

Doglas Cecchin

Influência da clorexidina gel, etanol e hipoclorito de sódio na resistência de união à dentina radicular e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Clínica Odontológica, área de Endodontia.

Orientador: Prof. Dr. Caio Cezar Randi Ferraz

Piracicaba

2010

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA
Bibliotecária: Elis Regina Alves dos Santos – CRB-8ª. / 8099

C322i Cecchin, Doglas.
Influência da clorexidina gel, etanol e hipoclorito de sódio na resistência de união à dentina radicular e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta / Doglas Cecchin. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2010.

Orientador: Caio Cezar Randi Ferraz.
Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Adesivos dentinários. 2. Estabilidade. 3. Irrigação. I. Ferraz, Caio Cezar Randi. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.
(eras/fop)

Título em Inglês: Influence of gel clorexidine, ethanol and sodium hypochlorite on the bond strength to root dentin and adhesive durability of the fiber post relined with resin composite

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dentin-bonding agents. 2. Stability. 3.

Irrigation

Área de Concentração: Endodontia

Titulação: Doutor em Clínica Odontológica

Banca Examinadora: Caio Cezar Randi Ferraz, Bruno Carlini Júnior, João Vicente Baroni Barbizam, Alexandre Augusto Zaia, José Flávio Affonso de Almeida

Data da Defesa: 09-12-2010

Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 09 de Dezembro de 2010, considerou o candidato DOGLAS CECCHIN aprovado.

Prof. Dr. CAIO CEZAR RANDI FERRAZ

Prof. Dr. BRUNO CARLINI JÚNIOR

Prof. Dr. JOÃO VICENTE BARONI BARBIZAM

Prof. Dr. ALEXANDRE AUGUSTO ZAIA

Prof. Dr. JOSÉ FLÁVIO AFFONSO DE ALMEIDA

DEDICATÓRIA

*À **Deus**, pois a consciência de Sua presença no meu lado é uma motivação permanente.*

*Aos meus pais **Gládis e Nelci**, pelo apoio, amor e carinho que sempre tiveram comigo e por acreditarem em mim. Dedico todas minhas conquistas a vocês.*

*À minha irmã **Kalinca**, que sempre me apoiou com sua amizade, cuidado e carinho. Sinto-me um privilegiado por ter você do meu lado, que junto comigo, vibra a cada etapa conquistada em minha vida.*

*À **Ana Paula**, por dividir comigo essa caminhada sempre me apoiando com seu amor, carinho e compreensão, vibrando com cada vitória e apoiando-me nas dificuldades. Obrigado.*

Dedico este trabalho...

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

*Ao meu orientador, **Prof. Dr. Caio Cezar Randi Ferraz**, pela confiança em mim depositada desde o primeiro momento em que cheguei na FOP-Unicamp.*

Agradeço pelos ensinamentos transmitidos, por toda a disponibilidade e pelo agradável convívio ao longo desse tempo. Obrigado pelos conselhos e ajuda na tomada de decisões e também pelos momentos que compartilhamos juntos. Sempre faltarão palavras para expressar a enorme gratidão por tudo o que você fez por mim.

*Ao **Prof. Dr. Bruno Carlini-Júnior**, professor da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo. Agradeço o constante apoio e orientação desde o período que estive na graduação. Ensinamentos que carrego comigo sempre e que foi sedimentado não só pela sua forma especial de orientar, sua ética e seu brilhantismo profissional, mas também pelo humanismo e amizade. Base sólida na minha formação, agradeço seu apoio, orientação e, acima de tudo, agradeço pela sua amizade.*

*Ao **Prof. Dr. João Vicente Baroni Barbizam**, professor da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo, que em breve levará seus conhecimentos à terra do Tio Sam. Agradeço pelo apoio, pelos ensinamentos e pelos conhecimentos transmitidos, os quais fizeram nascer em mim o interesse pela Endodontia. Pela amizade e incentivo em lutar por meus ideais. Seu profissionalismo e ética, sempre dedicado em tudo o que faz, servem de exemplo a ser seguido. Base sólida na minha formação, agradeço seu apoio, orientação e, acima de tudo, agradeço pela sua amizade.*

Meus sinceros agradecimentos...

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, nas pessoas do diretor **Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior** e do diretor associado **Prof. Dr. Alexandre Augusto Zaia**.

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

Ao **Prof. Dr. Caio Cezar Randi Ferraz**, responsável pela área de Endodontia da FOP UNICAMP, pela oportunidade da realização deste trabalho.

Ao **Prof. Dr. Francisco José de Souza-Filho**, **Profª. Drª. Brenda Paula Figueiredo de Almeida Gomes**, **Prof. Dr. Alexandre Augusto Zaia**, **Prof. Dr. Caio Cezar Randi Ferraz** e **Prof. Dr. José Flávio Affonso de Almeida**, professores da disciplina de Endodontia da FOP-Unicamp, pelos conhecimentos transmitidos e agradável convivência.

À **Profª. Drª. Brenda Paula Figueiredo de Almeida Gomes**, **Prof. Dr. José Flávio Affonso de Almeida** e ao **Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar**, componentes da banca examinadora do Exame de Qualificação, pela importante contribuição a este trabalho.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão da bolsa de estudo para o doutorado, processo nº 2009/05183-0.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo financiamento do material utilizado neste trabalho através de verba para Auxílio à

Pesquisa, processo nº2010/00100-7.

À **Profª. Drª. Brenda Paula Figueiredo de Almeida Gomes, Profª. Drª. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia** e a secretária da pós-graduação **Érica A. Pinho Sinhoreti**, que não mediram esforços para a realização da defesa de minha Tese na data estipulada.

Ao **Dr. Antonio Francisco lemma**, pela consultoria e análise estatística. Foi um privilégio conhecê-lo.

Aos funcionários da Endodontia, **Ana Cristina do Amaral Godoy, Daiane Machado Scutton** e **Wanderly Lima de Almeida Pavinatto**, por serem sempre solícitas e dispostas a ajudar. Agradeço pela amizade e carinho.

Aos colegas de mestrado **Carlos Vieira Andrade Júnior, Emanuel João Nogueira Leal da Silva, Fernanda Freitas Lins, Karine Schell de Moraes Nicastro, Marcos Sérgio Endo** e **Maria Raquel Figueiredo Penalva Monteiro** e **Shaiana Tashi Kawagoe** pelo companheirismo, amizade e pelo convívio durante todo este tempo.

Aos colegas de doutorado, **Ana Carolina Macarenhas Oliveira, Ana Carolina Rocha Lima Caiado, Antônio Batista, Carlos Augusto de Moraes Souto Pantoja, Daniel Rodrigo Herrera Morante, Danna Mota Moreira, Estela Marta Doffo de Winocur, Fernanda Graziela Corrêa Signoretti, Francisco Montagner, Frederico Canato Martinho, Gabriel Rocha Campos, Giselle Priscilla Cruz Abi Rached, Juliana Melo da Silva, Letícia Maria Menezes Nóbrega, Maira do Prado, Marcos Roberto dos Santos Frosoni, Nilton Vivacqua Gomes** e **Ricardo Ferreira** e à colega do pós-doutorado **Thais Accorsi Mendonça** pelo companheirismo, amizade e pelo convívio durante todo este tempo. Sinto-me privilegiado pelos momentos que passamos juntos.

Aos estagiários da Disciplina de Endodontia **Ariane Cassia Salustiano Marinho, Cláudia Leal Sampaio Suziki, Thaís Mageste Duque e Tiago Farias Rocha Lima** pelos momentos agradáveis e pelos risos.

Ao frigorífico **Renato Telles Matadouro Frigorífico**, pela disponibilidade e fornecimento dos dentes utilizados nesta pesquisa.

Aos meus avós paternos, **Isaias Cecchin e Idalina Cecchin**, e maternos **Antenor Baschera e Jurema Baschera** (*in memoriam*), pelo apoio, companheirismo e por todos os momentos agradáveis que passamos e passaremos juntos. As melhores histórias jamais serão escritas, assim como os melhores momentos não serão esquecidos.

Aos meus dindos, **Délvio Baschera e Zélide Baschera, André Chini e Silvana Chini**, pelos momentos agradáveis e pelo apoio em todos os momentos.

Ao **Pedro Goergen e Anita Goergen**, pelo carinho, amizade e todo o apoio necessário desde o primeiro momento que chegamos em Piracicaba.

Aos amigos, **Aloísio Oro Spazzin, Daniel Galafassi, Diogo Cruvinel e Matheus Souza**, pelo companheirismo e amizade criada e cultivada.

Aos meus familiares, que sempre torceram por meu sucesso.

À todas as pessoas que participaram de forma direta e indireta, contribuindo para a realização desse trabalho.

Meus sinceros agradecimentos...

RESUMO

A resistência de união de pinos à dentina radicular pode ser comprometida ao longo do tempo pela degradação da interface adesiva. Por isso, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do pré-tratamento da dentina radicular com clorexidina 2% (CHX), etanol 100% (EtOH) e hipoclorito de sódio 5,25% (NaOCl) e a associação dessas substâncias, na resistência de união e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta à dentina radicular. Também foram avaliadas a técnica úmida (TU) e seca (TS) (secagem com jatos de ar por 5 segundos). No capítulo 1 que compõe este trabalho, os pré-tratamentos foram: G1(controle)- irrigação com soro fisiológico; G2- TS; G3- CHX por 5 minutos; G4- EtOH por 1 minuto; e G5- CHX por 5 minutos seguido de EtOH por 1 minuto. Logo após, os canais foram secos com cones de papel absorvente (TU) e a dentina hibridizada com Scotch Bond. No G2, após a TU foi realizada TS. Pinos fibra de vidro reembasados com resina composta foram cimentados com Rely X ARC. Cada grupo foi dividido em 3 subgrupos: 24 horas de armazenamento em água; 12 meses em água; 12 meses em óleo. Todas as raízes foram seccionadas, o teste de *push-out* realizado e os valores de resistência de união analisados estatisticamente pelos testes ANOVA/Tukey's ($\alpha=0,05$). Os grupos imediatos apresentaram valores similares ($P>0,05$), com exceção da TS que resultou em menores valores de resistência de união ($P<0,05$). A CHX preservou os valores nos grupos estocados por 12 meses ($P>0,05$), e os demais grupos estocados apresentaram redução nos valores de resistência de união ($P<0,05$). Pode-se concluir que apenas a CHX foi capaz de preservar os valores de resistência por 12 meses. No capítulo 2, foi realizado o pré-tratamento da dentina radicular com NaOCl isolado e em associação com CHX e/ou EtOH, além da realização da TU e TS. O sistema adesivo, os demais procedimentos e análise estatística foram similares ao capítulo 1. Os resultados mostraram maiores valores de resistência de união nos grupos onde apenas o NaOCl foi utilizado ou

associado à CHX, com a TU ou TS, nos grupos imediatos e armazenados por 12 meses ($P>0.05$). Nos grupos onde EtOH foi utilizado, os valores de resistência de união foram menores ($P<0,05$). Foi possível concluir que o NaOCl isolado ou associado com CHX foi capaz de preservar os valores de resistência de união por 12 meses. No capítulo 3, os grupos foram iguais aos do capítulo 1, no entanto a TS não foi estudada e o adesivo utilizado foi o Clearfil SE Bond. O preparo das amostras e análise estatística foram similares ao capítulo 1. Os grupos imediatos apresentaram valores similares de resistência de união ($P>0,05$). Houve diminuição significativa nos grupos controles após 12 meses de armazenamento ($P<0,05$). O uso de CHX e/ou EtOH preservou os valores de resistência de união por 12 meses ($P>0,05$). Pode-se concluir que o pré-tratamento da dentina com CHX e/ou EtOH foi capaz de preservar a resistência de união por 12 meses.

Palavras-chave: adesivos dentinários, estabilidade, irrigação.

ABSTRACT

The bond strength of posts to root dentin can be compromised over time by adhesive interface degradation. Therefore, the aim of this study was to investigate the effects of pre-treatment of root dentin with 2% chlorhexidine (CHX), 100% ethanol (EtOH) and 5.25% sodium hypochlorite (NaOCl), as well as the association of these substances, on the bond strength and adhesive durability of fiber posts relined with resin composite to root dentin. The wet (WT) and dry (ST) (air-drying for five seconds) techniques were also evaluated. The first chapter of this work, the pre-treatments were: G1-control, irrigation with physiologic solution; G2, ST; G3, 5 minutes with CHX; G4, 1 minute with EtOH; and G5, 5 minutes with CHX followed by 1 minute EtOH. Afterwards, the root canals were dried with absorbent paper cones (WT) and the dentin hybridized with Scotch Bond. In G2, after WT was realized ST. Fiber post relining with resin composite was cemented with RelyX ARC. Each group was randomly divided into three subgroups: 24 h of water storage, 12 months of water storage, and 12 months of oil storage. All roots were sectioned transversely, the *push-out* test was performed and bond strength values were analyzed by ANOVA/Tukey's test ($\alpha=0.05$). Immediate groups showed similar bond strengths ($P>0.05$), except that the ST significantly decreased bond strength ($P<0.05$). The use of CHX preserved bond strength in the groups stored in water and oil for 12 months ($P>0.05$). The other groups stored for 12 months showed a significant decrease in bond strength ($P<0.05$). It may be concluded that CHX preserved the bond strength for 12 months. In the second chapter, pre-treatment of root dentin was performed with NaOCl alone, and associated with CHX and/or EtOH. In addition ST and WT were performed. The adhesive system, the sample preparation and statistical analysis were similar to those used in the first chapter. The results showed that the groups in which NaOCl was used alone or associated with CHX showed the highest bond strength values with ST or WT in the immediate and groups stored for 12 months ($P>0.05$). The groups that used

EtOH showed lower bond strength and there was a statistical similarity between them ($P < 0.05$). It may be concluded that the use of NaOCl or NaOCl associated with CHX preserved the bond strength to root dentin for 12 months. In the third chapter, the treatments were the same as those in the first chapter. However, the ST was not studied and the adhesive used was Clearil SE Bond. The sample preparation and statistical analysis were similar to those used in the first chapter. Immediate groups showed similar bond strength values with or without CHX and/or EtOH pre-treatment ($P > 0.05$). A significant decrease in the bond strength was observed in the control groups after 12 months of storage in water and oil ($P < 0.05$). It may be concluded that the use of CHX and/or EtOH preserved bond strength in the groups stored in water and oil for 12 months ($P < 0.05$).

Key-words: dental bonding systems, stability, irrigation.

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	1
2.	PROPOSIÇÃO	9
3.	CAPÍTULOS	11
	Capítulo 1: Chlorhexidine stabilizes the bond strength of the fiber post relined with resin composite to root dentin using a total etching adhesive system	13
	Capítulo 2: Deproteinization technique stabilizes the adhesion of the fibreglass post relined with resin composite to root canal	33
	Capítulo 3: Effect of chlorhexidine and ethanol on the durability of the adhesion of the fiber post relined with resin composite to the root canal	53
4.	CONSIDERAÇÕES GERAIS	69
5.	CONCLUSÃO	83
6.	REFERÊNCIAS	85
	APÊNDICE	91
1.	Detalhamento da metodologia	91
2.	Detalhamento dos resultados	105
	Capítulo 1	105
	Capítulo 2	111
	Capítulo 3	119
	ANEXOS	125
1.	Comprovação de submissão do artigo referente ao Capítulo 1	125
2.	Comprovação de submissão do artigo referente ao Capítulo 2	127
3.	Comprovação de submissão do artigo referente ao Capítulo 3	129
4.	Declaração	131

1. INTRODUÇÃO

Dentes tratados endodonticamente muitas vezes necessitam de restaurações indiretas devido à grande perda de estrutura dental sadia por lesão cariosa e/ou traumas (Cheung, 2005; Bitter & Kielbassa, 2007; Wu *et al.*, 2007). Nesses casos, a utilização de pinos intrarradiculares é recomendada para promover retenção à restauração final (Varvara *et al.*, 2007; Salameh *et al.*, 2008).

Núcleos metálicos fundidos são tradicionalmente utilizados como meio de retenção intrarradicular (Dietschi *et al.*, 2008), apesar de apresentarem limitações como alto módulo de elasticidade, que aumenta a possibilidade de fraturas não recuperáveis no remanescente dental (Lassila *et al.*, 2004). Os pinos pré-fabricados de fibra de vidro trouxeram grandes avanços, principalmente nas propriedades mecânicas, como elevada resistência flexural e módulo de elasticidade próximo ao da estrutura dental, minimizando a transmissão de tensões sobre as paredes radiculares e diminuindo a possibilidade de fraturas (Asmussen *et al.*, 1999; Asmussen *et al.*, 2005). Além disso, possuem composição química compatível com sistemas adesivos (Malquarti *et al.*, 1990).

A retenção desses pinos de fibra de vidro é de vital importância para o adequado desempenho biomecânico da restauração (Iglesia-Puig & Arellano-Cabornero, 2004), porém, sua perda é um tipo de falha frequentemente observada (Ferrari *et al.*, 2000a). Em canais amplos, onde não existe adequada adaptação do pino, a linha de cimentação torna-se muito espessa, o que pode levar a formação de bolhas que predispõe a falha de união (Grandini *et al.*, 2005b). Por isso, tem sido proposto o reembasamento do pino com resina composta, criando um retentor individualizado com melhor adaptação ao canal radicular e, conseqüentemente, com reduzida linha de cimentação (Grandini *et al.*, 2003a; Velmurugan & Parameswaran, 2004; Faria-E-Silva *et al.*, 2009; Macedo *et al.*, 2010).

Pesquisas avaliando sistemas adesivos e o desenvolvimento desses materiais vêm melhorando a retenção dos pinos de fibra nos canais radiculares (Ferrari *et al.*, 2000b), pois os adesivos propiciam união micromecânica através da formação da camada híbrida (Nakabayashi, 1992). Duas técnicas adesivas têm sido utilizadas para a obtenção da camada híbrida. A primeira, chamada de técnica do condicionamento ácido ou de união úmida, baseia-se no ataque ácido da dentina mediante a aplicação de ácido fosfórico resultando na remoção da *smear layer* seguida da exposição da rede de colágeno, em que os monômeros resinosos difundem-se para formação da camada híbrida (Kato & Nakabayashi, 1996). A outra técnica utiliza monômeros ácidos, chamados *primers* autocondicionantes, que desmineralizam parcialmente a *smear layer* e a dentina subjacente, incorporando-as e usando-as como substrato para união (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

A efetividade da adesão imediata dos sistemas adesivos tem sido mostrada satisfatória (De Munck *et al.*, 2005). Entretanto, a longo prazo os valores de resistência de união sofrem uma drástica diminuição (Hashimoto *et al.*, 2003; Armstrong *et al.*, 2004; Koshiro *et al.*, 2005; Garcia-Godoy *et al.*, 2007). Shono *et al.* (1999) demonstraram que a adesão ao substrato dentinário é passível de degradação, com diminuição significativa dos valores de resistência em função do tempo. A degradação da camada híbrida pode ser resultado da exposição à água e/ou enzimas bacterianas. A água incorporada à camada híbrida inibe a reação de polimerização e degrada os componentes resinosos. Além disso, a hidrólise das fibrilas colágenas expostas e não hibridizadas quebra as ligações covalentes com os polímeros resinosos, o que compromete fatalmente a durabilidade da adesão (Hashimoto *et al.*, 2003a; Hashimoto *et al.*, 2003b).

Alguns estudos têm relatado que a degradação das fibrilas colágenas pode ser acelerada pela presença de enzimas endógenas denominadas de metaloproteínases (MMPs) (Pashley *et al.*, 2004a; Hebling *et al.*, 2005; Mazzoni *et al.*, 2006; Nishitani *et al.*, 2006; Carrilho *et al.*, 2007a,b; Breschi *et al.*, 2010; Ricci *et al.*, 2010) que apresentam atividade metabólica de remodelação e degradação

de vários tipos de colágeno e estão presentes na matriz extracelular e membrana basal de células humanas (Visse & Nagase, 2003; Bourd-Boittin *et al.*, 2005). A matriz dentinária contém muitas proteínas não-colagenolíticas nas quais já foram identificadas alguns tipos de MMPs: MMP-2, MMP-8, MMP-9 (Tjäderhane *et al.*, 1998; Martin-De La Heras *et al.*, 2000; Bourd-Boittin *et al.*, 2005; Mazzoni *et al.*, 2007; Sulkala *et al.*, 2007), sendo inclusive encontradas na dentina radicular de dentes humanos (Santos *et al.*, 2009) e bovinos (Santos, 2009). Durante a mineralização da dentina, estas enzimas ficam retidas na matriz extracelular em estado latente (Tjäderhane *et al.*, 1998), mas podem ser ativadas se, por alguma razão, a dentina for desmineralizada (Fukae *et al.*, 1991). Tem sido demonstrado que a ativação das MMPs ocorre após a utilização de sistemas adesivo precedidos pelo condicionamento ácido (Mazzoni *et al.*, 2006; Carrilho *et al.*, 2007a,b; Breschi *et al.*, 2010; Ricci *et al.*, 2010) e autocondicionantes (Nishitani *et al.*, 2006; Lehmann *et al.*, 2009; Tay *et al.*, 2009). Tay *et al.*, 2009 relataram que o tratamento da dentina com adesivo autocondicionante aumentou a atividade colagenolítica em 15 vezes. Assim, a suspeita de que as MMPs participem da degradação fibrilas colágenas expostas pelo procedimento adesivo parece ser um fato plausível (Pashley *et al.*, 2004a).

A degradação das fibrilas de colágeno pode ser reduzida com a inibição das atividades dessas enzimas. O digluconato de clorexidina, empregado usualmente como solução desinfetante de preparos cavitários (de Castro *et al.*, 2003), e como substância química auxiliar ao tratamento endodôntico (Ferraz *et al.*, 2001; Mohammadi & Abbott, 2009) mostrou ter função antiproteolítica, inibindo de forma inespecífica a ação das MMPs (Gendron *et al.*, 1999; Pashley *et al.*, 2004a; Hebling *et al.*, 2005; Erhardt *et al.*, 2008), além de não causar alteração estrutural nas fibrilas colágenas (Moreira *et al.*, 2009). Assim o emprego dessa solução, previamente à aplicação dos sistemas adesivos retarda a degradação das interfaces adesivas aumentando a durabilidade da camada híbrida (Carrilho *et al.*, 2007a,b; Campos *et al.*, 2009; Komori *et al.*, 2009; Breschi *et al.*, 2010; Ricci *et al.*, 2010).

No entanto, o papel das fibrilas colágenas nos procedimentos adesivos também parece não estar completamente definido. Para autores como Pashley & Carvalho (1997) e Cederlund *et al.* (2002), o colágeno teria papel importante na resistência da união à estrutura dental. Uno & Finger (1995) afirmaram que o módulo de elasticidade da camada híbrida estaria próximo ao da dentina e que a rede de fibrilas colágenas agiria como absorvedor de tensões induzidas durante a mastigação. Por outro lado, alguns autores reportam que as fibrilas colágenas na dentina não contribuem e pode até interferir negativamente nos mecanismos de adesão (Gonçalves *et al.*, 2009). Com isso, a técnica da remoção parcial das fibrilas colágenas da superfície desmineralizada da dentina com hipoclorito de sódio (NaOCl), passou a ser uma alternativa para tentar melhorar a resistência de união (Prati *et al.*, 1999; Toledano *et al.*, 2002; Abo *et al.*, 2006; Silva *et al.*, 2007; Gonçalves *et al.*, 2009) e a durabilidade adesiva (Abo *et al.*, 2006; Gonçalves *et al.*, 2009). Segundo Nakabayashi (1992), a remoção do colágeno poderia também aumentar a durabilidade da restauração, já que o processo de degradação da interface hibridizada, decorrentes de uma possível hidrólise dos peptídeos do colágeno estaria teoricamente interrompido, caso essas fibrilas não estivessem presentes na interface adesiva.

Porém, o NaOCl causa alterações significativas nas propriedades mecânicas do substrato dentinário (Pascon *et al.*, 2009). O módulo de elasticidade e a resistência flexural tiveram um decréscimo significativo após o uso dessa solução (Grigoratos *et al.*, 2001), fato suficiente para alterar a resistência de união. Além disso, o NaOCl se dissocia em cloreto de sódio e oxigênio. O oxigênio nascente causa inibição na polimerização dos materiais adesivos (Yiu *et al.*, 2002) e também dificulta a infiltração dos sistemas adesivos nos túbulos dentinários e na dentina desmineralizada. Isso afeta a formação da camada híbrida, *tags* e a penetração nas ramificações laterais (Ari *et al.*, 2003), podendo reduzir dessa forma a resistência de união do sistema adesivo.

Ozturk & Özer (2004) ao compararem a influência do NaOCl 5% na resistência adesiva do *Clearfil SE Bond*, *Prompt L Pop*, *Scotchbond Multi Purpose*

e *Prime Bond NT*, constataram uma diminuição significativa na resistência de união para todos os sistemas. Santos *et al.* (2005) também observaram uma redução da resistência de união do sistema adesivo *Single Bond* após a desproteinização com NaOCl. Por outro lado, Vargas *et al.* (2009) e Gonçalves *et al.* (2009), encontraram maiores valores de resistência de união quando o NaOCl foi aplicado sobre a dentina após o condicionamento ácido. Dessa forma, a técnica de aplicação do NaOCl sobre a dentina condicionada precisa ser melhor estudada para se avaliar a real possibilidade de sua utilização. Além disso, Sauro *et al.* (2009) demonstraram por meio de microscopia confocal, a incompleta remoção das fibrilas colágenas após o tratamento da dentina com NaOCl 12% por 10 minutos.

Em sua composição, os sistemas adesivos contêm moléculas com caráter hidrofílico, que são compatíveis com o substrato dentinário e moléculas hidrofóbicas que são compatíveis com monômeros resinosos (Tay & Pashley, 2003; Breschi *et al.*, 2008; Carvalho *et al.*, 2009). Os monômeros adesivos são dissolvidos em água, acetona ou etanol que são necessários para volatilizar a água da dentina desmineralizada (Perdigão *et al.*, 2000). Estudos prévios afirmam que a técnica úmida de união é fundamental para a infiltração de monômeros hidrofílicos na matriz de colágena dentinária (Tay *et al.*, 1996; Van Meerbeek *et al.*, 1998). Porém, os monômeros hidrofóbicos têm maior estabilidade que os hidrofílicos, podendo melhorar a durabilidade da interface adesiva (Breschi *et al.*, 2008).

Por isso, recentemente foi proposta a volatilização da água residual da estrutura dentinária com etanol, antes da aplicação do sistema adesivo, para que os monômeros hidrofóbicos possam penetrar na dentina desmineralizada (Pashley *et al.*, 2007; Sadek *et al.*, 2007; Tay *et al.*, 2009; Carvalho *et al.*, 2009; Sadek *et al.*, 2010), aumentando com isso a durabilidade adesiva. Esta técnica tem como objetivo remover a água da dentina condicionada, com etanol, para permitir a penetração dos monômeros hidrofóbicos (Pashley *et al.*, 2007). Apesar dos bons resultados encontrados com essa técnica na dentina coronária (Pashley *et al.*,

2007; Sadek *et al.*, 2007; Tay *et al.*, 2007; Hosoka *et al.*, 2009), pouco se sabe sobre a aplicação do etanol durante a hibridização da dentina radicular para cimentação de pinos (Carvalho *et al.*, 2009), principalmente relacionado com a durabilidade da resistência de união.

A estratégia mais aceita para adesão ao tecido dentinário está baseada nos princípios da “adesão úmida” (Kanca, 1992). Esta se fundamenta na utilização de *primers* previamente à aplicação do *bond*. Tais *primers* são capazes de provocar a evaporação da água presente na camada de dentina desmineralizada, e assim, facilitando a penetração dos monômeros resinosos (Pashley & Carvalho, 1997). No entanto, essa técnica apresenta a dificuldade do profissional estabelecer um ideal padrão de umidade dentinária (Van Meerbeek *et al.*, 2001), sendo que a umidade excessiva leva a uma inadequada infiltração e fotoativação dos monômeros resinosos (Pashley & Carvalho, 1997), além de acelerar o processo de degradação da interface adesiva (Burrow *et al.*, 2005).

Vários estudos têm demonstrado que a técnica úmida apresenta uma alta resistência de união imediata, mas não é estável com o passar do tempo (Hashimoto *et al.*, 2003; Armstrong *et al.*, 2004; Garcia-Godoy *et al.*, 2007). Van Meerbeek *et al.* (1998) observaram que não houve diferença na resistência de união de dois sistemas adesivos à base de água quando a dentina foi preparada através da técnica úmida ou seca com ar. Segundo eles, a quantidade de água contida na solução do *primer* foi capaz de reidratar a trama das fibras colágenas, reexpandindo-as e favorecendo a adesão, quando utilizada a técnica seca.

A técnica de secagem da dentina (etanol ou ar) pode dificultar a exposição das fibras colágenas durante o processo de adesão, mas pode promover melhor remoção dos excessos de água. Inversamente, a técnica úmida pode facilitar a infiltração dos monômeros resinosos, mas pode apresentar um excesso de água e comprometer a durabilidade da adesão (Manso *et al.*, 2008). Por isso, torna-se relevante estudar a técnica de união úmida e seca, principalmente sobre o substrato dentinário radicular, onde poucos estudos foram realizados com a utilização de procedimentos adesivos.

Diante do exposto, justifica-se a realização deste estudo, uma vez que os valores de resistência de união de sistemas adesivos não tem se mostrado satisfatório em relação à durabilidade. Além disso, os trabalhos referentes aos procedimentos adesivos estão condicionados, em sua maioria, sobre a união à dentina coronária e pouco foi pesquisado sobre essas condições na dentina radicular.

O presente estudo encontra-se dividido em três capítulos, que abrangem a avaliação dos efeitos do pré-tratamento da dentina radicular com gel de digluconato clorexidina 2%, etanol 100% (EtOH) e hipoclorito de sódio 5,25%, e a associação dessas substâncias, na resistência de união e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta à dentina radicular. Também foram avaliadas a técnica seca (TS) (secagem com jatos de ar por 5 segundos) e úmida (TU). A efetividade desses pré-tratamentos foi verificada frente a resistência de união e durabilidade adesiva quando utilizado o sistema adesivo precedido pelo condicionamento ácido Scotch Bond Multipurpose e o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond.

2. PROPOSIÇÃO

Os objetivos específicos de cada estudo conduzido foram:

Capítulo 1

- Investigar o efeito do pré-tratamento da dentina radicular com gel de digluconato de clorexidina 2% e/ou etanol 100%, e da técnica seca (secagem com jato de ar por 5 segundos), na resistência de união e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta à dentina radicular, utilizando o sistema adesivo precedido pelo condicionamento ácido Scotch Bond Multipurpose.

Capítulo 2

- Investigar o efeito do pré-tratamento da dentina radicular com Hipoclorito de Sódio 5,25% utilizado de forma isolada, ou associado com gel de digluconato de clorexidina 2% e/ou etanol 100%, e da técnica seca (secagem com jato de ar por 5 segundos), na resistência de união e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta à dentina radicular, utilizando o sistema adesivo precedido pelo condicionamento ácido Scotch Bond Multipurpose.

Capítulo 3

- Investigar o efeito do pré-tratamento da dentina radicular com gel de digluconato de clorexidina 2% e/ou etanol 100% na resistência de união e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta à dentina radicular, utilizando o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond.

3. CAPÍTULOS

Esta tese está baseada na resolução CCPG/02/06 UNICAMP que regulamenta o formato alternativo para teses de Mestrado e Doutorado. Três capítulos contendo artigos científicos compõem este estudo, conforme descrito abaixo:

Capítulo 1

Chlorhexidine stabilizes the bond strength of the fiber post relined with resin composite to root dentin using a total etching adhesive system

- Artigo submetido à publicação no periódico **Journal of Dentistry**.

Capítulo 2

Deproteinization technique stabilizes the adhesion of the fibreglass post relined with resin composite to root canal

- Artigo submetido à publicação no periódico **Journal of Biomedical Materials Research: Part B - Applied Biomaterials**.

Capítulo 3

Effect of chlorhexidine and ethanol on the durability of the adhesion of the fiber post relined with resin composite to the root canal

- Artigo submetido à publicação no periódico **Journal of Endodontics**.

CAPÍTULO 1

Chlorhexidine stabilizes the bond strength of the fiber post relined with resin composite to root dentin using a total etching adhesive system

Short title: Stability of the bond strength

Doglas Cecchin, MS, José Flávio Affonso Almeida, PhD, Brenda Paula Figueiredo de Almeida Gomes, PhD, Alexandre Augusto Zaia, PhD and Caio Cesar Randi Ferraz, PhD

From the Endodontics, Department of Restorative Dentistry, Piracicaba Dental School, State University of Campinas, Piracicaba, Brazil

Address requests for reprints to Caio Cezar Randi Ferraz, DDS, MS, PhD, Avenida Limeira, 901, Piracicaba–SP, 13414-018, Brazil. E-mail address: cferraz@fop.unicamp.br

Acknowledgements

The authors deny any financial affiliations related to this study or its sponsors.

ABSTRACT

Objectives: To evaluate the effects of pre-treatment by 2% chlorhexidine in gel base (CHX) and/or ethanol 100% (EtOH) and the air-drying technique on the bond strength and adhesive durability of the fiber post relined with resin composite to the root dentin.

Methods: A total of 75 bovine incisor roots were prepared for post cementation. After phosphoric acid etching, the roots were divided into five groups: irrigation with physiologic solution (G1, control), air-drying for five seconds (G2), five minutes with CHX (G3), one minute EtOH (G4), and five minutes with CHX followed by 100% EtOH (G5). Fiber posts relined with resin composite were cemented with either RelyX ARC and Scotchbond Multi-Purpose. Each group was randomly divided into three subgroups: 24 h of water storage, 12 months of water storage, and 12 months of oil storage. All roots were sectioned transversely producing 1-mm thick slices and the push-out test was performed. Bond strength means were analyzed by ANOVA and Tukey's test.

Results: Immediate groups showed similar bond strengths with or without CHX and/or EtOH pre-treatment ($p > 0.05$), except that the air-drying technique significantly decreased bond strength ($p < 0.05$). The use of CHX preserved bond strength in the groups stored in water and oil for 12 months ($p > 0.05$). The other groups stored for 12 months showed a significant decrease in bond strength ($p < 0.05$).

Significance: The use of CHX pre-treatment preserved the bond strength of the fiber post relined with resin composite to root dentin for 12 months.

Keywords: chlorhexidine, dental bonding systems, durability, ethanol wet bonding, push-out test, root dentin, storage

1. Introduction

Endodontically treated teeth are structurally different from non-restored vital teeth and require specialized restorative treatment [1]. The loss of dentin including anatomic structures such as cusps and the arched roof of the pulp chamber can result in tooth tissue fracture after the final restoration [2]. In such cases, the use of intraradicular posts is recommended to promote the retention of the final restoration [3]. However, since most clinical failures in teeth restored with fiber posts occur because of post debonding [4] in large root canals with thin tapered walls [5], the use of the fiber post relined with resin composite has been proposed, creating individualized intraradicular posts with a better adaptation to root canals [6].

Composite luting cements are used to bond the fiber posts to root canal dentin, since they provide mechanical retention to dentin with a hybrid layer and mechanical and/or chemical bonding to the post [7]. Ideally, a post cement system should also provide a tight seal impermeable to oral bacteria in case of coronal marginal leakage. The composite adhesive bonding of fiber posts has been shown to provide stronger and more durable bonds between the post and root canal than those provided by zinc phosphate cement and metallic posts [8]. However, this seal can be compromised by mechanical damage caused by occlusal forces or the degradation of the cement–dentin interface [9].

Current studies have indicated that the loss of integrity of resin–dentin bonds over time is probably caused by the combined effect of the hydrolytic deterioration of resinous components after water sorption [10,11] and the degradation of denuded collagen fibrils exposed to incompletely infiltrated hybrid layers [12,13]. The latter is attributed to an endogenous proteolytic mechanism involving the activity of matrix metalloproteinases (MMPs) [14] found in the coronal [15,16] and radicular dentin [17]. Chlorhexidine digluconate (CHX) has been suggested as an irrigant in endodontic treatment because its antimicrobial activity, [18] and substantivity [19,20]. Furthermore, some studies showed that the CHX

improves the longevity of composite adhesive bonding to dentin by inhibiting hybrid layer collagen-degrading enzymes, MMPs [21–25].

Several studies have shown that the moist bonding technique produces high immediate bond strength, but is unstable upon aging [10–13,26,27]. Furthermore, there is little information on the effect of residual water in dentin on the stability of bonding. Dental adhesives are blends of hydrophilic and hydrophobic resin monomers that permit bonding between tooth tissue (with hydrophilic properties) and restorative resin-based materials (typically hydrophobic) [28,29]. Because hydrophobic resins show a greater stability in aqueous environments, thereby improving the longevity of the adhesive interface compared with hydrophilic resins [30], it was recently proposed to replace residual water prior to the application of bonding agents with ethanol (EtOH) to coax hydrophobic monomers into the EtOH-saturated etched dentin [31–33].

Another way to remove the residual water from dentin is through air-drying [27,34,35]. By monitoring the amount of water used to rewet air-dried dentin surfaces, Reis et al. [35] showed that total etching adhesive systems achieve good bond strengths at different moisture degrees, as dependent on the solvent present in each system. Their data confirmed, in a quantitative manner, that water-based systems require a drier dentin surface, whereas acetone-based systems require a wetter dentin surface for improved bond strengths [36]. Dry bonding is more likely to result in exposed collagen fibrils, but can allow the better removal of solvents and residual water from the adhesive. Conversely, wet bonding can facilitate resin infiltration, but residual water can compromise the cure and durability of resin monomers [37]. However, little is known regarding this drying technique (EtOH and air-drying) when applied to lute posts and intraradicular dentin, mainly related to the durability of adhesion.

Both adhesive and collagen degradation have been regarded as major causes of adhesive–dentin bond failures. The complete infiltration of hydrophobic resins facilitated by EtOH or the air-drying technique, and the presence of MMP inhibitors within the hybrid layer would build the ideal interface that is resistant to

hydrolysis and enzymatic activities. Therefore, the aim of this study was to investigate the effects of pre-treatment by CHX and/or EtOH and the air-drying technique on the bond strength and adhesive durability of the fiber post relined with resin composite to root dentin using a total etching adhesive system. The hypothesis was that pre-treatment with CHX and/or EtOH and the air-drying technique prevent reductions of bond strength over time in root dentin.

2. Materials and Methods

2.1. Specimen Preparation

Sixty freshly extracted bovine incisors with anatomically similar root segments and fully developed apices were selected. Teeth were stored in 0.02% thymol solution and prepared within one month of extraction. Each tooth was decoronated below the cemento-enamel junction perpendicular to the longitudinal axis using a slow-speed, water-cooled diamond disc (Isomet 2000; Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA). The roots were cut to a uniform length of 14 mm from the apical end. The apices of the teeth were sealed with a temporary filling material (Cavit W, Premier Dental Produtos, Rio de Janeiro, RJ, Brazil).

All root canals were prepared by one trained operator. Pulp tissue and predentine were removed and the root canals enlarged using #6 Largo burs (Maillefer, Ballaigues, VD, Switzerland) and a #130 file (Maillefer). The apical end (2 mm) was left unprepared to prevent the apical extrusion of solutions and luting cement. Roots were rinsed with 5 ml physiologic saline solution (NaCl) to remove remaining debris and after 37% phosphoric acid etching (Cond AC 37, FGM, Joinville, SC, Brazil) were divided into five groups (n = 15): group 1, roots were rinsed with 5 mL of NaCl (control); group 2, root canals were rinsed with 5 mL of NaCl, dried with absorbent paper points (Maillefer) following brief air-drying for 5 seconds; group 3, the root canals were rinsed with 5 mL of NaCl, and completely filled with 2% CHX in a gel base for 5 minutes, followed by 5 mL of NaCl; group 4, roots were rinsed with 5 mL of NaCl and completely filled with 100% EtOH for 1 minute; group 5, the root canals were rinsed with 5 mL of NaCl and completely

filled with 2% CHX in a gel base for 5 minutes, followed by 5 mL of NaCl and completely filled with 100% EtOH for 1 minute. All roots were dried with paper points and fiberglass posts relined with resin composite were cemented as described below.

2.2. Intracanal Restoration with Composite Resin

A total-etching adhesive system, Adper Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), was applied to the root dentin according to manufacturer's instructions and light cured for 40 seconds using a halogen light-curing unit operated at 600 mW/cm² (Optilux, Demetron Res. Corp, Danbury CT, USA).

The intracanal restoration of the fiber post relining with resin composite was made with a fiberglass post (Angelus, Londrina, PR, Brazil) and composite resin (B0.5, Z250, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA). The canal walls were lubricated with a hydrosoluble gel (Natrosol, Drogal Pharmacy, Piracicaba, SP, Brazil). The fiber post was covered with resin composite Z250 (3M ESPE) and inserted into the canal. After the removal of the excess resin, the tip of the light-curing unit was placed over the post, and the device was activated for 20 seconds. After composite resin polymerization, the post was clamped with needle-nose pliers and removed from the canal. The completion of the polymerization of the fiber post relining with resin composite was performed outside the root canal for 40 seconds.

After copious rinsing removed the lubricant gel from the root canal, the root canals of all groups were dried with absorbent paper points. One drop of the *bond* of the Adper Scotchbond Multi-Purpose system was applied onto the root canal surface, and the excess was removed with absorbent paper points and light polymerized for 40 seconds. The dual-polymerizing resin luting material Rely X ARC (3M ESPE) was mixed and injected into the prepared root canal with an appropriate Centrix syringe (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brazil). Subsequently, the fiber post relined with resin composite was covered with cement and seated inside the root canal, kept under finger pressure for 20 seconds and the excess cement then removed. The cement was light-polymerized for 30 seconds on each surface (buccal, palatal, mesial, and distal), resulting in a 2 min light polymerization cycle.

Specimens of each group were randomly divided into three subgroups (n=5) according to their storage: 24 h of water storage, 12 months of water storage, and 12 months of mineral oil storage. Storage in mineral oil was selected to prevent the water effects and preserve the resin–dentin bond (8).

2.3. Push-out Test: Specimen Preparation, Post Dislodgment, and Failure Pattern Analysis

Each root was cut horizontally with a slow-speed, water-cooled diamond saw (Isomet 2000, Buehler Ltd.) to produce two slices approximately 1 mm thick for each root region (apical, middle, and coronal). Seven slices were obtained from each root canal. The first slice was excluded. Thus, the first two slices were considered the coronal third, the next two slices the middle third, and the last two slices the apical third (n = 10).

The push-out test was performed by applying a load at 0.5 mm/min in the apex in the direction of the crown until the fiberglass post relined segment was dislodged from the root slide. Care was also taken to ensure that the contact between the punch tip and post section occurred over the most extended possible area to avoid any notching effect of the punch tip into the post surface.

To express the bond strength in megapascals (MPa), the load at failure recorded in newtons (N) was divided by the area (mm²) of the post–dentin interface. To calculate the bonding area we used the formula $\pi(R+r)[(h^2+(R-r)^2)^{0.5}]$, where R represents the coronal root canal radius, r the apical root canal radius, and h the thickness of the slice. The thickness of each slice was measured using a digital caliper (Vonder, Curitiba, PR, Brazil), and the total bonding area for each root canal segment was measured under 20× magnification with a stereoscope (Lambda Let 2, ATTO Instruments Co., Hong Kong, China) and ImageLab 2.3 software (University of São Paulo, São Paulo, SP, Brazil).

The fractured specimens were sputter-coated with gold in a Denton Vacuum Desk II Sputtering device (Denton Vacuum, Cherry Hill, NJ, USA). Thus, the fractured specimens were observed by scanning electron microscopy (JSM–

5600LV, JEOL Ltd., Tokyo, Japan) at 40× magnification to classify the failure pattern into five types (38): (1) adhesive between the post and resin cement (no cement visible around the post); (2) mixed, with resin cement covering 0% to 50% of the post diameter; (3) mixed, with resin cement covering 50% to 100% of the post surface; (4) adhesive between resin cement and root canal (post enveloped by resin cement); and (5) cohesive in dentin.

The means and standard deviations of bond strength were calculated, and the data were analyzed using ANOVA and Tukey's test for post-hoc comparisons ($\alpha=0.05$).

3. Results

The means and standard deviations are presented in Table 1. The statistical analysis of the data revealed significant differences between the groups ($p < 0.05$). Immediate groups showed similar bond strength values with or without CHX and/or EtOH pre-treatment ($p > 0.05$), except the air-drying technique caused a significant decrease in bond strength ($p < 0.05$). The use of CHX preserved the bond strength of the groups stored in water and oil for 12 months ($p > 0.05$) and in the other groups storage for 12 months led to a significant decrease in bond strength ($p < 0.05$). In some groups, there were also significant differences among root regions, with bond strength varying in the following sequence: apical \leq middle \leq coronal.

Table 1. Bond Strength Means (MPa) and Standard Deviations (\pm) According to Treatments and Radicular Thirds

Groups	Immediate			1 year in water			1 year in oil		
	Coronal	Middle	Apical	Coronal	Middle	Apical	Coronal	Middle	Apical
NaCl	7.08	4.80	4.61	2.10	2.10	2.23	2.64	2.54	2.52
(control)	(1.21) ^{a,A}	(0.92) ^{b,A}	(1.37) ^{b,A}	(0.51) ^{c,C}	(0.46) ^{c,C}	(0.83) ^{c,C}	(0.59) ^{c,C}	(0.54) ^{c,C}	(1.33) ^{c,C}
Air	3.84	2.26	2.24	2.03	1.95	1.87	2.18	1.74	1.78
	(1.00) ^{a,B}	(0.85) ^{b,B}	(0.53) ^{b,B}	(0.58) ^{bc,C}	(0.56) ^{c,C}	(0.58) ^{c,C}	(0.80) ^{b,C}	(0.96) ^{c,D}	(0.62) ^{c,D}
CHX	6.76	4.53	4.47	7.05	7.07	6.91	6.23	6.55	5.78
	(0.58) ^{a,A}	(0.95) ^{c,A}	(1.17) ^{c,A}	(0.89) ^{a,A}	(0.88) ^{a,A}	(0.88) ^{a,A}	(1.23) ^{ab,A}	(0.87) ^{a,A}	(1.21) ^{b,A}
EtOH	6.59	4.62	4.71	3.43	3.36	3.19	3.81	3.11	3.90
	(0.99) ^{a,A}	(1.42) ^{b,A}	(1.13) ^{b,A}	(0.66) ^{c,B}	(0.83) ^{c,B}	(0.79) ^{c,B}	(0.73) ^{c,B}	(0.62) ^{c,C}	(0.68) ^{c,B}
CHX and	6.82	4.64	4.58	3.46	3.25	3.45	4.19	4.09	4.28
EtOH	(1.04) ^{a,A}	(1.13) ^{b,A}	(1.14) ^{b,A}	(0.74) ^{c,B}	(0.88) ^{c,B}	(1.04) ^{c,B}	(0.95) ^{b,B}	(0.71) ^{bc,B}	(0.81) ^{b,B}

NaCl, sodium chloride; Air, air-drying technique; CHX, chlorhexidine digluconate; EtOH, ethanol. Different superscript letters indicate a statistically significant difference at the 5% level. Different lowercase letters in rows and uppercase letters in columns indicate a statistically significant difference at the 5% level.

Table 2 shows the failure modes observed in each group. In the control groups and groups 2, 4, and 5 stored for one year (in water and oil), the adhesive between the resin cement and root canal (post enveloped by resin cement) and mixed (with resin cement covering 50% to 100% of the post surface) were the most frequently observed. In group 3, cohesive in dentin and mixed (with resin cement covering 0% to 50% of the post diameter) were the predominant failures. CHX pre-treatment resulted in marked changes in fracture patterns (Table 2). With CHX a significant reduction of adhesive failures was observed.

Table 2. Failure Mode Distribution in the Experimental Groups

Groups	Storage Condition	Failure Mode				
		1 Adhesive: Post-cement	2 Mixed 0– 50%	3 Mixed 50– 100%	4 Adhesive: Cement– Dentin	5 Cohesive in Dentin
NaCl (control)	24 h	1	16	5	3	5
	1 year in water	1	3	14	16	1
	1 year in oil	–	2	12	15	1
Air	24 h	–	5	11	15	–
	1 year in water	–	–	15	15	–
	1 year in oil	–	1	11	16	3
CHX	24 h	–	11	8	4	7
	1 year in water	–	13	8	2	7
	1 year in oil	1	7	3	1	18
EtOH	24 h	–	7	12	9	2
	1 year in water	–	7	18	4	1
	1 year in oil	–	2	6	19	3
CHX and EtOH	24 h	–	5	12	8	5
	1 year in water	–	6	17	4	3
	1 year in oil	–	6	17	2	5

4. Discussion

In this study, root canal treatment was performed with sodium chloride because the aim was to evaluate the influence of the pre-treatment of root dentin with CHX and EtOH prior to the use of the adhesive in the bond strength and adhesive durability of the fiber post relining with resin composite to the root dentin. The influence of auxiliary chemical substances and root canal sealers was aim of other studies [39,40]. In addition, the use of fiber post relined with resin composite can also contribute to a more accurate assessment of adhesive procedures because after the adequate post adjustment to the root canal the cement layer thickness

becomes smaller.

The results of this study showed that CHX and/or EtOH used as a pre-treatment in the root dentin do not interfere with the immediate bond strength of fiber post relined with resin composite using total etching Adper Scotchbond Multi-Purpose; however, the air-drying technique significantly decreased bond strength. There was a significant decrease in the bond strength values in the control, 2, 4 and 5 groups with 12 months storage (in water and oil), as indicated by the degradation of the adhesive–dentin bonds over time. However, the use of CHX kept the bond strength, thereby preserving the adhesive–dentin bonds' durability for 12 months. Therefore, the hypothesis tested in this study was rejected. These findings suggest that the deterioration of the resin–dentin bonds occurred mainly as a result of intrinsic factors (possibly because of the activations of MMPs).

In adhesive restorations, a significant problem is the degradation of this hybrid layer, with a loss of bond strength that affects the longevity of the restoration [10–12,29]. MMP-2, -8, and -9 have been detected in human crown dentin [15,16,41] and radicular dentin [17] and their release and activation contribute to the organic matrix degradation along resin–dentin-bonded interfaces [23–25]. MMPs are a class of zinc- and calcium-dependent endopeptidases [42] that are trapped within the mineralized dentin matrix [41]. It has been shown that the simple application of adhesive systems on acid-etched dentin substrate can activate dentinal MMPs, initiating autolytic phenomena that will eventually affect the bond strength of adhesive to dentin [23–25,43]. This was confirmed by results of this study, because after 12 months of storage the bond strength values of the groups that did not use CHX were reduced significantly in water and oil replacing water, thereby preventing the enzymatic hydrolysis of collagen [10]. The etching procedures used in adhesive bonding techniques can eventually activate latent MMPs bound to the dentin matrix because low pH environments induce conformation changes in enzyme molecules, exposing their catalytic domains [44], and the present findings strengthen the participation of MMPs in this process.

Previous studies have demonstrated that the CHX-related improvement

in the long-term stability of hybrid layer integrity and bond strength is based on MMP-2, -8, and -9 inhibition by CHX [21–25]. The results of this study showed that CHX kept the adhesive longevity for 12 months because the bond strength of the fiber post relined with resin composite to the root dentin remained high and unchanged in relation to the immediate groups of water and oil storage. Carrilho et al. [23] and Ricci et al. [25] demonstrated *in vivo* that the protection of the CHX application against the degradation of the coronal adhesive interface lasted for up to 14 and 12 months respectively, after the establishment of resin–dentin bonds. According Carrilho et al. [23], the long-term action of CHX can be explained by its confinement to the adhesive interface because it is possible that the removal by the dentinal fluid outflow is minimized by the formation of resin tags that obliterate the tubules. In addition, the adhesive monomers that envelop the collagen fibrils treated with the CHX, as well as the presence of an adhesive layer on the hybrid layer, can contribute to the preservation of CHX at the interface and prolong its inhibitory action.

The results of this study confirm the findings of other studies that total etching adhesive systems require a moist dentin surface for bonding because bond strength values were higher in moist dentin (control group) compared with air-dried dentin (group 1) after storage for 24 h [12,37,45]. The lowest bond strength values also were observed after 12 months of storage when drying was performed for five seconds. When wet bonding, water maintained the collagen fibrils in the expanded condition and the adhesive systems were able to infiltrate and produce high bond strengths in the immediate groups. The protocol for dry bonding varies among different studies. Some authors only dried dentin for 5 s [34], whereas others applied air for 30 s [46], but all such results demonstrate lower bond strengths of varying degrees when using air-dried bonding. When demineralized dentin is air-dried, the water within the collagen matrix is removed and collagen fibrils are brought into close contact. The shrinkage of demineralized dentin decreases the permeability of intertubular dentin, which results in the inhibition of monomer infiltration into conditioned dentin. Wherever resin is unable to infiltrate, water will

fill naked collagen fibrils, thereby leading to low quality, porous hybrid layers [47].

It is well known that the dentin matrix is mainly composed of type I collagen and noncollagenous proteins [29]. Since these fibrils are intrinsically wet because of their high affinity to water, the adhesive components are more prone to degradation over time because of water sorption, resin leaching, and other water-mediated ageing phenomena that weaken the polymer structure of the adhesive and lead to the failure of the adhesive interface [12,29]. This can explain the lowest values obtained in the control group stored for 12 months. For this reason, recent findings have indicated that the more the adhesive blends are hydrophobic, the more the bonds are stable over time [11,44]. Because EtOH can replace water from dentin, hydrophobic monomers are able to penetrate the dentin and form a more stable hybrid layer [30–32]. However, in this study the use of 100% EtOH for one minute on acid-etched dentin did not reduce the values of bond strength immediately, but significantly reduced these values after storage for one year. Infiltrating acid-etched dentin with hydrophobic monomers is possible only if water derived from the bonding substrate (the demineralized dentin) is replaced by EtOH [48]. Sadek et al. [48] recommended the use of five ascending EtOH concentrations for the EtOH wet bonding technique, with absolute EtOH reapplied three times, analogous to the technique employed by electron microscopy for tissue embedding [49]. The protocol for the use of EtOH in this study was similar to the study of Sadek et al. [48], which was unable to maintain bond strength over time. Ethanol has a vapor pressure of 52.50 mmHg at 23.8°C, whereas water has a value of 21.05 mmHg. This means that EtOH evaporates much more quickly than water does [50]. This phenomenon explains why groups 4 and 5 showed the lowest bond strength values. Sixty seconds might not have been enough for the complete replacement of water within the acid-etched intertubular dentin and the dentinal tubules by EtOH. Therefore, residual water was present within the acid-etched dentin and even a small amount of EtOH in groups 4 and 5, resulting in poor wetting by the hydrophobic adhesive. Furthermore, residues of EtOH may have remained in the dentin and influenced the durability of adhesion.

Regarding the fracture analysis, it should be emphasized that the predominant types of failure in the group 2 (immediate) and 1, 2, 4 and 5 groups (storage for 12 months) were adhesion and the mixed type (with resin cement covering 50% to 100% of the post surface), implying that the weak link was the bond between the resin cement and root canal dentin. Therefore, some components of the collagen fibrils might have degraded because of the action of MMPs and this might have caused the collapse of collagen fibrils with the drying air and the excess of residual water in the dentin root. The quality of the bond in the immediate groups and those stored for 12 months that were realized with pre-treatment with CHX seemed to be superior because the predominant type of failure was the mixed type (with resin cement covering 0% to 50% of the post surface) and cohesive in dentin. This suggests that the bond between the resin cement and root canal dentin was less affected than in the groups with no pre-treatment with CHX (Table 2).

The regional differences between the root thirds found were in agreement with findings from previous reports [51,52]. These differences are attributed to regional differences in the quantity, volume, and orientation of the tubules at different levels of the root canal [52]. In addition, access to light exposure and ease of access at the cervical level might play a role [51].

The use of CHX was designed to inhibit MMPs [21–25] and the EtOH to remove excess water from the dentin in order to bond hydrophobic resin monomers [30–32] and increase adhesive longevity. According to Sadek et al. [48] it is possible to bond hydrophobic resin monomers to acid-etched by using the EtOH wet bonding technique. However, this strategy involves slowly replacing water within the demineralized collagen matrix with ascending concentrations of EtOH, allowing the latter to penetrate the collagen matrix without causing additional shrinkage of the interfibrillar spaces.

Conclusion

The use of CHX pre-treatment preserved the bond strength of the fiber post relined

with resin composite to root dentin for 12 months. The use of EtOH and CHX followed by EtOH did not preserve the bond strength. The air-drying technique decreased the bond strength of the immediate groups over time.

Acknowledgements

This study was supported by FAPESP protocol 2009/05183-0 and grant protocol (2010/00100-7).

REFERENCES

1. Spazzin AO, Galafassi D, de Meira-Júnior AD, Braz R, Garbin CA. Influence of post and resin cement on stress distribution of maxillary central incisors restored with direct resin composite. *Oper Dent* 2009;34:223–229.
2. Belli S, Erdemir A, Ozcopur M, Eskitascioglu G. The effect of fiber insertion on fracture resistance of root filled molar teeth with MOD preparations restored with composite. *Int Endod J* 2005;38:73–80.
3. Cecchin D, Farina AP, Guerreiro CAM, Carlini-Júnior. Fracture resistance of roots prosthetically restored with intra-radicular posts of different lengths. *J Oral Rehabil* 2010;37:116–22.
4. Ferrari M, Vichi A, Garcia-Gooy F. Clinical evaluation of fiber reinforced epoxy resin posts and cast post and cores. *Am J Dent* 2000;13:15B–18B.
5. Iglesia-Puig MA, Arellano-Cabornero A. Fiber-reinforced post and core adapted to a previous metal ceramic crown. *J Prosthet Dent* 2004;91:191–4
6. Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Borracchini A, Ferrari M. SEM evaluation of the cement layer thickness after luting two different posts. *J Adhes Dent* 2005;7:235–40.
7. Le Bell AM, Tanner J, Lassila LV, Kangasniemi I, Vallittu P. Bonding of composite resin luting cement to fiber reinforced composite root canal posts. *J Adhes Dent* 2004;6:319–25.
8. Bachicha WS, DiFiore PM, Miller DA, Lautenschlager EP, Pashley DH. Microleakage of endodontically treated teeth restored with posts. *J Endod* 1998;24:703–8.
9. Ferrari M, Mason PN, Goracci C, Pashley DH, Tay FR. Collagen degradation in endodontically treated teeth after clinical function. *J Dent Res* 2004;83:414–9.
10. Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Yiu C, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent* 2005;18:315–9.

11. Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006;22:973–80.
12. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials* 2003;24:3795–803.
13. Wang Y, Spencer P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface in wet bonding. *J Dent Res* 2003;85:141–5.
14. Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 2004;83:216–21.
15. Mazzoni A, Mannello F, Tay FR, Tonti GA, Papa S, Mazzotti G, et al. Zymographic analysis and characterization of MMP-2 and -9 forms in human sound dentin. *J Dent Res* 2007;86:436–40.
16. Sulkala M, Tervahartiala T, Sorsa T, Larmas M, Salo T, Tjäderhane L, et al. Matrix metalloproteinase-8 (MMP-8) is the major collagenase in human dentin. *Arch Oral Biol* 2007;52:121–7.
17. Santos J, Carrilho M, Tervahartiala T, Sorsa T, Breschi L, Mazzoni A, et al. Determination of matrix metalloproteinases in human radicular dentin. *J Endod* 2009;35:686–9.
18. Ferraz CC, Gomes BP, Zaia AA, Teixeira FB, Souza-Filho FJ. In vitro assessment of the antimicrobial action and the mechanical ability of chlorhexidine gel as an endodontic irrigant. *J Endod* 2001;27:452–5.
19. Basrani B, Santos JM, Tjaderhane L, Grand H, Gorduysus O, Huang J, et al. Substantive antimicrobial activity in chlorhexidine-treated human root dentin. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2002;94:240–5.
20. Carrilho MR, Carvalho RM, Sousa EN, Nicolau J, Breschi L, Mazzoni A, et al. Substantivity of chlorhexidine to human dentin. *Dent Mater* 2010;26:779–85.

21. Gendron R, Greiner D, Sorsa T, Mayrand D. Inhibition of the activities of matrix metalloproteinases 2, 8, and 9 by chlorhexidine. *Clin Diagn Lab Immunol* 1999;6:437–9.
22. Hebling J, Pashley DH, Tjäderhane L, Tay FR. Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo. *J Dent Res* 2005;84:741–6.
23. Carrilho MR, Geraldeli S, Tay F, De Goes MF, Carvalho RM, Tjaderhane L, et al. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res* 2007;86:529–33.
24. Breschi L, Mazzoni A, Nato F, Carrilho M, Visintini E, Tjäderhane L, et al. Chlorhexidine stabilizes the adhesive interface: a 2-year in vitro study. *Dent Mater* 2010;26:320–5.
25. Ricci HA, Sanabe ME, de Souza Costa CA, Pashley DH, Hebling J. Chlorhexidine increases the longevity of in vivo resin-dentin bonds. *Eur J Oral Sci* 2010;118:411–6.
26. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures. *J Biomed Mater Res B, Appl Biomater* 2003;66:324–30.
27. Reis A, Loguercio AD, Carvalho RM, Grande RH. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. *Dent Mater* 2004;20:669–76.
28. Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc* 2003;69:726–31.
29. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mat* 2008;24:90–101.
30. Tay FR, Pashley DH, Kapur RR, Carrilho MR, Hur YB, Garrett LV, et al. Bonding BisGMA to dentin a proof of concept for hydrophobic dentin bonding. *J Dent Res* 2007;86:1034–9.

31. Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM, Rueggeberg FA, Agee KA, Carrilho M, et al. From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. *Am J Dent* 2007;20:7–20.
32. Sadek FT, Pashley DH, Nishitani Y, Carrilho MR, Donnelly A, Ferrari M, et al. Application of hydrophobic resin adhesives to acid-etched dentin with an alternative wet bonding technique. *J Biomed Mater Res A* 2007;84:19–29.
33. Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, Monticelli F, Raffaelli O, Cardoso PC, et al. The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. *Eur J Oral Sci* 2004;112:353–61.
34. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Endo K, Oguchi H. Fractured surface characterization: wet versus dry bonding. *Dent Mater* 2002;18:95–102.
35. Reis A, Loguercio AD, Azevedo CLN, Carvalho RM, Singer JM, Grande RHM. Moisture spectrum of demineralized dentin for different solvent-based adhesive system. *J Adhes Dent* 2003; 5:183–92.
36. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. *J Dent* 1998;26:147–56.
37. Manso AP, Marquezini L Jr, Silva SM, Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM. Stability of wet versus dry bonding with different solvent-based adhesives. *Dent Mater* 2008;24:476–82.
38. Perdigão J, Gomes G, Lee IK. The effect of silane on the bond strengths of fiber posts. *Dent Mater* 2006;22:752–8.
39. Baldissara P, Zicari F, Valandro LF, Scotti R. Effect of root canal treatments on quartz fiber posts bonding to root dentin. *J Endod* 2006;32:985–8.
40. Cecchin D, Farina AP, Souza MA, Pereira CD. Effect of root-canal sealer on the bond strength of fiberglass post to root dentin. *Acta Odontol Scand* 2010. In Press.

41. Martin-De Las Heras S, Valenzuela A, Overall CM. The matrix metalloproteinase gelatinase A in human dentine. *Arch Oral Biol* 2000;45:757–65.
42. Sorsa T, Tjaderhane L, Salo T. Matrix metalloproteinases (MMPs) in oral diseases. *Oral Disease* 2004;10:311–8.
43. Mazzoni A, Pashley DH, Nishitani Y, Breschi L, Mannello F, Tjäderhane L, et al. Reactivation of inactivated endogenous proteolytic activities in phosphoric acid-etched dentine by etch-and-rinse adhesives. *Biomaterials* 2006;27:4470–6.
44. Tjaderhane L, Larjava H, Sorsa T, Uitto VJ, Larmas M, Salo T. The activation and function of host matrix metalloproteinase in dentin matrix during breakdown in carious lesions. *J Dent Res* 1998;77:1622–9.
45. Nakajima M, Okuda M, Pereira PN, Tagami J, Pashley DH. Dimensional changes and ultimate tensile strengths of wet decalcified dentin applied with one-bottle adhesives. *Dent Mater* 2002;18:603–8.
46. Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH. Resin permeation into acid-conditioned, moist, and dry dentin: a paradigm using water-free adhesive primers. *J Dent Res* 1996;9:109–14.
47. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int* 1993;24:618–31.
48. Sadek FT, Mazzoni A, Breschi L, Tay FR, Braga RR. Six-month evaluation of adhesives interface created by a hydrophobic adhesive to acid-etched ethanol-wet bonded dentine with simplified dehydration protocols. *J Dent* 2010;38:276–83.
49. Newman GR, Hobot JA. Resins for combined light and electron microscopy: a half century of development. *Histochem J* 1999;31:495–505.
50. Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dent Mater* 1998;14:6–10.

51. Farina AP, Cecchin D, Garcia LFR, Naves LZ, Correr-Sobrinho L, Pires-de-Souza FCP. Bond Strength of Fiber Posts in Different Root Thirds Using Resin Cement. *J Adhes Dent*. In press 2010.
52. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidiaco MC, Mjor IA. Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. *Am J Dent* 2000;13:255–60.

CAPÍTULO 2

Deproteinization technique stabilizes the adhesion of the fibreglass post relined with resin composite to root canal

Running title: Stability of adhesion

D. Cecchin, J. F. A. Almeida, B. P. F. A. Gomes, A. A. Zaia, & C. C. R. Ferraz

Endodontics Division, Department of Restorative Dentistry, Piracicaba Dental School, State University of Campinas, Piracicaba, Brazil

Address requests for reprints to Douglas Cecchin, DDS, MS, Avenida Limeira, 901, Piracicaba–SP, 13414-018, Brazil. E-mail address: dgscecchin@yahoo.com.br

Acknowledgements

The authors deny any financial affiliations related to this study or its sponsors.

Abstract

Aim To evaluate the effects of pre-treatment of root dentine by 5.25% sodium hypochlorite (NaOCl) alone, associated with 2% chlorhexidine in gel base (CHX) and/or ethanol (EtOH), and the air-drying technique (Air) on the bond strength and adhesive durability of fibreglass post relined with resin composite to root dentin.

Methodology A total of 100 bovine incisor roots were prepared for post cementation. After phosphoric acid etching, the roots were divided into 10 groups: G1 (control), irrigation with physiologic solution; G2, Air; G3, NaOCl; G4, NaOCl + Air; G5, NaOCl + EtOH; G6, NaOCl + EtOH + Air; G7, NaOCl + CHX; G8, NaOCl + CHX + Air; G9, NaOCl + CHX + EtOH; G10, NaOCl + CHX + EtOH + Air. Fibreglass post relined with resin composite were cemented and each group was randomly divided into two subgroups: 24 h of water storage, and 12 months of water storage. All roots were sectioned transversely producing 1-mm-thick slices. The push-out test was performed and bond strength values were analyzed by ANOVA and Tukey's test.

Results The use of NaOCl alone or associated with CHX had the highest values of bond strength with or without Air in the immediate and stored groups, being statistically similar to the immediate control group ($P > 0.05$). The groups using EtOH or Air alone had lower bond strength in the immediate and stored groups ($P < 0.05$). A significant decrease with time of the bond strength in the control group was observed after 12 months of storage ($P > 0.05$).

Conclusions The use of NaOCl or NaOCl associated with CHX preserved the bond strength of the fibreglass post relined with resin composite to root dentine for 12 months.

Keywords: chlorhexidine, dental bonding systems, durability, ethanol wet bonding, root dentine, sodium hypochlorite

Introduction

Fibreglass posts, in combination with resin cements, have been widely used to restore endodontically treated teeth (Cecchin *et al.* 2010, Farina *et al.* 2010). However, because the most clinical failures in teeth restored with fibreglass posts occur because of post debonding (Ferrari *et al.* 2000) in large root canals with thin tapered walls (Iglesia-Puig & Arrelano Cabornero 2004), the use of fibreglass post relining with resin composite has been proposed, creating individualized intraradicular posts with a better adaptation to the root canal (Grandini *et al.* 2005).

Ideally, the post cement system should provide a mechanical retention to the dentin with a hybrid layer and mechanical and/or chemical bonding to the post (Le Bell *et al.* 2004) and a tight seal impermeable to oral bacteria in case of coronal marginal leakage. The composite adhesive bonding of fibreglass posts has been shown to provide stronger and more durable bonds between the post and root canal than those provide by zinc phosphate cement and metallic posts (Bachicha *et al.* 1998). However, this seal can be compromised by mechanical damage caused by occlusal forces or the degradation of the cement–dentine interface (Ferrari *et al.* 2004).

Current studies have indicated that the loss of integrity of resin–dentine bonds over time is probably caused by the combined effect of the hydrolytic deterioration of resinous components after water sorption (Carrilho *et al.* 2005, Malacarne *et al.* 2006) and the degradation of denuded collagen fibrils exposed to incompletely infiltrated hybrid layers (Hashimoto *et al.* 2003, Wang *et al.* 2003). The latter is attributed to an endogenous proteolytic mechanism involving the activity of matrix metalloproteinases (MMPs) (Pashley *et al.* 2004) found in the coronal (Mazzoni *et al.* 2007, Sulkala *et al.* 2007) and radicular dentine (Santos *et al.* 2009). Chlorhexidine digluconate (CHX) has been suggested to improve the longevity of composite adhesive bonding to dentin by inhibiting the hybrid layer collagen-degrading enzymes, MMPs (Hebling *et al.* 2005, Carrilho *et al.* 2007, Breshi *et al.* 2010).

The acid-etching technique modifies the collagen matrix structure,

contributing to the sensitivity of this technique with regard to adhesive procedures. Several authors have reported that the exposed collagen fibrils, which are in a disestablished and vulnerable stage during proteolytic degradation (Carrilho *et al.* 2005, Carrilho *et al.* 2007), have questionable durability over time (Prati *et al.* 1999). Vargas *et al.* (1997) concluded that the collagen layer might not be crucial to adhesion between resin and dentine and that its removal eliminates failures in the tooth restoration interface.

Therefore, the removal of the demineralized collagen matrix with sodium hypochlorite (NaOCl) has been proposed as an adjunctive procedure following the etch-and-rinse technique to improve the wettability of the bonding substrate (Maior *et al.* 2007, Gonçalves *et al.* 2009) and thereby facilitating inter- and intratubular resin infiltration to minimize the degradation of the denuded collagen matrix (Perdigão *et al.* 1999).

However, Sauro *et al.* (2009) demonstrated by confocal and environmental scanning electron microscopy incompletely removed collagen fibrils after treating dentin with 12% NaOCl for 10 minutes. Furthermore, there is little information on the effect of residual water in dentine on the stability of bonding. Replacing residual water prior to the application of bonding agents with ethanol (EtOH) to coax hydrophobic monomers into the EtOH-saturated etched dentin was recently proposed (Pashley *et al.* 2007, Sadek *et al.* 2007). Because hydrophobic resins show a greater stability in aqueous environments, thereby improving the longevity of the adhesive interface compared with hydrophilic resins (Tay *et al.* 2007), another possibility to remove the residual water of dentine is by using the air-drying technique (Air) (Hashimoto *et al.* 2002, Reis *et al.* 2003). However, little is known about these drying techniques (EtOH and Air) or the use of CHX when applied to lute posts to intraradicular dentine, mainly related to durability of adhesion.

Both adhesive and collagen degradation have been regarded as major causes of adhesive–dentine bond failures. The partial removal of collagen fibrils by NaOCl, the complete infiltration of hydrophobic resins facilitated by EtOH or the air-

drying technique, and the presence of MMP inhibitors within the hybrid layer would build the ideal interface that is resistant to hydrolysis and enzymatic activities. Therefore, the aim of this study was to investigate the effects of pre-treatment of root dentine by 5.25% NaOCl alone, associated with 2% CHX in gel base and/or EtOH, and Air on the bond strength and adhesive durability of fibreglass post relined with resin composite to root dentine. The hypothesis was that these techniques prevent reductions in bond strength over time in root dentine.

2. Material and Methods

Specimen Preparation

Sixty freshly extracted bovine incisors with anatomically similar root segments and fully developed apices were selected. Teeth were stored in 0.02% thymol solution and prepared within one month of extraction. Each tooth was decoronated below the cemento-enamel junction perpendicular to the longitudinal axis using a slow-speed, water-cooled diamond disc (Isomet 2000; Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA). The roots were cut to a uniform length of 14 mm from the apical end. The apices of the teeth were sealed with a temporary filling material (Cavit W, Premier Dental Produtos, Rio de Janeiro, RJ, Brazil).

All root canals were prepared by one trained operator. Pulp tissue and predentine were removed and the root canals enlarged using #6 Largo burs (Maillefer, Ballaigues, VD, Switzerland) and a #130 file (Maillefer). The apical end (1 mm) was left unprepared to prevent the apical extrusion of solutions and luting cement. Roots were rinsed with 5 mL physiologic saline solution (NaCl) to remove remaining debris and after realized 37% phosphoric acid etching (Cond AC 37, FGM, Joinville, SC, Brazil) were divided into 10 groups (n = 15) according to the pre-treatment of root dentin (Table 1).

The pre-treatments of root dentin were performed as follows: NaCl, 5 mL of sodium chloride was used to rinse. Dry, the absorbent paper points were used to dry. Air-drying technique, brief air-drying for five seconds used to additionally dry. NaOCl, 5.25% NaOCl was used to fill completely the root canal for

five minutes. CHX, 2% CHX in a gel base was used to fill completely the root canal for five minutes. EtOH, 100% EtOH was used to fill completely the root canal for one minute. All roots were restored with fibreglass post relined with resin composite were cemented as described below.

Table 1. Division of experimental groups

G1 (control)	NaCl + Dry
G2	NaCl + Dry + Air
G3	NaCl + NaOCl + NaCl + Dry
G4	NaCl + NaOCl + NaCl + Dry + Air
G5	NaCl + NaOCl + NaCl + EtOH + Dry
G6	NaCl + NaOCl + NaCl + EtOH + Dry + Air
G7	NaCl + NaOCl + NaCl + CHX + NaCl + Dry
G8	NaCl + NaOCl + NaCl + CHX + NaCl + Dry + Air
G9	NaCl + NaOCl + NaCl + CHX + NaCl + EtOH + Dry
G10	NaCl + NaOCl + NaCl + CHX + NaCl + EtOH + Dry + Air

NaCl, sodium chloride; Dry, drying with absorbent paper points; Air, brief air-drying; NaOCl, sodium hypochlorite; CHX, chlorhexidine digluconate; EtOH, ethanol. Different superscript letters indicate a statistically significant difference at the 5% level.

Intracanal Restoration with Composite Resin

A total-etching adhesive system, Adper Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), was applied to the root dentine according to manufacturer's instructions and light cured for 40 seconds using a halogen light-curing unit operated at 600 mW/cm² (Optilux, Demetron Res. Corp, Danbury CT, USA).

The intracanal restoration of the fibreglass post relining with resin composite was made with a fibreglass post (Angelus, Londrina, PR, Brazil) and composite resin (B0.5, Z250, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA). The canal walls were lubricated with a hydrosoluble gel (Natrosol, Drogal Pharmacy, Piracicaba, SP, Brazil). The fibreglass post was covered with resin composite Z250 (3M ESPE) and inserted into the canal. After the removal of the excess resin, the tip of the light-curing unit was placed over the post, and the device was activated for 20 seconds. After composite resin polymerization, the post was clamped with needle-nose pliers and removed from the canal. The completion of the polymerization of the fibreglass post relining with resin composite was performed outside the root canal for 40 seconds.

After copious rinsing removed the hydrosoluble gel from the root canal, the root canals of all groups were dried with absorbent paper points. One drop of the *bond* of the Adper Scotchbond Multi-Purpose system was applied onto the root canal surface, and the excess was removed with absorbent paper points and light polymerized for 40 seconds. The dual-polymerizing resin luting material Rely X ARC (3M ESPE) was mixed and injected into the prepared root canal with an appropriate Centrix syringe (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brazil). Subsequently, the fibreglass post relined with resin composite was covered with cement and seated inside the root canal, kept under finger pressure for 20 seconds and the excess cement then removed. The cement was light-polymerized for 30 seconds on each surface (buccal, palatal, mesial, and distal), resulting in a 2 min light polymerization cycle.

Specimens of each group were randomly divided into three subgroups ($n = 5$) according to their storage: 24 h of water storage, 12 months of water storage, and 12 months of mineral oil storage. Storage in mineral oil was selected to prevent the water effects and preserve the resin–dentin bond (Carrilho *et al.* 2005).

Push-out Test: Specimen Preparation, Post Dislodgment, and Failure Pattern Analysis

Each root was cut horizontally with a slow-speed, water-cooled diamond saw (Isomet 2000, Buehler Ltd.) to produce two slices approximately 1 mm thick for each root region (apical, middle, and coronal). Seven slices were obtained from each root canal. The first slice was excluded. Thus, the first two slices were considered the coronal third, the next two slices the middle third, and the last two slices the apical third ($n = 10$).

The push-out test was performed by applying a load at 0.5 mm/min in the apex in the direction of the crown until the fibreglass post relined segment was dislodged from the root slide. Care was also taken to ensure that the contact between the punch tip and post section occurred over the most extended possible

area to avoid any notching effect of the punch tip into the post surface.

To express the bond strength in megapascals (MPa), the load at failure recorded in newtons (N) was divided by the area (mm^2) of the post–dentine interface. To calculate the bonding area we used the formula $\pi(R+r)[(h^2+(R-r)^2)^{0.5}]$, where R represents the coronal root canal radius, r the apical root canal radius, and h the thickness of the slice. The thickness of each slice was measured using a digital caliper (Vonder, Curitiba, PR, Brazil), and the total bonding area for each root canal segment was measured under 20× magnification with a stereoscope (Lambda Let 2, ATTO Instruments Co., Hong Kong, China) and ImageLab 2.3 software (University of São Paulo, São Paulo, SP, Brazil).

The fractured specimens were sputter-coated with gold in a Denton Vacuum Desk II Sputtering device (Denton Vacuum, Cherry Hill, NJ, USA). Thus, the fractured specimens were observed by scanning electron microscopy (JSM–5600LV, JEOL Ltd., Tokyo, Japan) at 40× magnification to classify the failure pattern into five types (Perdigao *et al.* 2006): (1) adhesive between the post and resin cement (no cement visible around the post); (2) mixed, with resin cement covering 0% to 50% of the post diameter; (3) mixed, with resin cement covering 50% to 100% of the post surface; (4) adhesive between resin cement and root canal (post enveloped by resin cement); and (5) cohesive in dentine.

The means and standard deviations of bond strength were calculated, and the data were analyzed using ANOVA and Tukey's test for post-hoc comparisons ($\alpha=0.05$).

Results

The means and standard deviations are in Table 2. The statistical analysis of the data revealed significant differences between the groups ($P < 0.05$). The use of NaOCl alone or associated with CHX had the highest values of bond strength with or without Air in the immediate and stored groups, being statistically similar to the control group ($P > 0.05$). The groups using EtOH or Air alone had a

significant decrease in bond strength ($P < 0.05$). In some groups, there were significant differences among root regions, with bond strength varying in the following sequence: apical \leq middle \leq coronal.

Table 2. Bond Strength Means (MPa) and Standard Deviations (\pm) According to Treatments and Radicular Thirds

Groups	Immediate			1 year in water			1 year in oil		
	Coronal	Middle	Apical	Coronal	Middle	Apical	Coronal	Middle	Apical
G1	7.08 (1.21) ^{a,A}	4.80 (0.92) ^{b,B}	4.61 (1.37) ^{b,B}	2.10 (0.51) ^{c,E}	2.10 (0.46) ^{c,F}	2.17 (0.80) ^{c,F}	2.64 (0.59) ^{c,E}	2.54 (0.54) ^{c,D}	2.48 (1.26) ^{c,D}
G2	3.84 (1.00) ^{a,CD}	2.26 (0.85) ^{b,D}	2.25 (0.53) ^{b,D}	2.04 (0.58) ^{bc,E}	1.95 (0.56) ^{bc,F}	1.87 (0.59) ^{bc,F}	2.18 (0.80) ^{b,E}	1.74 (0.96) ^{c,E}	1.78 (0.62) ^{c,E}
G3	7.61 (0.88) ^{a,A}	5.75 (0.88) ^{c,A}	5.82 (0.72) ^{c,A}	7.28 (1.51) ^{a,A}	6.91 (1.72) ^{ab,A}	7.01 (0.99) ^{ab,A}	6.70 (1.33) ^{b,AB}	6.69 (0.98) ^{b,A}	7.24 (0.84) ^{a,A}
G4	7.12 (0.76) ^{a,A}	5.03 (0.55) ^{b,B}	5.11 (1.08) ^{c,B}	7.11 (1.42) ^{a,A}	6.46 (1.03) ^{b,A}	7.01 (1.30) ^{ab,A}	7.23 (1.67) ^{a,A}	7.26 (1.50) ^{a,A}	7.36 (0.88) ^{a,A}
G5	3.65 (0.71) ^{a,D}	2.21 (0.59) ^{c,D}	2.39 (0.75) ^{c,D}	3.81 (1.23) ^{a,C}	3.42 (0.77) ^{a,D}	3.19 (0.92) ^{b,D}	3.85 (1.38) ^{a,D}	3.57 (1.17) ^{a,C}	3.45 (0.88) ^{a,C}
G6	4.33 (0.96) ^{a,C}	2.57 (0.60) ^{b,D}	2.46 (0.78) ^{b,D}	2.88 (1.29) ^{b,D}	2.69 (0.65) ^{b,E}	2.60 (0.89) ^{b,E}	4.36 (1.05) ^{a,C}	4.45 (1.82) ^{a,B}	4.07 (1.27) ^{a,B}
G7	5.72 (1.15) ^{b,B}	5.93 (1.38) ^{b,A}	6.14 (1.58) ^{ab,A}	7.32 (1.15) ^{a,A}	7.16 (1.16) ^{a,A}	7.16 (1.46) ^{a,A}	7.22 (1.47) ^{a,A}	6.70 (1.63) ^{ab,A}	6.72 (1.36) ^{ab,A}
G8	6.21 (2.08) ^{ab,B}	6.09 (1.49) ^{ab,A}	5.99 (0.95) ^{b,AB}	6.23 (1.45) ^{ab,B}	5.86 (0.76) ^{b,B}	5.80 (1.05) ^{b,B}	7.07 (2.66) ^{a,A}	6.97 (1.56) ^{a,A}	6.56 (1.15) ^{a,A}
G9	4.18 (1.29) ^{b,C}	4.42 (1.06) ^{a,BC}	4.17 (1.05) ^{b,C}	4.35 (0.97) ^{a,C}	4.30 (0.87) ^{ab,C}	4.29 (0.57) ^{ab,C}	4.56 (0.73) ^{a,C}	4.72 (0.69) ^{a,B}	4.69 (0.66) ^{a,B}
G10	3.70 (0.94) ^{b,D}	3.88 (0.90) ^{b,C}	4.00 (0.84) ^{b,C}	4.15 (1.08) ^{ab,C}	4.26 (1.18) ^{a,C}	3.91 (0.84) ^{b,C}	4.28 (0.86) ^{a,CD}	4.60 (0.91) ^{a,E}	4.42 (1.13) ^{a,B}

Different lowercase letters in rows and uppercase letters in columns indicate a statistically significant difference at the 5% level.

Table 3 shows the failure modes observed in each group. In the control group, immediate group, and groups that used NaOCl alone or associated with CHX, cohesive in dentin and mixed (with resin cement covering 0% to 50% of the post diameter) were the predominant failures. The groups that used EtOH or Air alone, the adhesive between resin cement and root canal (post enveloped by resin cement) and mixed (with resin cement covering 50% to 100% of the post surface) were the most frequently observed. The use of NaOCl alone or associated with CHX pre-treatment resulted in marked changes in fracture patterns with a significant reduction of adhesive failures observed.

Table 3. Failure Mode Distribution in the Experimental Groups (n = 30)

Groups	Storage Condition	Failure Mode				
		1 Adhesive: Post-cement	2 Mixed 0– 50%	3 Mixed 50– 100%	4 Adhesive: Cement– Dentine	5 Cohesive in Dentin
G1	24 h	1	16	5	3	5
	1 year in water	1	3	14	16	1
	1 year in oil	–	2	12	15	1
G2	24 h	–	5	11	15	–
	1 year in water	–	–	15	15	–
	1 year in oil	–	1	11	16	3
G3	24 h	–	13	5	2	10
	1 year in water	–	7	12	1	10
	1 year in oil	–	5	5	5	15
G4	24 h	–	7	9	5	9
	1 year in water	–	6	12	2	10
	1 year in oil	2	5	7	2	14
G5	24 h	–	5	11	10	4
	1 year in water	–	1	18	9	2
	1 year in oil	–	6	10	9	5
G6	24 h	–	6	13	7	4
	1 year in water	–	6	8	9	6
	1 year in oil	1	2	9	14	4
G7	24 h	1	6	5	4	15
	1 year in water	–	4	6	4	16
	1 year in oil	–	1	5	1	23
G8	24 h	–	8	7	3	12
	1 year in water	–	7	16	2	5
	1 year in oil	–	5	14	2	9
G9	24 h	–	8	8	8	6
	1 year in water	3	6	9	5	7
	1 year in oil	–	1	9	13	7
G10	24 h	–	5	12	8	5
	1 year in water	–	4	10	10	6
	1 year in oil	–	2	8	12	8

Discussion

When adhesion tests are considered, bovine dentine has been used as a substitute for human dentine because of its availability and more standardized features (Schmalz *et al.* 2001). Bovine dentin has been shown to exhibit characteristics such as number of tubules and collagen organic matrix that are similar to those of human dentine (Schilke *et al.* 2000). Furthermore, Santos (2009) confirmed the presence of gelatinolytic MMPs in bovine dentine as previously reported for human dentine (Mazzoni *et al.* 2007, Sulkala *et al.* 2007, Santos *et al.* 2007). Therefore, the mechanism responsible for the degradation of adhesives

applied in human and bovine dentine is likely to be similar. In this study, root canal treatment was performed with sodium chloride because the aim was to evaluate the influence of pre-treatment of root dentine with NaOCl, CHX, and EtOH besides the use of Air prior to the use of the adhesive in the bond strength and adhesive durability of the fibreglass post relined with resin composite to the root dentine. In addition, the use of fibreglass posts relining with resin composite can also contribute to a more accurate assessment of adhesive procedures because after the adequate post adjustment to the root canal the cement layer thickness becomes smaller.

The results of this study showed that NaOCl alone or associated with CHX used as a pre-treatment in the root dentine do not interfere with the immediate bond strength of fibreglass post relining with resin composite using total-etching Adper Scotchbond Multi-Purpose and preserved the adhesive–dentine bonds durability for 12 months. The use of EtOH and Air alone significantly decreased bond strength. However, Air did not influence bond strength when NaOCl was used. Therefore, the hypothesis tested in this study was rejected. The evaluation performed after 12 months showed that the bond strength values obtained with NaOCl treatment were higher than those obtained with the conventional technique. This can be considered the major finding of the current study, because no studies evaluating the durability of the aforementioned techniques in root dentin exist. According to Gonçalves *et al.* (2009), the use of NaOCl promoted more stable bonding between the composite and dentine. The partial removal of the previously etched dentine surface collagen via a deproteinizing agent can be considered a way to decrease hybrid layer technique sensitivity without compromising the effectiveness of the adhesion.

It is well known that the dentine matrix is mainly composed of type I collagen and noncollagenous proteins (Breschi *et al.* 2008). Since these fibrils are intrinsically wet because of their high affinity to water, the adhesive components are more prone to degradation over time because of water sorption, resin leaching, and other water-mediated ageing phenomena that weaken the polymer structure of

the adhesive and lead to the failure of the adhesive interface (Malacarne *et al.* 2006). The deproteinization technique partially removes the collagen-demineralized network, thereby altering the dentine surface and modifying the hydrophilic properties (Sauro *et al.* 2009). This enables the dentine to be more compatible with hydrophobic resins compared with dentin etched by acid alone (Prati *et al.* 1999). For this reason, recent findings have indicated that the more the adhesive blends are hydrophobic, the more the bonds are stable over time (Malacarne *et al.* 2006, Tay *et al.* 2007, Pashley *et al.* 2007). This deproteinization also results in enlarged resin tag formation and numerous side long resin projections (Vargas *et al.* 1999).

The removal of organic materials of the dentin by NaOCl is time-dependent (Sauro *et al.* 2009) and proportional to the concentration of active chlorine (Estrela *et al.* 2002). Sauro *et al.* (2009) reported that 10 minutes of 12% NaOCl application was unable to completely remove the collagen from the porous surface of the intra- and intertubular dentine. In this study, because 5.25% NaOCl was used for 5 minutes it was not possible to completely remove the collagen fibrils. Therefore, the use of CHX after the use of NaOCl could be important to stability of the bond by inhibiting MMPs, thereby reducing the possibility of the degradation of collagen fibrils that were not removed by the deproteinization technique. MMPs are a class of zinc- and calcium-dependent endopeptidases (Sorsa *et al.* 2004) that are trapped within the mineralized dentine matrix (Santos *et al.* 2009). It has been shown that the simple application of adhesive systems on acid-etched dentine substrate can activate dentinal MMPs, initiating autolytic phenomena that will eventually affect the bond strength of adhesive to dentine (Hebling *et al.* 2005, Carrilho *et al.* 2007, Breschi *et al.* 2010). The use of NaOCl followed by CHX kept the bond strength values similar to those groups where NaOCl was used alone. This demonstrates that this association does not cause adverse effects and can be used to prevent a reduction in bond strength values for 12 months. However, this combination can increase the adhesive longevity further

by the inhibition of MMPs. Therefore, studies with a longer adhesive longevity should be performed with the use of NaOCl followed by CHX.

When the dentin was not deproteinized, the results of this study confirm the findings of other studies that total etching adhesive systems require a moist dentin surface for bonding because bond strength values were higher in moist dentine (control group) compared with air-dried dentine (group 2) after storage for 24 h (Hashimoto *et al.* 2003, Manso *et al.* 2008). The lowest bond strength values were also observed after 12 months of storage when drying was performed for five seconds. When wet bonding, water maintained the collagen fibrils in the expanded condition and the adhesive systems were able to infiltrate and produce high bond strengths in the immediate groups. The protocol for dry bonding varies among different studies. Some authors only dried dentin for 5 s (Reis *et al.* 2003), whereas others applied air for 30 s (Tay *et al.* 1996), but all such results demonstrate lower bond strengths of varying degrees when using air-dried bonding. When demineralized dentin is air-dried, the water within the collagen matrix is removed and collagen fibrils are brought into close contact. The shrinkage of demineralized dentine decreases the permeability of intertubular dentin, which results in the inhibition of monomer infiltration into conditioned dentine. Wherever resin is unable to infiltrate, water will fill naked collagen fibrils, thereby leading to low quality, porous hybrid layers (Pashley *et al.* 1993). When brief air-drying was applied to dentin treated with NaOCl, with or without the use of CHX, the values of bond strength were unchanged. This is probably because with the partial removal of collagen fibrils by NaOCl, no collapse of fibrils occurred with brief air-drying.

In this study, EtOH was used to replace water from dentine to allow hydrophobic monomers to penetrate the dentine and form a more stable hybrid layer (Pashley *et al.* 2007, Sadek *et al.* 2007). However, in this study the use of 100% EtOH for one minute on acid-etched dentine after the use of NaOCl and/or CHX significantly reduced bond strength for the immediate and storage groups for one year. We observed that when the NaOCl and EtOH are mixed, a precipitate is formed. Thus, even if NaOCl is removed from the root canal by washing with

sodium chloride before the use of EtOH, the remains of NaOCl might remain on the dentin structure and react with EtOH to form this precipitate. This might be responsible for the reduction of bond strength values found in this study when EtOH was used after NaOCl.

Regarding the fracture analysis, it should be emphasized that the predominant types of failure in the control groups, those stored for 12 months, and in groups where EtOH was used were adhesion and the mixed type (with resin cement covering 50% to 100% of the post surface), implying that the weak link was the bond between the resin cement and root canal dentin. Therefore, some components of the collagen fibrils might have degraded because of the action of MMPs, and the precipitate formed by the interaction between NaOCl and EtOH might have interfered with bond strength values. The quality of the bond in the immediate group and those stored for 12 months that were realized with pre-treatment with NaOCl alone or associated with CHX seemed to be superior because the predominant type of failure was the mixed type (with resin cement covering 0% to 50% of the post surface) and cohesive in dentine. This suggests that the bond between the resin cement and root canal dentine was less affected than in the groups with pre-treatment with NaOCl alone or associated with CHX (Table 2).

The regional differences between the radicular thirds found were in agreement with findings from previous reports (Farina *et al.* 2010, Ferrari *et al.* 2000). These differences are attributed to regional differences in the quantity, volume, and orientation of the tubules at different levels of the root canal (Ferrari *et al.* 2000). In addition, access to light exposure and ease of access at the cervical level might play a role (Farina *et al.* 2010).

The use of NaOCl was designed to partially remove the collagen fibrils to prevent its deterioration over time (Sauro *et al.* 2009), the use of CHX to inhibit MMPs (Hebling *et al.* 2005, Carrilho *et al.* 2007, Breshi *et al.* 2010), and EtOH to remove excess water from the dentine and possibility bond hydrophobic resin monomers (Pashley *et al.* 2007, Sadek *et al.* 2007) in order to increase adhesive

durability. However, only the use of NaOCl alone or combined with CHX was efficient in maintaining the adhesive durability of fibreglass posts relined with resin composite to root dentine. The use of EtOH and the brief air drying of the dentine were not efficient in this study.

Conclusion

The results of this study showed that use of NaOCl or NaOCl associated with CHX preserved the bond strength of the fibreglass post relined with resin composite to root dentine for 12 months.

Acknowledgements

This study was supported by FAPESP protocol 2009/05183-0 and grant protocol (2010/00100-7).

References

- Bachicha WS, DiFiore PM, Miller DA, Lautenschlager EP, Pashley DH (1998) Microleakage of endodontically treated teeth restored with posts. *Journal of Endodontics* **24**, 703–8.
- Breschi L, Mazzoni A, Nato F *et al.* (2010) Chlorhexidine stabilizes the adhesive interface: a 2-year in vitro study. *Dental Materials* **26**, 320–5.
- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A *et al.* (2008) Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dental Materials* **24**, 90–101.
- Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Yiu C, Pashley DH (2005) Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *American Journal of Dentistry* 2005 **18**, 315–9.
- Carrilho MR, Geraldini S, Tay F *et al.* (2007) In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *Journal of Dental Research* **86**, 529–33.
- Cecchin D, Farina AP, Guerreiro CAM, Carlini-Júnior (2010) Fracture resistance of roots prosthetically restored with intra-radicular posts of different lengths. *Journal of Oral Rehabilitation* **37**, 116–22.
- Estrela C, Estrela CR, Barbin EL, Spanó JC, Marchesan MA, Pécora JD (2002) Mechanism of action of sodium hypochlorite. *Brazilian Dental Journal* **13**, 113–7.
- Farina AP, Cecchin D, Garcia LFR, Naves LZ, Correr-Sobrinho L, Pires-de-Souza FCP (2010) Bond Strength of Fiber Posts in Different Root Thirds Using Resin Cement. *Journal of Adhesive Dentistry* In press.
- Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidiaco MC, Mjor IA (2000) Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. *American Journal of Dentistry* **13**, 255–60.
- Ferrari M, Mason PN, Goracci C, Pashley DH, Tay FR (2004) Collagen degradation in endodontically treated teeth after clinical function. *Journal of Dental Research* **83**, 414–9.

- Ferrari M, Vichi A, Garcia-Gooy F (2000) Clinical evaluation of fiber reinforced epoxy resin posts and cast post and cores. *American Journal of Dentistry* **13**, 15B–18B.
- Gonçalves Lde S, Consani S, Sinhorette MA, Schneider LF, Saboia V de P (2009) Effect of storage and compressive cycles on the bond strength after collagen removal. *Operative Dentistry* **34**, 681–7.
- Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Borracchini A, Ferrari M (2005) SEM evaluation of the cement layer thickness after luting two different posts. *Journal of Adhesive Dentistry* **7**, 235–40.
- Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Endo K, Oguchi H (2002) Fractured surface characterization: wet versus dry bonding. *Dental Materials* **18**, 95–102.
- Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H (2003) In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials* **24**, 3795–803.
- Hebling J, Pashley DH, Tjäderhane L, Tay FR (2005) Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo. *Journal of Dental Research* **84**, 741–6.
- Iglesia-Puig MA, Arellano-Cabornero A (2004) Fiber-reinforced post and core adapted to a previous metal ceramic crown. *Journal of Prosthetic Dentistry* **91**, 191–4.
- Le Bell AM, Tanner J, Lassila LV, Kangasniemi I, Vallittu P (2004) Bonding of composite resin luting cement to fiber reinforced composite root canal posts. *Journal of Adhesive Dentistry* **6**, 319–25.
- Maier JR, Da Figueira MA, Netto AB, de Souza FB, da Silva CH, Tredwin CJ (2007) The importance of dentin collagen fibrils on the marginal sealing of adhesive restorations. *Operative Dentistry* **32**, 261–5.
- Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF *et al.* (2006) Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dental Materials* **22**, 973–80.

- Manso AP, Marquezini L Jr, Silva SM, Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM (2008) Stability of wet versus dry bonding with different solvent-based adhesives. *Dental Materials* **24**, 476–82.
- Mazzoni A, Mannello F, Tay FR *et al.* (2007) Zymographic analysis and characterization of MMP-2 and -9 forms in human sound dentin. *Journal of Dental Research* **86**, 436–40.
- Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA (1993) Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence International* **24**, 618–31.
- Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM *et al.* (2007) From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. *American Journal of Dentistry* **20**, 7–20.
- Pashley DH, Tay FR, Yiu C *et al.* (2004) Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *Journal of Dental Research* **83**, 216–21.
- Perdigao J, Gomes G, Lee IK (2006) The effect of silane on the bond strengths of fiber posts. *Dental Materials* **22**, 752–8.
- Perdigão J, Thompson JY, Toledano M & Osario R (1999) An ultra-morphological characterization of collagen-depleted etched dentin *American Journal of Dentistry* **123**, 250–5.
- Prati C, Chersoni S & Pashley DH (1999) Effect of removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding *Dental Materials* **15**, 323–31.
- Reis A, Loguercio AD, Azevedo CLN, Carvalho RM, Singer JM, Grande RHM (2003) Moisture spectrum of de mineralized dentin for different solvent-based adhesive system. *Journal of Adhesive Dentistry* **5**, 183–192.
- Sadek FT, Pashley DH, Nishitani Y *et al.* (2007) Application of hydrophobic resin adhesives to acid-etched dentin with an alternative wet bonding technique. *Journal of Biomedical Materials Research. Part A* **84**, 19–29.
- Santos J, Carrilho M, Tervahartiala T *et al.* (2009) Determination of matrix metalloproteinases in human radicular dentin. *Journal of Endodontics* **35**, 686–9.

- Santos JN (2009) Evaluation of the sealing provided by resin-based endodontic filling materials and analysis of the expression of metalloproteinases in human and bovine dentin matrix (PhD Thesis). São Paulo, Brazil: State University of Campinas.
- Sauro S, Mannocci F, Tay FR (2009) Deproteinization effects of NaOCl on acid-etched dentin in clinically-relevant vs prolonged periods of application. A confocal and environmental scanning electron microscopy study. *Operative Dentistry* **34**, 166–73.
- Schilke R, Lisson JA, Bauss O, Geurtsen W (2000) Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. *Archives of Oral Biology* **45**, 355–61.
- Schmalz G, Hiller KA, Nunez LJ, Stoll J, Weis K (2001) Permeability characteristics of bovine and human dentin under different pretreatment conditions. *Journal of Endodontics* **27**, 23–30.
- Sorsa T, Tjaderhane L, Salo T (2004) Matrix metalloproteinases (MMPs) in oral diseases. *Oral Disease* **10**, 311–8.
- Sulkala M, Tervahartiala T, Sorsa T, Larmas M, Salo T, Tjäderhane L (2007) Matrix metalloproteinase-8 (MMP-8) is the major collagenase in human dentin. *Archives of Oral Biology* **52**, 121–7.
- Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH (1996) Resin permeation into acid-conditioned, moist, and dry dentin: a paradigm using water-free adhesive primers. *Journal of Dental Research* **9**, 109–14.
- Tay FR, Pashley DH, Kapur RR, Carrilho MR, Hur YB, Garrett LV, et al (2007) Bonding BisGMA to dentin a proof of concept for hydrophobic dentin bonding. *Journal of Dental Research* **86**, 1034–9.
- Vargas MA, Cobbs DS, Armstrong SR (1997) Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybrid layer. *Operative Dentistry* **22**, 159–66.
- Wang Y, Spencer P (2003) Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface in wet bonding. *Journal of Dental Research* **85**, 141–5.

CAPÍTULO 3

Effect of chlorhexidine and ethanol on the durability of the adhesion of the fiber post relined with resin composite to the root canal

Doglas Cecchin, MS, José Flávio Affonso de Almeida, PhD, Brenda P. F. A. Gomes, PhD, Alexandre Augusto Zaia, PhD and Caio Cesar Randi Ferraz, PhD

From the Endodontics, Department of Restorative Dentistry, Piracicaba Dental School, State University of Campinas, Piracicaba, Brazil

Address requests for reprints to Doglas Cecchin, DDS, MS, Avenida Limeira, 901, Piracicaba–SP, 13414-018, Brazil. E-mail address: dgscecchin@yahoo.com.br

Acknowledgements

The authors deny any financial affiliations related to this study or its sponsors.

Abstract

Introduction: The aim of this study was to investigate the effects of pre-treatment of gel chlorhexidine and ethanol on the bond strength and durability of the adhesion of the fiber post relined with resin composite to the root dentin. **Methods:** Sixty bovine incisor roots were divided into four groups: irrigation with physiologic solution (control), 5 minutes with chlorhexidine, 1 minute ethanol; and 5 minutes with chlorhexidine followed by 1 minute ethanol. Fibers post relined with resin composite were cemented with either RelyX ARC and Clearfil SE Bond. Each group was randomly divided into three subgroups: 24 h of water storage, 12 months of water storage, and 12 months of oil storage. All roots were sectioned transversely in the coronal, middle, and apical regions, producing 1 mm thick slices and the push-out test was performed. Statistical analysis was performed using ANOVA and Tukey's test for post-hoc comparisons ($\alpha=0.05$). **Results:** Immediate groups showed similar bond strength values with or without chlorhexidine and/or ethanol pre-treatment ($P > .05$). A significant decrease in the bond strength in the control group was observed after 12 months of storage in water and oil ($P < .05$). The use of chlorhexidine and/or ethanol preserved bond strength in the groups stored in water and oil for 12 months ($P > .05$). **Conclusions:** Chlorhexidine and/or ethanol pre-treatment was capable of preserving the bond strength of the fiber post relined with resin composite to root dentin for 12 months.

Keywords

Bond strength, chlorhexidine, composite resin, ethanol, fiber post, root canal

Introduction

Fiber posts are an economical and convenient way to provide support and retention for coronal restorations or crowns (1). However, the most clinical failures occur through post debonding (2) in large root canals with thin tapered walls (3). Therefore, the use of the fiber post relined with resin composite has been proposed to create individualized intraradicular posts with a better adaptation to the root canal (4).

Resin luting cements are used to bond the posts to root canal dentin in association with a total etching or self-etching primer (5). Self-etching primers have been developed to enable demineralization and bonding in one step, are generally applied on dry dentin, and do not require rinsing of the acid (6). However, this bond can be compromised by mechanical damage caused by occlusal forces or the degradation of the adhesive–dentin interface (7). Current studies have suggested that the loss of the integrity of resin–dentin bonds over time is caused by a combined effect of the hydrolytic deterioration of resinous components after water sorption (8,9) and the degradation of denuded collagen fibrils exposed in incompletely infiltrated hybrid layers (10,11). The latter is attributed to an endogenous proteolytic mechanism involving the activity of matrix metalloproteinases (MMPs) (12) found in coronal (13,14) and radicular dentin (15).

Chlorhexidine digluconate (CHX) has been suggested as an irrigant in endodontic treatment because its antimicrobial activity, (16) and substantivity (17). Furthermore, some studies showed that the CHX improves the longevity of composite adhesive bonding to dentin by inhibiting hybrid layer collagen-degrading enzymes, MMPs (18–20). Dental adhesives are blends of hydrophilic and hydrophobic resin monomers that permit bonding between tooth tissue (with hydrophilic properties) and restorative resin-based materials (typically hydrophobic) (21,22). Because hydrophobic resins show a greater stability, thereby improving the longevity of the adhesive interface compared with hydrophilic resins (23), it was recently proposed to replace residual water prior to the application of bonding agents with ethanol (EtOH) to coax hydrophobic monomers into the EtOH-

saturated etched dentin (24,25).

Both adhesive and collagen degradation have been regarded as major causes of adhesive–dentin bond failures. The complete infiltration of hydrophobic resins facilitated by EtOH and the presence of MMP inhibitors within the hybrid layer would build the ideal interface that was resistant to hydrolysis and enzymatic activities. Therefore, the aim of this study was to investigate the effects of pre-treatment by CHX and/or EtOH on the bond strength and durability of adhesion of the fiber post relined with resin composite to root dentin using a self-adhesive system with a push-out test. The hypotheses were that (1) CHX and/or EtOH would not negatively affect the immediate bond strength and that (2) CHX and/or EtOH would prevent reductions in root dentin bond strength over time.

Material and Methods

Specimen Preparation

Sixty freshly extracted bovine incisors with anatomically similar root segments and fully developed apices were selected. Teeth were stored in 0.02% thymol solution and prepared within one month of extraction. Each tooth was decoronated below the cemento-enamel junction perpendicular to the longitudinal axis using a slow-speed, water-cooled diamond disc (Isomet 2000; Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA). The roots were cut to a uniform length of 14 mm from the apical end. The apexes of the teeth were sealed with a temporary filling material (Cavit W, Premier Dental Produtos, Rio de Janeiro, RJ, Brazil).

All roots canals were prepared by one trained operator. Pulp tissue and predentine were removed and the root canals enlarged using #6 Largo burs (Maillefer, Ballaigues, VD, Switzerland) and a #130 file (Maillefer). The apical 1 mm was left unprepared to prevent the apical extrusion of solutions and luting cement. Roots were rinsed with 5 mL of physiologic saline solution (NaCl) to remove remaining debris and then randomly divided into four groups (n = 15): group 1, roots were irrigated with 5 mL of NaCl (control); group 2, the root canals were completely filled with 2% CHX in a gel base for 5 minutes followed by 5 mL of

NaCl; group 3, roots were completely filled with 100% EtOH for 1 minute; group 4, the root canals were completely filled with 2% CHX in a gel base for 5 minutes, followed by 5 mL of NaCl and completely filled with 100% EtOH for 1 minute. All roots were dried with paper points, and fiberglass posts relined with resin composite were cemented as described below.

Intracanal Restoration with Composite Resin

A self-etching adhesive system, Clearfil SE Bond (Kuraray, Kurashiki, Japan), was applied to the root dentin according to manufacturer's instructions and light cured for 40 seconds using a halogen light-curing unit operated at 600 mW/cm² (Optilux, Demetron Res. Corp, Danbury CT, USA).

The intracanal restoration of the fiber post relining with resin composite was made with a fiberglass post (Angelus, Londrina, PR, Brazil) and composite resin (B0.5, Z250, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA). The canal walls were lubricated with a hydrosoluble gel (Natrosol, Drogal Pharmacy, Piracicaba, SP, Brazil). The fiber post was covered with resin composite Z250 (3M ESPE) and inserted into the canal. After the removal of the excess resin, the tip of the light-curing unit was placed over the post, and the device was activated for 20 seconds. After composite resin polymerization, the post was clamped with needle-nose pliers and removed from the canal. The completion of the polymerization of the fiber post relining with resin composite was performed outside the root canal for 40 seconds.

After copious rinsing removed the hydrosoluble gel from the root canal, the root canals of all groups were dried with absorbent paper points. One drop of the bond of the Clearfil SE Bond system was applied onto the root canal surface, and the excess was removed with absorbent paper points and light polymerized for 40 seconds. The dual-polymerizing resin luting material Rely X ARC (3M ESPE) was mixed and injected into the prepared root canal with an appropriate Centrix syringe (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brazil). Subsequently, the fiber post relined with resin composite was covered with cement and seated inside the root canal, kept under finger pressure for 20 seconds and the excess cement then removed. The

cement was light-polymerized for 30 seconds on each surface (buccal, palatal, mesial, and distal), resulting in a 2 min light polymerization cycle.

Specimens of each group were randomly divided into three subgroups (n = 5) according to their storage: 24 h of water storage, 12 months of water storage, and 12 months of mineral oil storage. Storage in mineral oil was selected to prevent the water effects and preserve the resin–dentin bond (8).

Push-out Test: Specimen Preparation, Post Dislodgment, and Failure Pattern Analysis

Each root was cut horizontally with a slow-speed, water-cooled diamond saw (Isomet 2000, Buehler Ltd.) to produce two slices approximately 1 mm thick for each root region (apical, middle, and coronal). Seven slices were obtained from each root canal. The first slice was excluded. Thus, the first two slices were considered the coronal third, the next two slices the middle third, and the last two slices the apical third (n = 10).

The push-out test was performed by applying a load at 0.5 mm/min in the apex in the direction of the crown until the fiber post relined segment was dislodged from the root slide. Care was also taken to ensure that the contact between the punch tip and post section occurred over the most extended possible area to avoid any notching effect of the punch tip into the post surface.

To express the bond strength in megapascals (MPa), the load at failure recorded in newtons (N) was divided by the area (mm²) of the post–dentin interface. To calculate the bonding area we used the formula $\pi(R+r)[(h^2+(R-r)^2)^{0.5}]$, where R represents the coronal root canal radius, r the apical root canal radius, and h the thickness of the slice. The thickness of each slice was measured using a digital caliper (Vonder, Curitiba, PR, Brazil), and the total bonding area for each root canal segment was measured under 20× magnification with a stereoscope (Lambda Let 2, ATTO Instruments Co., Hong Kong, China) and ImageLab 2.3 software (University of São Paulo, São Paulo, SP, Brazil).

The fractured specimens were sputter-coated with gold in a Denton Vacuum Desk II Sputtering device (Denton Vacuum, Cherry Hill, NJ, USA). Thus, the fractured specimens were observed by scanning electron microscopy (JSM–5600LV, JEOL Ltd., Tokyo, Japan) at 40× magnification to classify the failure pattern into five types (26): (1) adhesive between the post and resin cement (no cement visible around the post); (2) mixed, with resin cement covering 0% to 50% of the post diameter; (3) mixed, with resin cement covering 50% to 100% of the post surface; (4) adhesive between resin cement and root canal (post enveloped by resin cement); and (5) cohesive in dentin.

The means and standard deviations of bond strength were calculated, and the data were analyzed using ANOVA and Tukey's test for post-hoc comparisons ($\alpha = 0.05$).

Results

The means and standard deviations are presented in Table 1.

Table 1. Bond Strength Means (MPa) and Standard Deviations (\pm) According to Treatments and Radicular Thirds

Groups	Immediate			One year in water			One year in oil		
	Coronal	Middle	Apical	Coronal	Middle	Apical	Coronal	Middle	Apical
NaCl	6.96 ^{a,A}	4.34 ^{b,B}	4.12 ^{b,A}	3.82 ^{b,B}	3.28 ^{bc,B}	3.49 ^{bc,B}	3.96 ^{b,B}	3.83 ^{b,B}	2.44 ^{c,B}
(control)	(1.22)	(1.03)	(0.93)	(0.95)	(0.98)	(1.38)	(0.76)	(0.62)	(0.88)
CHX	7.03 ^{a,A}	5.12 ^{bc,A}	4.56 ^{c,A}	7.40 ^{a,A}	6.32 ^{ab,A}	5.90 ^{ab,A}	6.92 ^{a,A}	5.83 ^{ab,A}	5.64 ^{b,A}
	(1.42)	(1.25)	(2.19)	(1.11)	(0.94)	(1.04)	(1.22)	(0.84)	(1.15)
EtOH	6.74 ^{a,A}	4.33 ^{c,B}	4.31 ^{c,A}	6.80 ^{a,A}	5.94 ^{ab,A}	5.99 ^{ab,A}	6.57 ^{a,A}	5.53 ^{b,A}	5.90 ^{ab,A}
	(1.04)	(0.90)	(1.12)	(0.70)	(1.35)	(1.00)	(1.69)	(0.70)	(1.53)
CHX and EtOH	6.90 ^{a,A}	4.31 ^{c,B}	4.38 ^{c,A}	6.84 ^{a,A}	5.80 ^{b,A}	6.11 ^{ab,A}	6.87 ^{a,A}	5.69 ^{b,A}	5.80 ^{b,A}
	(1.20)	(1.11)	(1.88)	(0.94)	(0.92)	(0.82)	(1.34)	(0.68)	(1.03)

NaCl, sodium chloride; CHX, chlorhexidine digluconate; EtOH, ethanol. Different lowercase letters in rows and uppercase letters in columns indicate a statistically significant difference at the 5% level.

The statistical analysis of the data revealed significant differences between the groups ($P < .05$) but no differences between pre-treatment techniques ($P > .05$). The immediate groups showed similar bond strength values with or without CHX and/or EtOH pre-treatment ($P > .05$). A significant decrease of the bond

strength in the control groups was observed after 12 months of storage in water and oil ($P < .05$). The use of CHX and/or EtOH preserved the bond strength in the groups stored in water and oil for 12 months ($P > .05$). In some groups, there were also significant differences among root regions, with bond strength varying in the following sequence: apical \leq middle \leq coronal.

Table 2 shows the failure modes observed in each group. In the control groups stored for one year (in water and oil), the adhesive between the resin cement and root canal (post enveloped by resin cement) was the most frequently observed. In the other groups, cohesive in dentin and mixed (with resin cement covering 0% to 50% of the post diameter) were the predominant failures. CHX and/or EtOH pre-treatment resulted in marked changes in fracture patterns (Table 2). With CHX and/or EtOH, a significant reduction of adhesive failures was observed.

Table 2. Failure Mode Distribution in the Experimental Groups (n = 30)

Groups	Storage Condition	Failure Mode				
		1 Adhesive: Post-cement	2 Mixed 0– 50%	3 Mixed 50– 100%	4 Adhesive: Cement– Dentin	5 Cohesive in Dentin
NaCl (control)	24 h	–	12	8	3	7
	1 year in water	2	4	6	16	2
	1 year in oil	–	13	2	15	–
	24 h	–	11	9	4	6
CHX	1 year in water	1	15	2	6	7
	1 year in oil	–	18	3	4	5
	24 h	–	12	8	3	7
EtOH	1 year in water	1	13	6	4	6
	1 year in oil	–	9	8	4	9
	24 h	1	11	7	3	8
CHX and EtOH	1 year in water	–	16	6	1	7
	1 year in oil	–	17	4	2	7

Discussion

In this study, root canal treatment was performed with sodium chloride because the aim was to evaluate the influence of the pre-treatment of root dentin with CHX and EtOH prior to the use of the adhesive in the bond strength and adhesive durability of the fiber post relining with resin composite to the root dentin.

The influence of auxiliary chemical substances and root canal sealers was aim of other studies (27,28). In addition, the use of fiber post relined with resin composite can also contribute to a more accurate assessment of adhesive procedures because after the adequate post adjustment to the root canal the cement layer thickness becomes smaller.

The results of this study showed that CHX and/or EtOH used as a pre-treatment in the root dentin do not interfere with the immediate bond strength of the fiber post relined with resin composite using self-etching Clearfil SE Bond. There was a significant decrease in the bond strength values in the control groups with 12 months storage, as indicated by the degradation of the adhesive–dentin bonds over time. However, the use of CHX and/or EtOH kept the bond strength, thereby preserving the adhesive–dentin bonds' durability for 12 months. Therefore, the hypotheses tested in this study were confirmed. These findings suggest that the deterioration of the resin–dentin bonds occurred mainly as a result of intrinsic factors (possibly because of the activations of MMPs) and the action of water on the components of the adhesive interface (hydrolytic degradation).

In adhesive restorations, a significant problem is the degradation of this hybrid layer, with a loss of bond strength that affects the longevity of the restoration (8–10,22). MMP-2, -8, and -9 have been detected in human crown dentin (13,14,29) and radicular dentin (15) and their release and activation contribute to the organic matrix degradation along resin–dentin-bonded interfaces (18–20). MMPs are a class of zinc- and calcium-dependent endopeptidases (30) that are trapped within the mineralized dentin matrix (29). It has been shown that the application of self-etching adhesives during dentin bonding can trigger collagenolytic and gelatinolytic activities mediated by the activation of endogenous MMPs (31,32). This was confirmed by results of this study, because after 12 months of storage the bond strength values of the control groups were reduced significantly in water and oil (this used to prevent the enzymatic hydrolysis of collagen) (8). The etching procedures used in adhesive bonding techniques can eventually activate latent MMPs bound to the dentin matrix because low pH

environments induce conformation changes in enzyme molecules, exposing their catalytic domains (33). The treatment of root dentin powder with self-etching bonding agents increases its collagenolytic activity by 15-fold (31), and the present findings strengthen the participation of MMPs in this process.

Previous studies have demonstrated that the CHX-related improvement in the long-term stability of hybrid layer integrity and bond strength is based on MMP inhibition by CHX (18–21). The results of this study showed that CHX kept the adhesive longevity for 12 months because the bond strength of the anatomical post to the root dentin remained high and unchanged in relation to the immediate groups of water and oil storage. Carrilho et al. (18) and Ricci et al. (20) demonstrated *in vivo* that the protection of the CHX application against the degradation of the coronal adhesive interface lasted for up to 14 and 12 months respectively, after the establishment of resin–dentin bonds. According to Carrilho et al. (18), the long-term action of CHX can be explained by its confinement to the adhesive interface because it is possible that the removal by the dentinal fluid outflow is minimized by the formation of resin tags that obliterate the tubules. In addition, the adhesive monomers that envelop the collagen fibrils treated with the CHX, as well as the presence of an adhesive layer on the hybrid layer, can contribute to the preservation of CHX at the interface and prolong its inhibitory action.

It is well known that the dentin matrix is mainly composed of type I collagen and noncollagenous proteins (22). Since these fibrils are intrinsically wet because of their high affinity to water, the adhesive components are more prone to degradation over time because of water sorption, resin leaching, and other water-mediated ageing phenomena that weaken the polymer structure of the adhesive and lead to the failure of the adhesive interface (9,21). For this reason, recent findings have indicated that the more the adhesive blends are hydrophobic, the more the bonds are stable over time (9,34). Because EtOH can replace water from dentin, hydrophobic monomers are able to penetrate the dentin and form a more stable hybrid layer (23–25). Recent studies have also revealed that the adhesive

blends containing water-based solvents (such as the Clearfil SE Bond) could jeopardize the adhesive interface as a result of phase separation and/or inadequate solvent evaporation (34). Our study revealed that EtOH application can be used to improve the adhesive durability for 12 months of anatomical posts to root dentin when using the self-etching Clearfil SE Bond. The reasonable explanation of the improved bonding ability of this adhesive system to EtOH-saturated root dentin is related to the ability of EtOH to accelerate the dentin water substitution rate, thereby reducing the intrinsic wetness of the root canal at the same time (24).

Regarding the fracture analysis, it should be emphasized that the predominant types of failure in the control groups' storage for 12 months were adhesive and mixed type (with resin cement covering 50% to 100% of the post surface), implying that the weak link was the bond between the resin cement and root canal dentin. Therefore, some components of the collagen fibrils might have degraded because of the action of MMPs and the excess of residual water in the dentin root. The quality of the bond in the immediate groups' storage for 12 months that were realized with pre-treatment with CHX and/or EtOH seemed to be superior because the predominant type of failure was the mixed type (with resin cement covering 0% to 50% of the post surface) and cohesive in dentin. This suggests that the bond between the resin cement and root canal dentin was less affected than in the groups with no pre-treatment with CHX and/or EtOH (Table 2).

The regional differences between the radicular thirds found were in agreement with findings from previous reports (5,35). These differences are attributed to regional differences in the quantity, volume, and orientation of the tubules at different levels of the root canal (35). In addition, access to light exposure and ease of access at the cervical level might play a role (5).

The use of CHX was designed to inhibit MMPs (17–20) and the EtOH to remove excess water from the dentin (23–25) in order to increase the adhesive longevity. The use of EtOH followed by CHX kept the bond strength values similar to those groups where they were used alone. This demonstrates that this

association does not cause adverse effects and can be used to prevent a reduction in bond strength values for 12 months. However, this combination can increase the adhesive longevity further by the inhibition of MMPs and removal of the excess water from the dentin. Therefore, studies with a longer adhesive longevity should be performed using CHX followed by EtOH.

Conclusions

The use of CHX and/or EtOH pre-treatment produced no effect on the immediate groups and was capable of preserving the bond strength of the fiber post relined with resin composite to root dentin for 12 months.

Acknowledgements

This study was supported by FAPESP protocol 2009/05183-0 and grant protocol (2010/00100-7).

References

1. Boone KJ, Murchison DF, Schindler WG, Walker WA. Post retention: the effect of post-space preparation, cementation time, and different sealers. *J Endod* 2001;27:768–71.
2. Ferrari M, Vichi A, Garcia-Gooy F. Clinical evaluation of fiber reinforced epoxy resin posts and cast post and cores. *Am J Dent* 2000;13:15B–18B.
3. Iglesia-Puig MA, Arellano-Cabornero A. Fiber-reinforced post and core adapted to a previous metal ceramic crown. *J Prosthet Dent* 2004;91:191–4
4. Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Borracchini A, Ferrari M. SEM evaluation of the cement layer thickness after luting two different posts. *J Adhes Dent* 2005;7:235–40.
5. Farina AP, Cecchin D, Garcia LFR, Naves LZ, Correr-Sobrinho L, Pires-de-Souza FCP. Bond Strength of Fiber Posts in Different Root Thirds Using Resin Cement. *J Adhes Dent*. *In press* 2010.
6. Topcu FT, Erdemir U, Sahinkesen G, et al. Push-out bond strengths of two fiber post types bonded with different dentin bonding agents. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2010;93:359–66.
7. Ferrari M, Mason PN, Goracci C, Pashley DH, Tay FR. Collagen degradation in endodontically treated teeth after clinical function. *J Dent Res* 2004;83:414–9.
8. Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, et al. Durability of resin–dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent* 2005;18:315–9.
9. Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006;22:973–80.
10. Hashimoto M, Ohno H, Sano H, et al. In vitro degradation of resin–dentin bonds analysed by microtensile test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials* 2003;24:3795–803.
11. Wang Y, Spencer P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface in wet bonding. *J Dent Res* 2003;85:141–5.
12. Pashley DH, Tay FR, Yiu C, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 2004;83:216–21.

13. Mazzoni A, Mannello F, Tay FR, et al. Zymographic analysis and characterization of MMP-2 and -9 forms in human sound dentin. *J Dent Res* 2007;86:436–40.
14. Sulkala M, Tervahartiala T, Sorsa T, et al. Matrix metalloproteinase-8 (MMP-8) is the major collagenase in human dentin. *Arch Oral Biol* 2007;52:121–7.
15. Santos J, Carrilho M, Tervahartiala T, Sorsa T, Breschi L, Mazzoni A, et al. Determination of matrix metalloproteinases in human radicular dentin. *J Endod* 2009;35:686–9.
16. Ferraz CC, Gomes BP, Zaia AA, Teixeira FB, Souza-Filho FJ. In vitro assessment of the antimicrobial action and the mechanical ability of chlorhexidine gel as an endodontic irrigant. *J Endod* 2001;27:452–5.
17. Carrilho MR, Carvalho RM, Sousa EN, Nicolau J, Breschi L, Mazzoni A, et al. Substantivity of chlorhexidine to human dentin. *Dent Mater* 2010;26:779–85.
18. Carrilho MR, Geraldeli S, Tay F, De Goes MF, Carvalho RM, Tjäderhane L, et al. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res* 2007;86:529–33.
19. Breschi L, Mazzoni A, Nato F, Carrilho M, Visintini E, Tjäderhane L, et al. Chlorhexidine stabilizes the adhesive interface: a 2-year in vitro study. *Dent Mater* 2010;26:320–5.
20. Ricci HA, Sanabe ME, de Souza Costa CA, Pashley DH, Hebling J. Chlorhexidine increases the longevity of in vivo resin–dentin bonds. *Eur J Oral Sci* 2010;118:411–6.
21. Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc* 2003;69:726–31.
22. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mat* 2008;24:90–101.
23. Tay FR, Pashley DH, Kapur RR et al. Bonding BisGMA to dentin a proof of concept for hydrophobic dentin bonding. *J Dent Res* 2007;86:1034–9.
24. Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM et al. From dry bonding to water-wet

- bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. *Am J Dent* 2007;20:7–20.
25. Sadek FT, Pashley DH, Nishitani Y, Carrilho MR, Donnelly A, Ferrari M, et al. Application of hydrophobic resin adhesives to acid-etched dentin with an alternative wet bonding technique. *J Biomed Mater Res A* 2007;84:19–29.
 26. D'Arcangelo C, D'Armario M, De Angelis F, Zazzeroni S, Vadini M, Caputi S. Effect of application technique of luting agent on the retention of three types of fiber-reinforced post systems. *J Endod* 2007;33:1378–82.
 27. Baldissara P, Zicari F, Valandro LF, Scotti R. Effect of root canal treatments on quartz fiber posts bonding to root dentin. *J Endod* 2006;32:985–8.
 28. Demiryurek EO, Kulunk S, Yuksel G, Saraç D, Bulucu B. Effects of Three Canal Sealers on Bond Strength of a Fiber Post. *J Endod* 2010;36:497–501.
 29. Martin-De Las Heras S, Valenzuela A, Overall CM. The matrix metalloproteinase gelatinase A in human dentine. *Arch Oral Biol* 2000;45:757–65.
 30. Sorsa T, Tjaderhane L, Salo T. Matrix metalloproteinases (MMPs) in oral diseases. *Oral Disease* 2004;10:311–8.
 31. Tay FR, Pashley DH, Loushine RJ, Weller RN, Monticelli F, Osorio R. Self-etching adhesives increase collagenolytic activity in radicular dentin. *J Endod* 2006;32:862–8.
 32. Lehmann N, Debret R, Roméas A, et al. Self-etching increases matrix metalloproteinase expression in the dentin-pulp complex. *J Dent Res* 2009;88:77–82.
 33. Tjaderhane L, Larjava H, Sorsa T, Uitto VJ, Larmas M, Salo T. The activation and function of host matrix metalloproteinase in dentin matrix during breakdown in carious lesions. *J Dent Res* 1998;77:1622–9.
 34. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, et al Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 2005;84:183–8.

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

4. CONSIDERAÇÕES GERAIS

A constatação de que os componentes formadores das interfaces de união se deterioraram com o passar do tempo devido a degradação sofrida pelas ligações poliméricas em decorrência da água e da ação de enzimas endógenas denominadas Metaloproteínases (MMPs), motivou a realização deste estudo. Em relação à metodologia utilizada nesses experimentos, alguns aspectos merecem destaque, principalmente quanto metodologia empregada e os elementos dentais utilizados.

Diferentes métodos tem sido utilizados para mensurar a resistência de união entre os materiais e as estruturas dentárias, como microtração (Santos *et al.*, 2006; Carrilho *et al.*, 2007; Gonçalves *et al.*, 2009; Cecchin *et al.*, 2010) *pull-out* (D'Arcangelo *et al.*, 2005; Macedo *et al.*, 2010) ou resistência à extrusão pelo método do *push out* (Faria-E-Silva *et al.*, 2007; Cunha *et al.*, 2009; Farina *et al.*, 2010). No presente estudo, o método do *push out* foi usado para verificar a resistência de união de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta à dentina radicular utilizando dois sistemas adesivos depois de diferentes protocolos de tratamento da superfície dentinária. Este teste simula a condição clínica com bastante aproximação porque resulta em uma tensão na interface entre dentina e cimento, assim como entre pino e cimento (Goracci *et al.*, 2004; Bitter *et al.*, 2006), originando tensões de cisalhamento entre as partes cimentadas. Assim, o teste de *push out* proporciona uma adequada estimativa de resistência de união pois através dele a tensão de rompimento ocorre paralelamente à interface de adesão (Kurtz *et al.*, 2003). Outra importante característica deste teste refere-se à possibilidade de se obter um maior número de espécimes para uma única raiz, variando a profundidade do substrato radicular (Sudsangiam & Van Noort, 1999). Uma limitação inerente a este ensaio mecânico é a dificuldade de alinhamento da carga. A aplicação da carga deve ser perpendicularmente ao corpo-de-prova e também localizada exatamente na

interface adesiva e não apenas no pino ou na dentina radicular. Mesmo assim, este tipo de teste apresenta vantagens que superam suas pequenas limitações e também pelo fato de vários estudos usarem este método experimental, ele pode ser considerado adequado, comparável e reproduzível.

Neste estudo foram utilizados incisivos bovinos para realização dos testes de resistência de união. Quando este tipo de teste é utilizado, a dentina bovina tem sido cada vez mais utilizada como substituto à dentina humana devido à sua disponibilidade e facilidade de padronização das amostras (Schmalz *et al.*, 2001; Reis *et al.*, 2004), uma vez que esses animais geralmente tem a mesma idade de abate e foram mantidos em um ambiente semelhante sob condições climáticas e de alimentação. Além disso, a dentina bovina apresenta características morfológicas como número de túbulos dentinários e matriz orgânica semelhante aos encontrados na dentina humana (Dutra-Correa *et al.*, 2007). Estas semelhanças morfológicas tem sido apontadas como sendo responsáveis por resultados semelhantes de resistência de união quando os mesmos materiais são utilizados em dentina humana e bovina (Schilke *et al.*, 200; Reis *et al.*, 2004). Outra importante semelhança foi observada por Santos (2009) através da detecção da presença de MMPs em dentina bovina, conforme relatado anteriormente em dentina humana (Mazzoni *et al.*, 2007; Sulkala *et al.*, 2007; Santos *et al.*, 2009). Portanto, o mecanismo de adesão e os fatores responsáveis pela degradação de adesivos aplicados em dentina humana e bovina ao longo do tempo provavelmente sejam semelhantes.

Outro fator a ser observado é que a utilização de pinos pré-fabricados em canais amplos resulta em uma camada espessa de cimento, a qual pode apresentar baixa resistência e não suportar ao carregamento oclusal, perdendo, dessa maneira, a retenção (Aksornmuang *et al.*, 2004). Devido a esta problemática, como neste estudo utilizou-se dentes bovinos com canal radicular de tamanho semelhante e amplo, todos os pinos de fibra-de-vidro foram reembasados com resina composta para posterior cimentação. A utilização deste tipo de retentor intrarradicular visa diminuir a linha de cimentação e proporcionar

melhor adaptação às paredes do canal radicular (Lassila *et al.*, 2004; Faira-E-Silva *et al.*, 2009; Macedo *et al.*, 2010), o que aumenta a retenção entre o conjunto restaurador e a dentina radicular (Goracci *et al.*, 2004). Assim, a utilização de pinos reembasados com resina composta pode contribuir para uma avaliação mais precisa dos procedimentos adesivos devido a boa adaptação do retentor às paredes do canal radicular e a reduzida linha de cimentação.

Além disso, neste estudo não foi realizada a aplicação do silano sobre os pinos de fibra de vidro, pois de acordo com Perdigão *et al.* (2006) a utilização dessa substância não altera os valores de resistência de união de pinos à dentina radicular. No entanto, foi realizada a aplicação do *bond* sobre a superfície dos pinos, pois como verificado no estudo piloto, esse passo é necessário para o não deslocamento da resina composta do pino durante a confecção do pino reembasado com resina composta.

A restauração de dentes tratados endodonticamente além do objetivo de restabelecer a estética e a função, deve proporcionar durabilidade ao elemento dental. No entanto, a perda da retenção do retentor intrarradicular também está relacionada à degradação ao longo do tempo das fibrilas de colágeno e dos constituintes poliméricos presentes na interface de união (Hashimoto *et al.*, 2003a; Hashimoto *et al.*, 2003b; Carrilho *et al.*, 2007; Gonçalves *et al.*, 2009; Breshi *et al.*, 2010). Segundo Reis *et al.* (2007) esta interface pode ser degradada em três estágios: (1) água absorvida pelo polímero iniciando sua degradação hidrolítica; (2) componentes resinosos são lixiviados da camada híbrida e/ou da camada de adesivo (Hashimoto *et al.*, 2003a; Hashimoto *et al.*, 2003b) e (3) fibrilas colágenas expostas são degradadas por endopeptidases presentes na matriz dentinária (MMPS) (Pashley *et al.*, 2004; Hebling *et al.*, 2005; Carrilho *et al.*, 2007) ou proteinases exógenas provenientes da saliva e bactericas (Tjaderhane *et al.*, 1998).

Por este motivo, algumas formas de tratamento da superfície dentinária radicular tem sido propostos com o objetivo de reduzir a degradação do colágeno e dos componentes resinosos, aumentando, com isso, a estabilidade de união em

longo prazo. Desse modo, este trabalho foi conduzido em estudar a influência de diferentes técnicas de tratamento da dentina radicular na resistência de união imediata e em longo prazo de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta à dentina radicular. Sendo que o principal objetivo foi buscar alguma forma tratamento que pudesse manter a resistência de união ao longo do tempo a partir das seguintes técnicas utilizadas de forma isolada ou associadas: 1. utilização do Digluconato de Clorexidina gel 2% (CHX) com o objetivo de inibição das MMPs; 2. remoção parcial das fibrilas colágenas com a utilização do Hipoclorito de Sódio 5,25% (NaOCl) (técnica da desproteinização); e, 3. remoção da água residual da dentina radicular com a utilização do Etanol 100% (EtOH) ou pela técnica da secagem com jatos de ar (Ar).

Os valores de resistência de união imediatos nos grupos controles para ambos os sistemas adesivos, Scotch Bond Multipurpose e Clearfil SE Bond, foram considerados satisfatórios neste estudo. No entanto, após 12 meses de armazenamento, resultou em uma significativa diminuição, demonstrando a ocorrência da degradação da interface adesiva ao longo do tempo, como demonstrado em estudos prévios (Wans & Spencer, 2003; Hashimoto *et al.*, 2003a,b; Malacarne *et al.*, 2006; Carrilho *et al.*, 2005).

A maioria dos sistemas adesivos atuais, bem como os utilizados neste estudo, são hidrofílicos e assim foram formulados principalmente pela necessidade de serem aplicados em substrato úmido. Devido a essa necessidade e à tendência de simplificação das técnicas de aplicação, suas formulações foram modificadas pela adição de monômeros hidrófilos, diluentes e solventes. A presença de monômeros hidrófilos e monômeros diluentes, de baixo peso molecular, na composição desses materiais confere à interface de união formada maior capacidade de sorção de água (Chersoni *et al.*, 2004; Tanaka *et al.*, 1999). A água sorvida do meio, associada àquela presente na dentina durante o procedimento de adesão, aceleram a deterioração das propriedades dessa estrutura interfacial (Santerre, 2001; Sano *et al.*, 1999; Hashimoto *et al.*, 2003a,b).

O aumento da concentração de água na formulação dos sistemas

adesivos convencionais ocorreu devido a necessidade de torná-los suficientemente fluidos e também capazes de deslocar parte da água deixada no substrato durante a técnica úmida; e nos autocondicionantes, a fim de desencadear o processo de acidificação da solução, de modo a torná-la capaz de desmineralizar a estrutura dental (Carvalho *et al.*, 2004). Portanto, a água incorporada durante os procedimentos adesivos pode ser oriunda do próprio substrato, da técnica úmida e também da composição do sistema adesivo. A completa evaporação da mistura solvente/água presente no adesivo seria o ideal, visto que a presença dessas substâncias, previamente a fotoativação do material, pode determinar a formação de uma camada híbrida porosa e, conseqüentemente, mais permeável ao trânsito de fluídos (Tay *et al.*, 2002; Tay *et al.*, 2003a). Desse modo, o caráter hidrofílico dos sistemas adesivos estabelece um paradoxo, pois ao mesmo tempo que é necessário para garantir sua eficácia no substrato úmido, por outro lado, representa um fator limitante na durabilidade do adesivo e, conseqüentemente, na durabilidade da união (Carrilho *et al.*, 2004). Em outras palavras, as mesmas características que garantiram a obtenção de altos valores imediatos de resistência de união dentina-material restaurador, não tem se mostrado capazes de assegurar esses valores ao longo do tempo.

Outra possível causa que vem sendo apontada pelos pesquisadores como responsável pela degradação da camada híbrida é a desestruturação das fibrilas colágenas em função de um mecanismo proteolítico que atesta a presença de atividade collagenolítica intrínseca na dentina (Pashley *et al.*, 2004; Hebling *et al.*, 2005; Armstrong *et al.*, 2006; Mazzoni *et al.*, 2006; Nishitani *et al.*, 2006; Carrilho *et al.*, 2007a,b; Breschi *et al.*, 2010; Ricci *et al.*, 2010). Estes estudos mostram uma relação entre a proteólise do colágeno e a atividade das MMPs, enzimas encontradas na matriz extracelular da dentina humana (Tjäderhane *et al.*, 1998; Sulkala *et al.*, 2002, 2007; Santos *et al.*, 2009) e bovina (Santos, 2009). Estudos reportam a participação de algumas MMPs nos processos de dentinogênese e amelogênese promovendo remodelação da matriz extra-celular depositada e degradação de componentes da membrana basal no germe dental

(Sahlberg *et al.*, 1999; Caron *et al.*, 2001). O envolvimento das MMPs nas fases iniciais de formação do órgão dental sinaliza que elas possam permanecer inativas na matriz do esmalte e dentina após o processo de mineralização dos mesmos (Sulkala *et al.*, 2002; Van Strijp *et al.*, 2003). No entanto, alguns estudos mostram que ambos os sistemas adesivos, precedido pelo condicionamento ácido e autocondicionantes, são capazes de ativar as MMPs (Mazzoni *et al.*, 2006; Nishitani *et al.*, 2006; Carrilho *et al.*, 2007a,b; Lehmann *et al.*, 2009; Tay *et al.*, 2009; Breschi *et al.*, 2010; Ricci *et al.*, 2010), dando início a um processo de degradação das fibras colágenas que resulta na perda da durabilidade das restaurações adesivas.

Por outro lado, a incorporação da CHX nos protocolos de adesão de ambos os sistemas, Scotch Bond Multipurpose e Clearfil SE Bond, não influenciou nos valores imediatos de resistência de união de pinos reembasados com resina composta à dentina radicular, e foi capaz de preservar estes valores por 12 meses. Estes resultados estão de acordo com estudos prévios (Gendron *et al.*, 1999; Hebling *et al.*, 2005; Carrilho *et al.*, 2007; Brackett *et al.*, 2009; Breschi *et al.*, 2009; Breschi *et al.*, 2010; Ricci *et al.*, 2010) que estudaram a durabilidade de adesão após o uso da CHX em dentina coronária. Tem sido demonstrado que a CHX é um efetivo inibidor de MMPs da matriz dentinária (Martin-De Las Heras *et al.*, 2000; Pashley *et al.*, 2004) e que interfaces produzidas na presença deste agente são menos susceptíveis a degradação proteolítica. Hebling *et al.* (2005), Carrilho *et al.* (2005) e Ricci *et al.* (2010) demonstraram *in vivo* que o uso da CHX anteriormente aos procedimentos adesivos resultou em interfaces menos susceptíveis a degradação após 6, 14 e 12 meses, respectivamente, em função na cavidade bucal; sendo os trabalhos de Hebling *et al.* (2005) e Ricci *et al.* (2010) realizado em dentina afetada por cárie. O mecanismo de ação da CHX ainda permanece inexplicado. Sugere-se que esse agente, por ser catiônico, poderia competir com receptores das MMPs que deveriam ser ocupadas por íons como cálcio e zinco para sua ativação. Como resultado, a ação colagenolítica sobre as fibras colágenas seria significativamente reduzida (Tjaderhane *et al.*, 1998;

Pashley *et al.*, 2004). Além disso, de acordo com Carrilho *et al.* (2007) a ação a longo prazo da CHX pode ser explicada pelo seu confinamento na interface adesiva, sendo sua eliminação dos túbulos dentinários é minimizado pela formação de *tags* de resina. Os monômeros adesivos que envolvem as fibrilas colágenas tratadas com CHX podem contribuir pela sua preservação e prolongar sua ação inibitória, já que uma de suas propriedades é a substantividade (Gomes *et al.*, 2009; Carrilho *et al.*, 2010).

Como a água presente na dentina durante a hibridização é impossível de ser eliminada por completo (Yiu *et al.*, 2005) tornando-se um fator de comprometimento da durabilidade adesiva, o uso de solventes anidros, como por exemplo o etanol, tem sido proposto como alternativa para saturar a dentina desmineralizada em substituição a água (Pashley *et al.*, 2007). Com a utilização do etanol, monômeros com características hidrofóbicas se difundem com maior facilidade na zona de desmineralização (Becker *et al.*, 2007). Com a dentina saturada com etanol ao invés de água, monômeros adesivos relativamente hidrófobos poderiam ser infiltrados na zona desmineralizada, eliminando a existência de fibrilas de colágeno expostas e não protegidas na base da camada hibridizada.

Os resultados deste estudo mostraram que o uso do etanol não influenciou nos valores imediatos de resistência de união de pinos reembasados com resina composta à dentina radicular para ambos os sistemas adesivos utilizados. No entanto, após 12 meses de armazenagem, o etanol foi capaz de preservar os valores de resistência de união apenas para o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond, sendo que para o Scotch Bond Multipurpose os valores diminuíram significativamente. Uma provável justificativa é que o etanol acelerou a taxa de substituição de água da dentina reduzindo a umidade íntrinseca do canal radicular (Pashley *et al.*, 2007) e como o *primer* do sistema adesivo autocondicionante é aplicado diretamente sobre a *smear layer*, o controle da umidade na dentina desmineralizada é menos crítico, sendo a secagem com álcool o suficiente para a remoção do excesso de água residual da dentina que

comprometeria a integridade da camada híbrida ao longo do tempo.

No entanto, para o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose, o uso do etanol por 1 minuto na dentina condicionada com ácido fosfórico não foi capaz de preservar os valores de resistência de união após 12 meses de armazenamento, tanto em água como em óleo. A infiltração dos monômeros hidrófobos na dentina desmineralizada só é possível se a água localizada no substrato é substituída pelo etanol (Sadek *et al.*, 2010). Sadek *et al.* 2010 recomendaram a utilização de cinco concentrações ascendentes de álcool para a técnica alcoólica, finalizando com álcool absoluto reaplicado três vezes. Procoloco esse semelhante ao usado na desidratação das amostras para análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Newman & Hobot, 1999). Em MEV, a água presente nos tecidos biológicos é gradualmente substituída durante muitas horas por imersão gradual em uma série de solventes. Essa forma de aplicação do etanol é pouco provável que seja usada clinicamente devido a demanda de tempo necessária para sua utilização, o que justifica a busca de simplificação nos protocolos de desidratação. De acordo com os resultados de Sadek *et al.* (2010) e confirmados neste estudo, a simples aplicação do etanol em um período reduzido não foi capaz de preservar a resistência de união de um sistema adesivo precedido pelo condicionamento ácido ao longo do tempo.

O etanol tem uma pressão de vapor de 52,50 mmHg em 23,8°C, enquanto a água tem 21,05 mmHg. Isso significa que o etanol evapora mais rapidamente do que a água (Pashley *et al.*, 1998). Esse fenômeno explica por que nos grupos onde foi utilizado etanol e sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose os valores de resistência de união foram menores. Provavelmente, 1 minuto de utilização do etanol não foi suficiente para a substituição completa da água da dentina intertubular e dos túbulos dentinários. Dessa forma, a água residual esteve presente na dentina condicionada por ácido e resultou em pobre umectação pelo adesivo hidrofóbico ocorrendo inclusive a hidrólise dos componentes resinos. Além disso, resíduos de etanol podem ter permanecido na estrutura dentinária e influenciado nos valores de resistência de união após 12 meses.

Outra possibilidade para remover a água residual da dentina é a secagem com jatos de ar (De Goes *et al.*, 1997; Hashimoto *et al.*, 2002; Hashimoto *et al.*, 2003). Estudos recentes têm demonstrado que alguns sistemas adesivos apresentam melhor desempenho quando aplicados na dentina seca por ar (Reis *et al.*, 2003; Reis *et al.*, 2004; Dal-Bianco *et al.*, 2006). Reis *et al.* (2003) mostraram que, quando a adesão é realizada sobre o substrato seco com ar, apesar de menores valores iniciais de resistência de união à dentina, os efeitos da degradação hídrica ao longo do tempo são menos pronunciados.

No entanto, os resultados do presente trabalho mostraram que em dentina úmida (grupo controle com Scotch Bond Multipurpose) os valores de resistência de união foram significativamente maiores do que em dentina seca com jatos de ar por 5 segundos nos grupos imediatos. Após 12 meses, este último grupo também apresentou baixos valores de resistência de união. Esses resultados confirmam os achados de outros estudos, que indicam que os sistemas adesivos precedidos pelo condicionamento ácido requerem uma superfície de dentina úmida para que possam infiltrar-se na trama de fibrilas colágenas e estabelecer uma adequada adesão (Nakajima *et al.*, 2002; Hashimoto *et al.*, 2003; Manso *et al.*, 2008). Quando a dentina desmineralizada é seca com jatos de ar, a água de dentro da matriz de colágeno é removida e as fibrilas adjacentes ficam em contato através da formação de pontes de hidrogênio. Isso leva a diminuição da permeabilidade da dentina intertubular, o que resulta na inibição da infiltração dos monômeros adesivos na dentina condicionada. Sempre que o adesivo é incapaz de infiltrar, a água vai novamente preencher o espaço entre as fibrilas colágenas originando uma camada híbrida com porosidade e baixa qualidade (Pashley *et al.*, 1993).

Em razão das dificuldade clínicas para se manter uma umidade uniforme na dentina depois do condicionamento ácido, a odontologia restauradora tem procurado alternativas para reduzir a influência da técnica e principalmente aumentar a durabilidade de restaurações adesivas. Por isso, Gwinnett (1994) e Vargas *et al.* (1997) propuseram a remoção do colágeno exposto pelo

condicionamento ácido com NaOCl para infiltração direta do adesivo sobre a dentina mineralizada, reduzindo-se inclusive a possibilidade de degradação das fibrilas colágenas. Os resultados deste estudo mostraram que o NaOCl usado como um pré-tratamento na dentina radicular não interfere na resistência de união imediata do sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose e foi capaz de preservar os valores de resistência por 12 meses. Estes resultados são similares aos de Inai *et al.* (1998), Saboia *et al.* (2000), Toledano *et al.* (2002) e Gonçalves *et al.*, (2009). De acordo com Gonçalves *et al.* (2009) o uso do NaOCl promove uma ligação mais estável entre os componentes resinosos e dentina. Assim, a remoção parcial das fibrilas colágenas por meio de um agente desproteinizante pode ser considerada como uma forma de diminuir a sensibilidade técnica sem comprometer a eficácia da adesão.

No entanto, a remoção de materiais orgânicos da dentina pelo NaOCl são tempo-dependentes (Sauro *et al.*, 2009) e proporcional à concentração de cloro ativo (Estrela *et al.*, 2002). Sauro *et al.* (2009) relataram que 10 minutos de aplicação do NaOCl 12% não foi capaz de remover completamente o colágeno da superfície porosa da dentina intratubular e intertubular. No presente estudo, como o NaOCl 5,25% foi utilizado por 5 minutos, provavelmente não foi possível a completa remoção das fibrilas colágenas.

Idealmente, deveríamos lançar mão de todos os recursos capazes para reduzir a degradação da interface de união. Assim, com a possível associação de técnicas poderíamos originar uma interface adequada e resistente aos processos de degradação ao longo do tempo. A remoção parcial das fibrilas colágenas por meio do NaOCl, presença de inibidores de MMPs como a CHX e infiltração de componentes hidrofóbicos do sistema adesivo facilitada pela técnica alcóolica ou secagem da dentina com jatos de ar, seria construir um interface ideal, resistente aos processos de hidrólise e as atividades enzimáticas. Por isso, neste estudo também estudou-se a possibilidade de associação de técnicas.

A partir dos resultados que estão expostos no capítulo 3, podemos observar que a associação entre CHX e etanol não causou efeitos adversos na

resistência de união imediata e foram capazes de preservar esses valores por 12 meses, quando utilizado o sistema adesivo Clearfil SE Bond. A associação das técnicas não aumentou os valores quando comparado com as técnicas utilizadas isoladamente. No entanto, essa combinação pode aumentar a durabilidade adesiva ainda mais, pela possibilidade da CHX atuar na inibição das MMPs e do etanol remover o excesso de água encontrada na dentina. Portanto, estudos com um maior tempo de durabilidade precisam ser realizados para verificar a real possibilidade de utilização da associação dessas técnicas.

Por outro lado, para o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose, a associação entre CHX e etanol, apesar de não influenciar negativamente nos valores de resistência de união imediatos, não foram capazes de preservar os valores após 12 meses de armazenagem. No entanto, isso ocorreu apenas nos grupos onde o etanol foi utilizado isolado ou associado à CHX. A CHX utilizada isoladamente foi eficiente imediata e à longo prazo, como podemos observar no capítulo 1. Isso se deve ao fato que provavelmente a utilização do etanol por 1 minuto não foi suficiente para remover o excesso de água residual da dentina e permitir a infiltração dos monômeros hidrófobos. Com a remoção parcial da água dos tubulos dentinários e dentina intertubular, provavelmente não houve uma adequada infiltração dos monômeros resinosos, o que fatalmente pode ter influenciado na obtenção dos baixos valores de resistência de união. Como demonstrado por Sadek *et al.* (2010), esta técnica requer a substituição gradual da água da matriz de estrutura dentinária para posterior penetração do sistema adesivo. Além dessas 2 técnicas, foi estudado também a possibilidade de secagem da dentina com jatos de ar por 5 segundos. No entanto, essa última técnica resultou em baixos valores de resistência, tanto imediato quanto à longo prazo. Isso indica que a secagem com ar da dentina condicionada não é uma técnica que pode ser indicada para utilização clínica.

Por fim, no capítulo 2, após a utilização da técnica da desproteínização com NaOCl, buscamos usar também a CHX e/ou o etanol, além da técnica da secagem com ar, para tentar aumentar a resistência de união e a durabilidade

adesiva de pinos reembasados com resina composta à dentina radicular quando utilizado o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose. A secagem com jatos de ar resultou em baixos valores de resistência, tanto imediato quanto à longo prazo. Porém, quando aplicada após o uso do NaOCl, não teve influência, possivelmente devido a remoção parcial das fibrilas colágenas. Por outro lado, a associação entre NaOCl e CHX não alterou os valores imediatos de resistência de união e foram capazes de preservar esses valores por 12 meses. Indicando que essa associação de técnicas, apesar de não melhorar os valores quando comparada com cada técnica utilizada isoladamente, pode ser eficiente para aumentar a durabilidade adesiva por um tempo maior. Por isso, estudos com maior tempo de durabilidade são necessários com a utilização desta associação. Porém, o uso do etanol após o uso do NaOCl associado ou não à CHX, resultou em baixos valores de resistência de união. Provavelmente isso se deve ao fato relatado anteriormente no estudo de Sadek *et al.* (2010), onde na técnica alcoólica o etanol deve ser utilizado de forma progressiva em relação a sua concentração.

Quanto a diferença regionais de resistência de união, maior do terço coronal e diminuindo até o apical, está de acordo com estudos prévios (Perdigão *et al.*, 2006; Wang *et al.*, 2008; Farina *et al.*, 2010). Esta diferença tem sido creditada a variação na quantidade e diâmetro dos túbulos dentinários (Ferrari *et al.*, 2002) tornando mais previsível os procedimentos adesivos nessa área. A facilidade de acesso e consequentemente de manipulação dessa região por parte do operador, também torna a região coronal menos crítica em relação às regiões mais profundas (Perdigão *et al.*, 200), assim como a quantidade de luz durante a polimerização que chega até os terços mais profundos do canal radicular é menor (Goracci *et al.*, 2008; Farina *et al.*, 2010).

De acordo com os resultados apresentados nos três capítulos que compõem este estudo, a incorporação da CHX e/ou EtOH nos procedimentos adesivos favorece a durabilidade da resistência de união quando o sistema adesivo Clearfil SE Bond é utilizado; e a incorporação da CHX quando o adesivo Scotch Bond Multipurpose é usado. A técnica da desproteinização associada ao

não à CHX também pode ser indicada quando os procedimentos adesivos são realizados com o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose. Dessa forma, modificações nos protocolos de adesão visando a durabilidade da resistência de união quanto clínicos.

5. CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos e dentro das limitações dos estudos realizados foi possível concluir que:

- O pré-tratamento da dentina radicular com CHX foi capaz de preservar os valores de resistência de união de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta à dentina radicular por 12 meses quando utilizado o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose.

- CHX e/ou EtOH foram capazes de preservar os valores de resistência de união por 12 meses quando utilizado o sistema adesivo Clearfil SE Bond.

- O NaOCl utilizado de forma isolada ou associado com a CHX foi capaz de preservar os valores de resistência de união por 12 meses quando utilizado o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose.

- A técnica de secagem com jatos de ar por 5 segundos reduziu os valores de resistência de união.

6. REFERÊNCIAS

1. Abo T, Asmussen E, Uno S, Tagami J. Short- and long-term *in vitro* study of the bonding of eight commercial adhesives to normal and deproteinized dentin. *Acta Odontol Scand*. 2006; 64(4): 237–43.
2. Ari H, Yasar E, Belli S. Effects of NaOCl on bond strengths of resin cements to root canal dentin. *J Endod*. 2003; 29(4): 248–51.
3. Armstrong SR, Vargas MA, Chung I, Pashley DH, Campbell JA, Laffoon JE, *et al*. Resin-Dentin interfacial ultra structure and microtensile dentin bond strength after five-year water storage. *Oper Dent*. 2004; 29(6): 705–12.
4. Asmussen E, Peutzfeldt A, Heitmann T. Stiffness, elastic limit, and strength of newer types of endodontic posts. *J Dent*. 1999; 27(4): 275–8.
5. Asmussen E, Peutzfeldt A, Sahafi A. Finite element analysis of stresses in endodontically treated, dowel-restored teeth. *J Prosthet Dent*. 2005; 94(4): 321–9.
6. Bitter K, Kielbassa AM. Post-endodontic restorations with adhesively luted fiber-reinforced composite post systems: a review. *Am J Dent*. 2007; 20(6): 353–60.
7. Bourd-Boittin K, Fridman R, Fanchon S, Septier D, Goldberg M, Menashi S. Matrix metalloproteinase inhibition impairs the processing, formation and mineralization of dental tissues during mouse molar development. *Exp Cell Res*. 2005; 304(2): 493–505.
8. Burrow MF, Harada N, Kitasado Y, Nikaido T, Tagami J. Seven-year dentin bond strengths of a total and self etch system. *Eur J Oral Sci*. 2005; 113(3): 265–70.
9. Campos EA, Correr GM, Leonardi DP, Barato-Filho F, Gonzaga CC, Zielak JC. Chlorhexidine diminishes the loss of bond strength over time under

- simulated pulpal pressure and thermo-mechanical stressing. J Dent. 2009; 37(2): 108–14.
10. Carrilho MRO, Carvalho RM, de Goes MF, di Hipólito V, Geraldeli S, Tay FR *et al.* Chlorhexidine preserves dentin bond *in vitro*. J Dent Res. 2007b; 86(1): 90–4.
 11. Carvalho CA, Cantoro A, Mazzoni A, Goracci C, Breschi L, Ferrari M. Effect of ethanol application on post-luting to intraradicular dentine. Int Endod J. 2009; 42(2): 129–35.
 12. Cecchin D, Farina AP, Galafassi D, Barbizam JV, Corona SA, Carlini-Júnior B. Influence of sodium hypochlorite and edta on the microtensile bond strength of a self-etching adhesive system. J Appl Oral Sci. 2010; 18(4): 385-9.
 13. Cederlund A, Jonsson B, Blomlof J. Do intact collagen fibers increase dentin bond strength? Swed Dent J 2002; 26(4): 159–66.
 14. Cheung W. A review of the management of endodontically treated teeth: post, core and the final restoration. J Am Dent Assoc. 2005; 136(5): 611–9.
 15. De Castro FL, de Andrade MF, Duarte Junior SL, Vaz LG, Ahid FJ. Effect of 2% chlorhexidine on microtensile bond strength of composite to dentin. J Adhes Dent. 2003; 5(2): 129–38.
 16. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M *et al.* A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. J Dent Res. 2005; 84(2): 118–32.
 17. Dietschi D, Duc O, Krejci I, Sadan A. Biomechanical considerations for the restoration of endodontically treated teeth: a systematic review of the literature, part II (evaluation of fatigue behavior, interfaces, and *in vivo* studies). Quintessence Int 2008; 39(2): 117–29.
 18. Erhardt MC, Osorio R, Toledano M. Dentin treatment with MMPs inhibitors does not alter bond strengths to caries-affected dentin. J Dent. 2008; 36(12): 1068–73.

19. Faria-e-Silva AL, Pedrosa-Filho CF, Menezes Mde S, Silveira DM, Martins LR. Effect of relining on fiber post retention to root canal. *J Appl Oral Sci.* 2009; 17(6): 600-4.
20. Fukae M, Kaneko I, Tanabe T, Shimizu M. Metalloproteinases in the mineralized compartments of porcine dentine as detected by substrate-gel electrophoresis. *Arch Oral Biol.* 1991; 36(8): 567-73.
21. García-Godoy F, Tay FR, Pashley DH, Feilzer A, Tjäderhane L, Pashley EL. Degradation of resin-bonded human dentin after 3 years of storage. *Am J Dent.* 2007; 20(2): 109-13.
22. Grandini S, Sapio S, Simonetti M. Use of anatomic post and core for reconstructing an endodontically treated tooth: a case report. *J Adhes Dent.* 2003a; 5(3): 243-247.
23. Grigoratos D, Knowles J, Ng YL, Gulabivala K. Effect of exposing dentine to sodium hypochlorite and calcium hydroxide on its flexural strength and elastic modulus. *Int Endod J.* 2001; 34(2): 113-9.
24. Hosaka K, Nishitani Y, Tagami J, Yoshiyama M, Brackett WW, Agee KA, *et al.* Durability of resin-dentin bonds to water- vs. ethanol-saturated dentin. *J Dent Res.* 2009; 88(2): 146-51.
25. Kanka J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent.* 1992; 5(4): 213-5.
26. Kato G, Nakabayashi N. Effect of phosphoric acid concentration on bonding to etched dentin. *Dent Mater.* 1996; 12(4): 250-5.
27. Komori PCP, Pashley DH, Tjäderhane L, Breschi L, Mazzoni A, De Goes MF, *et al.* Effect of 2% chlorhexidine digluconate on the bond strength to normal versus caries-affected dentin. *Oper Dent.* 2009; 34(2): 157-65.
28. Koshiro K, Inoue S, Sano H, De Munck J, Van Meerbeek B. In vivo degradation of resin-dentin bonds produced by a self-etch and an etch-and-rinse adhesive. *Eur J Oral Sci.* 2005; 113(4): 341-48.
29. Lassila LVJ, Tanner J, Le-Beel AM, Narva K, Vallittu PK. Flexural properties of fiber reinforced root canal posts. *Dent Mater.* 2004; 20(1): 29-36.

30. Macedo VC, Faria e Silva AL, Martins LR. Effect of cement type, relining procedure, and length of cementation on pull-out bond strength of fiber posts. *J Endod*. 2010; 36(9): 1543-6.
31. Malquarti G, Berruet RG, Bois D. Prosthetic use of carbon fiber-reinforced epoxy resin for esthetic crowns and fixed partial dentures. *J Prosthet Dent*. 1990; 63(3): 251–7.
32. Mohammadi Z, Abbott PV. The properties and applications of chlorhexidine in endodontics. *Int Endod J*. 2009; 42(4): 288–302.
33. Moreira DM, Almeida JF, Ferraz CC, Gomes BP, Line SR, Zaia AA. Structural analysis of bovine root dentin after use of different endodontics auxiliary chemical substances. *J Endod* 2009; 35(7): 1023-7.
34. Nakabayashi N. Adhesive bonding with 4-META. *Oper Dent*. 1992; Suppl 5: 125–30.
35. Nishitani Y, Yoshiyama M, Wadgaonkar B, Breschi L, Mannello F, Mazzoni A *et al*. Activation of gelatinolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives. *Eur J Oral Sci*. 2006; 114(2): 160–6.
36. Ozturk B, Özer F. Effect of NaOCl on bond strengths of bonding agents to pulp chamber lateral walls. *J Endod*. 2004; 30(5): 362–5.
37. Pascon FM, Kantovitz KR, Sacramento PA, Nobre-dos-Santos M, Puppini-Rontani RM. Effect of sodium hypochlorite on dentine mechanical properties. A review. *J Dent*. 2009 ;37(12): 903–8.
38. Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent* 1997; 25(5): 355–72.
39. Perdigão J, Frankenberger R, Rosa B, Breschi L. New trends in dentin/enamel adhesion. *Am J Dent* 2000; 13(Espec N°): 25D–30D.
40. Salameh Z, Ounsi HF, Aboushelib MN, Sadig W, Ferrari M. Fracture resistance and failure patterns endodontically treated mandibular molars with and without fiber-post in combination with a zirconia-ceramic crown. *J Dent*. 2008; 36(7): 513–9.

41. Santos PH, Sinhorette MA, Consani S, Sobrinho LC, Adabo GL, Vaz LG. Effect of cyclic compressive loading on the bond strength of an adhesive system to dentin after collagen removal. *J Adhes Dent.* 2005; 7(2): 127–31.
42. Shono MTY, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russell CM, Pashley DH. Durability of Resin-Dentin Bonds. *J Adhes Dent.* 1999; 1(3): 211–8.
43. Silva EM, Duarte PB, Poskus LT, Barcellos AA, Guimarães JG. Nanoleakage and microshear bond strength in deproteinized human dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2007; 81(2): 336–42.
44. Solomon CS, Osman YI. Aesthetic restoration of the compromised root: a case report. *SADJ.* 2003; 58(10): 373–6.
45. Toledano M, Osorio R, Perdigão J, Rosales JI, Thompson JY, Cabrerizo-Vilches MA. Effect of acid etching and collagen removal on dentin wettability and roughness. *J Biomed Mater Res.* 1999; 47(2): 198–203.
46. Uno S, Finger WJ. Function of the hybrid zone as a stress-absorbing layer in resin-dentin bonding. *Quintessence Int.* 1995; 26(10): 733–8.
47. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, *et al.* Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003; 28(3): 215–35.
48. Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Pneumans M, Lambrechts P, *et al.* Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent.* 2001; 26(Suppl 6): 119–44.
49. Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD, Robinson SJ. A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *J Dent Res.* 1998; 77(1): 50–9.
50. Vargas MA, Cobbs DS, Armstrong SR. Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybrid layer. *Oper Dent.* 1997; 22(4): 159–66.
51. Varvara G, Perinetti G, Di-Iorio D, Murmura G, Caputi S. In vitro evaluation of fracture resistance and failure mode of internally restored endodontically treated maxillary incisors with differing heights of residual dentin. *J Prosthet.*

- Dent 2007; 98(5): 365–72.
52. Visse R, Nagase H. Matrix metalloproteinases and tissue inhibitors of metalloproteinases: structure, function and biochemistry. *Circ Res.* 2003; 92(8): 827–39.
53. Wang VJ, Chen YM, Yip KH, Smales RJ, Meng QF, Chen L. Effect of two fiber post types and two luting cement systems on regional post retention using the push-out test. *Dent Mater.* 2008; 24(3): 372–7.
54. Wu X, Chan AT, Chen YM, Yip KH, Smales RJ. Effectiveness and dentin bond strengths of two materials for reinforcing thin-walled roots. *Dent Mater.* 2007; 23(4): 479–85.
55. Yiu CKY, Garcia-Godoy F, Tay FR, Pashley DH, Imazato S, King NM, Lai SCN. A nanoleakage perspective on bonding to oxidized dentin. *J Dent Res.* 2002; 81(9): 628–32.

1. DETALHAMENTO DA METODOLOGIA

1.1. Seleção e preparo dos dentes

Em um primeiro momento, foram obtidos 800 incisivos bovinos em um frigorífico. Os dentes foram armazenados em solução de timol 0,5% imediatamente após a sua extração e congelados para evitar a degradação do colágeno e das estruturas dentinárias. Destes, visando-se uma adequada padronização de forma e tamanho, foram selecionados 300 dentes, os demais foram descartados em virtude da anatomia e dimensões discrepantes. Como no presente trabalho foram utilizados 255 dentes, os outros 45 permaneceram armazenados e foram utilizados quando houve a necessidade de substituição ou quando alguma amostra foi perdida. Os dentes selecionados foram então limpos com curetas periodontais (Duflex-SS White-Brasil) e jato de bicarbonato de sódio e água (Profi II Dabi-Atlante Ltda-Brasil). Feito isto, foram armazenados em solução fisiológica a 0,9% e novamente congelados até momento da realização do preparo dos dentes e cimentação dos pinos.

Tantos os passos operatórios e preparo das amostras foram realizados por um operador previamente treinado, como segue.

Com auxílio de um paquímetro digital (Vonder Paquímetro Eletrônico Digital, Curitiba, PR, Brasil) e caneta para retroprojektor (Pilot S.A., São Paulo, SP, Brasil) os dentes receberam uma marcação 14 mm acima do ápice radicular. Neste ponto, a porção coronária dos dentes foi removida com auxílio de um disco diamantado dupla face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) abaixo do limite amelo-cementário de modo a obter um remanescente radicular de 14 mm (Figura 1A,B). O tecido pulpar presente foi removido por meio de limas endodônticas tipo K (Maillefer, Ballaigues, Suíça) número 30, sob abundante irrigação com soro fisiológico (Figura 1C).

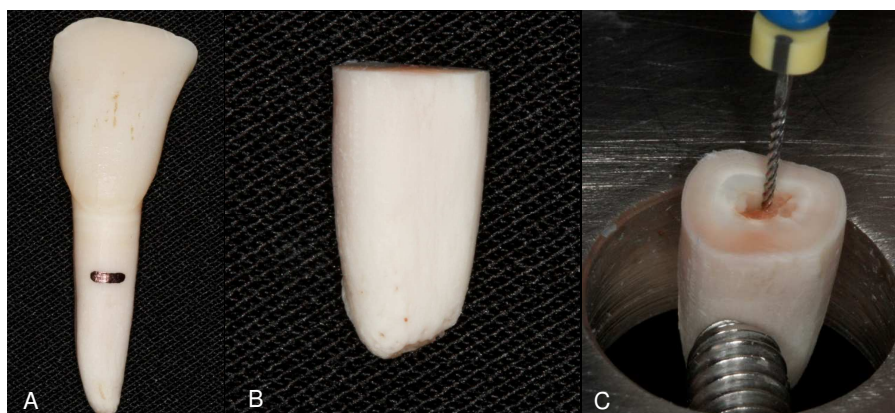


Figure 1. Obtenção das raízes. A: dente bovino; B: seccionado; C: remoção do tecido pulpar.

Após essa etapa, cada raiz foi preparada com uma broca largo nº6 sob abundante irrigação com soro fisiológico para que elas tivessem o mesmo padrão de desgaste interno (Figura 2A,B). O espaço protético reservado para o retentor intrarradicular foi de 12 mm, uma vez que os dois milímetros apicais não foram preparados. Como complementação, utilizou-se um material de moldagem à base de poliéter (Impregum Soft, 3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil) para simulação de uma gengiva artificial e impedir que luz do fotopolimerizador atingisse as porções laterais da raiz (Figura 2C).

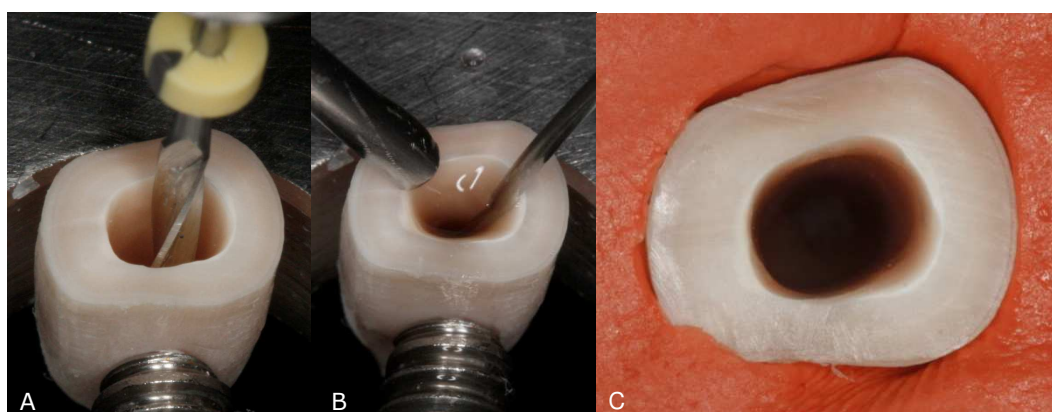


Figure 2. Preparo das amostras. A: Preparo do canal com broca largo #6; B: irrigação do canal com soro fisiológico; C: amostras incluídas com Impregum Soft

1.2. Divisão dos grupos experimentais

Após o preparo dos dentes, foi feita uma irrigação com 5 mL de soro fisiológico, para remoção de debris e restos pulpares, e estes foram divididos aleatoriamente em 17 grupos (n = 15) de acordo com o sistema adesivo, a técnica de hibridização, e o tratamento da superfície radicular (Quadro 1).

Quadro 1. Grupos em estudo

Grupos	Tratamentos da Superfície Dentinária			Técnica de Hibridização			Sistema Adesivo	
	CLX	NaOCl	ALC	S	U	AC	SB	CF
Grupo 1 (controle)					X		X	
Grupo 2 (controle)				X			X	
Grupo 3			X		X		X	
Grupo 4		X			X		X	
Grupo 5		X		X			X	
Grupo 6		X	X		X		X	
Grupo 7		X	X	X			X	
Grupo 8	X				X		X	
Grupo 9	X		X		X		X	
Grupo 10	X	X			X		X	
Grupo 11	X	X		X			X	
Grupo 12	X	X	X		X		X	
Grupo 13	X	X	X	X			X	
Grupo 14 (controle)						X		X
Grupo 15	X					X		X
Grupo 16			X			X		X
Grupo 17	X		X			X		X

1.3. Sistemas adesivos

Ambos os sistemas adesivos foram utilizados de acordo com as recomendações dos seus respectivos fabricantes, como segue:

a) Scotchbond Multi Purpose (SB): após o condicionamento ácido por 30 segundos e tratamento da superfície dentinária radicular, foram feitas duas aplicações do *primer*, esperando-se 20 segundos entre cada uma; em seguida, foi feita a aplicação do *bond* e fotopolimerizado por 20 segundos (sistema adesivo condicione e lave de 3 passos) (Figura 3A).

b) Clearfill SE Bond (CF): foram feitas duas aplicações do *primer*, esperando-se 20 segundos entre cada uma; em seguida, foi feita a aplicação do *bond* e fotopolimerizado por 20 segundos (sistema adesivo autocondicionante de 2 passos) (Figura 3B).



Figure 3. Sistemas adesivos. A: sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose; B: sistema adesivo Clearfil SE Bond.

1.4. Técnicas de hibridização

a) Seca (S): secagem da dentina com jato de ar por 5 segundos após o condicionamento ácido.

b) Úmida (U): remoção do excesso de umidade da dentina com pontas de papel absorvente após o condicionamento ácido.

c) Autocondicionante (AC): aplicação do *primer* ácido após a secagem da dentina com jato de ar por 5 segundos.

1.5. Tratamento da superfície dentinária

a) Digluconato de Clorexidina gel 2% (CLX): aplicação de 1 mL por 5 minutos previamente à aplicação do *primer*, com renovação da substância a cada 1 minuto.

b) Hipoclorito de Sódio 5,25% (NaOCl): aplicação de 1 mL por 5 minutos, com renovação da substância a cada 1 minuto, após condicionamento ácido para remoção das fibrilas colágenas expostas. Este procedimento foi realizado apenas nos grupos em que foi utilizado SB. Nos grupos foram utilizados o sistema adesivo CF, o condicionamento dentinário foi feito com o *primer* ácido, que inviabiliza a remoção de fibrilas colágenas.

c) Álcool 100% (ALC): preenchimento do canal radicular por 1 minuto previamente à aplicação do *primer*.

1.6. Reembasamento dos pinos de fibra-de-vidro com resina composta

A técnica utilizada para confecção do retentor intrarradicular foi do pino de fibra-de-vidro reembasado com resina composta fotoativada (Grandini *et al.*, 2003a; Velmurugan & Parameswaran 2004; Faria-e-Silva *et al.*, 2009; Macedo *et al.*, 2010).

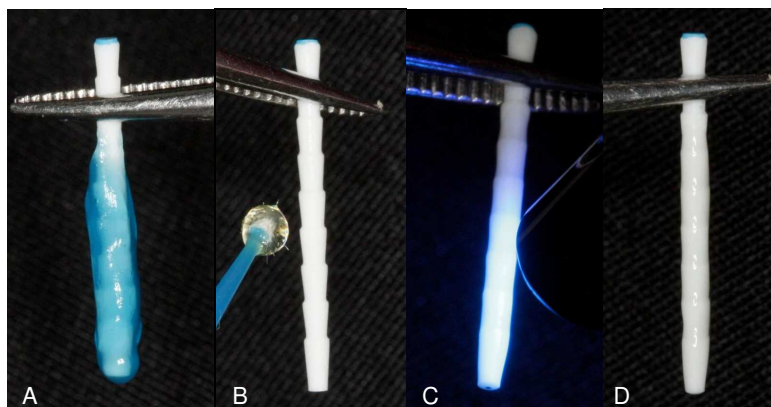


Figura 4. Preparo do pino. A: aplicação de ácido sobre o pino de fibra de vidro; B: aplicação do *Bond* na superfície do pino; C: polimerização do *Bond*; D: pino recoberto com o *Bond*.

Primeiramente foi feito o preparo do pino por meio da aplicação de ácido fosfórico 37% sobre a superfície do pino, sua lavagem após 20 segundos, secagem com jatos de ar, aplicação do *bond* do sistema adesivo Scotchbond Multi Purpose e fotoativação por 20 segundos (Figura 4,A,B,C,D).

Para confecção do pino reembasado, inicialmente foi realizada a lubrificação do canal radicular com gel hidrossolúvel (Natrosol, Drogal Farmácia, Piracicaba, SP, Brasil) (Figura 5A). Após, o pino de fibra-de-vidro foi envolvido com resina composta e o conjunto levado ao interior do canal radicular (Figura 5B,C). Este foi retirado e recolocado duas vezes, removendo-se os excessos de compósito e fotoativando-o em posição no interior do canal por 20 segundos (Figura 5D).

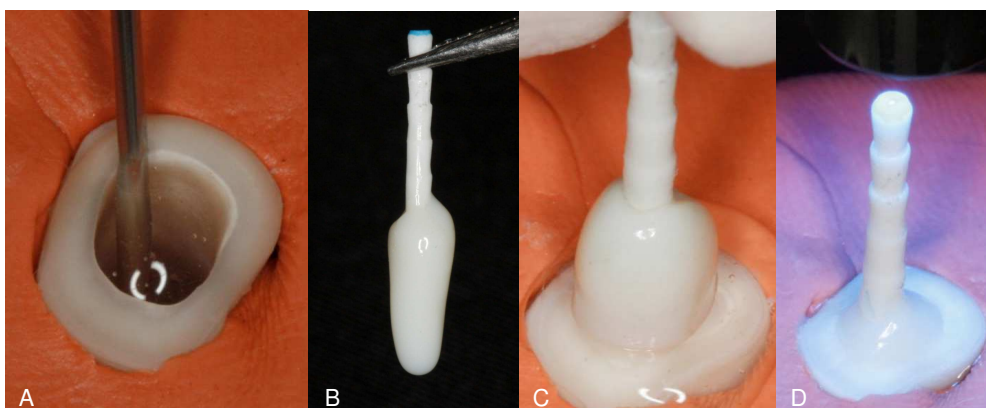


Figura 5. Reembasamento do pino. A: lubrificação do canal com gel de Natrosol; B: pino de fibra de vidro envolvido por resina composta; C: confecção do pino reembasado com resina composta; D: polimerização do pino anatômico.

Foi realizada marcação na região vestibular do pino e do dente para posterior identificação e cimentação no local adequado (Figura 6A). Logo após, foi removido o pino modelado do interior do canal radicular fotoativando-o imediatamente por 20 segundos na superfície vestibular e palatina, respectivamente (Figura 6B). Com o pino de fibra reembasado com resina composta pronto, o canal foi irrigado com 5 mL de soro fisiológico para remoção do isolante (gel de Natrosol). Uma fina camada do *bond* do respectivo sistema adesivo de cada grupo foi aplicada novamente às paredes do canal radicular, os

excessos removidos com cones de papel absorvente e fotopolimerizada anteriormente à cimentação dos pinos (Figura 6C).

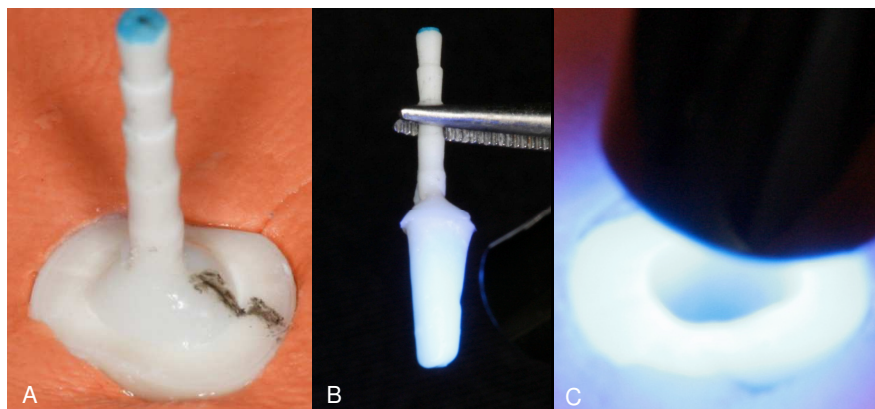


Figura 6. Confeção do pino reembasado. A: Marcação no pino reembasado/dente; B: fotoativação do pino reembasado; C: polimerização do *bond*.

1.7. Cimentação do retentor intra-radicular

Após o tratamento da superfície radicular e aplicação dos sistemas adesivos correspondentes, todos os grupos receberam o mesmo tratamento. Foram restaurados com pinos de fibras de vidro reembasados com resina composta, e cimentados com cimento resinoso dual Rely X ARC (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) (Figura 7A). O cimento foi dispensado sobre um bloco de papel impermeável e manipulado por 10 segundos. Com o auxílio de seringas do sistema Centrix e agulha Acudosse (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) o cimento foi levado ao interior do canal radicular (Figura 7B) e sobre a superfície do pino reembasado foi aplicado uma fina camada do cimento. O pino foi então posicionado no interior do canal radicular, estabilizado manualmente por 20 segundos (Figura 7C) e foi realizada uma fotopolimerização por 5 segundos. Foram então, removidos os excessos de cimento, e logo após foi realizada uma fotoativação por 30 segundos no em cada face (vestibular, ligual, mesial e distal), totalizando um ciclo de 2 minutos de polimerização.

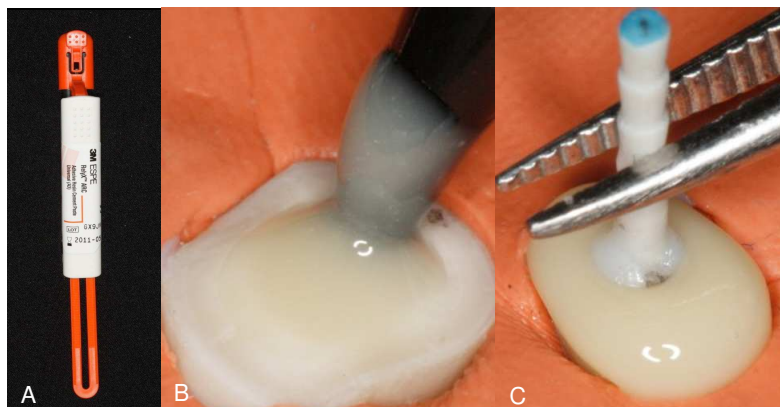


Figure 7. Cimentação do pino reembasado. A: cimento resinoso; B: inserção do cimento no canal com seringa Centrix; C: estabilização do pino modelado no canal radicular.

Os quinze dentes de cada grupo foram divididos em três subgrupos (n=5) de acordo com o tempo e o método de armazenagem. Os testes de resistência ao cisalhamento por extrusão (*push out*) foram realizados em um destes subgrupos 24 horas após a cimentação dos pinos (grupos imediatos). No segundo e no terceiro subgrupos, as amostras foram armazenadas em água e óleo, respectivamente, e os testes de resistência de união foram realizados após 1 ano da realização da cimentação dos pinos. O terceiro subgrupo foi usado como controle da degradação hidrolítica do colágeno sendo (Carrilho *et al.*, 2005). Por isso foram armazenados em óleo mineral e os testes de resistência de união também foram realizados após 1 ano da cimentação.

1.8. Obtenção dos espécimes para o teste de cisalhamento por extrusão

As raízes foram fixadas em uma placa de resina acrílica com godiva de baixa fusão e cera pegajosa e em seguida foram adaptadas a uma cortadora metalográfica (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) com disco diamantado dupla face (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA), acionado a uma velocidade de 300 rpm sob refrigeração (Figura 8A). Sete fatias foram realizadas, sendo que a primeira de cada canal radicular foi descartada. Foram obtidas duas fatias de cada terço do canal com espessura de aproximadamente 1 mm cada (Figura 8B).

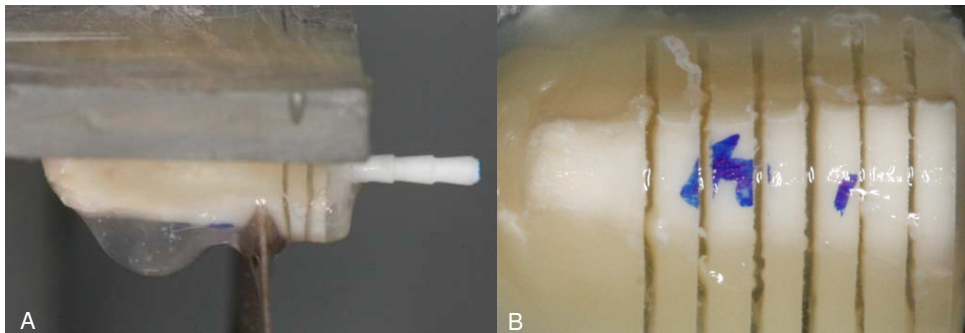


Figure 8. Preparo dos discos. A: corte da raiz. B: raiz seccionada em 6 fatias.

1.9. Teste de cisalhamento por extrusão (*push out*)

Para o ensaio de resistência ao cisalhamento por extrusão (*push out*) cada amostra (Figura 9A) foi posicionada em um suporte metálico de aço-inoxidável, contendo uma perfuração central de 2 mm de diâmetro (Figura 9B).

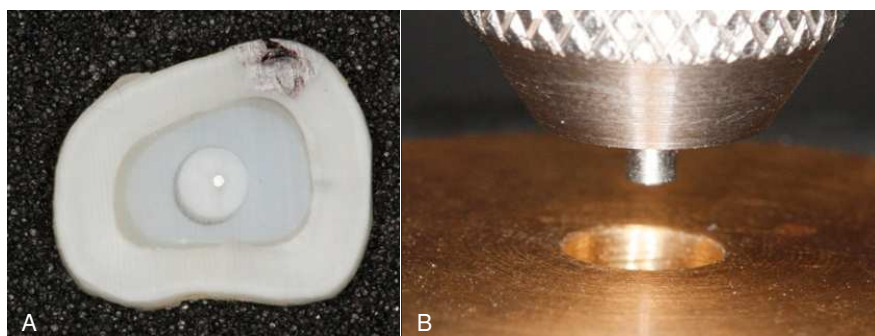


Figure 9. Amostra e suporte para teste de push out. A: corpo-de-prova. B: suporte metálico onde foi posicionado cada amostra.

A seguir, foi aplicada uma força no sentido apico-coronal sobre a superfície do pino reembasado por meio de uma ponta acoplada em uma Máquina de Ensaio Universal (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) (Figura 10A) a uma velocidade de 1 mm/min até o momento da fratura (Figura 10B). Um cuidado adicional foi tomado de forma que a ponta ocupasse a maior área possível do pino reembasado, sem tocar na superfície dentinária.

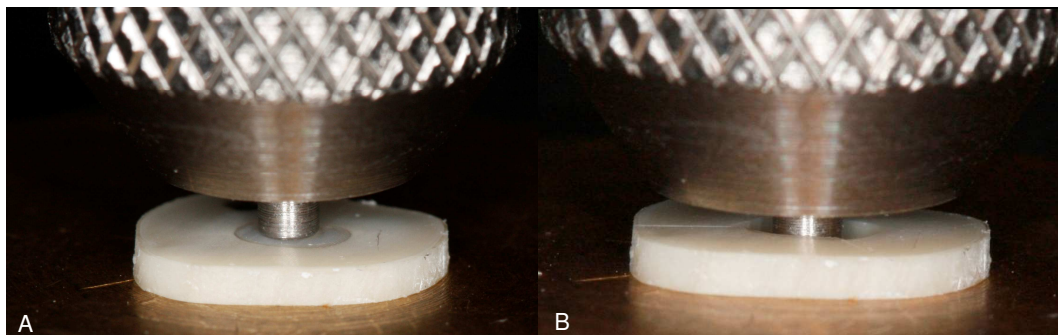


Figure 10. Teste de push out. A: corpo-de-prova submetido ao teste de *push out*. B: deslocamento do pino reembasado com resina composta.

Para calcular a resistência de união em Mega Pascal (MPa), transformou-se a carga no momento da extrusão, obtida em Newton (N), dividindo pela área adesiva, em milímetros (mm). A área adesiva foi encontrada pela fórmula de tronco de cone:

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

Na fórmula acima “ π ” representa a constante 3,1416; “R” o maior raio do canal radicular na porção cervical do disco; “r”, o menor raio do canal radicular na porção apical do disco. Estes valores foram medidos com o auxílio do “software” Imagelab 2.3 (Borra & Pizzarro - São Paulo, Brasil); “h” é o valor da altura do disco e foi mensurada por meio de um paquímetro digital (Vonder Paquímetro Eletrônico Digital, Curitiba, PR, Brasil).

Todos os espécimes fraturados foram observados em lupa esteoroscópica com 20 x de aumento (Lambda Let 2, ATTO Instruments Co., Hong Kong, China) em ambos os sentidos do disco (cervical e apical) para determinar o tipo de fratura. O modo de fratura foi classificado de acordo com Perdigao *et al.*, 2006 e D’Arcangelo *et al.*, 2007, em 5 tipos: (1) adesiva entre pino e cimento resinoso (cimento não estava visível em volta do pino) (Figura 11A); (2) mista, com cimento resinoso cobrindo de 0 a 50% do diâmetro total do pino (Figura 11B); (3) mista com cimento resinoso cobrindo de 50 a 100% da superfície do pino (Figura 11C); (4) adesiva entre cimento resinoso e dentina radicular (pino envolvido por cimento resinoso) (Figura 11D) e (5) coesiva em dentina (Figura 11E).

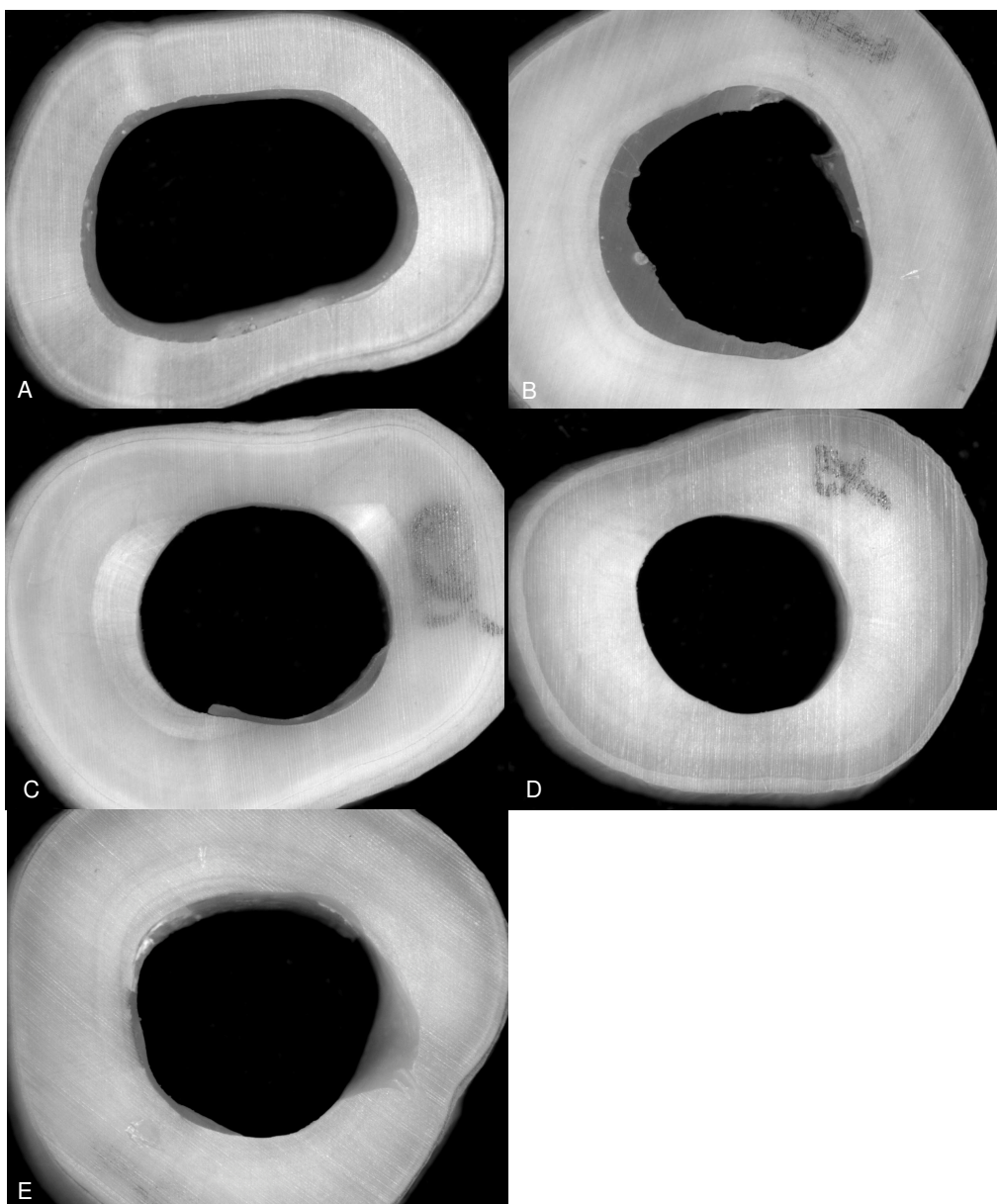


Figure 11. Tipos de fratura. A: tipo 1, adesiva entre pino e cimento resinoso; B: tipo 2, mista com cimento resinoso cobrindo de 0 a 50% do diâmetro total do pino; C: tipo 3, mista mista com cimento resinoso cobrindo de 50 a 100% da superfície do pino; D: tipo 4, adesiva entre cimento resinoso e dentina radicular; e, E: tipo 5, coesiva em dentina.

1.10. Análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Três espécimes de cada grupo, correspondentes ao tempo e local de armazenamento, ou seja, 1 amostra de cada grupo imediato e 1 amostra de cada

grupo mediato (armazenado em água e óleo) foram selecionados para análise no MEV. O preparo dos espécimes foi realizado segundo o protocolo descrito abaixo.

Os espécimes foram deixados em solução de Glutaraldeído, tamponado com Fosfato de Sorensen 0,1M e pH 7,3 por 2 horas em temperatura ambiente. Na sequência as fatias foram imersas em EDTA 17% por 5 minutos, seguido por Hipoclorito de Sódio 5,25% por 5 minutos. Após isso, foram realizadas 2 lavagens de 5 minutos cada com solução tampão de Fosfato de Sorensen 0.1M e desidratados em solução com crescente gradual de álcool 30%, 50%, 70%, 90%, 96% (5 minutos de imersão, sendo realizadas 2 trocas) e finalizando com álcool 100% (5 minutos de imersão, sendo realizadas 4 trocas). Por fim, os espécimes ficaram imersos em solução de Hexametildisilazano (HMDS, Ted Pella, Redding, CA, EUA) por 10 min completando o processo de desidratação e fixação. Os espécimes foram então fixados em *stubs* de liga de cobre alumínio com auxílio de fita dupla face de carbono e recobertos com ouro metalizado num aparelho Dental Vacuum II regulado para 49 mA e 150s.

As amostras foram examinadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM – 5600 – JEOL) regulado para 15kV, com distância de trabalho (WD) de 17 mm, *spotsize* de 30 nanômetros de diâmetro e aumento de 25X, 1000x e 1500x para visualização das estruturas.

Fotomicrografias do aspecto morfológico predominante quando utilizado o sistema adesivo Clearfil SE Bond está demonstrado na figura 13. A interface que corresponde a fratura adesiva entre pino e cimento (verificada na lupa em 20X) está demonstrada na figura 13B,C; e correspondente a fratura adesiva entre cimento e dentina (também verificada na lupa em 20X) está demonstrada na figura 13D. Importante observar as superfícies com pouca quantidade de *tags*, característica deste sistema adesivo utilizado.

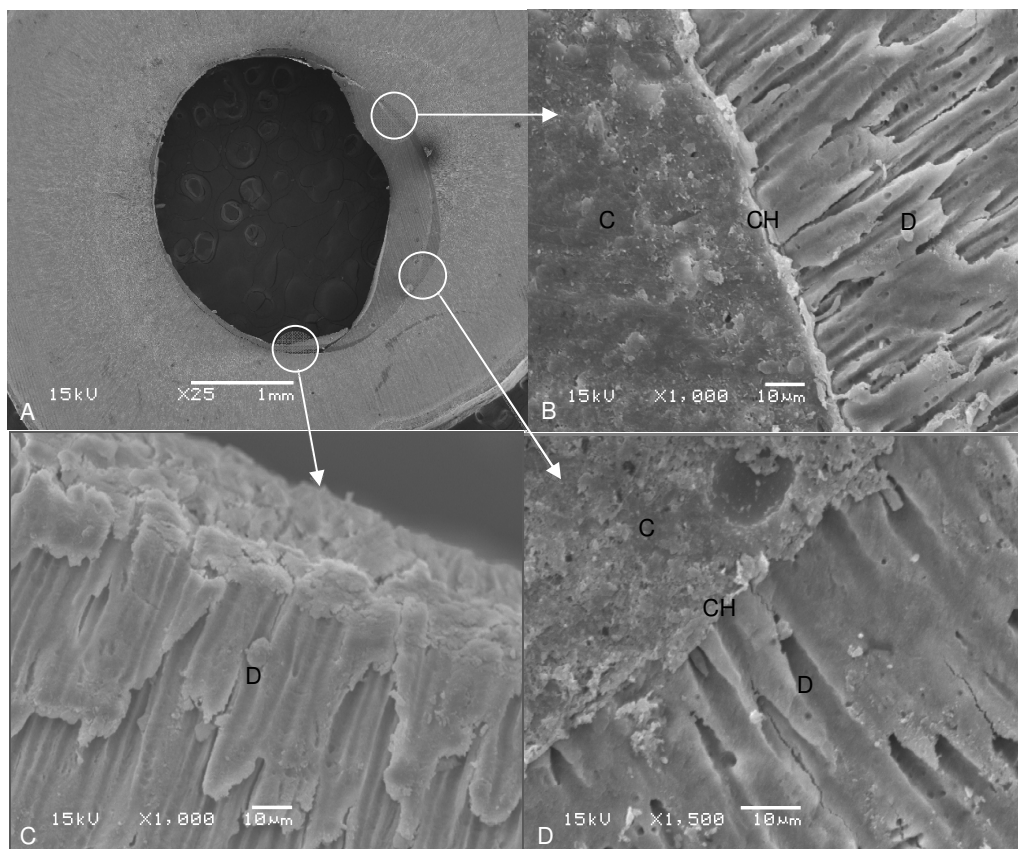


Figura 13. Amostra quando utilizado o sistema adesivo Clearfil SE Bond. A: espécime submetida ao teste de *push out*. B,D: interface entre cimento/adesivo/dentina. C: interface onde ocorreu falha adesiva. Legenda: C: cimento; CH: camada híbrida; D: dentina.

A figura 14 representa o aspecto morfológico predominante quando utilizado o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose. A Interface que corresponde a fratura adesiva entre pino e cimento está demonstrada na figura 14B,D; e correspondente a fratura adesiva entre cimento e dentina está demonstrada na figura 14C. Importante observar as superfícies com grande quantidade de *tags*, característica deste sistema adesivo utilizado. Na figura 14C observamos uma grande quantidade de *tags* provavelmente deslocados da dentina após a realização do teste de *push out*.

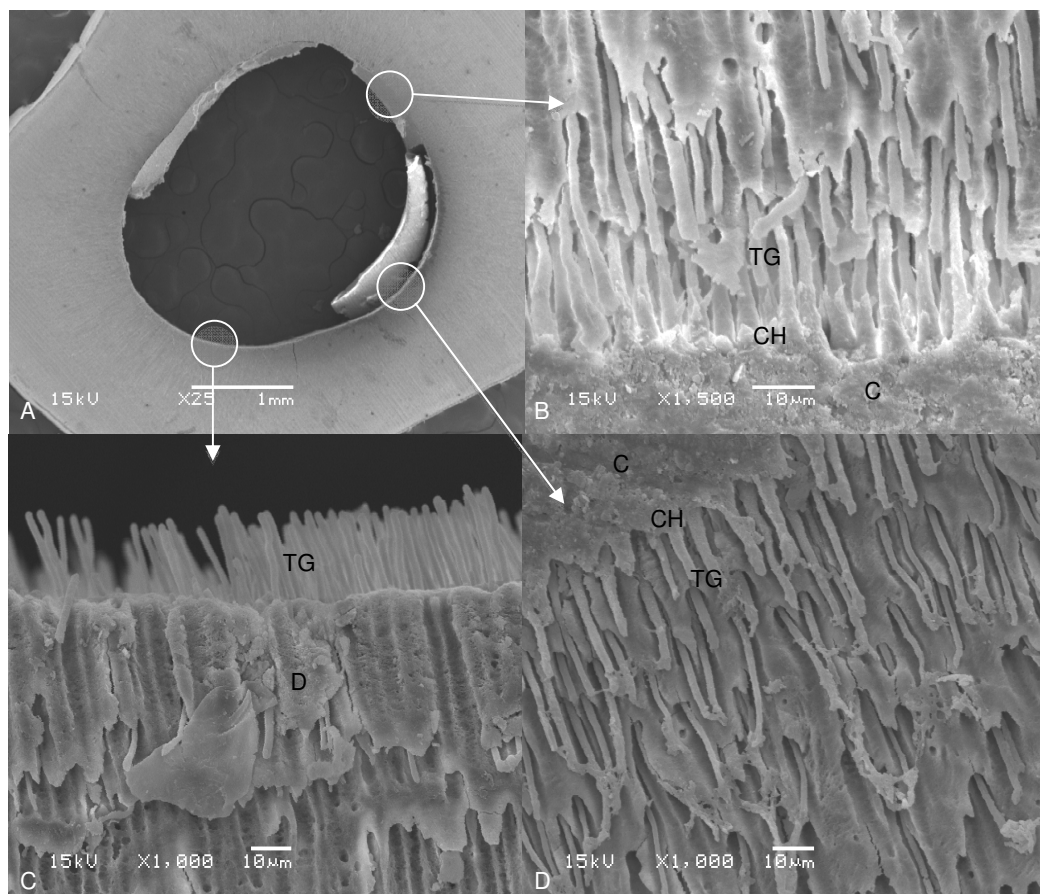


Figura 14. Amostra quando utilizado o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose. A: espécime submetida ao teste de *push out*. B,D: interface entre cimento/adesivo/dentina. C: interface onde ocorreu falha adesiva. Legenda: C: cimento; D: dentina; CH: camada híbrida; TG: tags.

2. DETALHAMENTO DOS RESULTADOS

CAPÍTULO 1

1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

1.1 Variáveis Experimentais

- 1.1.1. Sistema Adesivo: Apenas SB.
- 1.1.2. Técnicas de Hibridização: Seca (Apenas Grupo 2) e Úmida (Grupos 1, 3, 6 e 9).
- 1.1.3. Técnicas de Conservação: Imediato Água, Mediato Água e Mediato Óleo.
- 1.1.4. Tratamento da Superfície Dentinária: Álcool (G3), Clorexidina G8), Álcool + Clorexidina (G9).
- 1.1.5. Dois Grupos Controles: Grupo 1 (Úmida) e Grupo 2 (Seca)
- 1.1.6. Terços: Cervical, Médio e Apical

2.2. Número de Respostas

3 Tec Cons x 5 Gru x 3 Ter x 2 Rep x 5 Den = 450 respostas.

2. ANÁLISE ESTATÍSTICA

2.1. Níveis de significância, de confiança e pressuposições do modelo.

Adotou-se, neste estudo, o nível de significância $\alpha = 0,05$. Assim, foram considerados significativos os parâmetros ou funções lineares de seus níveis, para as quais resultaram p-valores tais que $p \leq 0,05$. Nesse contexto, as estimativas por intervalo foram obtidas ao nível de confiança 0,95.

Os procedimentos da inferência paramétrica foram precedidos por testes de verificação das pressuposições do modelo: o teste de Dixon-Grubbs-Neuman para dados discrepantes ou *outliers*, o teste de Kolmogorov-Smirnov para normalidade e o teste de Cochran para homogeneidade de variâncias.

O teste de Dixon-Grubbs-Neuman acusou a existência de um *outlier* ($p < 0.01$) que foi identificado como o valor 10.02 conforme descrito na tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Dados discrepantes segundo o teste de Dixon-Grubbs-Neuman.

Conservação	Grupo	Adesivo	Terço	Tratamento	Hibridação	MPa
3	8	1	1	1	2	10.02

O valor foi retirado do conjunto de respostas e sobre as 449 restantes foram realizados os testes para as pressuposições do modelo linear paramétrico. Os resultados podem ser observados na tabela 2.2 e mostram que as pressuposições do modelo foram atendidas.

Tabela 2.2 – Testes das pressuposições do modelo paramétrico

PRESSUPOSIÇÃO	TESTE UTILIZADO	ESTATÍSTICA	VALOR P
Dados Discrepantes	Dixon-Grubbs-Neuman	G = 2.12	0.4883
Homogeneidade de Variâncias ^(*)	Cochran	C = 3.51	0.2233
Normalidade	Kolmogorov-Smirnov	KS = 0.97	0.7955

(*) Critérios de Conservação

2.2. Análise de Variância

Os resultados da análise de variância estão descritos na tabela 2.2.a.

Tabela 2.2.a – Análise de variância

Variações Consideradas	GL	Somas de Quadrados	Quadrados Médios	F Calculado	Valor P
Critério de Conservação (C)	2	146.3105	73.1553	91.08	< 0.0001
Tratamento Dentinário (D)	4	368.8505	92.2126	114.81	< 0.0001
Terço (T)	2	60.0359	30.0180	37.37	< 0.0001
C x D	8	239.6448	29.9556	37.30	< 0.0001
C x T	4	83.6103	20.9026	26.02	< 0.0001
D x T	8	2.8003	0.3500	0.44	< 0.0001
Hibridização	1	0.3271	0.3271	0.41	0.5237
Modelo	30	1279.7452	42.6582	53.11	< 0.0001
Resíduo	418	335.7279	0.8032		
Total	448	1615.4731	3.6060		

Observa-se que excluindo-se o Critério de Hibridização que foi não significativo ($p = 0.5237$), todos os demais fatores, bem como suas interações duplas, foram altamente significativos ($p < 0.0001$).

Por outro lado, dado que as interações Critérios foram, todas, significativas ($p < 0.0001$), nada se pode concluir sobre os efeitos principais de cada um dos três fatores envolvidos.

Nesse contexto, foram efetuadas novas parametrizações do modelo linear de Gauss-Markov, que viabilizaram o estudo:

(a) de Terços “dentro” de Critérios de Conservação para cada Tratamento Dentinário (resultados do Teste de Tukey com letras minúsculas - leitura por linha) e,

(b) Terços de “dentro” Tratamentos Dentinários para cada Critério de Conservação (resultados do Teste de Tukey com letras maiúsculas - leitura por coluna). Os resultados podem ser visualizados na tabela 2.2.b.

Como pode ser constatado na tabela 2.2.b e visualizado nas figuras 2.2.a e 2.2.b, que descrevem médias de 10 respostas:

1 – Os dois maiores valores médios de MPa (ambos iguais a 7,08) foram observados, respectivamente:

a) No Terço Cervical do Grupo Controle, com Hibridização Úmida e conservado Um Dia em Água;

b) No Terço Médio tratado com CHX, com Hibridização Úmida e conservado Um Ano em Água.

2 – Os quatro menores valores médios de MPa, todos menores que 2.00 ocorreram, invariavelmente, para o Grupo Controle com Hibridização Seca, nas conservações Um Ano em Água e Um Ano em Óleo, e foram obtidos no Terço Médio e no Terço Apical.

3 – A maior variabilidade ($DP = 1.42$) entre valores de MPa ocorreu no Terço Médio tratado com EtOH e conservado Um Dia em Água, enquanto que a menor ($DP = 0.46$) ocorreu no Terço Médio do Grupo Controle, com Hibridização Úmida, conservado Um Ano em Água.

4 – O Terço Cervical apresentou valores de MPa significativamente maiores que os dos demais Terços, nos três Critérios de Conservação e para os três Tratamentos Dentinários. Entre os controles, apenas o grupo com Hibridização Úmida manteve essa tendência e, apenas no Critério de Conservação Imediato Água.

Tabela 2.2.b – Valores em MPa para a resistência em cada Terço, segundo o Critério de Conservação e o Tratamento Dentinário: (1) Valor médio, (2) desvio padrão, (3) limites da estimativa por intervalo, ao nível de confiança de 95%.

Grupo	s	IMEDIATO			1 ANO EM ÁGUA			1 ANO EM ÓLEO		
		Cervica 	Médio	Apical	Cervica 	Médio	Apical	Cervica 	Médio	Apical
NaCl (U) (Controle)	1	7.08 ^{a,A}	4.80 ^{b,A}	4.61 ^{b,A}	2.10 ^{c,C}	2.10 ^{c,C}	2.23 ^{c,C}	2.64 ^{c,C}	2.54 ^{c,C}	2.52 ^{c,C}
	2	1.21	0.92	1.37	0.51	0.46	0.83	0.59	0.54	1.33
	3	6.22- 7.95	4.13- 5.46	3.63- 5.59	1.74- 2.46	1.78- 2.43	1.59- 2.86	2.22- 3.07	2.15- 2.92	1.50- 3.54
NaCl (S) (Controle)	1	3.84 ^{a,B}	2.26 ^{b,B}	2.25 ^{b,B}	2.04 ^{bc,C}	1.95 ^{c,C}	1.87 ^{c,C}	2.18 ^{b,C}	1.74 ^{c,D}	1.78 ^{c,D}
	2	1.00	0.85	0.53	0.58	0.56	0.58	0.80	0.96	0.62
	3	3.13- 4.56	1.65- 2.88	1.87- 2.62	1.63- 2.45	1.55- 2.35	1.46- 2.28	1.61- 2.76	1.05- 2.42	1.34- 2.22
CHX(U)	1	6.76 ^{a,A}	4.53 ^{c,A}	4.47 ^{c,A}	7.05 ^{a,A}	7.08 ^{a,A}	6.91 ^{a,A}	6.23 ^{ab,A}	6.55 ^{a,A}	5.78 ^{b,A}
	2	0.58	0.95	1.17	0.89	0.88	0.88	1.23	0.87	1.21
	3	6.34- 7.17	3.85- 5.21	3.64- 5.31	6.42- 7.68	6.45- 7.71	6.28- 7.54	5.28- 7.17	5.92- 7.17	4.91- 6.65
EtOH(U)	1	6.59 ^{a,A}	4.62 ^{b,A}	4.71 ^{b,A}	3.43 ^{c,B}	3.36 ^{c,B}	3.19 ^{c,B}	3.81 ^{c,B}	3.11 ^{c,C}	3.90 ^{c,B}
	2	0.99	1.42	1.13	0.66	0.83	0.79	0.73	0.62	0.68
	3	5.88- 7.30	3.61- 5.64	3.90- 5.52	2.96- 3.90	2.76- 3.95	2.63- 3.76	3.29- 4.33	2.66- 3.55	3.41- 4.38
CHX e EtOH(U)	1	6.82 ^{a,A}	4.64 ^{b,A}	4.58 ^{b,A}	3.46 ^{c,B}	3.25 ^{c,B}	3.45 ^{c,B}	4.19 ^{b,B}	4.09 ^{bc,B}	4.28 ^{b,B}
	2	1.04	1.13	1.14	0.74	0.88	1.04	0.95	0.71	0.81
	3	6.07- 7.56	3.82- 5.45	3.76- 5.39	2.93- 3.99	2.62- 3.87	2.71- 4.19	3.51- 4.87	3.58- 4.60	3.70- 4.86

Letras diferentes indicam diferença significativa pelo teste de Tukey HSD ao nível de significância de 5%: letras minúsculas devem ser lidas por linha (dentro de cada Tratamento Dentinário) e letras maiúsculas, por coluna (dentro de cada Terço em de cada Critério de Conservação).

5 – Os maiores valores de MPa, obtidos nos critérios de conservação Um Ano em Água ou Óleo, foram obtidos nos Tratamento Dentinário CHX, independentemente do Terço considerado, com forte diferença significativa para

os demais tratamentos. Essa tendência foi verificada, também, no critério de conservação Mediato Água, embora com diferença significativa apenas para o Grupo Controle com Hibridização Seca.

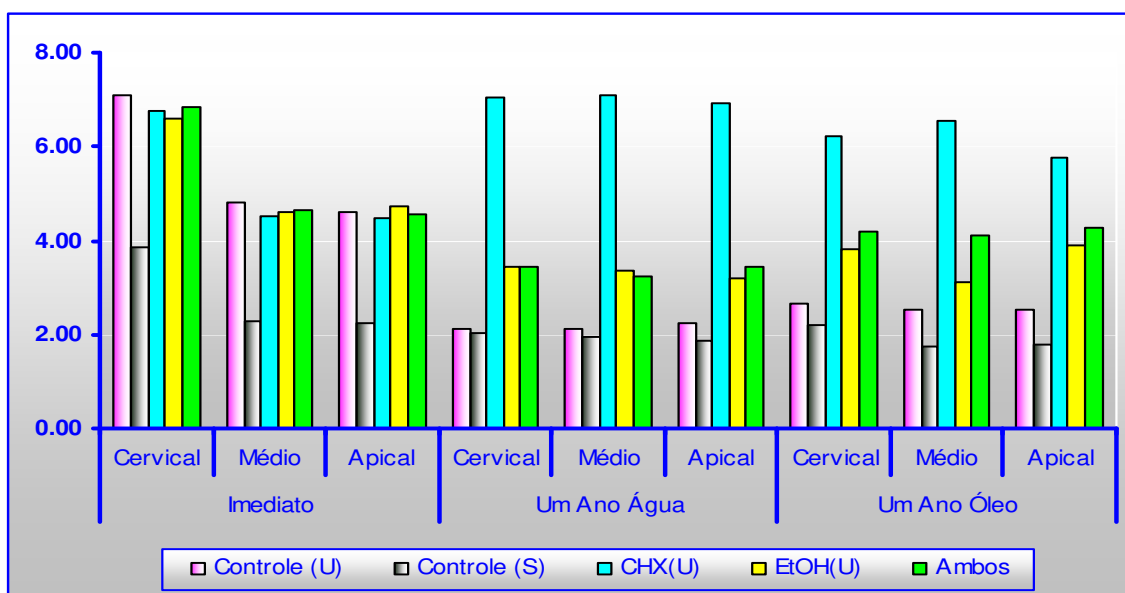
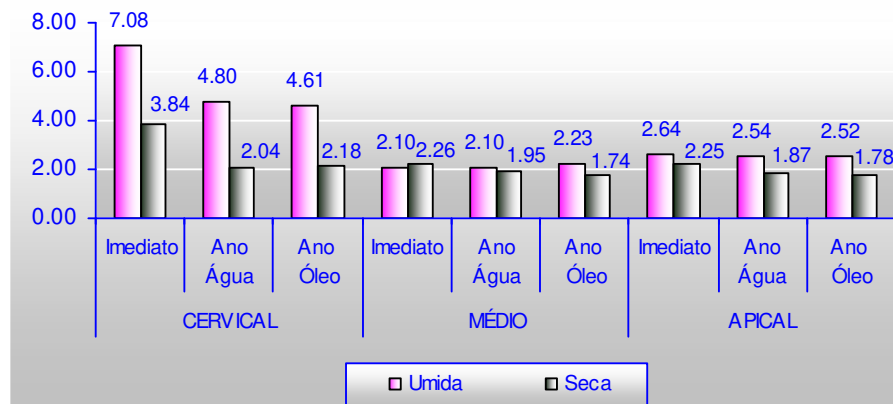
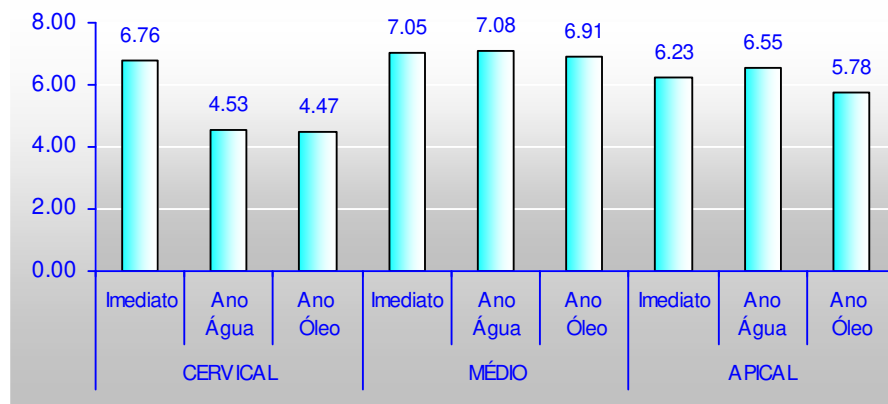


Figura 2.2.a - Valores em MPa para a resistência em cada Tratamento Dentinário, segundo o Terço e o Critério de Conservação.

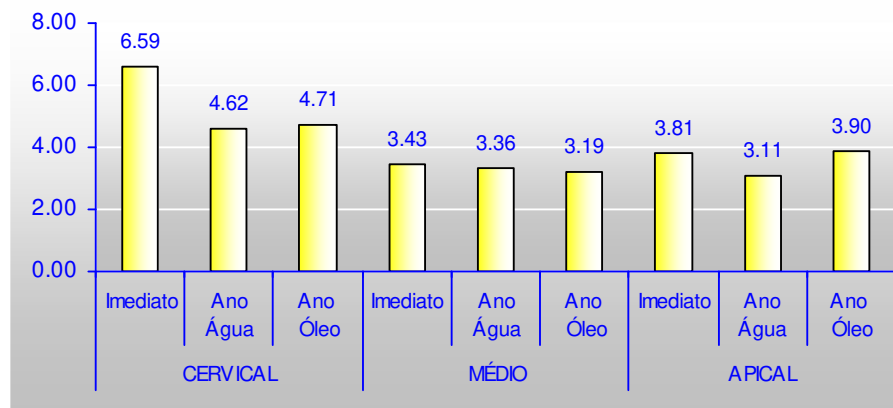
i) CONTROLES



ii) CLOREXIDINA



iii) EtOH



iv) CLOREXIDINA E ÁLCOOL

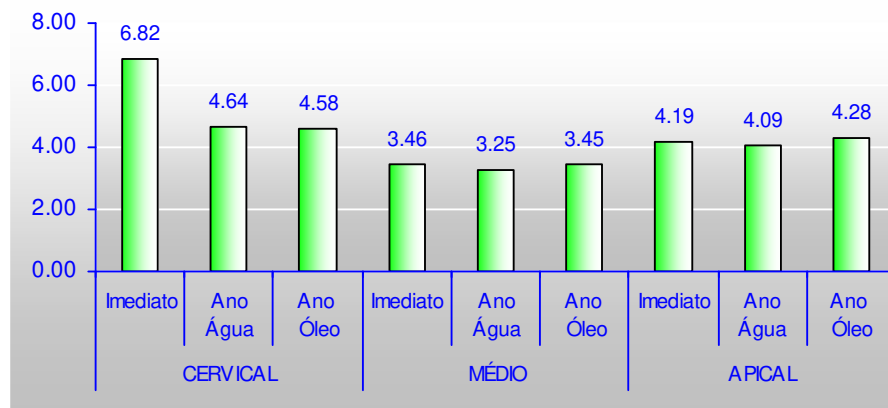


Figura 2.2.b – Valores médios de Mpa por Tratamento Dentinário, segundo o Terço e o Critério de Conservação.

CAPÍTULO 2

1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

1.1 Variáveis Experimentais

- 1.1.1. Sistema Adesivo: Apenas SB.
- 1.1.2. Técnicas de Hibridização: Úmida (Grupos 1, 4, 6, 10 e 12) e Seca (Grupos 2, 5, 7, 11 e 13).
- 1.1.3. Técnicas de Conservação: Imediato Água, Mediato Água e Mediato Óleo.
- 1.1.4. Tratamento da Superfície Dentinária: Controles – NaCl (G1 e G2); NaOCl (G4 e G5); NaOCl + EtOH (G6 e G7); CHX + NaOCl (G10 e G11); CHX + NaOCl + EtOH (G12 e G13).
- 1.1.5. Dois Grupos Controles: Grupo 1 (NaCl - Úmida) e Grupo 2 (NaCl - Seca)
- 1.1.6. Terços: Cervical, Médio e Apical

2.2. Numero de Respostas

3 Tec Cons x 10 Gru x 3 Ter x 2 Rep x 5 Den = 900 respostas.

2. ANÁLISE ESTATÍSTICA

2.1. Níveis de significância, de confiança e pressuposições do modelo.

Adotou-se, neste estudo, o nível de significância $\alpha = 0,05$. Assim, foram considerados significativos os parâmetros ou funções lineares de seus níveis, para as quais resultaram p-valores tais que $p \leq 0,05$. Nesse contexto, as estimativas por intervalo foram obtidas ao nível de confiança 0,95.

Os procedimentos da inferência paramétrica foram precedidos por testes de verificação das pressuposições do modelo: o teste de Dixon-Grubbs-Neuman

para dados discrepantes ou *outliers*, o teste de Kolmogorov-Smirnov para normalidade e o teste de Cochran para homogeneidade de variâncias.

O teste de Dixon-Grubbs-Neuman acusou a existência de dois *outliers* ($p < 0.01$) que foram identificados como os valores 11.40 e 13.60, conforme descrito na tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Dados discrepantes segundo o teste de Dixon-Grubbs-Neuman.

Conservação	Grupo	Adesivo	Terço	Tratamento	Hibridação	MPa
2	5	1	2	2	1	11.40
1	11	1	2	6	1	13.60

Os valores foram retirados do conjunto de respostas e sobre os 898 restantes foram realizados os testes para as pressuposições do modelo linear paramétrico. Os resultados podem ser observados na tabela 2.2 e mostram que as pressuposições do modelo foram atendidas.

Tabela 2.2 – Testes das pressuposições do modelo paramétrico

PRESSUPOSIÇÃO	TESTE UTILIZADO	ESTATÍSTICA	VALOR P
Dados Discrepantes	Dixon-Grubbs-Neuman	G = 2.69	0.3140
Homogeneidade de Variâncias ^(*)	Cochran	C = 1.09	0.6129
Normalidade	Kolmogorov-Smirnov	KS = 1.27	0.4333

(*) Critérios de Conservação

2.2. Análise de Variância

Os resultados da análise de variância estão descritos na tabela 2.2.a. Observa-se que todos os fatores, bem como suas interações duplas, foram altamente significativos ($p < 0.0001$).

Tabela 2.2.a – Análise de variância

Variações Consideradas	GL	Somas de Quadrados	Quadrados Médios	F Calculado	Valor P
Critério de Conservação (C)	2	50.3396	25.1698	18.88	< 0.0001
Tratamento Dentinário (D)	8	2246.7442	280.8430	210.67	< 0.0001
Terço (T)	2	85.4194	42.7097	32.04	< 0.0001
C x D	18	425.5648	23.6425	17.74	< 0.0001
C x T	4	97.5640	24.3910	18.30	< 0.0001
D x T	18	83.4041	4.6336	3.48	< 0.0001
Hibridização	1	36.7418	36.7418	27.56	< 0.0001
Modelo	53	3031.6747	57.2014	42.91	< 0.0001
Resíduo	844	1125.1334	1.3331	-	-
Total	897	4156.8081	-	-	-

Por outro lado, dado que as interações foram, todas, significativas ($p < 0.0001$), nada se pode concluir sobre os efeitos principais de cada um dos fatores envolvidos.

Nesse contexto, foram efetuadas novas parametrizações do modelo linear de Gauss-Markov, que viabilizaram o estudo:

(a) de Terços “dentro” de Critérios de Conservação para cada Tratamento Dentinário (resultados do Teste de Tukey com letras minúsculas - leitura por linha) e,
 (b) Terços de “dentro” Tratamentos Dentinários para cada Critério de Conservação (resultados do Teste de Tukey com letras maiúsculas - leitura por coluna). Os resultados podem ser visualizados na tabela 2.2.b.

Como pode ser constatado na tabela 2.2.b e visualizado nas figuras 2.2.a e 2.2.b, que descrevem médias de 10 respostas (5 dentes x 2 repetições):

1 – Os maiores valores médios de MPa foram observados, respectivamente:

a) No Grupo NaOCl, Terço Cervical com Hibridização Úmida conservado Um Dia em Água (7.61) e Um Ano em Água (7.28); no terço Apical um Ano em Óleo (7.24) e, com Hibridização Seca nos Terços Cervical (7.23).médio (7.26) e Apical (7.36) conservados Um Ano em Óleo.

b) No Grupo NaOCl + CHX, Terço Cervical, com Hibridização Úmida e conservado Um Ano em Água (7.32) e Um Ano em Óleo (7.22).

2 – Os menores valores médios de MPa ocorreram no Grupo Controle com Hibridização Seca: Terço médio conservado Um Ano em Água (1.74) e no Terço Apical nas conservações Um Ano em Água (1.87) e Um Ano em Óleo (1.78).

3 – As maiores variabilidades entre valores de MPa (portanto variabilidade na resistência) ocorreram no Grupo NaOCl + CHX, terços médios Cervicais conservados Um Dia em Água (DP = 2.08) e Um Ano em Óleo (DP = 2.66); enquanto que a menor (DP = 0.46) ocorreu no Terço Médio do Grupo Controle, com Hibridização Úmida, conservado Um Ano em Água.

4 – Independentemente do Terço, da Hibridização e do Critério de Conservação, os maiores valores médios de MPa foram observados (Tabela complementar e página com as quatro figuras) nos Grupos NaOCl (U: 6.78 e S: 6.63) e NaOCl + CHX (U: 6.67 e S: 6.31). Estes grupos mostraram-se, ambos, significativamente superiores aos Grupos NaOCl e NaOCl + CHX + EtOH.

5 – Os grupos que apresentaram “menores resistências médias”: NaOCl + EtOH e NaOCl + CHX + EtOH, nas duas hibridizações, foram superiores aos grupos controles nas hibridizações correspondentes, para as conservações Um Ano em Água e Um Ano em Óleo, independentemente do Terço considerado.

Tabela 2.2.b – Valores em MPa para a resistência em cada Terço, segundo o Critério de Conservação e o Tratamento Dentinário: (1) Valor médio, (2) desvio padrão, (3) limites da estimativa por intervalo, ao nível de confiança de 95%.

GRUPOS	Hibridização		IMEDIATO			1 ANO EM ÁGUA			1 ANO EM ÓLEO		
			Cervical	Médio	Apical	Cervical	Médio	Apical	Cervical	Médio	Apical
1	Controle NaCl	Úmida	1 7.08 ^{a,A}	4.80 ^{b,B}	4.61 ^{b,B}	2.10 ^{c,E}	2.10 ^{c,F}	2.17 ^{c,F}	2.64 ^{c,E}	2.54 ^{c,D}	2.48 ^{c,D}
			2 1.21	0.92	1.37	0.51	0.46	0.80	0.59	0.54	1.26
			3 6.22-7.95	4.13-5.46	3.63-5.59	1.74-2.46	1.78-2.43	1.60-2.74	2.22-3.07	2.15-2.92	1.58-3.38
2	Controle NaCl	Seca	1 3.84 ^{a,CD}	2.26 ^{b,D}	2.25 ^{b,D}	2.04 ^{bc,E}	1.95 ^{bc,F}	1.87 ^{bc,F}	2.18 ^{b,E}	1.74 ^{c,E}	1.78 ^{c,E}
			2 1.00	0.85	0.53	0.58	0.56	0.58	0.80	0.96	0.62
			3 3.13-4.56	1.65-2.88	1.87-2.62	1.63-2.45	1.55-2.35	1.46-2.28	1.61-2.76	1.05-2.42	1.34-2.22
4	NaOCl	Úmida	1 7.61 ^{a,A}	5.75 ^{c,A}	5.82 ^{c,A}	7.28 ^{a,A}	6.91 ^{ab,A}	7.01 ^{ab,A}	6.70 ^{b,AB}	6.69 ^{b,A}	7.24 ^{a,A}
			2 0.88	0.88	0.72	1.51	1.72	0.99	1.33	0.98	0.84
			3 6.98-8.25	5.12-6.38	5.30-6.33	6.20-8.36	5.68-8.14	6.30-7.72	5.75-7.65	5.98-7.39	6.64-7.84
5	NaOCl	Seca	1 7.12 ^{a,A}	5.03 ^{c,B}	5.11 ^{c,B}	7.11 ^{a,A}	6.46 ^{b,A}	7.01 ^{ab,A}	7.23 ^{a,A}	7.26 ^{a,A}	7.36 ^{a,A}
			2 0.76	0.55	1.08	1.42	1.03	1.30	1.67	1.50	0.88
			3 6.57-7.66	4.63-5.42	4.34-5.88	6.10-8.13	5.67-7.25	6.07-7.94	6.04-8.43	6.19-8.34	6.73-7.99
6	NaOCl + EtOH	Úmida	1 3.65 ^{a,D}	2.21 ^{c,D}	2.39 ^{c,D}	3.81 ^{a,C}	3.42 ^{a,D}	3.19 ^{b,D}	3.85 ^{a,D}	3.57 ^{a,C}	3.45 ^{a,C}
			2 0.71	0.59	0.75	1.23	0.77	0.92	1.38	1.17	0.88
			3 3.14-4.16	1.78-2.63	1.85-2.93	2.93-4.69	2.87-3.97	2.43-3.85	2.86-4.84	2.73-4.41	2.83-4.08
7	NaOCl + EtOH	Seca	1 4.33 ^{a,C}	2.57 ^{b,D}	2.46 ^{b,D}	2.88 ^{b,D}	2.69 ^{b,E}	2.60 ^{b,E}	4.36 ^{a,C}	4.45 ^{a,B}	4.07 ^{a,B}
			2 0.96	0.60	0.78	1.29	0.65	0.89	1.05	1.82	1.27
			3 3.64-5.02	2.14-3.00	1.90-3.02	1.96-3.80	2.22-3.15	1.96-3.24	3.61-5.11	3.15-5.75	3.16-4.98
10	NaOCl + CHX	Úmida	1 5.72 ^{b,B}	5.93 ^{b,A}	6.14 ^{ab,A}	7.32 ^{a,A}	7.16 ^{a,A}	7.16 ^{a,A}	7.22 ^{a,A}	6.70 ^{ab,A}	6.72 ^{ab,A}
			2 1.15	1.38	1.58	1.15	1.16	1.46	1.47	1.63	1.36
			3 4.90-6.55	4.94-6.92	5.01-7.27	6.49-8.15	6.33-7.99	6.12-8.20	6.17-8.27	5.53-7.86	5.74-7.69
11	NaOCl + CHX	Seca	1 6.21 ^{ab,B}	6.09 ^{ab,A}	5.99 ^{b,A}	6.23 ^{ab,B}	5.86 ^{b,B}	5.80 ^{b,B}	7.07 ^{a,A}	6.97 ^{a,A}	6.56 ^{a,A}
			2 2.08	1.49	0.95	1.45	0.76	1.05	2.66	1.56	1.15
			3 4.72-7.69	4.94-7.24	5.79-6.18	5.19-7.27	5.32-6.40	5.05-6.55	5.17-8.97	5.85-8.08	5.74-7.38
12	NaOCl + CHX + EtOH	Úmida	1 4.18 ^{b,C}	4.42 ^{a,BC}	4.17 ^{c,C}	4.35 ^{a,C}	4.30 ^{ab,C}	4.29 ^{ab,C}	4.56 ^{a,C}	4.72 ^{a,B}	4.69 ^{a,B}
			2 1.29	1.06	1.05	0.97	0.87	0.57	0.73	0.69	0.66
			3 3.26-5.10	3.66-5.17	3.95-4.39	3.66-5.05	3.67-4.92	3.88-4.70	4.04-5.09	4.22-5.21	4.21-5.16
13	NaOCl + CHX + EtOH	Seca	1 3.70 ^{b,D}	3.88 ^{b,C}	4.00 ^{b,C}	4.15 ^{ab,C}	4.26 ^{a,C}	3.91 ^{b,C}	4.28 ^{a,CD}	4.60 ^{a,E}	4.42 ^{a,B}
			2 0.94	0.90	0.84	1.08	1.18	0.84	0.86	0.91	1.13
			3 3.03-4.39	3.24-4.52	3.39-4.60	3.38-4.92	3.42-5.10	3.31-4.51	3.66-4.89	3.95-5.26	3.61-5.22

Letras diferentes indicam diferença significativa pelo teste de Tukey HSD ao nível de significância de 5%: letras minúsculas devem ser lidas por linha (dentro de cada Tratamento Dentinário) e letras maiúsculas, por coluna (dentro de cada Terço em de cada Critério de Conservação).

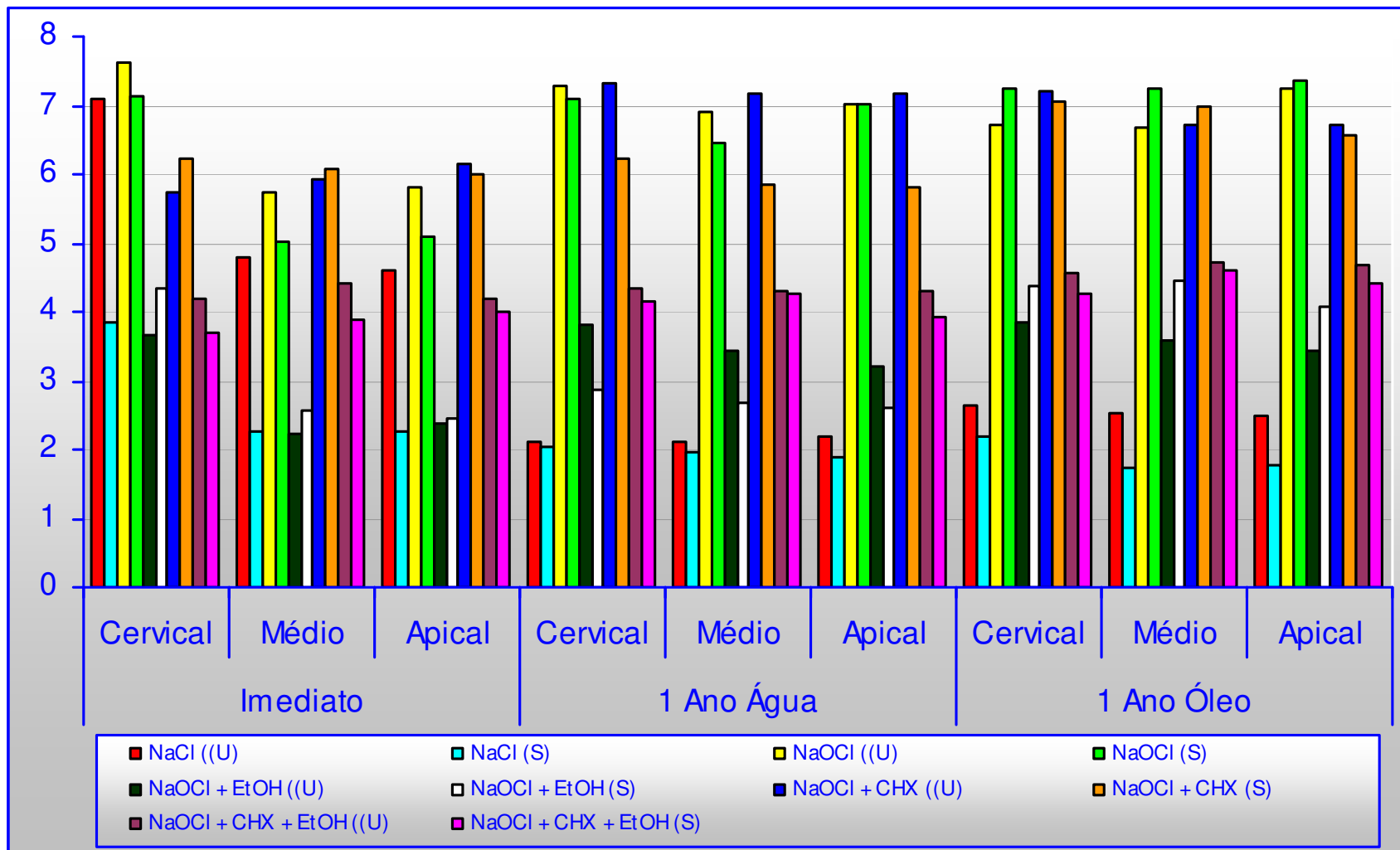


Figura 2.2.a - Valores em MPa para a resistência em cada Tratamento Dentinário, segundo o Terço e o Critério de Conservação.

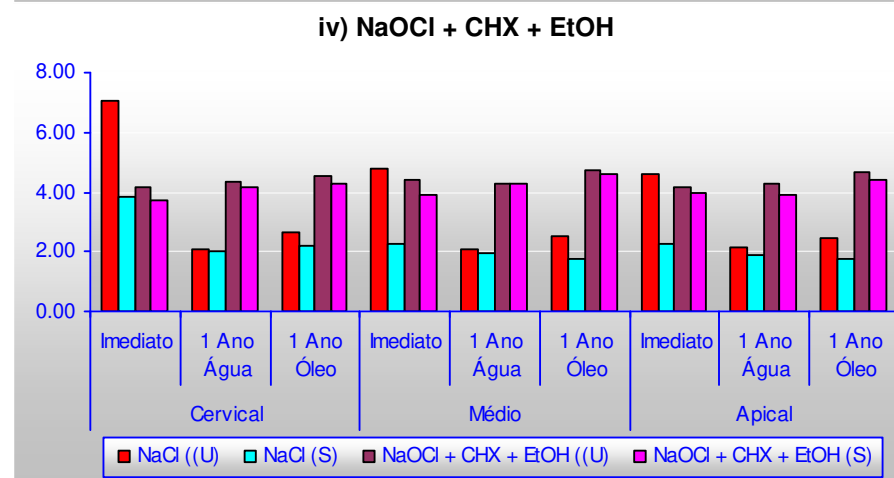
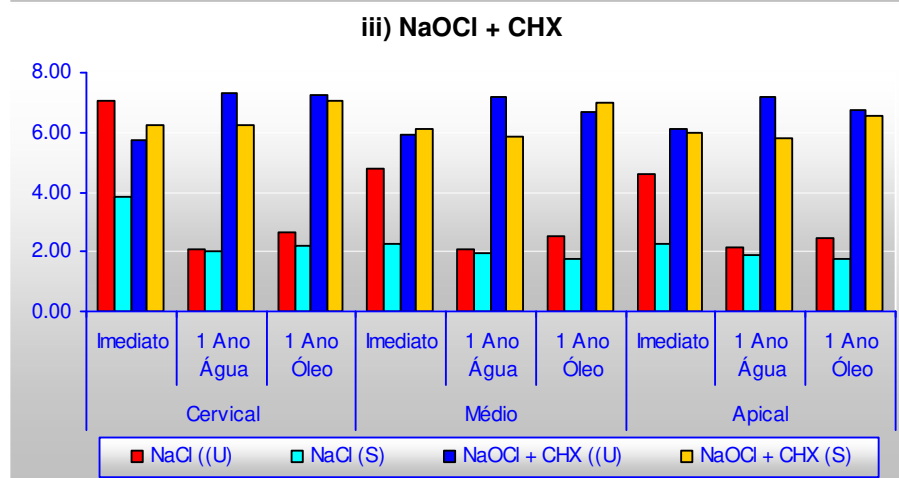
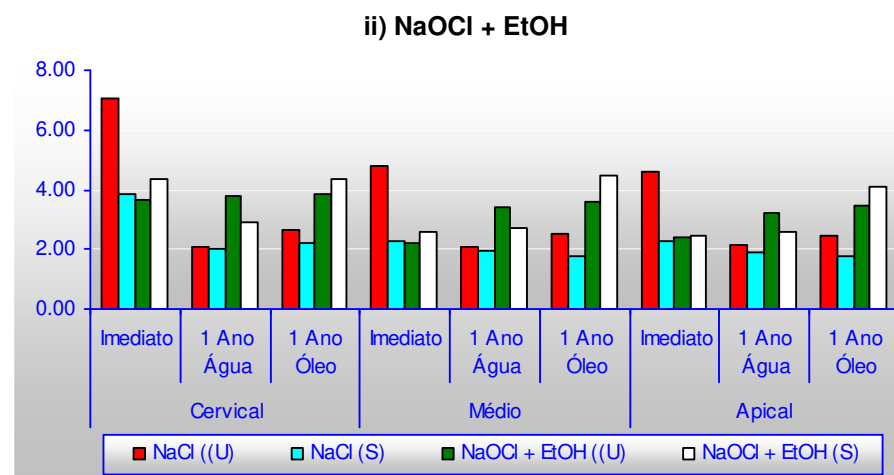
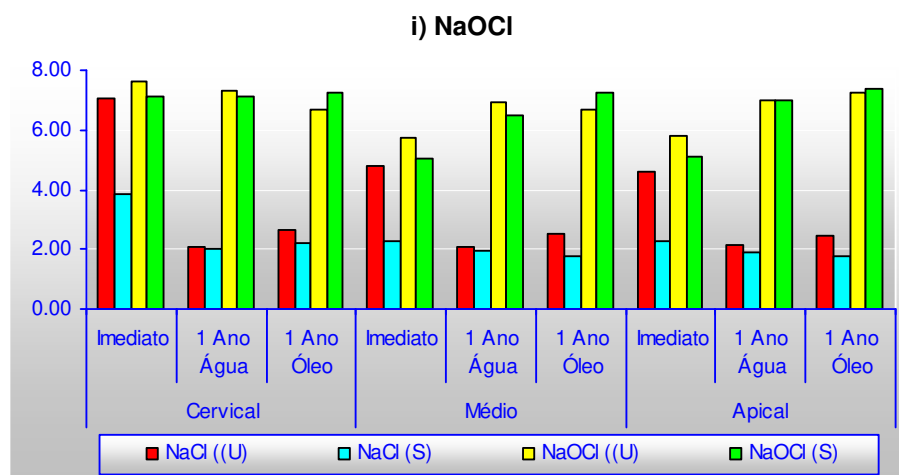


Figura 2.2.b – Valores médios de MPa por Tratamento Dentinário, segundo o Terço e o Critério de Conservação

CAPÍTULO 3

1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

1.1 Variáveis Experimentais

- 1.2.1. Sistema Adesivo: Apenas CF.
- 1.2.2. Técnica de Hibridização: Apenas AC.
- 1.2.3. Técnicas de Conservação: Imediato Água, Mediato Água e Mediato Óleo.
- 1.2.4. Tratamento da Superfície Dentinária: Clorexidina e Álcool
- 1.2.5. Grupos: 14 (Controle), 15, 16 e 17.
- 1.2.6. Terços: Cervical, Médio e Apical

2.3. Número de Respostas

3 Tec Cons x 4 Gru x 3 Ter x 2 Rep x 5 Den = 360 respostas.

3. ANÁLISE ESTATÍSTICA

2.1. Níveis de significância, de confiança e pressuposições do modelo.

Adotou-se, neste estudo, o nível de significância $\alpha = 0,05$. Assim, foram considerados significativos os parâmetros ou funções lineares de seus níveis, para as quais resultaram p-valores tais que $p \leq 0,05$. Nesse contexto, as estimativas por intervalo foram obtidas ao nível de confiança 0,95.

Os procedimentos da inferência paramétrica foram precedidos por testes de verificação das pressuposições do modelo: o teste de Dixon-Grubbs-Neuman para dados discrepantes ou *outliers*, o teste de Kolmogorov-Smirnov para normalidade e o teste de Cochran para homogeneidade de variâncias.

O teste de Dixon-Grubbs-Neuman acusou a existência de *outliers* ($p < 0.01$) que foram identificados como os valores 9.50. 9.72 e 10.72 conforme descrito na tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Dados discrepantes segundo o teste de Dixon-Grubbs-Neuman.

Conservação	Grupo	Adesivo	Terço	Tratamento	Hibridação	MPa
1	16	2	3	1	3	9.72
3	15	2	2	3	3	9.50
3	17	2	2	4	3	10.72

Os três valores foram retirados do conjunto de respostas e sobre as 357 restantes foram realizados os testes para as pressuposições do modelo linear paramétrico. Os resultados podem ser observados na tabela 2.2 e mostram que as pressuposições do modelo foram atendidas.

Tabela 2.2 – Testes das pressuposições do modelo paramétrico

PRESSUPOSIÇÃO	TESTE UTILIZADO	ESTATÍSTICA	VALOR P
Dados Discrepantes	Dixon-Grubbs-Neuman	G = 2.83	0.4883
Homogeneidade de Variâncias*	Cochran	C = 2.12	0.7802
Normalidade	Kolmogorov-Smirnov	KS = 0.46	0.9890

(*) Critérios de Conservação

2.2. Análise de Variância

Os resultados da análise de variância realizada para o modelo (*) estão descritos na tabela 2.2.a.

Tabela 2.2.a – Análise de variância

Variações Consideradas	GL	Somas de Quadrados	Quadrados Médios	F Calculado	Valor P
Critério de Conservação (C)	2	8.7121	4.3561	3.32	0.0375
Tratamento Dentinário (D)	3	242.2470	80.7490	61.46	< 0.0001
Terço (T)	2	167.3340	83.6670	63.68	< 0.0001
C x D	6	101.4391	16.9065	12.87	< 0.0001
C x T	4	43.7129	10.9282	8.32	< 0.0001
D x T	6	5.6124	0.9354	0.71	0.6402
Modelo	23	570.0531	24.7849	18.86	< 0.0001
Resíduo	333	437.5262	1.3139	-	-
Total	356	1007.5792	-	-	-

Observa-se que apenas a interação Tratamento Dentinário *versus* Terços, não foi significativa ($p = 0.6402$).

Por outro lado, dado que as interações Critérios de Conservação *versus* Tratamentos Dentinários e Critérios de Conservação *versus* Terços foram, ambas, significativas ($p < 0.0001$), nada se pode concluir sobre os efeitos principais de cada um dos três fatores envolvidos.

Nesse contexto, foram efetuadas novas parametrizações do modelo linear de Gauss-Markov, que viabilizaram o estudo:

(a) de Terços “dentro” de Critérios de Conservação para cada Tratamento Dentinário (resultados do Teste de Tukey com letras minúsculas - leitura por linha) e,

(b) Terços de “dentro” Tratamentos Dentinários para cada Critério de Conservação (resultados do Teste de Tukey com letras maiúsculas - leitura por coluna). Os resultados podem ser visualizados na tabela 2.2.b.

Como pode ser constatado na tabela 2.2.b e visualizado nas figuras 2.2.a e 2.2.b, que descrevem médias de 10 respostas (5 dentes x 2 repetições):

1 – O maior valor médio de Mpa (7.40) foi observado no Terço Cervical tratado com Clorexidina e conservado Um Ano em Água e, o menor (2.44) foi observado no Terço Apical do Grupo Controle, conservado Um Ano em Óleo.

2 – A maior variabilidade (DP = 2.19) entre valores de Mpa (portanto variabilidade na resistência) ocorreu no Terço Apical tratado com Clorexidina e conservado Um Dia em Água, enquanto que a menor (DP = 0.62) ocorreu no Terço Médio do Grupo Controle conservado Um Ano em Óleo.

3 – O Terço Cervical apresentou valores de Mpa significativamente maiores que os dos demais Terços, nos três Critérios de Conservação e para os três Tratamentos Dentinários. O grupo controle, por sua vez, manteve essa tendência apenas no Critério de Conservação Imediato Água, havendo apresentado valores de MPa significativamente menores que os dos Tratamentos Dentinários nos demais Critérios de Conservação.

4 – Os terços: Médio e Apical apresentaram, no Critério Imediato Água, valores significativamente menores que nos Critérios Um Ano em Água e Um Ano em Óleo, para os três Tratamentos Dentinários considerados. Essa tendência não foi verificada para o Grupo Controle.

Tabela 2.2.b – Valores em Mpa para a resistência em cada Terço, segundo o Critério de Conservação e o Tratamento Dentinário: (1) Valor médio, (2) desvio padrão, (3) limites da estimativa por intervalo, ao nível de confiança de 95%.

Grupos		IMEDIATO			1 ANO EM ÁGUA			1 ANO EM ÓLEO		
		Cervical	Médio	Apical	Cervical	Médio	Apical	Cervical	Médio	Apical
NaCl (Controle)	1	6.96 ^{a,A}	4.34 ^{b,B}	4.12 ^{b,A}	3.82 ^{b,B}	3.28 ^{bc,B}	3.49 ^{bc,B}	3.96 ^{b,B}	3.83 ^{b,B}	2.44 ^{c,B}
	2	1.22	1.03	0.93	0.95	0.98	1.38	0.76	0.62	0.88
	3	6.09- 7.83	3.60- 5.08	3.46- 4.79	3.14- 4.50	2.57- 3.98	2.51- 4.48	3.42- 4.50	3.39- 4.27	1.81- 3.07
CHX	1	7.03 ^{a,A}	5.12 ^{bc,A}	4.56 ^{c,A}	7.40 ^{a,A}	6.32 ^{ab,A}	5.90 ^{ab,A}	6.92 ^{a,A}	5.83 ^{ab,A}	5.64 ^{b,A}
	2	1.42	1.25	2.19	1.11	0.94	1.04	1.22	0.84	1.15
	3	6.02- 8.05	4.23- 6.02	2.88- 6.24	6.61- 8.19	5.65- 6.99	5.15- 6.64	6.04- 7.79	5.23- 6.43	4.82- 6.47
EtOH	1	6.74 ^{a,A}	4.33 ^{c,B}	4.31 ^{c,A}	6.80 ^{a,A}	5.94 ^{ab,A}	5.99 ^{ab,A}	6.57 ^{a,A}	5.53 ^{b,A}	5.90 ^{ab,A}
	2	1.04	0.9	1.12	0.70	1.35	1.00	1.69	0.70	1.53
	3	6.00- 7.48	3.69- 4.98	3.51- 5.12	6.30- 7.30	4.97- 6.90	5.27- 6.71	5.36- 7.78	5.00- 6.07	4.80- 6.99
CHX e EtOH	1	6.90 ^{a,A}	4.31 ^{c,B}	4.38 ^{c,A}	6.84 ^{a,A}	5.80 ^{b,A}	6.11 ^{ab,A}	6.87 ^{a,A}	5.69 ^{b,A}	5.80 ^{b,A}
	2	1.20	1.11	1.88	0.94	0.93	0.82	1.34	0.68	1.03
	3	6.05- 7.76	3.52- 5.11	3.03- 5.72	6.16- 7.51	5.13- 6.46	5.52- 6.70	5.91- 7.83	5.16- 6.21	5.07- 6.54

Letras diferentes indicam diferença significativa pelo teste de Tukey HSD ao nível de significância de 5%: letras minúsculas devem ser lidas por linha (dentro de cada Tratamento Dentinário) e letras maiúsculas, por coluna (dentro de cada Terço em de cada Critério de Conservação).

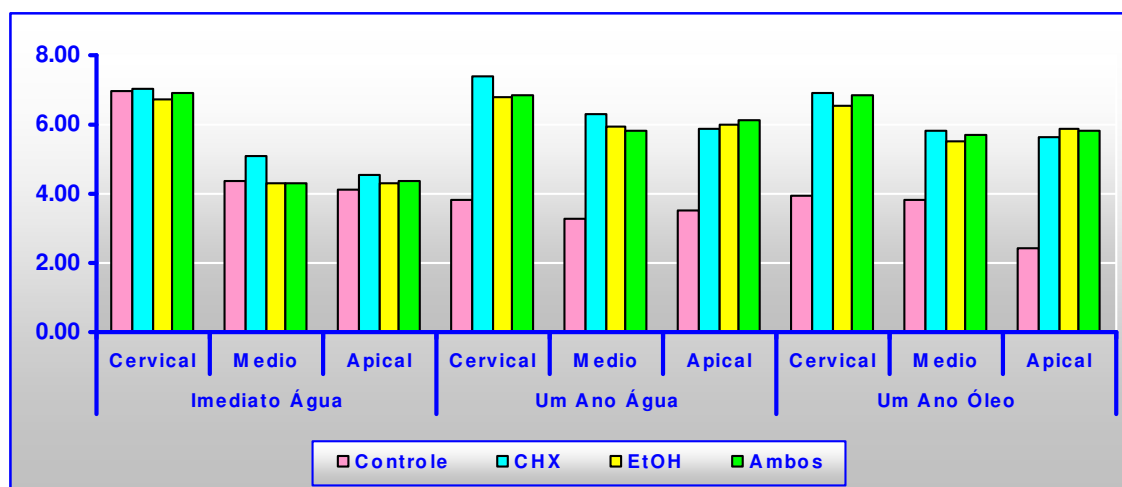
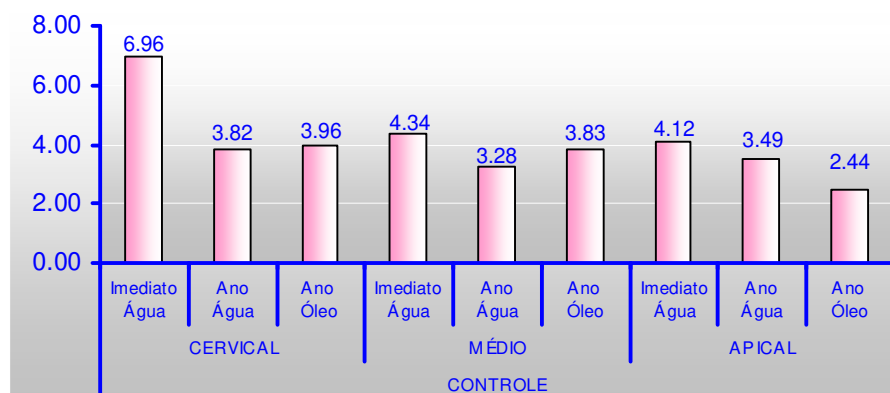
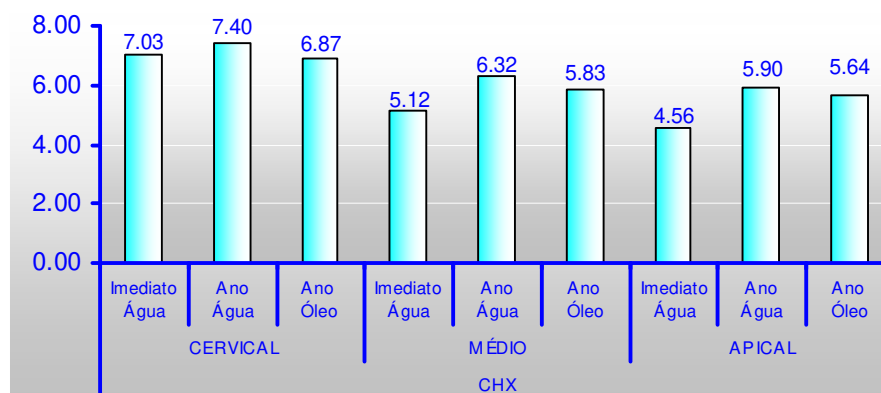


Figura 2.2.a - Valores em Mpa para a resistência em cada Tratamento Dentinário, segundo o Terço e o Critério de Conservação.

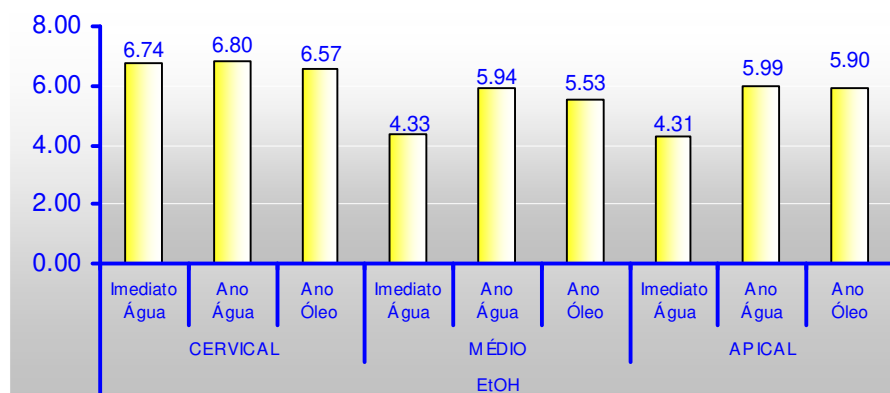
i) CONTROLE



ii) CLOREXIDINA



iii) EtOH



iv) CLOREXIDINA E ÁLCOOL

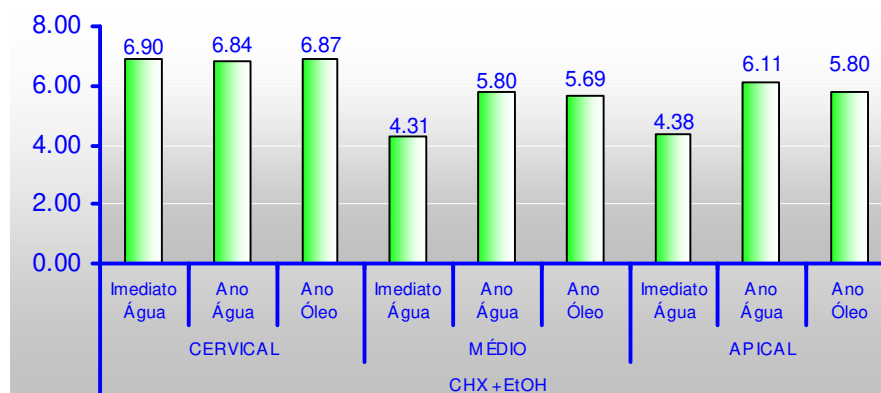


Figura 2.2.b – Valores médios de Mpa por Tratamento Dentinário, segundo o Terço e o Critério de Conservação.

1. Comprovação da submissão do artigo referente ao capítulo 1.

Imprimir

14/12/10 19:42

De: Journal of Dentistry (JoD@elsevier.com)
Para: dgscecchin@yahoo.com.br;
Data: Segunda-feira, 13 de Dezembro de 2010 21:14:42
Cc:
Assunto: Submission Confirmation for Journal of Dentistry

Dear PhD Cecchin,

Your submission entitled "Chlorhexidine stabilizes the bond strength of the fiber post relined with resin composite to root dentin using a total etching adhesive system" has been received by the Journal of Dentistry.

You will be able to check on the progress of your paper by logging on to Elsevier Editorial System as an author. The URL is <http://ees.elsevier.com/jjod/>.

Your manuscript will be given a reference number once an Editor has been assigned.

Thank you for submitting your work to this journal.

Kind regards,

Julie Millard
Journal Manager
Journal of Dentistry

2. Comprovação da submissão do artigo referente ao capítulo 2.

ScholarOne Manuscripts

06/12/10 16:03



Journal of Biomedical
Materials Research
Part B: Applied Biomaterials

[Edit Account](#) | [Instructions & Forms](#) | [Log Out](#) | [Get Help Now](#)



[Main Menu](#) → [Author Dashboard](#) → Submission Confirmation

You are logged in as Douglas Cecchin

Submission Confirmation

Thank you for submitting your manuscript to *Journal of Biomedical Materials Research: Part B - Applied Biomaterials*.

Manuscript ID: JBMR-B-10-0681

Title: Deproteinization technique stabilizes the adhesion of the fiberglass post relined with resin composite to root canal

Cecchin, Douglas
Almeida, José
Authors: Gomes, Brenda
Zaia, Alexandre
Ferraz, Caio

Date Submitted: 06-Dec-2010

 Print  Return to Dashboard

ScholarOne Manuscripts™ v4.5.0 (patent #7,257,767 and #7,263,655). © ScholarOne, Inc., 2010. All Rights Reserved.
ScholarOne Manuscripts is a trademark of ScholarOne, Inc. ScholarOne is a registered trademark of ScholarOne, Inc.

 Follow ScholarOne on Twitter

[Terms and Conditions of Use](#) - [ScholarOne Privacy Policy](#) - [Get Help Now](#)

3. Comprovação da submissão do artigo referente ao capítulo 3.

Imprimir

26/10/10 17:00

De: The Journal of Endodontics (JEndodontics@uthscsa.edu)

Para: dgscecchin@yahoo.com.br;

Data: Terça-feira, 26 de Outubro de 2010 16:58:41

Cc:

Assunto: Submission Confirmation for Effect of chlorhexidine and ethanol on the durability of the adhesion of the fiber post relined with resin composite to the root canal

Dear Dr. Cecchin,

Your submission entitled "Effect of chlorhexidine and ethanol on the durability of the adhesion of the fiber post relined with resin composite to the root canal" has been received by the Journal of Endodontics.

You will be able to check on the progress of your paper by logging on to the Journal of Endodontics web site as an author.

The URL is <http://ees.elsevier.com/joe/>

Your username is: dgscecchin

If you need to retrieve password details,
please go to: http://ees.elsevier.com/joe/automail_query.asp

Your manuscript will be given a reference number once an Editor has been assigned.

Thank you for submitting your work to the Journal of Endodontics.

Kind regards,

Journal of Endodontics

4. DECLARAÇÃO



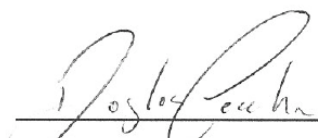
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



DECLARAÇÃO

As cópias de artigos de minha autoria ou minha co-autoria, já publicados ou submetidos para publicação em revistas científicas ou anais de congressos sujeitos a arbitragem, que constam da minha Tese de Doutorado, intitulada **“Influência da clorexidina gel, etanol e hipoclorito de sódio na resistência de união à dentina radicular e durabilidade adesiva de pinos de fibra de vidro reembasados com resina composta”**, não infringem os dispositivos da Lei nº 9.610/98, nem o direito autoral de qualquer editora.

Piracicaba, 09 de dezembro de 2010.



Douglas Cecchin

RG: 8062081065

AUTOR



Caio Cezar Randi Ferraz

RG: 23073115-6

ORIENTADOR