composites decrases its viscosity, providing more mobility for free radicals and increase in the collision frequency of nonreactive groups [24, 52]. Composite resins exhibit reduced viscosity upon heating, explained by the fact that thermal vibrations force the composite monomers and oligomers further apart, allowing them to slide by each other easily. On conventional composite resins, the temperature is generally raised up to 68°C, which is enough to decrease viscosity without pulpal damage [23, 51]. The increased flowability results on better adaptation in cavity preparations [24, 53]. On the present study pre-heating (60°C) was significative to improve DTS, FS and KNH of the experimental composite, but not the DC. The resulted lower viscosity enabled an easier handling of the experimental composite and better adaptation in the specimen molds, reducing internal and surface defects, and creating better interaction between resin and fibers as can be seen in Figures 1B, 2B and 3D. A more homogenious material reduces defects in the interphase resin/fibers, which interfere in stress transference between fibers and resin matrix. Areas without fibers are prone to air encapsulation, generating bubble incorporations into resin matrix [12], and voids around poorly impregnated fibers become a foreign body in the composite. The presence of oxygen could inhibit resin matrix polymerization decreasing load-bearing capacity of the fiberreinforced composite, and increasing water sorption, which cause negative effects in mechanical properties [47]. Cracks and voids allow water to infiltrate, reducing cohesive strength and enabling hydrolytic degradation of resin matrix. These voids also act as oxygen reservoirs, which inhibit radical polymerization of the resin inside the fiber-reinforced composite [54].

The present study employed high energy density during lightcuring (Energy = Power density x Exposure duration) (Energy = 1500 mW/cm2 x 40s = 60 J/cm²). Since energy was far beyond the minimum necessary (16 J/cm²) [20] to cure lighcured composites, the DC was less affected than the other evaluated properties. In addition, high power density tends to create crosslinked polymers [20] which results in high mechanical properties. The above mentioned high energy density associated to preheating at 60°C increased all studied properties. Post-curing after irradiation is also effective to improve some mechanical properties and degree of conversion of composites [32-34]. Soares et al [32]. showed that the post-curing in autoclave, oven and microwave promotes better values of DTS and KNH in direct composite resins. Post-curing with additional heating results in higher amplitude of segmental chain vibration, allowing near radical and methacrylate groups to colide, increasing monomer conversion and mechanical propeties [32, 36]. Based on previous studies [32, 34, 35] the present study used the temperature of 120°C for 15 minutes in autoclave, and 540W for 5 minutos in microwave.

The influence of post-curing methods depends on the composite resin composition [32]. The present results demonstrated that postcure methods with autoclave or microwave heating promoted significative increase just in KNH of the experimental composite, showing greater ability to act on the surface of samples. This fiding is in accordance with previous studies [32, 34] with conventional composite resins. FS and DTS were not affect by post-

curing methods probably because of the high energy density provided by the light source used for photopolymerization [32, 55].

The association of pre-heating and post-curing was effective to increase the FS and KNH of the experimental composite in relation to control group (P). During the polymerization, monomer conversion occurs as soon the exposure to light is initiated. As the reaction progresses, the viscosity of resin composite increases through the formation and growth of polymer chains, with result in decreased molecules movement and reduction of the polymerization rate [55, 56]. Although the results show high DC for preheated or preheated/postcured groups, they were all statistically similar to each other, possibly due to high energy density of lightcure. However, FS and KNH showing better results than the control group mean that polymers with high quality characteristics were created after appliying the tested methods.

The FS test has been widely used to characterize the mechanical properties of restorative dental materials [57]. In a previous study Garoushi, Vallittu and Lassila [19] used a similar composite with 22.5 wt% of 3mm-glass fiber, 22.5 wt% of resin matrix and 55 wt% of filler particles, and obtained a flexural strength of 211 MPa. In a recent study [12] a FS of 259.91 MPa was achieved after increasing fiber content up to 30 wt%. In the present study, the use of pre-heating and post-curing in microwave, with a similar FRC obtained FS of 285.36 MPa. Pre-heating seems to better interaction between fibers and resin, probably due to decrease of resin viscosity.

DTS test provides information of bulk properties and it is widely used to measure the tensile strength of elastic and brittle materials [58]. The sample format (3 \emptyset x 6 mm) favors the random distribution of fibers in the matrix resin. On the other hand, the FS samples do not enable fibers to be neither in a full multi-directional arrangement nor in full unidirectional arrangement, due to ISO standards flexural strength parameters (2mm x 2mm x 25mm: width

x thickness x length). These parameters tend to align fibers. DTS results of were all statistically similar, except that PH-P group was superior to P, propably because less voids were produced.

DC is a very important material feature as it is significantly correlated to several other important material characteristics, amongst them, mechanical properties [33]. A correlation between monomer conversion and KNH has been reported previously [52, 59]. Values of DC between 55 and 75% have been reported for dimethacrylate-based resin composites [60]. In a previous study [61], FRCs in a dymethacrylate resin system presented DC between 69 and 72%, showing similar results to present study. Although the results of DC were statistically similar, pre-heating and post-curing increased the monomer conversion in 4 % to 5%, respectively. Pearson's coefficient showed a positive (r = .473) and significant (p = .008)correlation between DC and DTS, meaning that high DC resulted in high DTS. Less stronger than that but also significant (p=.042), it was noted a positive (r=.263) correlation between FS and DTS. The increase of some mechanical properties without significative increase of degree of conversion probably ocurred due to the good adhesion between fibers and resin matrix after pre-heating, and due to the high energy density of light curing. In case of poor impregnation of fibers by the resin matrix, the load-bearing capacity of the composites decreases [47]. Therefore, to act as a crack stopper, fiber adhesion to resin is a determinant factor. Further studies should then focus on studying chemical interactions between glass fibers and methacrilate monomers, and how to improve their interaction.
5. Conclusions

Pre-heating was important to reduce voids and crack propagation in the studied composite, improving flexural strenght, diametral tensile strength, knoop microhardness, and handling characteristics. The interaction of pre-heating and post-curing was effective for knoop hardness. The degree of conversion was not affected by any studied methods. The selection of the pre-heating and post-curing method should consider that this is a property-specific relationship.

References

1. Lassila LVJ, Tanner J, Le Bell A-M, Narva K, Vallittu PK. Flexural properties of fiber- reinforced root canal posts. Dent Mater 2004;20:29–36.

2. Behr M, Rosentritt M, Lang E, Chazot C, Handel G. Glass-fibre-reinforced composite fixed partial dentures on dental implants. J Oral Rehabil 2001;28:895–902.

3. Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LVJ. Use of short fiber-reinforced composite with semi-interpenetrating polymer network matrix in fixed partial dentures. Dent Mater 2007;35:403-408.

4. Garoushi S, VAllittu PK, Lassila LVJ. Dierect restoration of severely damaged incisors using short fiber-reinforced composite resin. Dent Mater, 2007;35:731-36.

5. Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LVJ. Continuous and short fiber reinforced composite in root post-core system of severely damaged incisors. Open Dent J 2009;3:36-41.

6. Burstone CJ, Kuhlberg AJ. Fiber-reinforced composites in orthodontics. J Clin Orthod 2000;24:271-9.

7. Ladizesky NH, Ho CF, Chow TW. Reinforcement of complete denture bases with continuous high performance polyethylene fibers. J Prosthet Dent 1992; 68: 934-39.

8. Mullarky RH. Aramid fiber reinforcement of acrylic appliances. J Clin Orthod 1985;19:655–8.

9. Malquarti G, Berruet RG, Bois D. Prosthetic use of carbon fiber-reinforced epoxy resin for esthetic crown and fixed partial dentures. J Prosthet Dent1990; 63: 251-57.

10. Vallittu PK.Comparison of the in vitro fatique resistance of anacrylic resin removable partial denture reinforced with continuous glass fibers or metal wires. J Prosthod

1996;5:115-21.

11. Vallittu PK, Narva K. Impact strength of a modified continuous glass fiber-poly methyl methacrylate. International J Prosthod 1997;10:142–8.

12. Fonseca RB, Almeida LN, Mendes GAM, Kasuya AVB, Favarão IN, Paula MS. Effect of short glass fiber/filler particle proportion on flexural and diametral tensile strength of a novel fiber-reinforced composites. J Prosthod Res 2016;60(1):47-53.

13. Garoushi SK, Lassila LVJ, Vallittu PK. Short fiber reinforced composite: the effect of fiber length and volume fraction. J Contemp Dent Pract 2006;7(5):10-7

14. Dyer SR, Lassila LV, Jokinen M, Vallittu PK. Effect of fiber position and orientation on fracture load of fiber-reinforced composite. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2004;20(10):947-55.

15. Ellakwa AE, Shortall AC, Marquis PM. Influence of fiber type and wetting agent on the flexural properties of an indirect fiber reinforced composite. J Prosthet Dent 2002;88(5):485-90.

16. Chung, K, Lin, T, Wang F. Flexural strength of a provisional resin material with fibre addition. J Oral Rehabil 1998 Mar;25(3):214-7.

17. Vallittu PK. The effect of void space and polymerization time on transverse strength of acrylic-glass fibre composite. J Oral Rehabil 1995 Apr;22(4):257-61.

18. Bijelic J, Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LV. Fracture load of tooth restored with fiber post and experimental short fiber composite. Open Dent J 2011;5:58-65.

19. Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LVJ. Short glass fiber-reinforced restorative composite resin with semi-inter penetrating polymer network matrix. Dent Mater 2007;23:1356-1352.

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

21. Froes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Francci C, Reis A, Loguercio AD. Composite pre-heating: Effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties Dent Mater 2010;26(9) 908-914.

22. Lohbauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A, Eliades G. The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage Dent Mater 2009;25(4) 514-519

23. Lucey S, Lynch CD, Ray NJ, Burke FM, Hannigan A. Effect of pre-heating on the viscosity and microhardness of a resin composite. J Oral Rehab 2010;37:278-282.

24. Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF. Monomer conversion of pre-heated composite. J Dent Res 2005;84:663–7.

Ekfeldt A, Oilo G. Occlusal contact wear of prosthodontic materials. An in vivo study.
 Acta Odontol Scand 1988;46:159-69

26. Ruyter IE, Nilner K, Moller B. Color stability of dental composite resin materials for crown and bridge veneers. Dent Mater 1987;3:246-51.

27. Kildal KK, Ruyter IE. How different curing methods affect mechanical properties of composites for inlays when tested in dry and wet conditions. Eur J Oral Sci 1997;105:353-61.

28. Mohamad D, Young RJ, Mann AB, Watts DC. Post-polymerization of dental resin composite evaluated with nanoidentation and micro-Raman spectroscopy. Arch Orof Sci 2007;2:26-31.

29. Andrzejewska E. Photopolymerization kinetics of multifunctional monomers. Prog Polymer Sci 2001;26(4):605–65 30. Burtscher P. Stability of radicals in cured composite materials. Dent Mater, 1993;9(4):218–21

31. Leung RLF, P. L; Johnston, W. M. . Post-irradiation polmerization of visible lighactivated composite resin. J Dent Res 1983;62:363-5.

32. Soares CJ, Pizi EC, Fonseca RB, Martins LR. Mechanical properties of light-cured composites polymerized with several additional post-curing methods. Oper Dent 2005;30(3):389-94.

33. Park SH, Lee CS. The difference in degree of conversion between light-cured and additional heat-cured composites. Oper Dent 1996;21(5):213-7.

34. da Silva GR, Simamoto-Junior PC, da Mota AS, Soares CJ. Mechanical properties of light-curing composites polymerized with different laboratory photo-curing units. Dent Mater J 2007;26(2):217-23.

35. Peutzfeldt A, Asmussen E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. J Dent 2000;28(6):447-52.

36. Rueggeberg FA, Ergle JW, Lockwood PE. Effect of photoinitiator level on properties of a light-cured and post-cure heated model resin system. Dent Mater 1997;13:369-64.

37. American National Standard Institute/American Dental Association. Specification n°
27. Resin-based filling materials; 1993.

38. International Organization for Standardization. Specification nº 4049. Dentistry – polymer-based filling, restorative and luting materials; 2000.

39. Ozcan M, User A. Fracture strength of direct surface-retained fixed partial dentures: effect of fiber reinforcement versus the use of particulate filler composites only. Dent Mater J 2008;27:195-202

40. Garoushi S, Lassila LV, Tezvergil A, Vallittu PK. Load bearing capacity of fibrereinforced and particulate filler composite resin combination. J Dent 2006;34:179-84.

41. Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LV. Fracture resistance of short, randomly oriented, glass fiber-reinforced composite premolar crowns. Acta Biomater 2007;3:779-84.

42. Fonseca RB, Favarão IN, Kasuya AVB, Abrão M, da Luz NFM, Naves LZ. Influence of glass fiber wt% and silanization on mechanical flexural strength of reinforced acrylics. Journal of Materials Science and Chemical Engineering 2014;2:11-5.

43. Vallittu PK, Ruyter IE, Ekstrand K. Effect of 180-week water storage on the flexural properties of E-glass and silica fiber acrylic resin composite. Int J Prosthodont 2000; 13: 334-39.

44. Petersen RC. Discontinuous fiber-reinforced composites above critical length. J Dent Res 2005;84:365-70.

45. Cheng TH, Jones FR, Wang D. Effect of fiber conditioning on the interfacial shear strength of glass-fiber composite. Comp Sci Tech 1993;48:89-96.

46. Garoushi S, Lassila LV, Tezvergil A, Vallittu PK. Load bearing capacity of fibrereinforced and particulate filler composite resin combination. J Dent 2006;34:179-84.

47. Behr M, Rosentritt M, Lang R, Handel G. Flexural properties of fiber reinforced composite using a vacuum/pressure or a manual adaptation manufacturing process. J Dent 2000;28:509-14.

48. Venhoven BA, de Gee AJ, Werner A, Davidson CL. Influence of filler parameters on the mechanical coherence of dental restorative resin composites. Biomaterials 1996;17:735-40.

49. Atai M, Pahlavan A, Moin N. Nano-porous thermally sintered nano silica as novel fillers for dental composites. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2012;28:133-45.

50. Ayub KV, Santos GC, Rizkalla AS, Bohay R, Pegoraro LF, Rubo JH et al. Effect of pre-heating on microhardness and viscosity of 4 resin composites. J Can Dent Assoc 2014; 80(12):1-8.

51. Awliya WA. The influence of temperature on the efficacy of polymerization of composite resin. J Contemp Dent Pract 2007 Sep 1;8(6):9-16.

52. Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN (2001b). The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. Dent Mater 17:504-511.

53. Deb S, Di Silvio L, Mackler HE, Millar BJ. Pre-warming of dental composites. Dent Mater 2011;27(3):e51-9.

54. Vallittu PK. Oxygen inhibition of autopolymerization of polymethylmethacrylateglass fibre composite. J Mater Sci Mater Med 1997;8:489-92.

55. Cacciafesta V, Sfondrini MF, Lena A, Scribante A, Vallittu PK, Lassila LVJ. Flexural strengths of fiber-reinforced composites polymerized with conventional light-curing and additional postcuring. Am J Orthod Dentofacial Orthop 2007;132:524-7.

56. Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF, Giudici R. Polymerization kinetics of preheated composite. J Dent Res 2006;85(1):38-43. 57. Chieruzzi M, Pagano S, Pennacchi M, Lombardo G, D'Errico P, Kenny JM. Compressive and flexural behaviour of fibre reinforced endodontic posts. J Dent 2012;40:968-78.

58. Huang SH, Lin LS, Fok AS, Lin CP. Diametral compression test with composite disk for dentin bond strength measurement--finite element analysis. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2012;28:1098-104.

59. Yan YL, Kim YK, Kim KH, Kwon TY. Changes in degree of conversion and microhardness of dental resin cements. Oper Dent 2010;35(2):203-10.

60. Eliades GC, Vougiouklakis GJ, Caputo AA. Degree of double bond conversion in light-cured composites. Dent Mater 1987;3(1):19–25.

61. Uctasli S, Tezvergil A, Lassila LV, Vallittu PK. The degree of conversion of fiberreinforced composites polymerized using different light-curing sources. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2005;21(5):469-75.

Tables

Material	Manufacturer	Batch
Glass fiber	Owens Corning, Riberão Claro, SP,	3552
	Brazil	
Coupling agent (silane)	Angelus, Londrina, PR, Brazil	34013
Condensation silicone impression	Nova DFL, Rio de Janeiro, RJ,	
material (Clonage)	Brazil	4579
Silicone Carbide Sandpaper 600, 1000	Norton Abrasivos, Saint-Gobain,	**
e 1200	Paris France	
BIS-GMA: 2,2-bis ([4 - (2 - hydroxy-3-	Sigma-Aldrich, St. Louis, MO,	MKBK4290V
metilacriloxipropoxi) phenyl]-propane)	EUA	
TEGDMA: triethylene glycol	Sigma-Aldrich, St. Louis, MO,	STBC51937
dimethacrylate	EUA	
Camphorquinone	Sigma Sigma-Aldrich, St. Louis,	STBC7007V
	MO, EUA	
Dimethylaminoethyl methacrylate	Sigma-Aldrich, St. Louis, MO,	BCBJ3899V
	EUA	
Butylated hydroxytoluene	Sigma-Aldrich, St. Louis, MO,	MKBL3562V
	EUA	
BaAlSiO ₂ glass (spherical silanated	Esstech Inc., Essington,	TSMP005935
filler particle, 0.7 µm)	Pennsylvania, USA	

Table 1. Materials used in this study

Groups	Pre-polymerization composite temperature	Post-curing method
Р	Room temperature	none
P/M	Room temperature	Microwave (540W/5 minutes)
P/A	Room temperature	Autoclaving (120°C/15 minutes)
PH-P	Pre-heated (60°C)	none
PH-P/M	Pre-heated (60°C)	Microwave (540W/5 minutes)
PH-P/A	Pre-heated (60°C)	Autoclaving (120°C/15 minutes)

Table 2. Experimental groups

Table 3. Comparisons by univariate factorial analysis of variance ($\alpha = 0.05$) to the significance of factors under study for each variable (diametral tensile strength, flexural strength, knoop microhardness, degree of conversion).

	<i>p</i> values			
	Diametral	Flexural	Knoop	Degree of
Factors under study	tensile strength	strength	microhardness	conversion
Pre-heating	.002	.0001	.0001	.478
Post-curing	.699	.0210	.0001	.310
Interaction	.016	.0403	.963	,887

Table 4. Mean and standard deviation (in parenthesis) for diametral tensile strength (MPa), flexural strength (MPa), knoop microhardness (KHN) and degree of conversion (%). Statistical comparisons by ANOVA and Tukey ($\alpha = 0.05$) tests.

Groups	Diametral tensile	Flexural strength	Knoop	Degree of
	strength		microhardness	conversion
Р	32.78(2.83) ^B	227.51(23.35) ^C	126.77(42.80) ^C	70.5(4.8) ^A
P/M	36.40(3.09) ^{AB}	240.47(21.56) ^{BC}	155.66(62.10) ^{AB}	75.4(4.0) ^A
P/A	37.09(3.43) ^{AB}	253.42(26.17) ^{ABC}	155.76(51.62) ^{AB}	75(3.8) ^A
PH-P	39.28(4.79) ^A	268.36(32.97) ^{ABC}	145.75(42.75) ^{BC}	74.8(5.9) ^A
PH-P/M	37.60(5.74) ^{AB}	285.36(37.58) ^A	178.14(50.46) ^A	76.5(6.4) ^A
PH-P/A	36.58(2.09) ^{AB}	274.82(36.08) ^{AB}	175.08(44.49) ^A	77.3(7.1) ^A

*Different letters indicate significant difference in vertical.

Table 5. Relationship between degree of conversion and mechanical properties (diametral tensile strength, flexural strength and knoop microhardness).

Variables	les Degree of conversion (DC)	
	Pearson Correlation (r)	
Diametral tensile strength	0.433	0.008
Flexural strength	-0.032	0.867
Knoop microhardness	0.293	0.116

Figures



Figure 1. SEM analysis showing the difference of interaction between fibers and resin matrix in preheated and not preheated groups. (A) \times 500 magnification, P group showing some remaining of matrix resin at the fibers surface. (B) \times 500 magnification, PH-P group presenting resin in intimate contact with glass fiber (arrows).



Figure 2. (A) \times 530 magnification, few remaining of resin at the fibers surface in P/A group. (B) \times 450 magnification, PH-P/A group showing better interaction between fibers and matrix resin with lots remaining of resin at the fibers surface.



Figure 3. (A) \times 900 magnification, closer examination of poor interaction between fibers and matrix resin in P/M group. (B) \times 900 magnification, PH-P group showing remarks of resin adhered inwardly to fiber surface (arrows).

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O pré-aquecimento mostrou-se favorável para uma melhor adesão entre fibras e matriz resinosa e para a redução de bolhas e espaços vazios na matriz resinosa, acarretando em melhor manipulação e melhores propriedades mecânicas ao compósito estudado. Apenas o uso da pós-polimerização não foi suficiente para aumentar significativamente as propriedades mecânicas e grau de conversão do compósito. As propriedades mecânicas e grau de conversão adequados obtidos pelo compósito experimental favorecem a continuidade de estudos com o mesmo. Estudos futuros são necessários para investigar o comportamento do material aquecido quando utilizado para a confecção de pinos intrarradiculares e compará-lo com pinos de fibra de vidro pré-fabricados.

REFERÊNCIAS¹

1. Zicari F, Van Merbeek M, Scotti R, Naert I. Effect of ferrule and post placement on fracture resistance of endodontically treated teeth after fatigue loading. J Dent 2013; 41: 207–215.

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

3. Sivers JE, Johnson WT. Restoration of endodontically treated teeth. Dental clinics of North America 1992; 36(3):631-50.

4. Abo El-Ela OA, Atta OA, El-Mowafy O. Fracture resistance of anterior teeth restored with a novel nonmetallic post. J Can Dent Assoc 2008; 74(5):441.

5. Coelho CS, Biffi JC, Silva GR, Abrahao A, Campos RE, Soares CJ. Finite element analysis of weakened roots restored with composite resin and posts. Dent Mater J 2009;28(6):671-8.

6. Plotino G, Grande NM, Bedini R, Pameijer CH, Somma F. Flexural properties of endodontic posts and human root dentin. Dent Mater 2007;23:1129–1135.

7. Lassila LV, Tanner J, Le Bell AM, Narva K, Vallittu PK. Flexural properties of fiber reinforced root canal posts. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2004;20(1):29-36.

8. Latempa AMA, Almeida SA, Nunes NF, S. da Silva EM, Guimarães JGA, Poskus LT. Techniques for restoring enlarged canals: an evaluation of fracture resistance and bond strength. Int Endod J 2015;48:28–36.

9. Silva GR, Santos-Filho, PC, Sisamoto-Júnior PC. Effect of post type and restorative techniques on the strain and fracture resistance of flared incisor roots. Braz Dent J 2011;22(3):230-7.

10. Torbjorner A, Fransson B. A literature review on the prosthetic treatment of structurally compromised teeth. J Prosthod 2004;17(3):369-76.

11. Bell AM, Lassila LV, Kangasniemi I, Vallittu PK. Bonding of fibre-reinforced composite post to root canal dentin. J Dent 2005;33(7):533-9.

12. Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LV. Fracture resistance of short, randomly oriented, glass fiber-reinforced composite premolar crowns. Acta Biomater 2007;3(5):779-84.

13. Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LV. Continuous and short fiber reinforced composite in root post-core system of severely damaged incisors. Open Dent J 2009;3:36-41

14. Bijelic J, Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LV. Fracture load of tooth restored with fiber post and experimental short fiber composite. Open Dent J 2011;5:58-65.

15. Cekic-Nagas I, Ergun G, Tezvergil A, Vallittu PK, Lassila LV. Effect of fiberreinforced composite at the interface on bonding of resin core system to dentin. Dent Mater J 2008;27(5):736-43.

16. Garoushi SK, Lassila LV, Vallittu PK. Short fiber reinforced composite: the effect of fiber length and volume fraction. J Contemp Dent Pract 2006;7(5):10-7.

17. Callaghan DJ, Vaziri A, Nayeb-Hashemi H. Effect of fiber volume fraction and length on the wear characteristics of glass fiber-reinforced dental composites. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2006;22(1):84-93.

18. Bae JM, Kim KN, Hattori M, Hasegawa K, Yoshinari M, Kawada E, et al. Fatigue strengths of particulate filler composites reinforced with fibers. Dent Mater J 2004;23(2):166-74.

19. Dyer SR, Lassila LV, Jokinen M, Vallittu PK. Effect of cross-sectional design on the modulus of elasticity and toughness of fiber-reinforced composite materials. J Prosthet Dent 2005;94(3):219-26.

20. Fonseca RB, Almeida LN, Mendes GAM, Kasuya AVB, Favarão IN, Paula MS. Effect of short glass fiber/filler particle proportion on flexural and diametral tensile strength of a novel fiber-reinforced composites. J Prosthod Res 2016;60(1):47-53.

21. Lassila LV, Vallittu PK. The effect of fiber position and polymerization condition on the flexural properties of fiber-reinforced composite. J Contemp Dent Pract 2004;5(2):14-26.

22. Dyer SR, Lassila LV, Jokinen M, Vallittu PK. Effect of fiber position and orientation on fracture load of fiber-reinforced composite. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2004;20(10):947-55.

23. Ellakwa AE, Shortall AC, Marquis PM. Influence of fiber type and wetting agent on the flexural properties of an indirect fiber reinforced composite. J Prosthet Dent 2002;88(5):485-90.

24. Bitencourt EMC. Influência do tipo e composição de pinos de fibra de vidro confeccionados por diferentes técnicas na resistência e padrão de fratura de incisivos bovinos. Universidade Federal de Goiás. 2011; (Dissertação de mestrado), Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, 2011.

25. Favarão IN. Estudo das propriedades mecânicas de um novo compósito experimental reforçado com fibra de vidro utilizado para a confecção de pinos intrarradiculares. Universidade Federal de Goiás. 2013; (Dissertação de mestrado), Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, 2013.

26. Kasuya AVB. Influência do material de reembasamento e do tipo de fibra na distribuicao de tensões e resistência à fratura em raízes bovinas. Universidade Federal de Goiás. 2013; (Dissertação de mestrado), Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, 2013.

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

28. Caughman WF, Caughman GB, Shiflett RA, Rueggeberg F, Schuster GS. Correlation of cytotoxicity, filler loading and curing time of dental composites. Biomaterials 1991;12(8):737-40.

29. Ekfeldt A, Oilo G. Occlusal contact wear of prosthodontic materials. An in vivo study. Acta Odont Scand 1988;46(3):159-69.

30. Ruyter IE, Nilner K, Moller B. Color stability of dental composite resin materials for crown and bridge veneers. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 1987;3(5):246-51.

31. Wagner WC, Aksu MN, Neme AM, Linger JB, Pink FE, Walker S. Effect of pre-heating resin composite on restoration microleakage. Oper Dent 2008;33(1):72-8.

32. dos Santos RE, Lima AF, Soares GP, Ambrosano GM, Marchi GM, Lovadino JR, et al. Effect of preheating resin composite and light-curing units on the microleakage of Class II restorations submitted to thermocycling. Oper Dent 2011;36(1):60-5.

33. Daronch M, Rueggeberg FA & De Goes MF. Monomer conversion of preheated composite. J Dent Res 2005;84(7):663-667.

34. Deb S, Di Silvio L, Mackler HE, Millar BJ. Pre-warming of dental composites. Dent Mater 2011;27(3):e51-9

35. Daronch M et al. Polymerization kinetics of pre-heated composites. J Dent Res 2006; 85(1):38-43

36. Lucey S, Lynch CD, Ray NJ, Burke FM & Hannigan A. Effect of pre-heating on the viscosity and microhardness of a resin composite. J Oral Rehab 2010;37(4) 278-282

37. Tanoue N, Matsumura H, Atsuta M. Comparative evaluation of secondary heat treatment and a high intensity light source for the improvement of properties of prosthetic composites. J Oral Rehab 2000;27(4):288-93.

38. Park SH, Lee CS. The difference in degree of conversion between light-cured and additional heat-cured composites. Oper Dent 1996;21(5):213-7.

39. Casselli DS, Worschech CC, Paulillo LA, Dias CT. Diametral tensile strength of composite resins submitted to different activation techniques. Braz Oral Res 2006;20(3):214-8.

40. Soares CJ, Pizi EC, Fonseca RB, Martins LR. Mechanical properties of lightcured composites polymerized with several additional post-curing methods. Oper Dent 2005;30(3):389-94.

41. Leung RLF, P. L; Johnston, W. M. . Post-irradiation polmerization of visible light-activated composite resin. J Dent Res1983;62:363-5.

42. da Silva GR, Simamoto-Junior PC, da Mota AS, Soares CJ. Mechanical properties of light-curing composites polymerized with different laboratory photo-curing units. Dent Mater J 2007;26(2):217-23.

43. Peutzfeldt A, Asmussen E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. J Dent 2000;28(6):447-52.

44. Hattori M, Takemoto S, Yoshinari M, Kawada E, Oda Y. Durability of fiberpost and resin core build-up systems. Dent Mater J 2010;29(2): 224-8.

45. Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LV. Fracture resistance of short, randomly oriented, glass fiber-reinforced composite premolar crowns. Acta Biomater 2007;3(5):779-84.

46. Dyer SR, Sorensen JA, Lassila LV, Vallittu PK. Damage mechanics and load failure of fiber-reinforced composite fixed partial dentures. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2005;21(12):1104-10

47. Kumbuloglu O, Ozcan M, User A. Fracture strength of direct surface-retained fixed partial dentures: effect of fiber reinforcement versus the use of particulate filler composites only. Dent Mater J 2008;27(2):195-202.

48. Garoushi SK, Sailynoja E, Vallittu PK, Lassila LV. Physical properties and depth of cure of a new short fiber reinforced composite. Dent Mater 2013;29(8):835-41.

49. Vallittu PK. Curing of a silane coupling agent and its effect on the transverse strength of autopolymerizing polymethylmethacrylate-glass fibre composite. J Oral Rehab 1997;24(2):124-30.

50. Lastumaki TM, Lassila LV, Vallittu PK. Flexural properties of the bulk fiberreinforced composite DC-tell used in fixed partial dentures. Int J Prosthod 2001;14(1):22-6.

51. Vallittu PK. Effect of 180-week water storage on the flexural properties of E-glass and silica fiber acrylic resin composite. Int J Prosthod 2000;13(4):334-9.

52. Abdulmajeed AA, Narhi TO, Vallittu PK, Lassila LV. The effect of high fiber fraction on some mechanical properties of unidirectional glass fiber-reinforced composite. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2011;27(4):313-21.

53. Tezvergil A, Lassila LV, Vallittu PK. The effect of fiber orientation on the thermal expansion coefficients of fiber-reinforced composites. Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials 2003;19(6):471-7.

54. Garoushi S, Lassila LV, Tezvergil A, Vallittu PK. Load bearing capacity of fibre-reinforced and particulate filler composite resin combination. J Dent 2006;34(3):179-84.

55. Tezvergil A, Lassila LV, Vallittu PK. The effect of fiber orientation on the polymerization shrinkage strain of fiber-reinforced composites. Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials 2006;22(7):610-6.

56. Cheng TH, Jones FR, Wang D. Effect of fiber conditioning on the interfacial shear strength of glassfiber composite. Compos Sci Technol 1993;48:89-96.

57. Petersen RC. Discontinuous fiber-reinforced composites above critical length. J Dent Res 2005;84(4):365-70.

58. Vallittu PK. Flexural properties of acrylic resin polymers reinforced with unidirectional and woven glass fibers. J Prosthet Dent. 1999;81(3):318-26

59. Clark HP, E. Bonding of silane-coupling agents in glass-reinforced pastics. Modern plastics 1963;40.

60. Soderholm KJ, Shang SW. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. J Dent Res 1993;72(6):1050-4.

61. Fonseca RB, de Paula MS, Favarao IN, Kasuya AV, de Almeida LN, Mendes GA, et al. Reinforcement of dental methacrylate with glass fiber after heated silane application. BioMed Res Int 2014;2014:364:398.

62. Breeding LC, Dixon DL, Caughman WF. The curing potential of lightactivated composite resin luting agents. J Prosthet Dent 1991;65(4):512-8

63. Unterbrink GL, Muessner R. Influence of light intensity on two restorative systems. J Dent 1995;23(3):183-9

64. Behr M, Rosentritt M, Lang R, Handel G. Flexural properties of fiber reinforced composite using a vacuum/pressure or a manual adaptation manufacturing process. J Dent 2000;28(7):509-14.

65. Uctasli S, Tezvergil A, Lassila LV, Vallittu PK. The degree of conversion of fiber-reinforced composites polymerized using different light-curing sources. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2005;21(5):469-75.

66. Bijelic J, Garoushi S, Vallittu PK, Lassila LV. Short fiber reinforced composite in restoring severely damaged incisors. Acta Odont Scand 2013;71(5):1221-31

67. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. Eur J Oral Sci 1997;105(2):97-116.

68. Stansbury JW. Curing dental resins and composites by photopolymerization. J Esthet Dent 2000;12(6):300-8.

69. Taira M, Urabe H, Hirose T, Wakasa K, Yamaki M. Analysis of photoinitiators in visible-light-cured dental composite resins. J Den Res 1988;67(1):24-8.

70. Neumann MG, Miranda WG, Jr., Schmitt CC, Rueggeberg FA, Correa IC. Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiators and light curing units. J Dent 2005;33(6):525-32.

71. Neumann MG, Schmitt CC, Ferreira GC, Correa IC. The initiating radical yields and the efficiency of polymerization for various dental photoinitiators excited by different light curing units. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2006;22(6):576-84.

72. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW, Jr. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. Oper Dent 1994;19(1):26-32.

73. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW, Jr., Davis HC. Factors affecting cure at depths within light-activated resin composites. Am J Dent 1993;6(2):91-5.

74. Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G. Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2013;29(2):139-56.

75. Lovell LG, Newman SM, Bowman CN. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. J Dent Res 1999;78(8):1469-76.

76. Asmussen E, Peutzfeldt A. Polymerization contraction of resin composite vs. energy and power density of light-cure. Eur J Oral Sci 2005;113(5):417-21.

77. Nagel R. Operation and diagnostic features of the VIP light. Compendium of continuing education in dentistry 1999(25):855-9.

78. Rueggeberg F. Contemporary issues in photocuring. Compendium of continuing education in dentistry 1999(25):S4-15.

79. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 2002;18(6):463-9.

80. Emami N, Soderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. Eur J Oral Sci 2003;111(6):536-42.

81. Miyazaki M, Oshida Y, Moore BK, Onose H. Effect of light exposure on fracture toughness and flexural strength of light-cured composites. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 1996;12(6):328-32.

82. Lovell LG, Newman SM, Bowman CN (1999). The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. J Dent Res 78:1469-1476.

83. Wagner et al. Effect of pre-heating resin composite on restoration microleakage. Oper Dent 2008; 33(1):72-78

84. Lohbauer et al. The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage. Dent Mat 2009; 25:514-19.

85. Fróes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Francci C, Reis A, Loguercio AD. Composite pre-heating: Effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties. Dent Mat 2010; 26:208-314.

86. Deb S, Di Silvio S, Mackler HE, Millar BJ. Pre-warming of dental composites. Dent Mat 2011; 27:51-9.

87. Dos Santos ARE, Lima AF, Soares GP, Ambrosano GMB, Marchi GM, Lovadino JR et al. Resin composite and ligth curing units on the microleakage of class II restoration submitted to termocycling. Oper Dent 2011; 36(1):60-65.

88. Tantbirojn D, Chongvisal S, Augustson DE, Versluis A. Hardness and postgel shrinkage of pre-heated composites. Quintessence Int 2011; 42(3):e51-59.

89. Osternak FH, Caldas DBM, Almeida JB, Souza EM, Mazur RF. Effects of preheating and precooling on the hardness and shrinkage of a composite resin cured with QTH and LED. Oper Dent 2013; 32(3):E50-57.

90. Ayub KV, Santos GC, Rizkalla AS, Bohay R, Pegoraro LF, Rubo JH et al. Effect of pre-heating on microhardness and viscosity of 4 resin composites. J Can Dent Assoc 2014; 80(12):1-8.

91. Burtscher P. Stability of radicals in cured composite materials. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 1993;9(4):218-21.

92. Kildal KK, Ruyter IE. How different curing methods affect the degree of conversion of resin-based inlay/onlay materials. Acta Odont Scan 1994;52(5):315-22.

93. Wendt SL, Jr. The effect of heat used as a secondary cure upon the physical properties of three composite resins. I. Diametral tensile strength, compressive strength, and marginal dimensional stability. Quintessence int 1987;18(4):265-71.

94. Wendt SL, Jr. The effect of heat used as secondary cure upon the physical properties of three composite resins. II. Wear, hardness, and color stability. Quintessence int 1987;18(5):351-6.

95. Ferracane JL, Condon JR. Post-cure heat treatments for composites: properties and fractography. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 1992;8(5):290-5.

96. Tanoue N, Matsumura H, Atsuta M. Curing depth of a composite veneering material polymerized with seven different laboratory photo-curing units. J Oral Rehab 1998;25(3):199-203.

97. Tanoue N, Matsumura H, Atsuta M. Effectiveness of polymerization of a prosthetic composite using three polymerization systems. J Prostht Dent 1999;82(3):336-40.

98. Matsumura H, Tanoue N, Atsuta M. Depth of cure of prosthetic composite materials polymerized with laboratory and handheld photo-curing units. J Oral Rehab 1999;26(9):698-703.

99. Asmussen E, Peutzfeldt A. Mechanical properties of heat treated restorative resins for use in the inlay/onlay technique. Scand J Dent Res 1990;98(6):564-7.

100. Tanoue N, Matsumura H, Atsuta M. Properties of four composite veneering materials polymerized with different laboratory photo-curing units. J Oral Rehab 1998;25(5):358-64.

101. Bagis YH, Rueggeberg FA. Effect of post-cure temperature and heat duration on monomer conversion of photo-activated dental resin composite. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials 1997;13(4):228-32.

102. Peutzfeldt A, Asmussen E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. J Dent 2000;28(6):447-52.

103. Miyazaki CL, Medeiros IS, Santana IL, Matos Jdo R, Rodrigues Filho LE. Heat treatment of a direct composite resin: influence on flexural strength. Braz Oral Res 2009;23(3):241-7.

104. American National Standard Institute/American Dental Association. Specification nº 27. Resin-based filling materials; 1993.

105. International Organization for Standardization. Specification nº 4049. Dentistry polymer-based filling, restorative and luting materials, 2000.

106. American Society for Testing and Materials ASTM E-384-99. Standard test method for microindentation hardness of materials, 2000.

¹ Referências formatadas segundo Vancouver.