

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

**DANIELSON GUEDES PONTES**

**TÉCNICAS PARA CIMENTAÇÃO DE PINOS DE FIBRA DE VIDRO:  
AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA ADESIVA, NANOINFILTRAÇÃO E  
INFLUÊNCIA DA CLOREXIDINA**

Tese de Doutorado apresentada a Faculdade de Odontologia de Piracicaba da UNICAMP para obtenção do título de Doutor em Clínica Odontológica, na Área de Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo

Este exemplar corresponde à versão final da Tese defendida pelo aluno, e orientada pelo Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo

---

Assinatura do Orientador

PIRACICABA, 2011

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR  
GARDÊNIA BENOSSI – CRB8/8644 - BIBLIOTECA DA  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

P77t Pontes, Danielson Guedes, 1977-  
Técnicas para cimentação de pinos de fibra de vidro: Avaliação da resistência adesiva, nanoinfiltração e influência da clorexidina / Danielson Guedes Pontes. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2011.

Orientador: Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo.  
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas,  
Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Dentina. 2. Pinos dentários. 3. Microscopia eletrônica de varredura. I. Paulillo, Luis Alexandre Maffei Sartini. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

**Título em Inglês:** Techniques for cementing of glass fiber post: evaluation of bond strength, nanoleakage and chlorhexidine

**Palavras-chave em Inglês:**

Dentin

Dental pins

Microscopy, Electron, Scanning

**Área de concentração:** Dentística

**Titulação:** Doutor em Clínica Odontológica

**Banca examinadora:**

Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo

Vicente de Paulo Aragão Sabóia

Fabio Hiroyuki Ogata Mitsui

Lívia Maria Andaló Tenuta

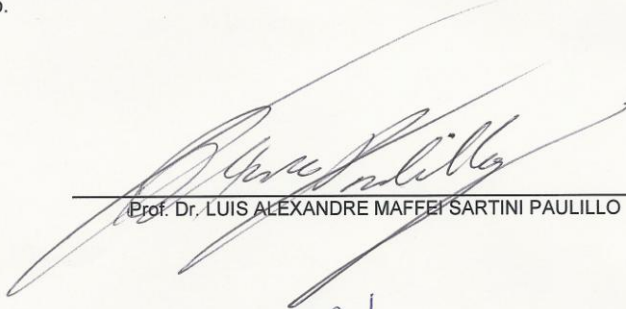
Débora Alves Nunes Leite Lima

**Data da defesa:** 18-07-2011

**Programa de Pós-Graduação:** Clínica Odontológica



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 18 de Julho de 2011, considerou o candidato DANIELSON GUEDES PONTES aprovado.



---

Prof. Dr. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO



---

Prof. Dr. VICENTE DE PAULO ARAGÃO SABÓIA



---

Prof. Dr. FABIO HIROYUKI OGATA MITSUI



---

Profa. Dra. LÍVIA MARIA ANDALÓ TENUTA



---

Profa. Dra. DEBORA ALVES NUNES LEITE LIMA

## **Dedicatória**

À Deus, pela capacidade de se fazer presente nos momentos mais difíceis, me confortando e trazendo serenidade e paz de espírito nesta caminhada.

A minha família, Flávia, Miguel e Beatriz que são a razão da minha felicidade como homem, pai e amigo. Que mesmo distante em alguns momentos durante este trabalho, não me deixaram desanimar e foram fonte de perseverança e fé.

Aos meus pais Antônio e Lourdes que se esforçaram durante toda sua vida para oferecer a mim a melhor educação e formação profissional.

Ao meu irmão, Dênisson Guedes Pontes, com quem sempre pude contar durante minha ausência de Manaus, para ajudar e apoiar minha família.

A minha madrinha Marlene (Tia Marlene), um exemplo de dedicação ao magistério, que sempre acreditou em mim, e muito contribuiu para o que eu sou hoje como homem e professor.

Aos meus sogros, Mário Afonso e D. Ruth, que me acolheram e apoiaram durante minhas idas e vindas de Manaus à Piracicaba, trazendo conforto familiar nestas viagens.

Amo vocês com todo o meu coração!

## **Agradecimento especial**

Ao meu orientador Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo, por ter acreditado no projeto do DINTER UNICAMP/UEA, permitindo que eu fosse seu orientado, e deste modo contribuiu para o meu aprimoramento científico e profissional. Com o seu conhecimento e visão, fez com que eu compreendesse a importância da pesquisa científica para a minha carreira como docente na Universidade do Estado do Amazonas.

## **Agradecimentos**

A Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP, pela oportunidade proporcionada em conviver com um corpo técnico de tamanha capacidade, abrindo suas portas, para que eu pudesse desenvolver meus trabalhos.

Ao Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior, Diretor desta faculdade.

A coordenadora de Pós-Graduação da UNICAMP, Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Renata C. Matheus R. Garcia, pela sua atuação determinante para que todos possamos alcançar nossos objetivos e resultados esperados.

Aos professores da área de Dentística da UNICAMP Prof. Dr. Luiz Alexandre Maffei Sartini Paulillo, Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, Prof. Dr. Marcelo Giannini, Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar e Profa. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima dedico meus agradecimentos.

À Universidade do Estado do Amazonas que proporcionou esta oportunidade através do programa e convênio de MINTER/DINTER Interinstitucional.

Aos professores e amigos da Universidade do Estado do Amazonas, Profa. Dra. Alessanda Resende Peris Mitsui, Prof. Dr. Diego Ferreira Regalado, Prof. Dr. Fábio Hiroyuki Ogata Mitsui, Profa. Luciana Alencar, Profa. Rosana E. A. dos Santos e Prof. Wladimir Franco de Sá Barbosa pela amizade e apoio durante o tempo em que passei em Piracicaba.

À grande amiga, Cintia Tereza Pimenta Araújo, pela paciência, companheirismo e apoio nas horas de dificuldade no laboratório de pesquisa da Dentística. Com

certeza sem você, este trabalho não teria sido o mesmo. Sua amizade foi com certeza a maior recompensa de minha ida a Piracicaba.

À amiga de arma e profissão Prof. Dra. Fabíola Mendonça Chuí (Ten Chuí) pelo estimado apoio e auxílio nas leituras das imagens de nanoinfiltração no programa “Image J”. Sua experiência foi realmente enriquecedora.

Ao Hospital Militar de Área de Manaus do Exército Brasileiro, na pessoa de seu Comandante-Diretor CEL MED Juvenal Donizete Ozelim, pelo apoio na minha liberação para as idas e vindas até Piracicaba.

Aos amigos de arma e profissão da Subdivisão de Odontologia, especialmente nas pessoas dos chefes TEN CEL Wanderson Miguel Maia Chiesa (Ex-chefe) e MAJ Jeffrey do Nascimento Azevedo (Chefe atual) pelo apoio e momentos de compreensão durante a elaboração deste trabalho de Doutorado.

Aos professores José Marinaldo e João Paulo Lollobrigida do curso de Odontologia da Universidade Nilton Lins pela compreensão da necessidade de minhas viagens de Manaus a Piracicaba.

À direção da Faculdade de Odontologia da UFAM, na pessoa da Profa. Dra. Maria Augusta Bessa Rebelo, pelo apoio para que pudesse realizar parte de meu experimento no laboratório de pesquisa da FAO/UFAM.

Ao Prof. Dr. Carlos Tadeu dos Santos Dias, pela contribuição auxiliando na Análise Estatística.

Aos funcionários da Área de Dentística, Mônica e Sr. Pedro, pela sempre disponível atenção que me foi oferecida quando mais precisei.

Ao funcionário Adriano Luis Martins pelo auxílio para realização das análises microscópicas.



“Ensinar exige compreender que a educação é uma forma de intervenção no mundo”.

**Paulo Freire**

O presente trabalho é apresentado na forma alternativa de Tese de acordo com as normas estabelecidas pela deliberação 002/06 da Comissão Central de Pós-Graduação da Universidade Estadual de Campinas. O artigo referente ao Capítulo único foi submetido ao periódico *Journal of Endodontics*.

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi investigar a resistência de união entre pinos de fibra de vidro/dentina radicular através de “push-out” e nanoinfiltração, e ainda, a influência da solução irrigadora do canal radicular - clorexidina 2% - na qualidade da adesão de cimentos auto-adesivos. **Método:** Para o desenvolvimento deste estudo foram realizados dois experimentos. Noventa e oito raízes bovinas foram utilizadas no teste de push-out (n=10) e dezoito raízes foram separadas para a análise da nanoinfiltração (n=3) na interface de pinos de fibra de vidro cimentados com diferentes materiais, que foram divididas em 6 grupos: RelyX Unicem (**UNC**); RelyX U100 (**UCE**); Scotchbond Multiuso Plus ativação química + RelyX CRA (**ASR**); Scotchbond Multiuso Plus ativação física + RelyX CRA (**SBR**); Clearfil SE Bond/ED Prime + Panavia F 2.0 (**CEP**); Clearfil SE Bond + Panavia F 2.0 (**CFP**). Os pinos foram cimentados no canal radicular de acordo com as recomendações de cada fabricante. Para o ensaio de push-out, foram obtidas fatias com 1,0 mm de espessura dos terços cervical, médio e apical de cada raiz, e o teste foi conduzido em máquina de ensaio universal na velocidade de 0,5 mm por minuto. Para a análise da nanoinfiltração, as fatias foram imersas em solução de nitrato de prata amoniacal ( $\text{AgNO}_3$ ) para a microscopia eletrônica de varredura (MEV). Posteriormente, para a análise da influência do digluconato de clorexidina 2% na resistência à união e nanoinfiltração de cimentos auto-adesivos, foram formados 4 grupos: RelyX Unicem (UNC); RelyX U100 (UCE); Clorexidina 2% + RelyX Unicem (UNX); Clorexidina 2% + RelyX U100 (UCX). Os resultados foram analisados através de análise de variância com parcela subdividida ( $p < 0,05$ ). **Resultados:** **Sistemas de fixação:** Entre as técnicas de cimentação, no terço médio, o ASR mostrou a maior resistência com diferença estatística para os sistemas CEP, CFP e UNC. Somente o grupo CFP apresentou diferença estatística significativa entre os terços radiculares, com menor resultado no terço apical quando comparado ao terço cervical. No terço cervical, a menor média foi do grupo SBR apresentando diferença estatística significativa para o grupo ASR. **Nanoinfiltração:** No terço

apical o CFP apresentou a maior nanoinfiltração com diferença estatística significativa para os terços médio e cervical, e também para os outros sistemas.

**Clorexidina:** O uso da clorexidina como solução irrigadora do canal radicular diminuiu significativamente a resistência adesiva dos cimentos auto-adesivos. Em todos os grupos houve a presença de nanoinfiltração e na interface adesiva e não foi observada a formação de camada híbrida. **Conclusão:** O uso de sistemas adesivos que empregam prévio condicionamento ácido e possuem ativação química possibilitou melhores resultados de resistência à união e melhor qualidade da camada híbrida. O uso de ativador químico para o sistema adesivo autocondicionante, permitiu melhora significativa da união na região mais profunda da raiz. A irrigação prévia do canal radicular com clorexidine 2% influenciou negativamente a resistência adesiva dos cimentos auto-adesivos.

**Palavras-chave:** dentina, cimentação, microscopia eletrônica de varredura, pinos dentários.

## ABSTRACT

The aim of this study was to investigate the bond interface between glass fiber post/root dentin by means of push-out and nanoleakage tests, as well as the influence of the root canal irrigant solution - 2% chlorhexidine – on the bond quality of self-adhesive cements. **Methods:** In order to develop this study two analysis were performed. Bovine roots were used in the push-out test (n=10) and eighteen roots were separated for analysis of nanoleakage (n=3) at the interface of glass fiber posts cemented with different adhesive techniques, which were divided into six groups: RelyX Unicem (**UNC**); RelyX U100 (**UCE**); Scotchbond Multipurpose chemical activation + RelyX ARC (**ASR**); Scotchbond Multipurpose physical activation + RelyX ARC (**SBR**); Clearfil SE Bond / ED Prime + Panavia F 2.0 (**CEP**); Clearfil SE Bond + Panavia F 2.0 (**CFP**). The posts were cemented in the root canal in accordance with the recommendations of each manufacturer. For the push-out test 1.0 mm thick slices were obtained of the cervical, middle and apical thirds of each root, and the test was conducted in a universal test machine at a speed of 0.5 mm per minute. To analyze nanoleakage, the disc-shaped specimens were immersed in ammoniacal silver nitrate solution ( $\text{AgNO}_3$ ) for scanning electron microscopy (SEM). Subsequently, to analyze the influence of 2% chlorhexidine digluconate in bond strength and nanoleakage of the self-adhesive cements, were formed four groups: RelyX Unicem (UNC); RelyX U100 (UCE); 2% Chlorhexidine + RelyX Unicem (UNX); 2% Chlorhexidine + RelyX U100 (UCX). The results were analyzed using analysis of variance with subdivided parcel ( $p < 0.05$ ). **Results:** **Fixation Systems:** Among the cementation techniques in the middle third, ASR showed the highest bond strength with statistical difference from the CEP, CFP and UNC systems. Only CFP presented statistically significant difference between the roots thirds, with the lower result in the apical third compared with the cervical third. In the other groups there was no significant difference among the different root thirds. In the cervical third, the lowest mean was obtained by SBR presenting

statistically significant difference from ASR. **Nanoleakage:** In the apical third CFP presented the greatest nanoleakage with statistically significant difference from the middle and cervical thirds, and also from the other systems. **Chlorhexidine:** The use of chlorhexidine as root canal irrigant solution significantly reduced the bond strength of the self-adhesive cements. There was nanoleakage at the adhesive interface and hybrid layer formation was not observed, in all groups. **Conclusions:** The use of adhesive systems that use previous acid etching and are chemical setting enables better adhesive bond strength and better hybrid layer quality to be obtained. The use of chemical activator for the self-etching system allowed a significant improvement of the bond in the deepest region of the root. Prior root canal irrigation with 2% chlorhexidine negatively influenced the bond strength of self-adhesive cements.

**Key Words:** dentin, cementation, microscopy electron scanning, dental pins.

## SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	01
CAPÍTULO ÚNICO: “Techniques for cementing of glass fiber post: evaluation of bond strength, nanoleakage and chlorhexidine	05
CONCLUSÃO	27
REFERÊNCIAS	28
APÊNDICE 1 (Metodologia Ilustrada)	31

## INTRODUÇÃO

Nas situações clínicas em que há grande perda da estrutura coronária do dente, recomenda-se o uso de pino intrarradicular para restauração de dentes tratados endodonticamente (Dietschi et al., 2008). No entanto, os pinos não são capazes de reforçar a estrutura dentária, uma vez que a dentina removida durante o preparo do conduto para a fixação do pino determina uma redução na resistência da raiz, que não é recuperada com a cimentação da retenção intrarradicular (Dietschi et al., 2008).

Assim sendo, diante da ausência de remanescente dental que confira resistência e retenção à restauração há a necessidade de se instalar um retentor intrarradicular. Nestes casos, os pinos de fibra de vidro devem ser os materiais de eleição, pois apresentam módulo de elasticidade mais próximo ao da dentina (Monticelli et al., 2003; Dietschi et al., 2006), e permitem, quando fixados com cimento resinoso, uma distribuição mais homogênea das forças que incidem sobre o dente (Eskitascioglu et al., 2002). Porém, o tipo de falha mais comum desta técnica é a ruptura da união adesiva com conseqüente deslocamento do pino do canal radicular, principalmente na etapa de remoção de restaurações provisórias (Ferrari et al., 2007).

Deste modo, o sucesso de restaurações retidas com pinos de fibra de vidro depende sobremaneira da eficiência e da longevidade da cimentação adesiva do pino intrarradicular à dentina do canal (Goracci et al., 2004; Mallmann et al., 2007). Assim, várias técnicas de cimentação adesiva têm sido propostas e há uma grande variedade de sistemas adesivos e cimentos indicados para o procedimento de fixação de pinos (Radovic et al., 2007; Zhang et al., 2008). Além da seleção do sistema de fixação, alguns fatores devem ser considerados, na cimentação do pino de fibra de vidro, como qualidade do substrato; fator de configuração cavitária (Fator-C), contração de polimerização do cimento resinoso; técnica de tratamento do substrato dentinário e cimento.



A dentina radicular é formada essencialmente por dentina intertubular, e a quantidade de seus túbulos diminui em direção apical (Ferrai et al., 2000). Mesmo desvitalizada, a dentina possui ainda certa umidade intrínseca, requerendo os mesmos cuidados de um dente vitalizado durante os procedimentos adesivos (Dietschi et al., 2008). Há na região cervical da raiz melhor visibilidade e melhor acesso à luz de fotoativação do que no terço médio e apical da raiz (Yodanis et al., 2005), o que pode propiciar melhor comportamento adesivo. Já nas regiões mais profundas do canal radicular ocorre diminuição do número, densidade e diâmetros dos túbulos por milímetro quadrado, podendo em alguns pontos não haver presença de túbulos dentinários, o que resultaria em redução significativa da espessura da camada híbrida e da formação de prolongamentos (*tags*) de resina (Mjör et al., 2001; Mannocci et al., 2004).

Outro fator importante a se considerar na cimentação de pinos de fibra de vidro é o fator de configuração cavitária (Fator-C). Este pode ser definido como a razão da área de superfície aderida sobre a área de superfície não aderida (Bouillaguet et al., 2003), podendo alcançar o valor de aproximadamente 954 (Tay et al., 2005). Um Fator-C extremamente alto pode gerar grandes tensões de contração de polimerização na interface cimento resinoso/sistema adesivo (Schwartz et al., 2006).

Somado ao cimento resinoso, o tipo de sistema adesivo empregado para fixação de pinos de fibra de vidro também pode influenciar a longevidade da restauração com pinos intrarradiculares (Radovic et al., 2008). A técnica convencional utiliza o condicionamento ácido do substrato dental e aplicação do sistema adesivo. Nesta técnica, o controle da umidade é fundamental para a formação da camada híbrida (Mazzoni et al., 2009; Viotti et al., 2009). Contudo, estes sistemas podem não preencher totalmente os espaços interfibrilares abertos pelo condicionamento ácido, resultando em redução da resistência adesiva (Pashley et al., 2011). Como alternativa, existe a possibilidade do uso de sistemas adesivos autocondicionantes, que teriam a vantagem de toda dentina desmineralizada ser infiltrada pelo sistema adesivo, porém estes sistemas

adesivos formam uma camada híbrida menos espessa (Van Meerbeek et al., 2011).

Recentemente, outros materiais, visando uma técnica operatória mais simplificada, têm sido indicados para cimentação de pinos de fibra de vidro. São cimentos que possuem a característica de serem auto-adesivos, não havendo a necessidade de condicionamento ácido e lavagem, uma vez que são capazes de desmineralizar e penetrar a estrutura dental, graças a sua acidez inicial (pH=2). Além disso, sua afinidade inicial pela água e posterior hidrofobia permitem melhor interação com a umidade dentro do canal radicular (Zicari et al. 2008).

No entanto, estes cimentos possuem um mecanismo de união a estrutura dentária através de uma interação superficial com a dentina, realizando uma reação de quelação dos íons de cálcio da hidroxiapatita pelos grupos acídicos do cimento, ocorrendo uma adesão química com a estrutura dental (Gerth, et al. 2006). Assim sendo o uso de qualquer substância no interior do canal radicular que possua efeito sobre o substrato pode interferir no mecanismo de adesão destes cimentos com a dentina radicular. Exemplo desta situação seria o uso de soluções irrigadoras durante o tratamento endodôntico visando facilitar a remoção de detritos e descontaminação, permitindo uma diminuição das bactérias viáveis dentro do canal (Schwartz, et al. 2006). Neste contexto, vários agentes de irrigação têm sido utilizados para a desinfecção do canal.

O irrigante mais comumente utilizado é o hipoclorito de sódio (NaOCl) em concentrações que variam de 0.5% a 6% (Basrani et al. 2009). Esta substância em altas concentrações é tóxica e pode causar reação inflamatória (Kuruvilla et al. 1998). Entretanto, em baixa concentração seu efeito antimicrobiano fica reduzido (Leonardo et al. 1999). Por estas razões, outro agente antimicrobiano de amplo espectro, o gluconato de Clorexidina (CHX) tem sido defendido para a desinfecção do canal radicular (Ercan et al. 2004). Se utilizado como solução irrigadora ou medicação intra-canal sua eficácia antibacteriana é comparável àquela do NaOCl (Heling & Chandler 1998). Além disso, têm sido demonstrado que a Clorexidina possui uma substantividade antimicrobiana dentro da dentina radicular por até 12

semanas (Rosenthal et al. 2004). Não é difícil encontrar na literatura relatos recomendando a associação do NaOCl e a CHX para a irrigação do canal radicular, no intuito de se alcançar um aumento das propriedades antibacterianas destas duas substâncias (Valera et al. 2010). No entanto, quando a associação destas duas substâncias (NaOCl e CHX) é empregada no tratamento endodôntico ocorre a formação de um precipitado de coloração marrom/escuro (Paracloroanilina), conhecido como PCA, em quantidade diretamente relacionada a concentração de NaOCl utilizado (Basrani et al. 2007; Krishnamurthy et al. 2010). Alguns estudos têm demonstrado que este precipitado, além de ser citotóxico, tende a deixar obstruída a entrada dos túbulos dentinários na dentina radicular (Bui et al. 2008). Tal efeito é persistente e pode comprometer o selamento do canal radicular obturado, pois este precipitado não é removido pela lavagem final do canal com água destilada (Vivacqua et al. 2002).

Ainda a respeito dos efeitos da clorexidina sobre o substrato dentinário, alguns pesquisadores têm relatado que esta substância também pode influenciar a qualidade da união dos cimentos auto-adesivos à estrutura dental coronária (Hiraishi et al. 2009), havendo necessidade de se investigar os efeitos desta substância na dentina intrarradicular.

Portanto, a seleção correta dos materiais, a serem empregados na fixação de pinos de fibra de vidro, é fundamental para o sucesso das restaurações em dentes tratados endodonticamente devido à dificuldade de se obter uma retenção segura destes pinos no canal radicular.

## CAPÍTULO ÚNICO

### **Techniques for cementing of fiberglass post: Evaluation of bond strength, nanoleakage and chlorhexidine.**

#### **ABSTRACT**

**Introduction:** The aim of this study was to investigate the bond interface of fiber posts luted with different adhesive approaches: etch-and-rinse, self-etch, and self-adhesive, and the influence of 2% chlorhexidine (CHX) on the bond strength (BS) of self-adhesive cements (SAC). **Methods:** Bovine roots were prepared for push-out (n=10) and nanoleakage (n=3) tests and distributed into six groups: RelyX Unicem (UNC); RelyX U100 (UCE); Scotchbond Multipurpose (SBMP) chemical cure + RelyX ARC (ASR); SBMP physical cure + RelyX ARC (SBR); Clearfil SE Bond (CFSB) + ED Primer, Panavia F 2.0 (CEP); and CFSB, Panavia F 2.0 (CFP). Roots were sectioned to obtain slices (1.0 mm thick). Specimens were submitted to a push-out test and nanoleakage evaluation. To analyze the influence of CHX in BS and nanoleakage of the SAC, the roots were gathered into four groups: RelyX Unicem (UNC); RelyX U100 (UCE); CHX + RelyX Unicem (UNX); and CHX + RelyX U100 (UCX). The results were analyzed by ANOVA with subdivided parcels (p<0.05) and Tukey's test. **Results:** Only CFP presented a statistical difference between the root thirds, with the worst result in the apical third compared to the cervical third. In the middle third, ASR showed the highest BS with statistical difference from the CEP, CFP, and UNC. Chlorhexidine significantly reduced the BS of the SAC, and all specimens presented nanoleakage. There was no formation of hybrid layer with these cements. **Conclusions:** Etch-and-rinse adhesive system enables better BS and better adhesive quality. Intracanal irrigation with CHX negatively influenced the BS of SAC.

**Key Words:** bond strength, nanoleakage, adhesive system, composite resin, fiber post, root canal

## INTRODUCTION

The success of restorative treatment with the use of fiberglass posts in non-vital teeth with extensive coronal loss depends on the stability of the bond between the post, cement, and dentin. This adhesion mainly occurs through the bond of the adhesive system to the dentin of the root canal walls (1-4). The challenge of bonding adhesive to root dentin is great, because the cavity configuration factor (C Factor) is very high inside the root canal, favoring failure at the bond interface (5, 6).

In addition, the light activating polymerization reaction of the resin cement is incapable of reaching the deeper regions of the canal, and therefore does not allow adequate light activation of the adhesive system or resin cement used to fix the fiber post (7, 8).

The use of adhesive systems and resin cements that have dual polymerization allows a higher degree of monomer conversion, resulting in better physical and mechanical characteristics (9). This is evidenced by the fact that dual-polymerization resin materials achieve higher bond strength values inside the root canal (10).

Traditionally, the bond to dentin has been made by performing acid etching, washing, removing excess water, and impregnating the dentin with the adhesive system. However, these operative steps are critical, and an error in humidity control or incomplete impregnation of the resin in the etched substrate may negatively affect bond stability (11, 12). Moreover, the root canal shape favors the accumulation of water, making it difficult to control humidity in the space prepared for the post (4, 8).

Therefore, alternative adhesive strategies such as self-etching adhesive systems seem to be interesting possibilities to fiber posts luting, since these adhesives may be used on dry dentin, dispensing with acid etching and washing and thus simplifying the operative technique.

On the other hand, other materials have been suggested for cementing glass fiber posts. The self-adhesive cements have the characteristic of chemical adhesion to dentin, and their use involves a simpler technique that does not require etching and washing. They are capable of demineralizing and penetrating into the dental structure due to its low initial acidity (pH=2). In addition, their initial affinity for water and later hydrophobia allow better interaction with the humidity within the root canal (13). During curing of cement, the pH increases, tending toward neutrality. This effect makes the material hydrophobic, which is a prerequisite for remaining unaltered, without incorporating water, and without expansion or degradation of their structural matrices in the humid environment of the root canal (9). Nevertheless, the use of chlorhexidine as a disinfecting agent and inhibitor of metalloproteinases may interfere with the bond quality of self-adhesive cements (14).

Three hypotheses were tested in this study: 1) the use of chemical activators in adhesives systems does not improve the bond strength and quality of the hybrid layer formed between the resin cement and root dentin; 2) self-adhesive cements present the same mechanical behavior as resin cements in the cementation of glass fiber posts; and 3) the use of 2% chlorhexidine digluconate solution in root canal irrigation does not interfere with bond strength and quality of the bond interface of self-adhesive cements.

## **MATERIALS AND METHODS**

The samples in this study were obtained from bovine incisor roots, with completely formed apexes, without excessive root curvature, and with root canal diameter smaller than the diameter of a Largo #5 bur, cut to the length of 17.0 mm.

The roots were endodontically instrumented with file #35 in the apical third (Maillefer, Ballaigues, Switzerland) to a working length of 1.0 mm short of the apex. Stainless steel K files (Union Broach, New York City, NY, USA) and Gates-Glidden #3 to 5 burs (Union Broach) were used in root canal preparation. To avoid

interaction between the endodontic irrigant solution and cementing systems used in this study, irrigation was performed with distilled water during root canal widening and also after each change of file and/or bur. Afterward, the canal was washed with distilled water, dried with paper cones (Dentsply-Maillefer, Ballaigues, Switzerland), and filled with gutta-percha cones (Dentsply-Maillefer). To prepare space for the post, the excess gutta-percha was removed with a sequence of Largo #4 and #5 burs. Apical sealing with 5.0 mm of gutta-percha was left in the apical third of the root canal.

All the cements that constituted the experimental groups were inserted into the root canal using a syringe and according the techniques described in Table 1. The glass fiber posts (Reforpost, Angelus, Londrina, PR, Brazil), 1.5 mm in diameter, used in all the study groups were cemented, and the cements were light activated for 40s, using a halogen light unit (Optilux 501, Kerr/Demetron, Orange, CA, USA), with a irradiance of 600mW/cm<sup>2</sup>.

Table 1. Composition of adhesive systems and resin cements used in the present study.

GROUP	ADHESIVE/CEMENT	APPLICATION MODE
UNC (n=10)	<i>RelyX™ Unicem</i> (3M ESPE) "dual resin cement"	<b>Activation of cement capsule for 3s;</b> mixture at high frequency (Capmix™; 3M ESPE) for 15s; Capsule was placed on Apicap™ device (3M/ESPE), Cement inserted in insulin syringe and afterwards in the canal and on the post; Post inserted into the canal with light manual vibration; Cement light activation for 40s.
UCE (n=10)	<i>RelyX™ U100</i> (3M ESPE) "dual resin cement"	Equal portions of base paste and catalyzer were mixed for 30s with spatula #24. Cement was inserted in the canal with the aid of an insulin syringe. Post was covered with cement and light activated for 40s, after post insertion into the root canal.
ASR (n=10)	<i>Scotchbond™ Multi-Purpose Plus</i> (3M ESPE) "in auto cure mode"	<b>Root dentin treatment:</b> Etching: 37% phosphoric acid (15s); washing with water (15s), drying with absorbent paper cones; application of primer activator (5s), removal of excess with absorbent paper cone; wait for 5s; application of primer, removal of excess with absorbent paper cone; wait for 5s; application of catalyzer and removal of excess with absorbent paper cone.
	<i>RelyX™ ARC Resin Cement</i> (3M ESPE) "dual resin cement"	<b>Post cementation:</b> The post surface was treated with catalyzer (Catalyst, 3M ESPE) immediately before cementation and after it had been cleaned with 96% ethanol and completely dried. Equal quantities of base and catalyzer pastes of the dual resin cement were mixed with spatula #24, and then inserted into the root canal with the aid of an insulin syringe. After the post was inserted into the canal the cement was light activated for 40s.
SBR (n=10)	<i>Scotchbond™ Multi-Purpose Plus</i> (3M ESPE) "in photo-cure mode"	<b>Root Dentin treatment:</b> Etching: 37% phosphoric acid (15s); washing with water (15s), drying with absorbent paper cones; application of primer; drying with air jet (5s) and removal of excess with absorbent paper cone; application of adhesive (Bond); removal of excess with absorbent paper cone; light activation of adhesive for 10s.

	<b>RelyX™ ARC Resin Cement</b> (3M ESPE) “dual resin cement”	<b>Post cementation:</b> The post was treated in the same manner as described for Group ASR. Base and catalyzer pastes of the dual resin cement were mixed with spatula #24, and then inserted into the root canal with the aid of an insulin syringe. After the post was inserted into the canal the cement was light activated for 40s.
<b>CEP</b> (n=10)	<b>Clearfil SE Bond</b> (KURARAY) “photo cure adhesive system” + <b>ED PRIMER</b> (KURARAY) “auto cure adhesive system”	<b>Dentin treatment:</b>  <b>Clearfil SE Bond:</b> Active application of the primer for 20s and removal of excess with absorbent paper cone; evaporation of solvent with jet of air; application of adhesive (Bond), another jet of air for (3s) and removal of excess with absorbent paper cone; Light activation (10s);  <b>ED Primer:</b> After this, was one drop of “prime A” and one drop of “prime B” mixed and applied over the coat of Clearfil SE Bond. Next, the excess was removed with an absorbent paper cone.
	<b>PANAVIA F 2.0</b> (KURARAY) “dual resin cement”	<b>Post cementation:</b> Base and catalyzer pastes of the dual resin cement Panavia™ F 2.0 were mixed with spatula #24, and then inserted into the root canal with the aid of an insulin syringe. After the post was inserted into the canal the cement was light activated for 40s.
<b>CFP</b> (n=10)	<b>Clearfil SE Bond</b> (KURARAY) “photo cure adhesive system”	<b>Dentin treatment:</b>  <b>Clearfil SE Bond:</b> Active application of the primer for 20s and removal of excess with absorbent paper cone; evaporation of solvent with jet of air; application of adhesive (Bond), another jet of air for (3s) and removal of excess with absorbent paper cone; Light activation (10s);
	<b>PANAVIA F 2.0</b> (KURARAY) “dual resin cement”	<b>Post cementation:</b> Base and catalyzer pastes of the dual resin cement Panavia™ F 2.0 were mixed with spatula #24, and then inserted into the root canal with the aid of an insulin syringe. After the post was inserted into the canal the cement was light activated for 40s.

After 24h of luting procedures, the roots were sectioned transverse to their long axes, using a diamond disc (Isomet 1000, Buhler, Lake Bluff, IL, USA) at low speed under constant water cooling. The first cervical slice, approximately 2.0 mm thick, was discarded. Each slice was identified on the surface facing toward the cervical side with an indelible marker and different colors, according to the thirds: apical (blue), middle (red), and cervical (green). The slices were stored at 37°C for 24h in an environment with 100% relative humidity before the push-out test was performed.

The canal diameter and thickness of all the specimens were measured using a digital pachymeter (Starret 727 – Starret Indústria e Comércio Ltda – Itu, SP, Brazil). The apical face of each slice was placed on a platform with an orifice in the center, attached to a universal test machine (EMIC DL 500, São José dos Pinhais, PR, Brazil). The test was conducted at a speed of 0.5 mm/min, until the post was



displaced. The maximum load was recorded in Newton (N) and converted into Mega Pascal (MPa) by dividing the maximum load by the bond area, using the formula:  $A = 2\pi r \times \text{thickness}$ .

Statistical analysis of the data obtained in the push-out test was performed according to an entirely casual split-plot design, in which the factor under study was the cements and the parcel, the root third, and Tukey's test was applied.

Eighteen roots, three for each group, were used to evaluate nanoleakage in specimens prepared according to the experimental groups as described in Figure 2. Ammoniacal silver nitrate was prepared according to the protocol described by Tay et al (15). The SEM (scanning electronic microscopy) images of the specimens infiltrated with ammoniacal silver nitrate were analyzed using the program "Image J" to measure the bond interface and calculate the percentage of area infiltrated by silver nitrate.

In the "Image J" program, after the image to be analyzed was opened, the scale was selected for use in the readout in micrometers ( $\mu\text{m}$ ). After this, the color setting "Edit/Options/Colors" was selected, and the background color was altered to black. After delimitation of the area to be analyzed (adhesive interface) using the "polygon selections" tool, another tool, "Threshold," was used to visualize only the desired area in the image (infiltrate/nanoleakage). The next step was to analyze this new image with the tool "Analyse particles" to quantify the percentage area of nanoleakage. This ordinal datum is then separated and submitted to statistical analysis. Statistical analysis of the data obtained in the nanoleakage test was performed according to an entirely casual split-plot design, in which the factor under study was the cements and the plot, the root third, and Tukey's test was applied.

To evaluate the influence of 2% chlorhexidine digluconate on bond strength (push-out) of the self-adhesive cements used in this study, two other groups were formed: 2% chlorhexidine + RelyX Unicem (**UNX**), and 2% chlorhexidine + RelyX U100 (**UCX**) with 10 roots in each ( $n=10$ ). The roots were prepared as previously described, and the root canal was irrigated with 2% chlorhexidine digluconate

solution for 1 min (9). The excess solution was completely removed with absorbent paper cones, and the root canal was washed by 60 seconds with distilled water and dried with absorbent paper cones. To observe the adhesive bond quality (nanoleakage) achieved with these cements, three roots were prepared for each group (**UNX and UCX**). Next, cementation of the glass fiber post was performed with the self-adhesive resin cements. Then the bond strength (push-out) and nanoleakage of these two groups were compared with those achieved by the **UNC** and **UCE** groups, which did not involve the use of chlorhexidine.

## RESULTS

### Push-out Bond Strength

Exploratory data analysis (Proc lab of the SAS program) pointed out problems of heterogeneity of variance and scale. Thus, the data were raised to the power of 0.4, which corrected the problems.

Analysis of variance showed that there was a statistically significant effect for the factor cement, for the third, and for the interaction cement x plot. Therefore, the Tukey's test was applied for the interaction. The result is shown in Table 1.

Table 1: Result of the push-out test for the fixation systems considering the thirds of the root (transformed data).

Thirds	Cements/Cementation Techniques					
	UNC	UCE	ASR	SBR	CEP	CFP
C	2.46 aAB	2.48 aAB	2.95 aA	2.21 aB	2.56 aAB	2.63 aAB
M	2.34 aB	2.66 aAB	3.10 aA	2.52 aAB	2.19 aB	2.27 abB
A	2.60 aA	2.63 aA	2.78 aA	2.32 aA	2.18 aA	1.68 bB

\*\*Equal lower case letters in the column indicate statistical similarity, and equal capital letters on the line indicate statistical similarity. UNC (Unicem); UCE (U100); ASR (Scotchbond Multipurpose chemical cure + RelyX ARC); SBR (Scotchbond Multipurpose physical cure + RelyX ARC); CEP (Clearfil SE Bond + ED Prime + Panavia F); CFP (Clearfil SE Bond + Panavia F).

The results showed that the cements presented no statistically significant difference among the root thirds, with the exception of system **CFP**, in which the apical third presented a mean with a statistically significant difference for the cervical third. When the behavior of the fixation systems in the different root thirds was analyzed, it was observed that in the apical third, **CFP** presented a lower mean with significant difference from the cervical third. In the middle third, the highest mean was shown for the system **ASR**, which differed significantly from the systems **CEP**, **CFP**, and **UNC**, but did not differ significantly from the systems **SBR** and **UCE**. In the cervical third, the lowest mean was shown for **SBR** with a statistical difference from **ASR**, not differing from the other groups.

#### **Push-out test for Chlorhexidine.**

The results of the analysis of variance showed that only the factor chlorhexidine was significant, and there was no statistically significant effect for the other factors. Therefore, Tukey's test was applied for this factor and point out that the use of chlorhexidine as an irrigant solution in the root canal reduced the push-out strength of self-adhesive cements.

#### **Nanoleakage Evaluation.**

Exploratory analysis of the data (Proc lab of the SAS program) pointed out no problems. Thus, the analysis of variance test was performed. Analysis of variance showed that there was a statistically significant effect for the factor cement and for the interaction cement x plot. Therefore, Tukey's test was applied. The result is presented in Table 2.

Table 2: Result of the nanoleakage test for the fixation systems considering the root thirds (original data).

Thirds	Cements/Cementation Techniques					
	UNC	UCE	ASR	SBR	CEP	CFP
C	23.26 aA	13.32 aA	17.56 aA	21.85 aA	17.52 aA	23.64 aA
M	21.07 aA	15.79 aA	15.49 aA	20.88 aA	24.09 aA	23.02 aA
A	20.43 aA	16.43 aA	12.23 aA	20.42 aA	22.65 aA	31.11 bB

\*\*Equal lower case letters in the column indicate statistical similarity, and equal capital letters on the line indicate statistical similarity. UNC (Unicem); UCE (U100); ASR (Scotchbond Multipurpose chemical cure + RelyX ARC); SBR (Scotchbond Multipurpose physical cure + RelyX ARC); CEP (Clearfil SE Bond + ED Prime + Panavia F); CFP (Clearfil SE Bond + Panavia F).

The **CFP** group presented greater nanoleakage in the apical third with statistically significant difference from the middle and cervical thirds, and also for the other systems in the apical third (Figures 1 and 2).

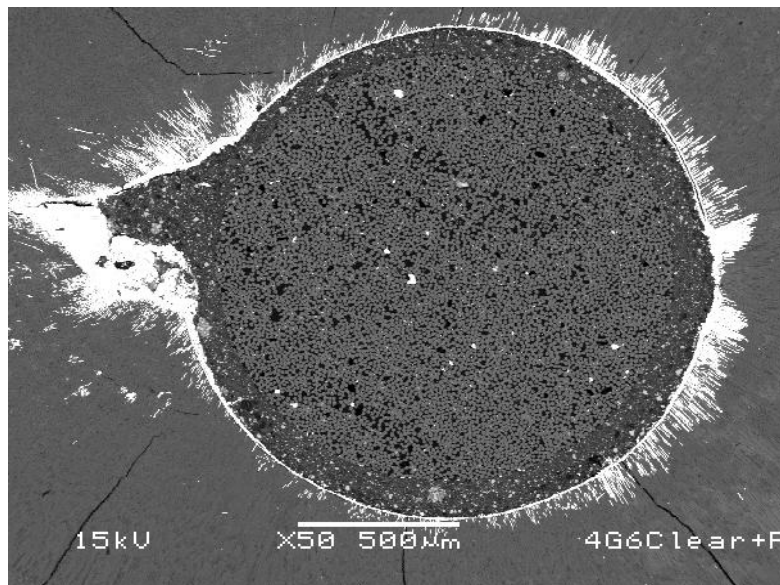


Figure 1: The image shows large quantity of nanoleakage (in white), which can be observed throughout almost the entire adhesive interface (Clearfil SE Bond/apical third) of a specimen from CFP.

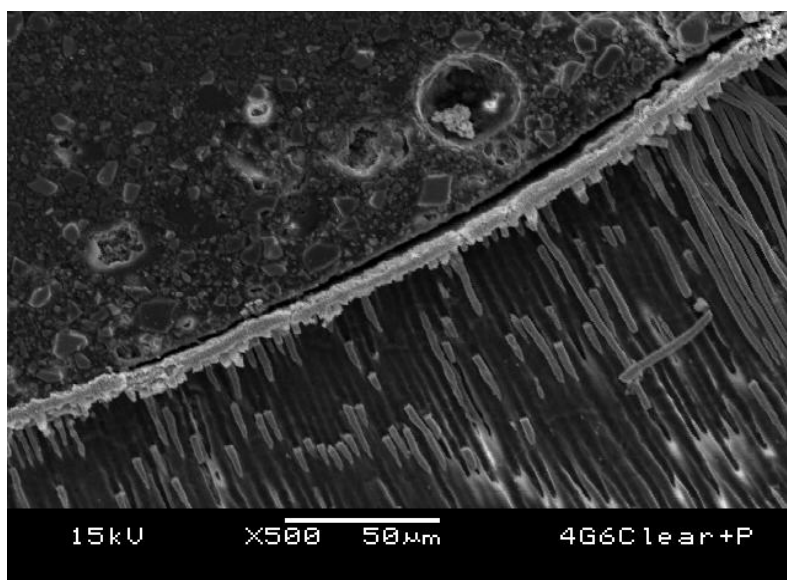


Figure 2: In the image can be observed that the hybrid layer is extensively infiltrated by silver (H<sub>1</sub>) with the formation of extremely short resin tags.

The resin tags formed inside the dentinal tubule by this self-etching adhesive system (Clearfil SE Bond) were short and/or not very pronounced (Figure 2). On the other hand, a lower nanoleakage mean was achieved by the specimens in **ASR** group (Scotchbond Multipurpose with activator) in the apical third (Figure 3), which did not differ significantly from the other remaining groups.

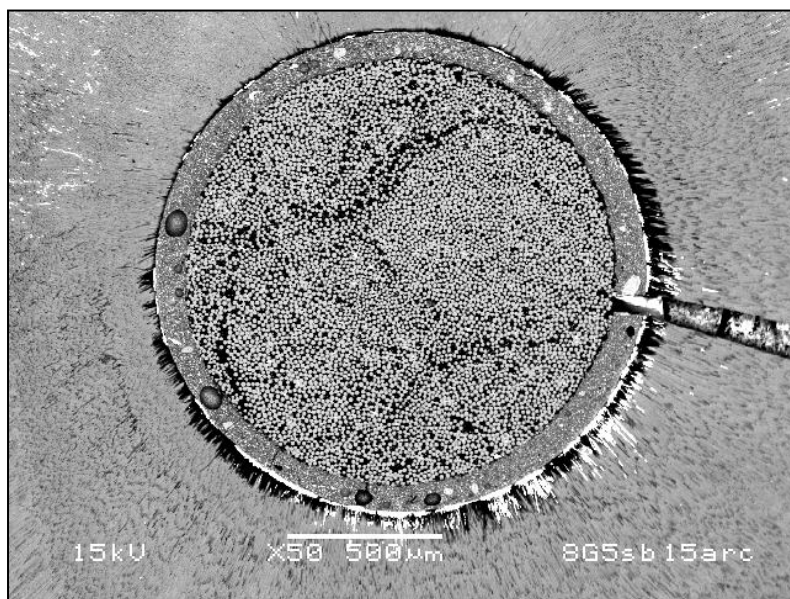


Figure 3: In the SEM image (50X) low nanoleakage can be observed in the specimen of the apical third of Group ASR.

In **ASR** group, it is possible to observe the extensive resin tags formation inside the dentinal tubules (Figure 4 and 5).

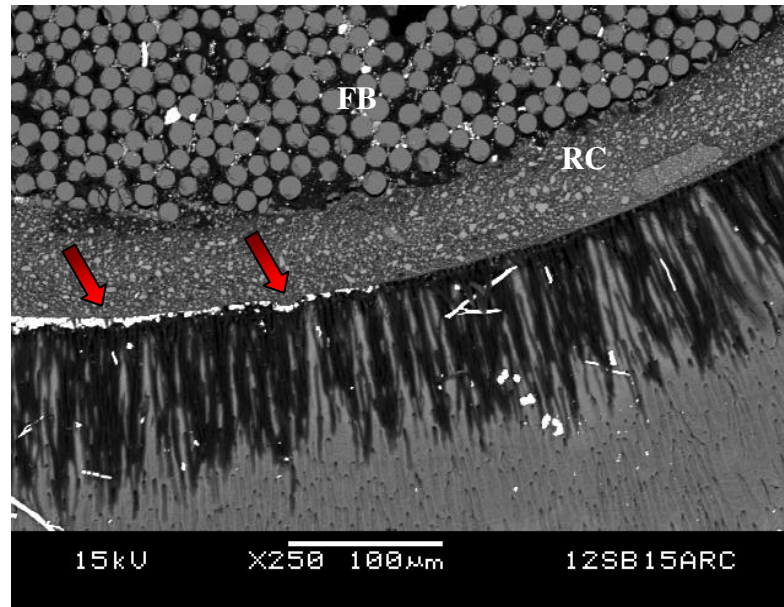


Figure 4: Image at 250X approximation showing (red arrow) zone of nanoleakage by silver (opaque stains) in the hybrid layer of a specimen from Group ASR (middle third); **FB** - indicates the glass fibers from the post cut transversely; **RC** - dual resin cement layer (RelyX ARC).

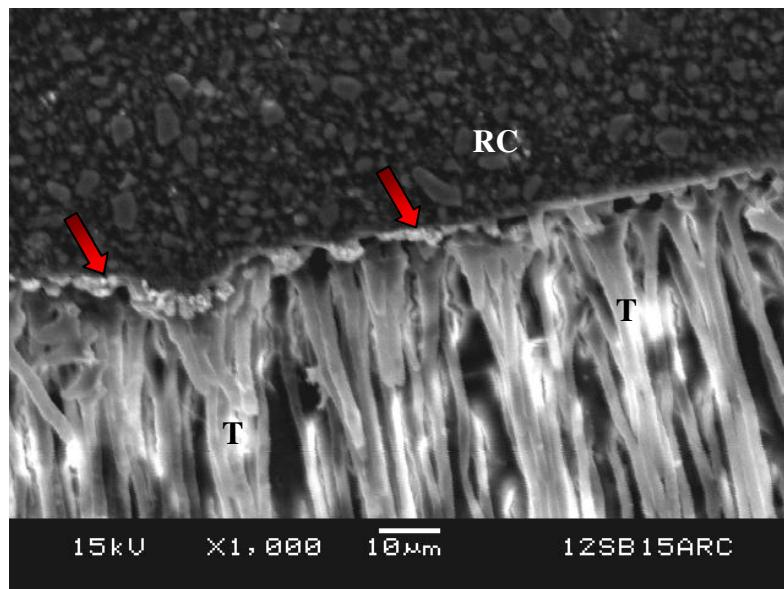


Figure 5: Image in SEI mode at 1000X approximation of the adhesive interface in the middle third of a specimen from ASR; Red arrow shows presence of silver (opaque point) within the hybrid layer; **T** - formation of extensive resin tags.

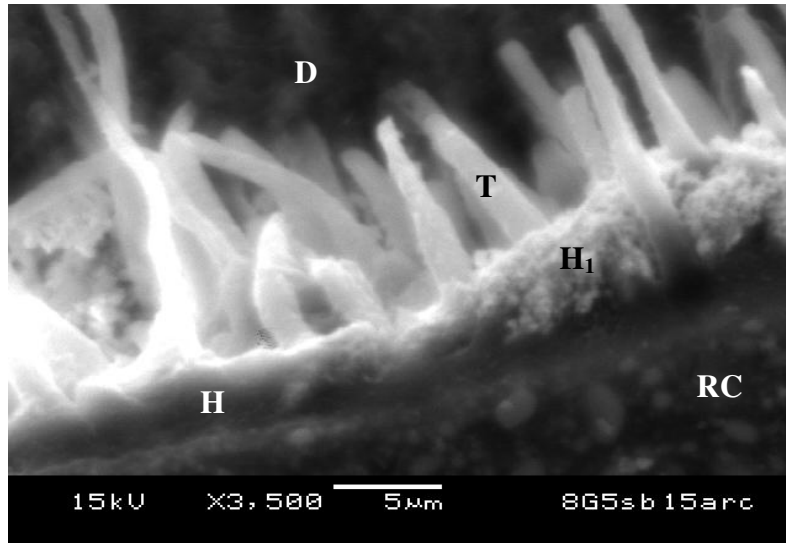


Figure 6: Image in SEI mode (3.500X) showing: H – Hybrid layer; H<sub>1</sub> – Hybrid layer with silver nanoleakage; T- resin tags formed by the adhesive system (ASR); RC- resin cement RelyX ARC; D – root dentin.

In the specimens of the self-adhesive cement groups (**UNC** and **UCE**), the scanning electron microscopy (SEM) images showed no formation of a hybrid layer at the adhesive interface of these cements (Figure 7). When root canal irrigation with chlorhexidine was performed (**UNX** and **UCX**), there was also no formation of hybrid layer. In addition, all the specimens of self-adhesive cement presented nanoleakage (Figure 8, 9 and 10).

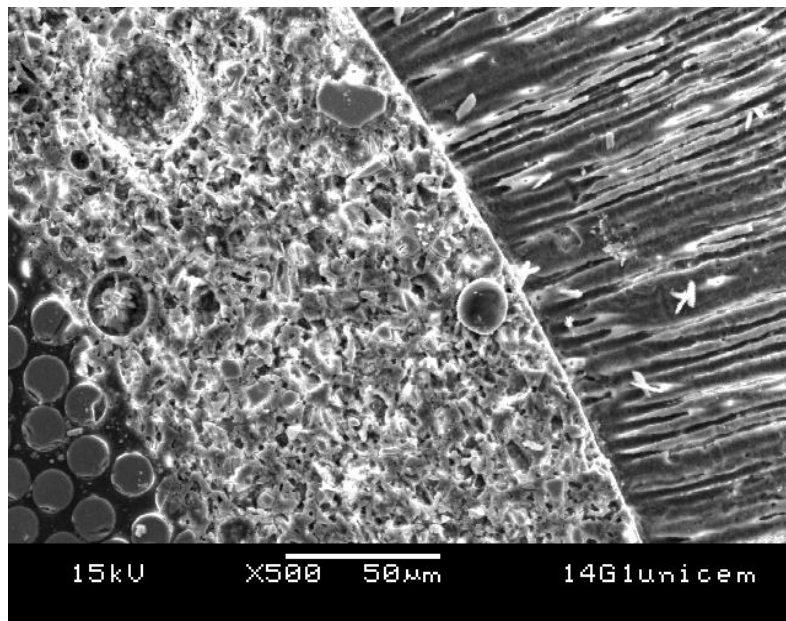


Figure 7: Image in SEI mode at 500X showing the adhesive interface in the cervical third of a specimen from UNC (Unicem). No presence of a hybrid layer and silver deposition.

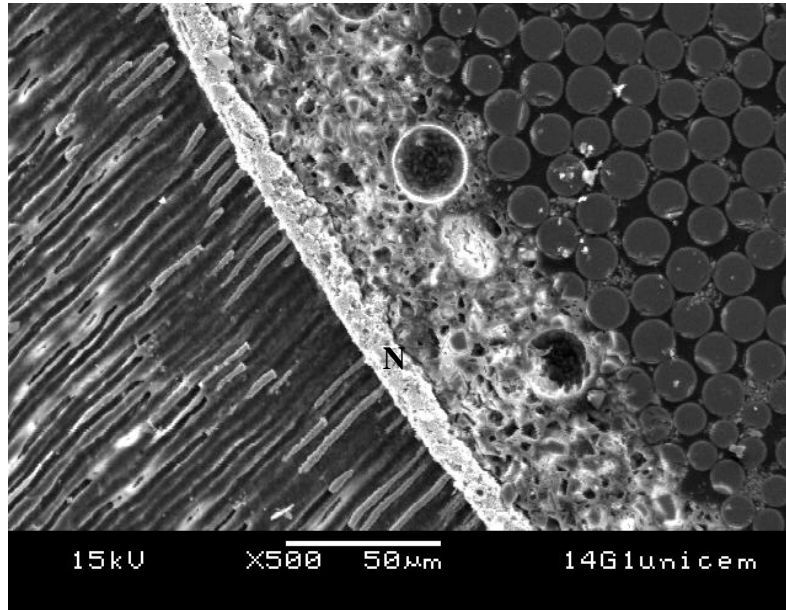


Figure 8: Image in SEI mode at 500X of the adhesive interface in the cervical third of the same specimen presented in figure 7 (14G1unicem), but showing another area of the specimen; **N** - nanoleakage occurring throughout the adhesive interface.

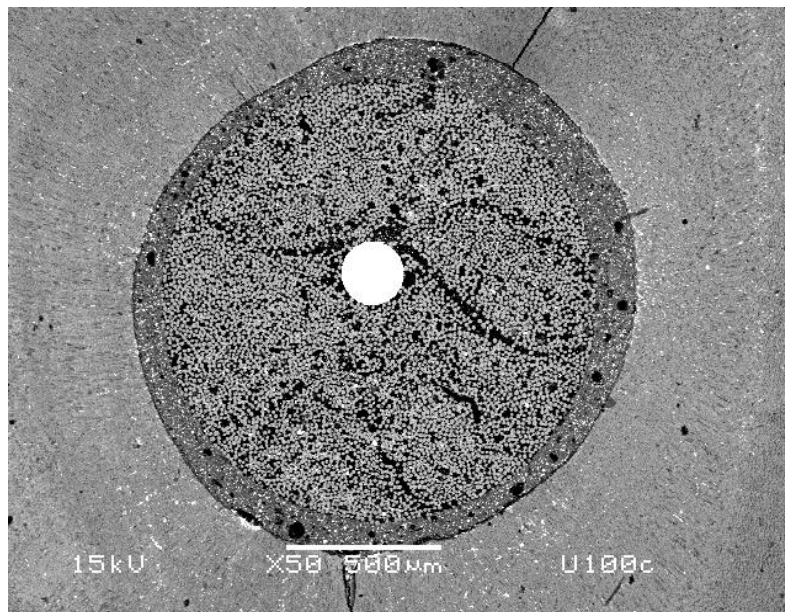


Figure 9: Image showing a very low silver infiltration by the self-adhesive cements RelyX U100 (3M/ESPEP).



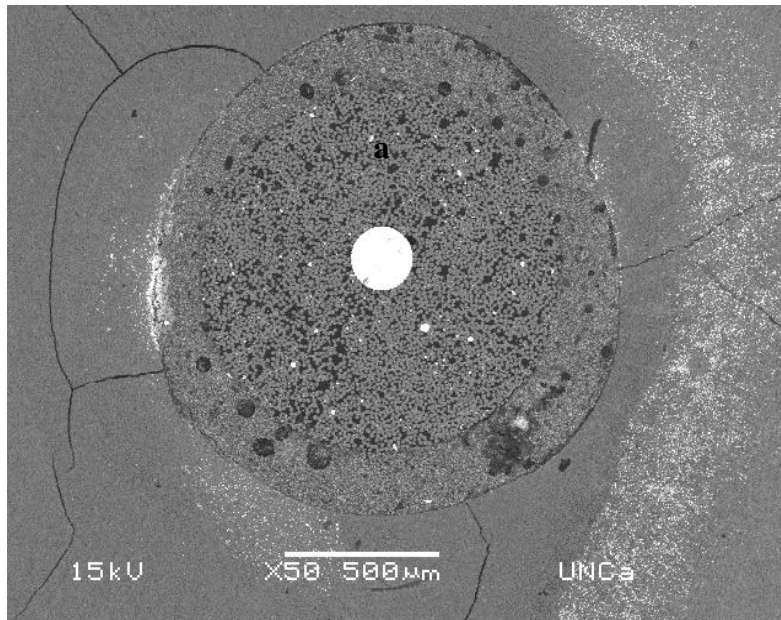


Figure 10: Image showing a very low silver infiltration by the self-adhesive cements RelyX Unicem (3M/ESPE).

## DISCUSSION

The results in this study showed that the association between root etching and chemically activated adhesive system (ASR) achieved the highest bond strength values. The use of chemical activator improved the bond strength compared to those without activator (SBR). This was especially important in the cervical third, in which these systems presented statistically significant differences among them.

These results may be explained by the use of acid etching, separately from the adhesive, which removes the thick smear layer from the root dentin surface and entrances of dentinal tubules, allowing more effective micromechanical retention of the adhesive system (16, 17), and by the capacity of these chemically activated adhesive systems to promote a thick hybrid layer, in addition to forming long resin tags in the tubules opened by acid etching (18, 19). A better quality of hybrid layer can also be achieved by the results of nanoleakage that could be observed for the group ASR and long resin tags in the dentinal tubules (Figure 4), in addition to a

thick hybrid layer (Figure 5). Some authors have reported that there is a significant positive correlation between the formation of resin tags and the quality of the hybrid layer (20, 21).

The self-etching system Clearfil SE Bond in the apical third without chemical activator (**CFP**) obtained the lowest bond strength and greatest nanoleakage, differing statistically from all the other groups. These results may be attributed to lack of polymerization of the hydrophobic layer (Bond) of Clearfil SE Bond, by the activation light (22, 23). Thus, self-etching adhesive systems form an extremely thin hybrid layer with short resin tags (24), as demonstrated by the scanning images (Figure 2). This generates a large quantity of unpolymerized acidic monomers, due to inhibition by oxygen on the surface (22). These unpolymerized monomers may react with the amine of the chemical or dual-cured composites, inhibiting polymerization of the resin cement (8).

Another possible explanation for the weak performance achieved with the self-etching systems is their moderate pH ( $\cong 2.0$ ), since the intraradicular dentin structure has more sclerosis than the tooth crown dentin; the root dentin sclerosis and moderate pH diminished the penetration and consequently the bond of these adhesives in the root canal (4). Another aspect to consider is that during mechanical preparation of the root canal for the post, a thick layer of dentinal debris is produced, which reduces the adhesive capacity of self-etching adhesive to demineralize the subjacent dentin, resulting in lower bond strength (25, 26). The results of CEP and CFP groups indicate the need to use a chemical catalyst for the self-etching adhesive systems. In the apical third, in which the light had trouble activating the adhesive, the use of chemical activator (ED Prime) allowed a higher degree of conversion. This result is evidenced by the results of nanoleakage in the apical third, in which use of the catalyst ED Prime resulted in lower rate nanoleakage.

The second hypothesis of this study was partially accepted because the self-adhesive resin cements presented significant differences only in the apical third compared to the CFP group and in the middle third when UNC was compared to

ASR group. The self-adhesive resin cements evaluated in this study presented no significant difference in bond among the root thirds; in other words, the bond occurred in a uniform manner throughout the entire extension of the canal, with good adhesive bond strength means being obtained even in the deeper regions of the root. This can be explained by the difference in the bond mechanism of these cements, in which there is no hybrid layer formation, since they are not capable of producing a demineralization/infiltration zone (16, 27, 28). Due to its moderate acidity ( $\text{pH} \approx 2.1$ ), the smear layer does not completely dissolve (29), establishing a mechanism of adhesion to the dentinal tissue, which occurs by means of micromechanical interlocking and chemical adhesion to the hydroxyapatite of the tooth (9, 30, 31). This can be confirmed by observing the images in which the hybrid layer was not observed.

Previous studies have shown that the hybrid layer integrity of traditional adhesive systems, pretreated with chlorhexidine before adhesive procedures, could be preserved for a prolonged period of time (32-37). Chlorhexidine has both an antibacterial effect and an effect of inhibiting the action of metalloproteinase enzymes (MMP) found within dentin. These MMP's become activated when dentin is acid-etched and slowly degrade the hybrid layer over time (32, 37). In this context, chlorhexidine has been recommended during adhesive procedures to reduce the collagen degradation, such as canal irrigating solution, decreasing considerably the microbial viability into the canal (36, 37).

Therefore, the hypothesis that chlorhexidine would not affect the bond of self-adhesive cements was also investigated and rejected, because the bond strength of these cements was reduced when a 2% chlorhexidine solution was used to irrigate the root canal. Nevertheless, although self-adhesive cements are classified as resin cements, they have a peculiar mode of adhesion that does not depend on the hybrid layer. These cements promote adhesion to the dentin substrate through a chelation reaction of hydroxyapatite (31). Therefore, chlorhexidine appears to interfere in this chemical reaction (14).

Despite the limitations of this study, it could be established that the etch-and-rinse adhesive cementation technique, with the use of acid etching and chemically activated adhesive, was the most effective for luting of glass fiber posts, in spite of taking more clinical time. However, the greatest number of clinical steps might favor the occurrence of errors, so the self-adhesive cements can be an interesting alternative for luting of intracanal posts, since chlorhexidine has not been used in biomechanical preparation of root canal.

## **CONCLUSION**

Within the limitations of this study, it was possible to conclude that:

- the best results among all the cementation techniques evaluated, both as to bond strength and nanoleakage, were found when the conventional adhesive system with chemical activator of the setting reaction was used;
- the self-etching adhesive system obtained the worst bond strength and nanoleakage results in the apical third, with significant improvement when a chemical activation agent was used;
- the self-adhesive resin cements presented uniform behavior throughout the entire extension of the root canal, achieving good bond strength results; and
- the use of chlorhexidine as root canal irrigant solution reduced the bond strength of the self-adhesive cements.

## **ACKNOWLEDGMENTS**

The authors are indebted to Adriano Luís Martins for technical scanning electron microscopy support.

## REFERENCES

1. 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(4): 353-61.
2. Mallmann A, Jacques LB, Valandro LF, Muench A. Microtensile Bond strength of photoactivated and autopolymerized adhesive systems to root dentin using translucent and opaque fiber-reinforced composite posts. *J Prosthet Dent* 2007; 97(3): 165-172.
3. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Cury AH, Coniglio I, Vulicevic ZR, Garcia-Godoy F, Ferrari M. The effect of sandblasting on adhesion of a dual-cured resin composite to methacrylic fiber posts: Microtensile bond strength and SEM evaluation. *J Dent* 2007; 35(6): 496-502.
4. Zhang L, Huang L, Xliong Y, Fang M, Chen J-H, Ferrari M. Effect of post-space treatment on retention of fiber posts in different root regions using two self-etching systems. *Eur J Oral Sci* 2008; 116(3): 280-286.
5. Bouillaguet S, Troesch S, Wataha JC, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH. Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. *Dent Mater* 2003; 19(3): 199-205.
6. Tay FR, Loushine RJ, Lambrechts P, Weller RN, Pashley DH. Geometric factors affecting dentin bonding in root canals: a theoretical modeling approach. *J Endod* 2005; 31(8): 584-589.
7. Yodas O, Alaçam T. Microhardness of composites in simulated root canals cured with light transmitting post and glass-fiber reinforced composite posts. *J Endod* 2005; 31(2): 104-106.
8. Pereira PC, Melo RM, Chaves C, Galhano GA, Bottino MA, Balducci I. The adhesive system and root canal region do not influence the degree of conversion of dual resin cement. *J Appl Oral Sci* 2010; 18(5): 477-481.

9. Mumcu E, Erdemir U, Topcu FT. Comparison of micro push-out strengths of two fiber posts luted using simplified adhesive approaches. *Dent Mater J* 2010; 29(3): 286-296.
10. Wang VJ, Chen YM, Yip KH, Smales RJ, Meng QF, Chen L. Effect of two fiber post types and two luting cements systems on regional post retention using the push-out test. *Dent Mater* 2008; 24(3) 372-377.
11. Nakajima M, Kanemura N, Pereira PN, Tagami J, Pashley DH. Comparative microtensile bond strength and SEM analysis of bonding to wet and dry dentin. *Am J Dent* 2000; 13(6): 324-328.
12. Reis A, Giannini M, Pereira PNR. Long-term analysis of the nanoleakage patterns in resin-dentin interfaces produced by different bonding strategies. *Dent Mater* 2007; 23(9): 1164-1172.
13. Zicari F, Coutinho E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater* 2008; 24(7): 967-977.
14. Hiraishi N, Yiu CKY, King NM, Tay FR. Effect of 2% chlorhexidine on dentin microtensile bond strengths and nanoleakage of luting cements. *J Dent* 2009; 37(6): 440-448.
15. Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent Res* 2002; 81(7): 472-476.
16. Goracci C, Sadek FT, Fabianelli A, Tay FR, Ferrari M. Evaluation of the adhesion of fiber post to intraradicular dentin. *Oper Dent* 2005; 30(5): 627-635.
17. Dimitrouli M, Günay H, Geurtsen W, Lühns A-K. Push-out strength of fiber posts depending on the type of root canal filling and resin cement. *Clin Oral Investig* 2010; 15(2): 273-281.
18. Mallmann A, Jacques LB, Valandro LF, Mathias P, Muench A. Microtensile bond strength of light-and-self-cured adhesive systems to intraradicular dentin using a translucent fiber post. *Oper Dent* 2005; 30(4): 500-506.

19. Boff LL, Grossi ML, Prates LH, Brunnett LH Jr, Shinkai RS. Effect of the activation mode of post adhesive cementation on push-out bond strength to root canal dentin. *Quintessence Int.* 2007; 38(5): 387-394.
20. Mannocci F, Pileck P, Bertelli E, Watson TF. Density of dentinal tubules affects the tensile strength of root dentin. *Dent Mater* 2004; 20(3): 293-296.
21. Ding PGF, Wolff D, Pioch T, Staehle HJ, Dannewitz B. Relationship between microtensile bond strength and nanoleakage at the composite-dentin interface. *Dent Mater* 2009; 25(1): 135-141.
22. Suh BI, Feng L, Pashley DH, Tay FR. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and self-cured or dual cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. *J Adhes Dent* 2003; 5(4): 267-282.
23. Cheong C, King NM, Pashley DH, Ferrari M, Toledano M, Tay FR. Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/dual-cured composites: two-step vs one-step systems. *Oper Dent* 2003; 28(6): 747-755.
24. Reis A, Grande RHM, Oliveira GMS, Lopes GC, Loguercio AD. A 2-year evaluation of moisture on microtensile bond strength and nanoleakage. *Dent Mater* 2007; 23(7): 862-870.
25. Mjör IA, Smith MR, Ferrari M, Mannocci F. The structure of dentine in the apical region of human teeth. *Int Endod J* 2001; 34(5): 346-353.
26. Oliveira SS, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW Jr. The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs. a total etch system. *Dent Mater* 2003; 19(8): 758-767.
27. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidicico MC, Mjör IA. Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. *Am J Dent* 2000; 13(5): 255-260.

28. Monticelli F, Osorio R, Mazzitelli C, Ferrari M, Toledano M. Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements into dentin. *J Dent Res* 2008; 87(10): 974-979.
29. Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Ferrari M, Osorio R. Dentin treatment effects on the bonding performance of self-adhesive resin cements. *Eur J Oral Sci* 2010; 118(1): 80-86.
30. De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater* 2004; 20(10): 963-971.
31. Gerth HUV, Dammaschke T, Züchner H, Schäfer E. Chemical analysis and bonding of RelyX Unicem and Bifix composites – A comparative study. *Dent Mater* 2006; 22(10): 934-941.
32. Gendron R, Grenier D, Sorsa T, Mayrand D. Inhibition of the activities of matrix metalloproteinases 2, 8 and 9 by chlorhexidine. *Clinical and Diagnostic Laboratory Immunology* 1999; 6(3): 437-439.
33. 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(3): 216-221.
34. Hebling J, Pashley DH, Tjäderhane L, Tay FR. Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo. *J Dent Res* 2005; 84(8): 741-746.
35. Carrilho MR, Geraldeli S, Tay F, de Góes MF, Carvalho RM, Tjäderhane L, et al. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res* 2007; 86(6): 529-533.
36. Brackett MG, Tay FR, Brackett WW, Dib FA, Mai S, Pashley DH. In vivo chlorhexidine stabilization of hybrid layers of an acetone-based dentin adhesive. *Oper Dent* 2009; 34(4): 379-383.
37. Cecchin D, de Almeida JFA, Gomes BPF, Zaia AA, Ferraz CCR. Effect of chlorhexidine and ethanol on the durability of the adhesion of the fiber



post relined with resin composite to the root canal. J Endod 2011; 37(5): 678-683.

## **CONCLUSÃO**

Os dados obtidos pelo presente estudo permitiram concluir que os melhores resultados entre todas as técnicas avaliadas, tanto para resistência adesiva quanto para nanoinfiltração, foram encontrados quando o sistema adesivo multi-passos foi utilizado com o ativador químico da reação de presa. Além disso, os sistemas adesivos auto-condicionantes obtiveram os menores resultados de resistência adesiva e nanoinfiltração no terço apical da raiz, com uma significativa melhora quando o ativador químico foi usado.

Os cimentos auto-adesivos apresentaram comportamento uniforme em toda a extensão do canal radicular, alcançando bons resultados de resistência adesiva.

O uso da solução de digluconato de clorexidina 2% como solução irrigadora do canal reduziu a resistência adesiva dos cimentos auto-adesivos analisados neste estudo.

## REFERÊNCIAS

1. Basrani BR, Manek S, Fillery E. Using diazotization to characterize the effect of heat or sodium hypochlorite on 2.0% chlorhexidine. *J Endod* 2009; 35(9): 1296-1299.
2. Basrani BR, Manek S, Sodhi RNS, et al. Interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate. *J Endod* 2007; 33(8): 966-969.
3. Bui TB, Baumgarther JC, Mitchell JC. Evaluation of the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate and its effect on root dentin. *J Endod* 2008; 34(2): 181-185.
4. Cagidiaco M, Goracci C, Garcia-Godoy F, Ferrari M. Clinical Studies of fiber posts: a literature review. *Int J Prosthodont* 2008; 21(4): 328-336.
5. Dietschi D, Ardu S, Rossier-Gerber A, Krejci I. Adaptation of adhesive post and cores to dentin after in vitro occlusal loading: Evaluation of post material influence. *J Adhes Dent* 2006; 8(6): 409-419.
6. 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): 117-129.
7. Ercan E, Ozekinci T, Atakul F, Gul K. Antibacterial activity of 2% chlorhexidine gluconate and 5.25% sodium hypochlorite in infected root canal. *J Endod* 2004; 30(2): 84-87.
8. Eskitascioglu G, Belli S, Kalkan M. Evaluation of two post core systems using two different methods (fracture strength test and a finite elemental stress analysis). *J Endod* 2002; 28(9): 629-633.
9. Ferrari M, Cagidiaco MC, Goracci C, Vichi A, Mason PN, Radovic I, Tay F. Long term retrospective study of the clinical performance of fiber posts. *Am J Dent* 2007; 20(5): 287-291.
10. Gerth HUV, Dammaschke T, Züchner H, Schäfer E. Chemical analysis and bonding of RelyX Unicem and Bifix composites – A comparative study. *Dent Mater* 2006; 22(10): 934-941

11. Heling I, Chandler NP. Antimicrobial effect of irrigant combinations within dentinal tubules. *Int Endod J* 1998; 31(1): 8-14.
12. Krishnamurthy S, Sudhakaran S. Evaluation and preservation of the precipitate formed on interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine. *J Endod* 2010; 36(7): 1154-1157.
13. Kuruvilla JR, Kamath MP. Antimicrobial activity of 2.5% sodium hypochlorite and 0.2% chlorhexidine gluconate separately and combined, as endodontic irrigants. *J Endod* 1998; 24(7): 472-476.
14. Leonardo MR, Tanomaru Filho M, Silva LA, Nelson Filho P, Bonifacio KC, Ito IY. In vivo antimicrobial activity of 2% chlorhexidine used as a root canal irrigating solution. *J Endod* 1999; 25(3): 167-171.
15. Mazzoni A, Marchesi G, Caderano M, Mazzotti G, Di Lenarda, Ferrari M, Breschi L. Push-out stress for fiber posts luted using different adhesive strategies. *Eur J Oral Sci* 2009; 117(4): 447-453.
16. Monticelli F, Grandini S, Goracci C, Ferrari M. Clinical behavior of translucent-fiber posts: A 2-year prospective study. *Int J Prosthodont* 2003; 16(6): 593-596.
17. Pashley D, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay A. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater* 2011; 27(1): 1-16.
18. Radovic I, Mazzitelli C, Chieffi N, Ferrari M. Evaluation of the adhesion of fiber posts cemented using different adhesive approaches. *Eur J Oral Sci* 2008; 116(6): 557-563.
19. Rosenthal S, Spangberg L, Safavi K. Chlorhexidine substantivity in root canal dentin. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2004; 98(4): 488-492.
20. Schwartz RS, Adhesive dentistry and endodontics. Part 2: bonding in the root canal system-the promise and the problems: a review. *J Endod* 2006; 32(12): 1125-1134.

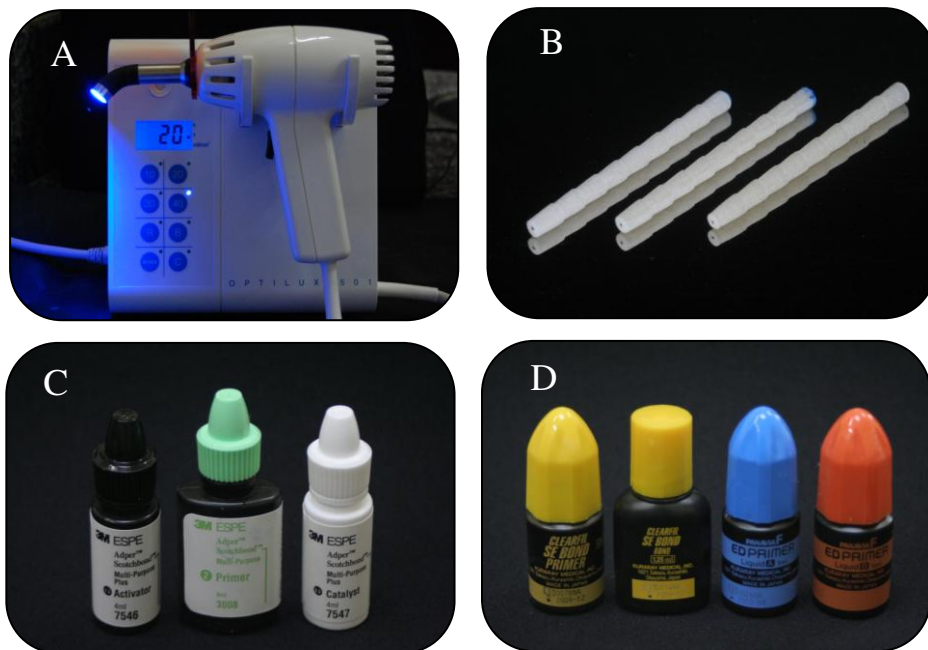
21. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater* 2011; 27(1): 17-28.
22. Valera MC, Chung A, Menezes MM, Fernandes CEF, Carvalho CAT, Camargo SEA, Camargo CHR. *Oral Surg Oral Med Pathol Oral Radiol Endod* 2010; 110(5): e82-e87.
23. Viotti RG, Kasaz A, Pena CE, Alexandre RS, Arrais CA, Reis AF. Microtensile Bond strength of new self-adhesive luting agents and conventional multistep systems. *J Prosthet Dent* 2009; 102(5): 306-312.
24. Vivacqua GN, Ferraz CC, Gomes BP, Zaia AA, Teixeira FB, Sousa Filho FJ. Influence of irrigants on the coronal microleakage of laterally condensed gutta-percha root fillings. *Int Endod J* 2002; 35(9): 791-795.

# APÊNDICE 1

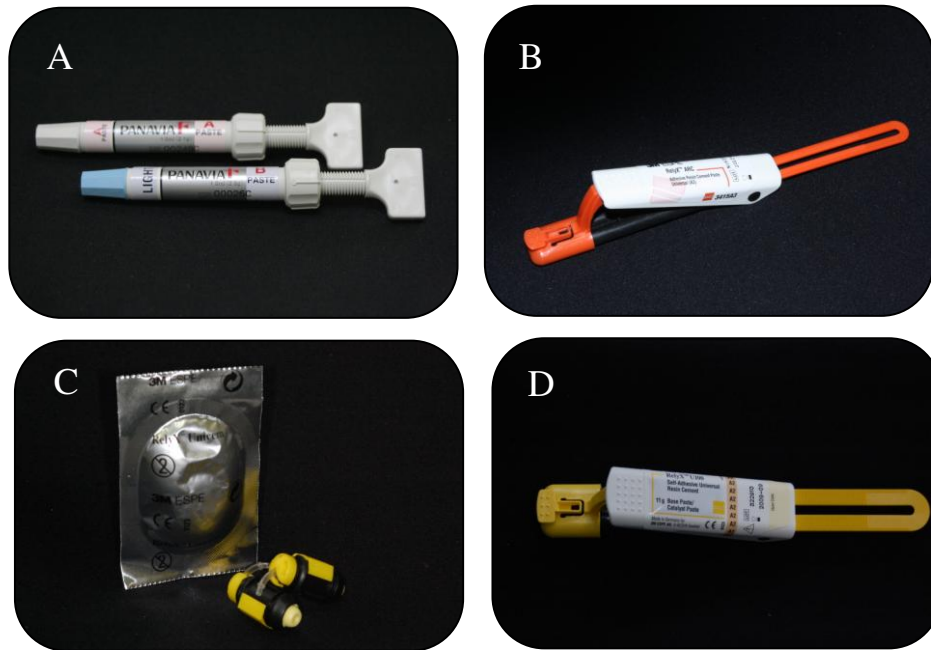
## METODOLOGIA ILUSTRADA

### 1- Materiais e Métodos

Para o desenvolvimento deste estudo foram utilizados um aparelho fotopolimerizador com lâmpada halógena Optilux 501/Demetron/Kerr, pinos de fibra de vidro (Reforpost, Ângelus, Londrina, PR, Brasil), os sistemas adesivos ScotchBond Multi-Usado Plus/3M-ESPE, Clearfil SE Bond/Kuraray, ED Prime/Kuraray (figura1 A,B,C e D), Foi utilizado ainda, os cimentos resinosos RelyX ARC/3M-ESPE, Panavia F 2.0/Kuraray, RelyX Unicem/3M-ESPE e RelyX U100/3M-ESPE (figura2 A,B,C e D).



**Figura 1.** **A** – Aparelho de foto ativação com luz halógena Optilux 501/Demetron/Kerr; **B** – Pino de fibra de vidro REFORPOST número 3 com 1,5mm de diâmetro; **C** – Sistema adesivo Scotch Bond Multi-uso Plus; **D** – Sistemas adesivos Clearfil SE Bond e ED PRIMER.



**Figura 2.** **A** – Cimento resinoso dual Panavia F 2.0; **B** – Cimento resinoso dual RelyX ARC; **C** – Cimento resinoso auto-adesivo RelyX Unicem; **D** – Cimento resinoso auto-adesivo RelyX U100.

## 1.1 Delineamento Experimental

As unidades experimentais: 98 raízes de incisivos bovinos.

Os fatores em estudo foram:

Sistemas de cimentação em seis níveis:

- ScotchBond Multi-uso Plus (3M/ESPE) polimerização química + cimento resinoso dual RelyX ARC (3M/ESPE); ScotchBond Multi-uso Plus polimerização física + RelyX ARC; Clearfil SE Bond (Kuraray) + cimento resinoso dual Panavia F 2.0 (Kuraray); Clearfil SE Bond + ED Primer (Kuraray) + Panavia F 2.0; cimento resinoso dual auto-adesivo RelyX Unicem (3M/ESPE); cimento resinoso dual auto-adesivo RelyX U100 (3M/ESPE) e;
- Terço radicular em três níveis: apical, médio e cervical.

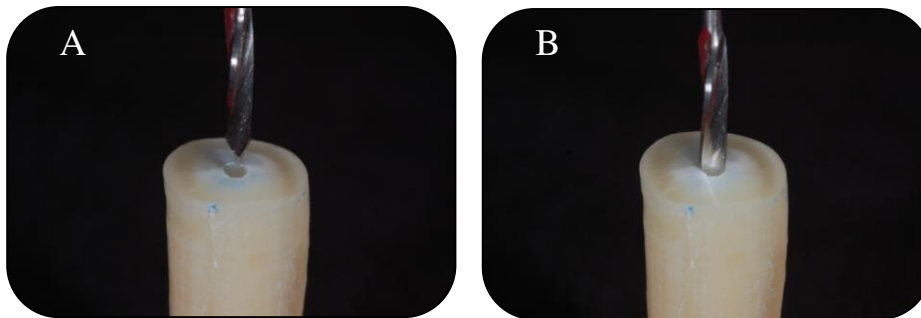
Variáveis de resposta:

- Resistência à microcislamento (push-out) em MPa;

- Nanoinfiltração em porcentagem (%).

## 2.1 Preparo das amostras

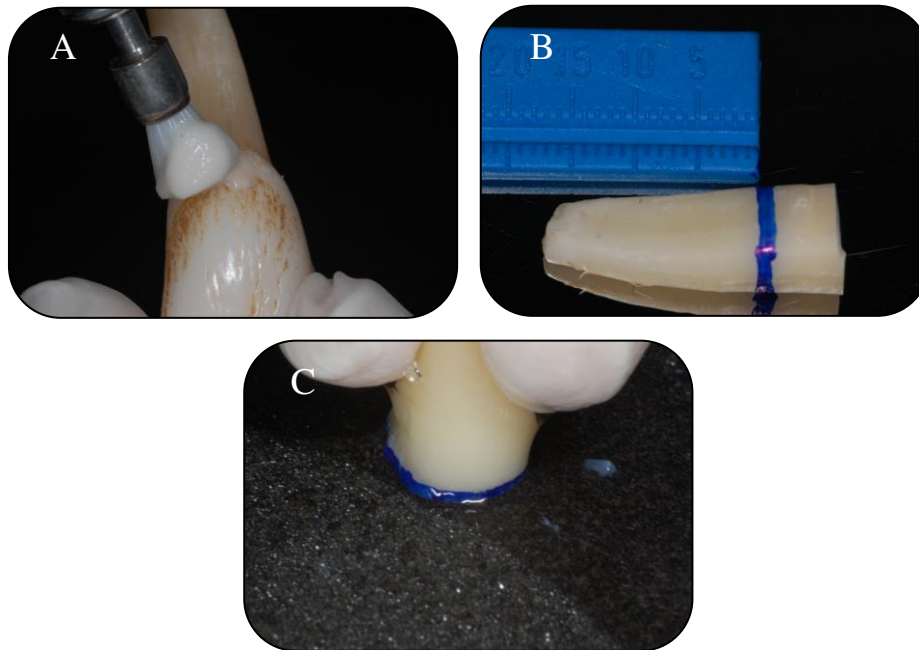
Foram selecionados 98 dentes bovinos, armazenados a 37°C em solução neutra de timol a 0,1%. Neste estudo as raízes selecionadas possuíam ápice completamente formado, sem curvatura radicular excessiva e diâmetro do canal menor que o diâmetro da broca Largo nº5. Raízes com defeitos de reabsorção e rachaduras foram excluídas do estudo.



**Figura 3.** **A** – Raiz com diâmetro do canal menor que o diâmetro da broca Largo nº5; **B** – Broca Largo nº5 posicionada para início do preparo radicular.

Os dentes foram limpos e armazenados em água destilada até o início da pesquisa. Posteriormente, a coroa de cada dente foi removida abaixo da junção cimento/esmalte (JCE), usando-se um disco diamantado em baixa velocidade (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) sob resfriamento com água. Para padronizar o comprimento do canal radicular para esta pesquisa, as raízes foram cortadas em 17.0 mm de comprimento (Figura 4A-D).

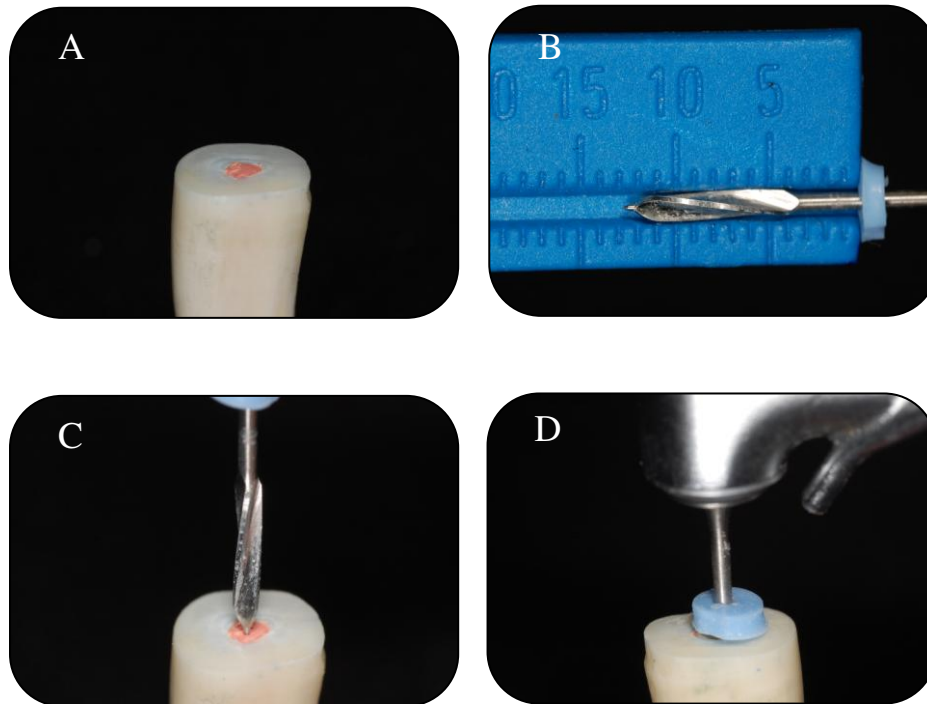




**Figura 4.** **A** – Profilaxia dos dentes com escova de Robinson e pasta profilática; **B** – Raiz seccionada da coroa e padronização do comprimento em 17,0mm; **C** - Desgaste radicular com lixa de carbeto de silício de granulação 600.

## 2.2 Preparo radicular para cimentação dos pinos.

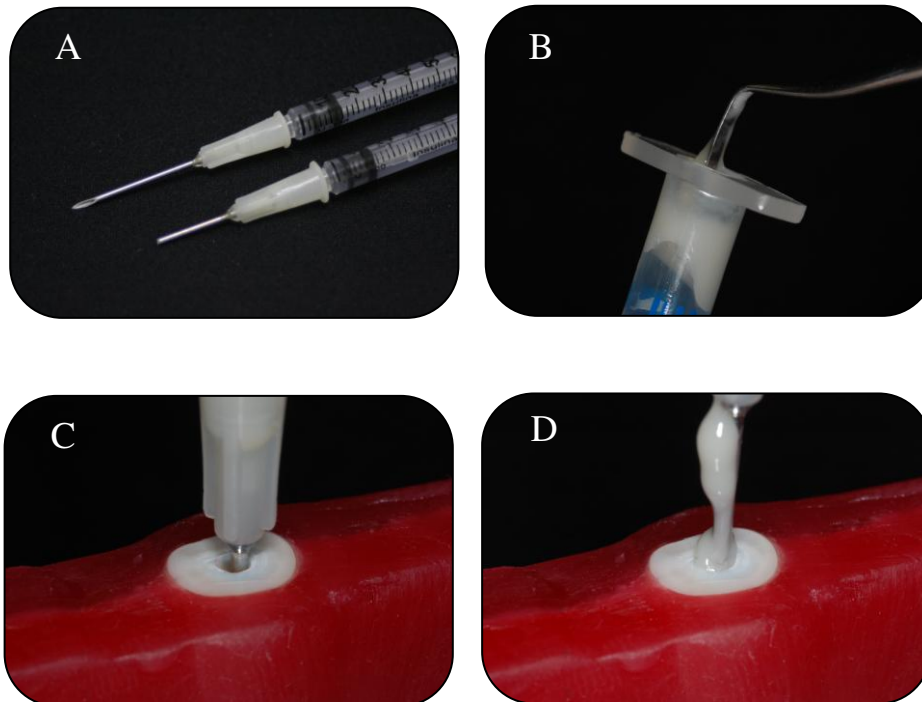
Em seguida, as raízes receberam instrumentação endodôntica com lima n°35 no terço apical (Maillefer, Ballaigues, Switzerland) para um comprimento de trabalho de 1.0 mm aquém do ápice. Limas K de aço inoxidável (Union Broach, New York City, NY, USA) e brocas Gates-Glidden (tamanhos de 3 a 5; Union Broach) foram utilizadas no preparo radicular. Irrigação com água destilada foi realizada durante alargamento do canal radicular e também após cada mudança de lima e/ou broca. Ao término, o canal foi lavado com água destilada, seco com cones de papel (Dentsply-Maillefer, Ballaigues, Switzerland), e obturado com cones de guta-percha (Dentsply-Maillefer). Para o preparo do espaço endodôntico, o excesso de guta-percha foi removido com brocas Largo n°4 e n°5 (Figura 5A-D), em sequência. Selamento apical mínimo de 5.0 mm de guta-percha foi deixado no terço apical do canal radicular.



**Figura 5.** **A** – Canal endodôntico obturado com guta-percha; **B** – Marcação da profundidade (12,0 mm) de desobturação do canal em régua milimetrada; **C** – Broca Largo nº4 posicionada na entrada do canal; **D** – Alcance da profundidade desejada indicada pelo posicionamento do cursor (azul) em contato com a raiz.

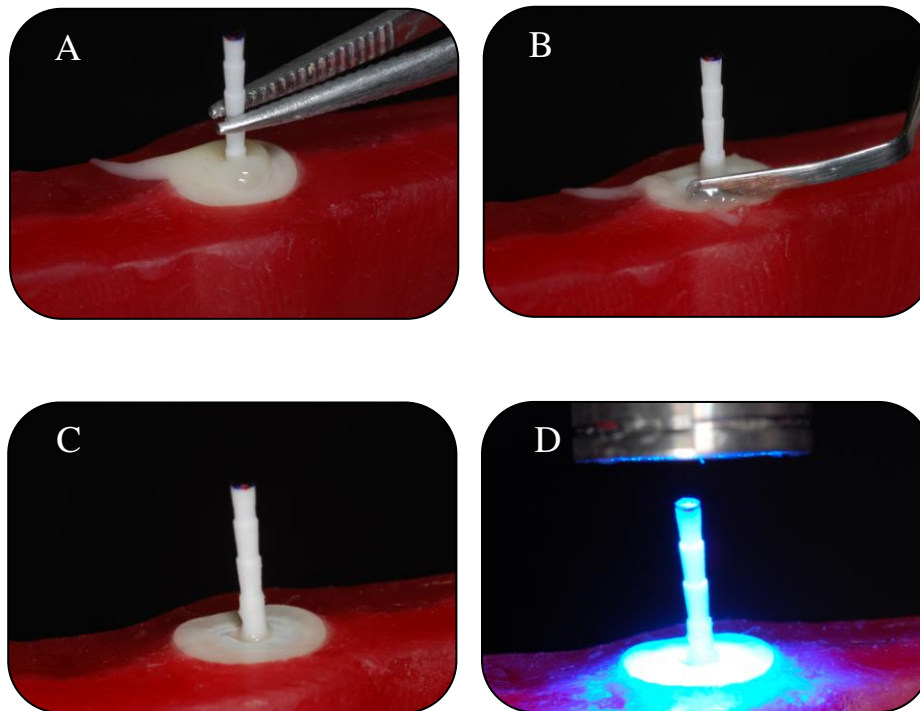
### 2.3 Procedimentos de Cimentação

Para todos os grupos, os cimentos resinosos utilizados neste estudo, após sua manipulação, foram inseridos no canal radicular com auxílio de uma seringa de insulina, a qual tinha acoplada uma agulha de tamanho 19G. O uso da seringa de insulina objetivou evitar a formação de bolhas de ar no interior do conduto após o preenchimento com o cimento (Figura 6).



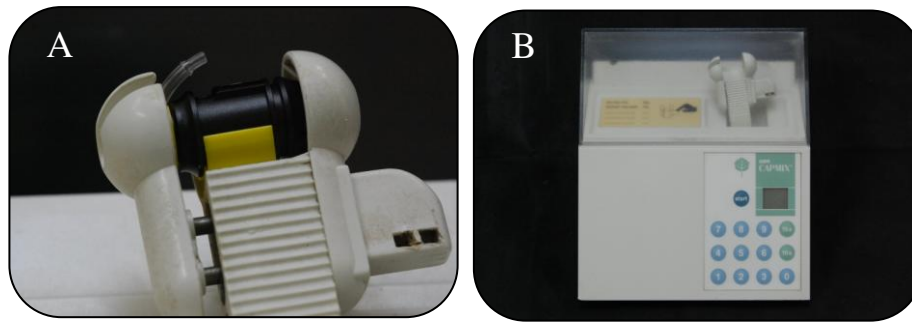
**Figura 6.** **A** – Seringa de insulina (remoção do bisel para permitir melhor adaptação da agulha no conduto radicular); **B** - Inserção do cimento na seringa de insulina; **C** – Adaptação da agulha no interior do canal; **D** – Inserção do cimento dentro do canal com auxílio da seringa para evitar a formação de bolhas.

Todos os cimentos resinosos utilizados neste estudo foram misturados e manipulados de acordo com as recomendações de seu respectivos fabricantes. Os pinos de fibra de vidro (Reforpost, Angelus, Londrina, PR, Brasil) com 1.5 mm de diâmetro, utilizados em todos os grupos de estudo foram cimentados e polimerizados por 40 s, usando-se uma unidade de luz halógena (Optilux 501, Kerr/Demetron, Orange, CA, USA), com uma intensidade média de luz de  $600\text{mW}/\text{cm}^2$ , acompanhada pelo radiômetro do aparelho de fotopolimerização (Figura 7).



**Figura 7.** **A** – Cimentação do pino de fibra de vidro; raiz protegida por cera , evitando polimerização do cimento através da passagem de luz pela lateral da Raiz; **B** – Remoção dos excessos com espátula de inserção nº01; **C e D** – Pino posicionado no conduto (C) e polimerização do cimento por 40s.

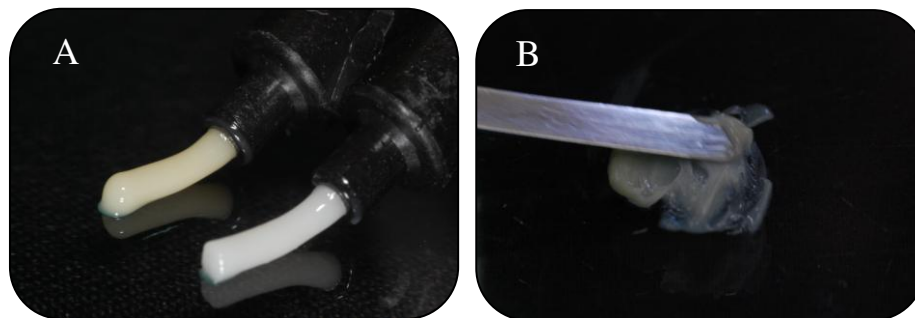
No grupo **UNC** (Unicem, 3M ESPE, St Louis, Mo, USA), n=10, uma cápsula foi inserida em um dispositivo especial (Aplicap™ activator; 3M ESPE) e ativada por 3 s. Na sequência, o cimento resinoso auto-adesivo (cápsula) foi misturada em uma unidade de mistura em alta frequência (Capmix™; 3M ESPE) durante 15 s (Figura 8). A cápsula foi inserida em um dispositivo de aplicação (Aplicap™ Aplier, 3M/ESPE) e o cimento foi inserido na seringa de insulina.



**Figura 8.** **A** – Cápsula do cimento RelyX Unicem acoplada a máquina de ativação mecânica do material. **B** – Máquina de ativação mecânica (Capmix™; 3M ESPE) do cimento resinoso RelyX Unicem (3M/ESPE).

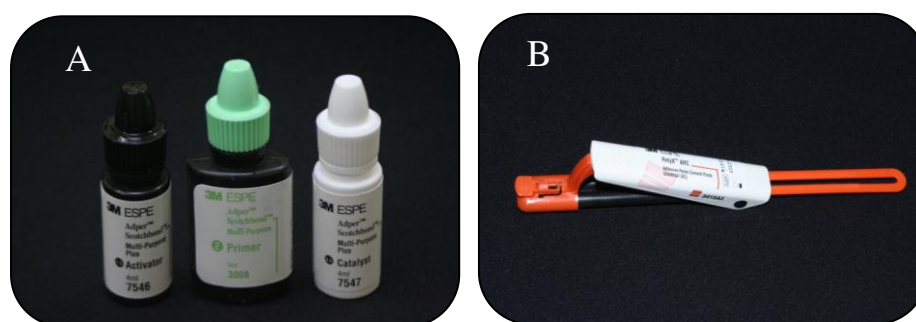
Posteriormente, os pinos de fibra foram parcialmente cobertos com o agente de cimentação e finalmente inseridos no interior do canal radicular realizando uma leve vibração manual (Figura 6A-B).

No grupo **UCE** (U100, 3M ESPE, St Louis, Mo, USA), n=10, após o descarte do cimento proporcionado no primeiro “click” do dispensador, porções iguais de pasta base e catalisadora foram dispensadas sobre uma placa de vidro e misturadas por 30 s com auxílio de uma espátula de manipulação número 24 (Figura 9). O cimento foi inserido no canal também com auxílio de uma seringa de insulina e o pino de fibra cimentado como descrito previamente.



**Figura 9:** **A** – Proporcionamento do cimento RelyX U100 sobre placa de vidro; **B** – Mistura do cimento com auxílio de espátula 24.

No grupo **ASR** (Scotchbond Multipurpose, SBMP, 3M/ESPE), n=10, o sistema adesivo dentinário foi utilizado respeitando-se as recomendações do fabricante para cimentação adesiva. Após condicionamento, com gel de ácido fosfórico 37% (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) durante 15 s, lavagem com água destilada por 15 s foi realizada e o tecido dentinário foi gentilmente seco com cones de papel absorvente, ativador do *primer* foi aplicado com microbrush por 5 s, seguido da aplicação do *primer*, secagem por 5 s, e finalmente foi realizada a aplicação do catalisador (Figura 10) também com microbrush.

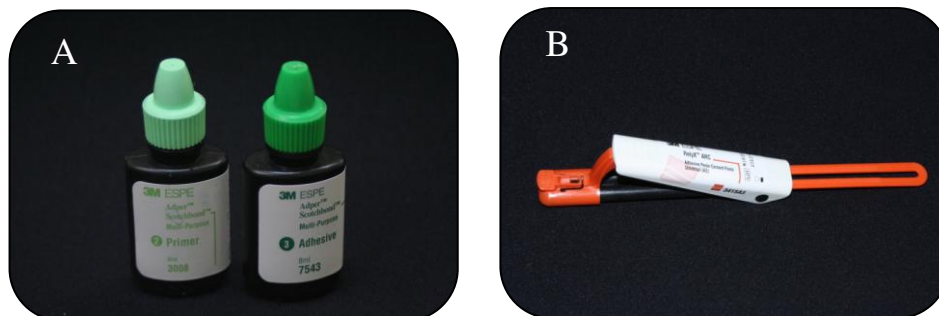


**Figura 10.** **A** – O sistema adesivo do grupo **ASR** foi o *Scotchbond Multipurpose* utilizado com ativador do primer (1.5), *Primer* (2.0) e catalisador (3.5); **B** – Cimento usado no grupo **ASR**: *RelyX ARC dual cement*.

Em cada etapa, o excesso de material dentro do canal radicular foi removido usando-se pontas endodônticas de papel absorvente. Na sequência, o catalisador (*Catalyst*, 3M/ESPE) foi aplicado ao pino imediatamente antes da cimentação e após o mesmo ter sido limpo com etanol (96%) e seco completamente. Após o descarte do cimento proporcionado no primeiro “click” do dispensador, quantidades iguais de pasta base e pasta catalisadora, do cimento resinoso dual (*RelyX ARC*, 3M/ESPE) foram misturadas com uma espátula número 24, sobre um bloco de papel impermeável e inserido no canal com auxílio de uma seringa, e os pinos foram cimentados no canal e fotoativados como previamente mencionado.

No grupo **SBR** (Scotchbond Multipurpose, SBMP, 3M/ESPE), n=10: condicionamento dentinário com ácido fosfórico 37% durante 15, lavagem com

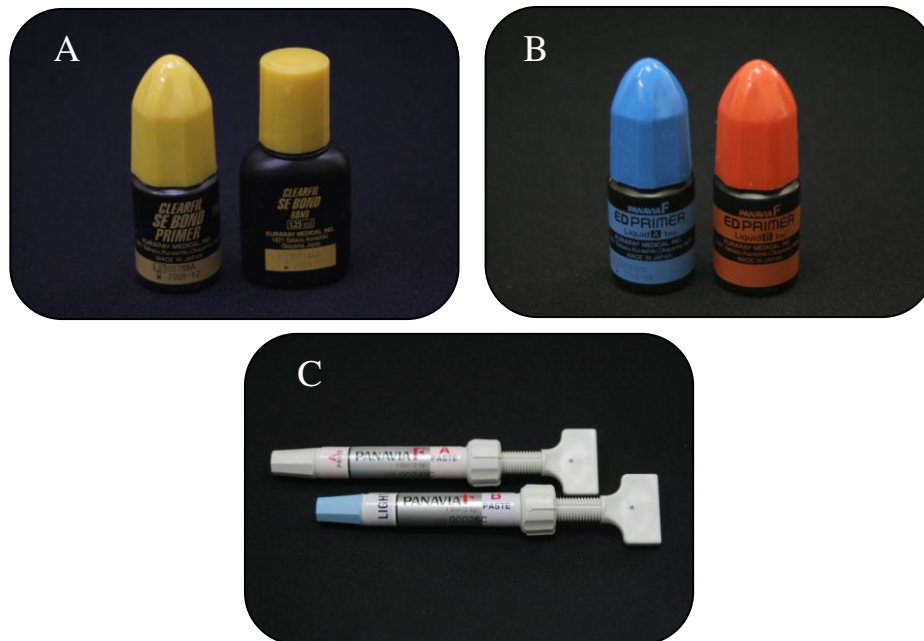
água destilada por 15 s. Posteriormente o canal foi seco com cones de papel absorvente, conduzida a aplicação do *primer*, secagem por 5 s, aplicação do adesivo (*BOND*). Fotoativação por 20s. Em seguida o cimento RelyX ARC (3M ESPE), foi usado do mesmo modo como no grupo anterior.



**Figura 11.** **A** – O sistema adesivo do grupo **SBR** foi o *Scotchbond Multipurpose* utilizando o *primer* (2.0) e *Bond* (3.0); **10B** – Cimento usado no grupo **SBR**: *RelyX ARC dual cement*.

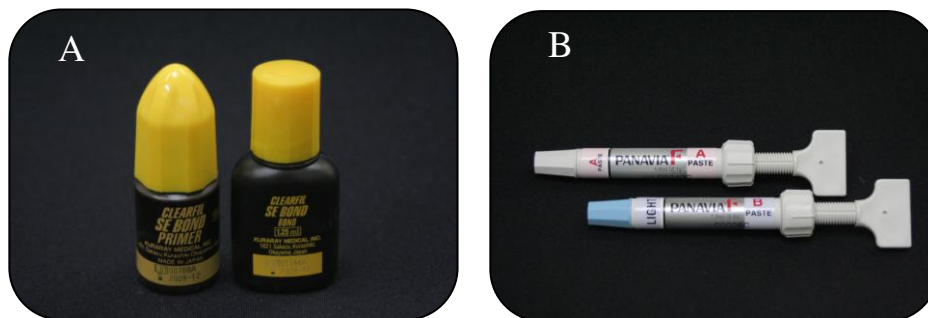
Para o grupo **CEP** (Clearfil SE Bond, Kuraray™, Tokyo, Japan / ED Primer, Kuraray™, Tokyo, Japan), n=10. Inicialmente foi aplicado ativamente o “*primer*” por 20 s e em seguida o excesso foi removido com cones de papel absorvente, na sequência leves jatos de ar foram aplicados para a evaporação do solvente. Uma camada do agente adesivo (*BOND*) do sistema adesivo Clearfil SE Bond (CFSB) foi aplicada nas paredes do canal. O excesso também foi removido com cones de papel e novo jato de ar por 3 s foi aplicado conforme recomendação do fabricante. A polimerização foi feita durante 10 s com uma unidade de luz halógena (600mW/cm<sup>2</sup>). Após, uma gota do líquido do “*primer A*” e uma gota do líquido do “*primer B*” do sistema ED Primer, foram misturadas e aplicadas dentro do canal radicular. Quantidades iguais de pasta base e catalisadora do cimento resinoso dual Panavia™ F 2.0 (Kuraray, Tokyo, Japan) (Figura 12), foram manipuladas e inseridas na raiz usando-se seringa de insulina. O pino de fibra foi finalmente coberto com o cimento resinoso e inserido no canal, seguido de fotoativação por 40 s.





**Figura. 12** No grupo CEP foram utilizados os seguintes materiais: **A** – Sistema adesivo auto-condicionante fotopolimerizável Clearfil SE Bond; **B** - Sistema adesivo auto-condicionante autopolimerizável ED Primer (Kuraray); **C** – Cimento resinoso dual Panavia F2.0 (Kuraray).

No grupo (n=10) **CFP** (Clearfil SE Bond, Kuraray™, Tokyo, Japan) o sistema adesivo auto-condicionante de dois passos foi usado como no grupo anterior (Figura 13). Porém, o sistema adesivo “ED Primer” não foi utilizado durante a técnica adesiva. O cimento resinoso dual Panavia F2.0 foi usado como descrito para o grupo CEP.



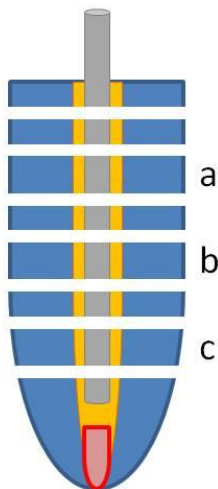
**Figura 13.** **A** – O sistema adesivo do grupo **CFP** foi o *Clearfil SE Bond* (Kuraray); **B** – Cimento usado no grupo **CFP**: Cimento resinoso dual Panavia F2.0.



## 2.4 Teste de resistência adesiva por “Push-out”

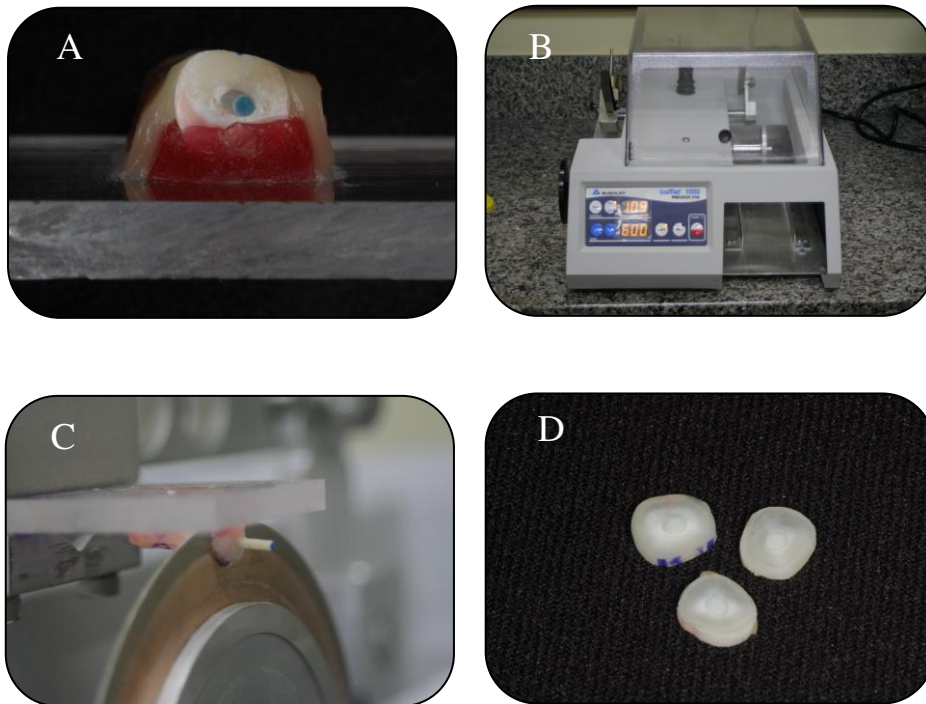
As raízes foram seccionadas transversalmente ao longo eixo do dente usando-se um disco diamantado (Isomet 1000, Buhler, Lake Bluff, IL, USA) em baixa velocidade sob constante refrigeração com água (Figuras 15A-D).

A primeira fatia cervical (com aproximadamente 1.0 mm de espessura) foi descartada para a remoção da camada mais externa do cimento resinoso que poderia ter sofrido inibição de polimerização por oxigênio (Figura 14).



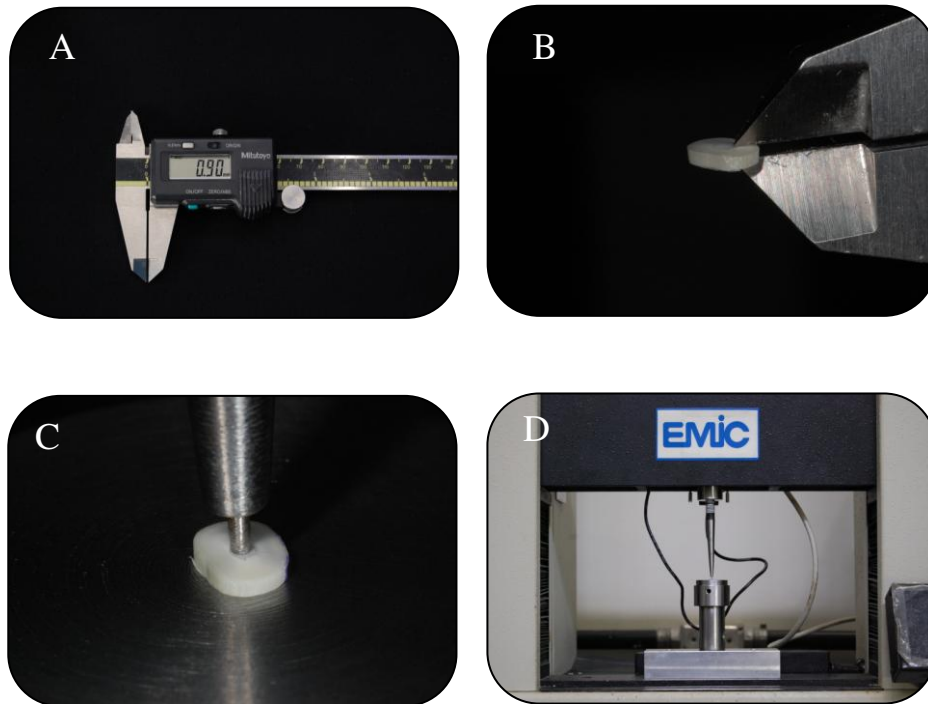
**Figura 14.** **a** – Fatia do terço cervical com 1.0 mm de espessura; **b** - fatia do terço médio com 1,0 mm de espessura; **c** – fatia do terço apical com 1,0 mm de espessura.

Cada fatia foi identificada sobre sua face coronal com um marcador permanente, de acordo com os terços (apical, médio e cervical). Após, as fatias de todos os grupos foram armazenados por 24h a 37°C em um ambiente com 100% de umidade, antes da realização do teste de *push-out*.



**Figura 15.** **A** – Raízes fixadas em placa de acrílico com cera utilidade e coberta com cera pegajosa para fixação na placa; **B** – Cortadeira metalográfica utilizada nos cortes das raízes; **C** – Disco diamantado posicionado durante corte das fatias; **D** – Fatias representativas dos terços cervical, médio e apical.

O diâmetro do canal e a espessura de todas as amostras foram medidos usando-se um paquímetro digital (Starret 727 – Starret Indústria e Comércio Ltda – Itu, SP, Brazil) (Figuras 16). A face apical de cada fatia foi identificada e posicionada sobre uma plataforma com um orifício no centro, em uma máquina universal de teste (EMIC DL 500, São José dos Pinhais, PR, Brazil). O teste push-out foi conduzido pela aplicação de carga compressiva no lado apical de cada fatia usando-se um dispositivo cilíndrico de 0.7 mm de diâmetro preso a máquina teste.



**Figura 16.** **A** – Paquímetro Digital utilizado nas medições das fatias; **B** – Fatia posicionada para medição da espessura; **C** – Fatia posicionada na plataforma para início do teste de resistência adesiva (*push-out*); **D** – Conjunto preparado para o início do teste *push-out* na máquina de teste universal EMIC DL 500.

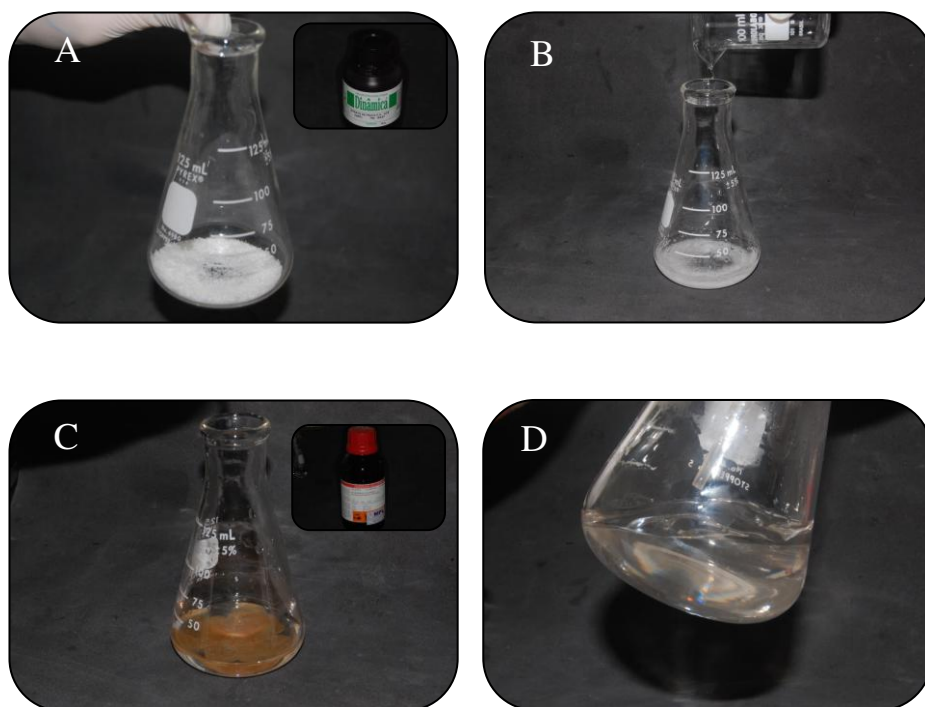
O teste foi conduzido na velocidade de 0.5 milímetros por minuto, até a falha adesiva ocorrer. A carga máxima foi gravada em Newton (N) e convertido em Mega Pascal (MPa) dividindo a carga aplicada pela área de adesão ( $A$ ). Esta área de adesão correspondia à área da parede interna do canal da fatia da raiz. Como o preparo foi padronizado pelo diâmetro da broca Largo #5, considerou-se esta área de adesão, como sendo a área de um cilindro reto descontando-se as áreas de sua base superior e inferior, o que pode ser traduzido através da fórmula a seguir:

$$A = 2\pi r \times \text{espessura.}$$

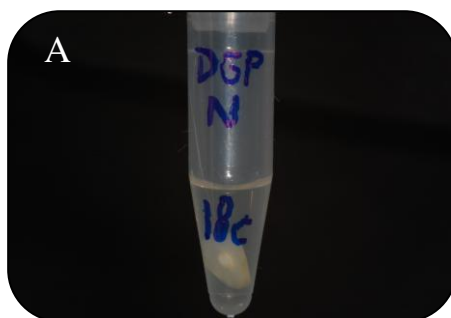
## 2.5 Teste de Nanoinfiltração

Dezoito raízes selecionadas para a avaliação da nanoinfiltração foram restauradas e cortadas como previamente descrito. Três raízes de cada grupo experimental foram utilizadas para a análise dos padrões de nanoinfiltração (n=3). As fatias obtidas de cada raiz com o pino foram imersas em solução de nitrato de prata ( $AgNO_3$ ) amoniacal a 50% (Tay et al. 2002) (Figuras 17A-D) durante 24 horas em ambiente escuro a 37°C (Figura 18A-D). Posteriormente, as amostras foram vigorosamente lavadas com água destilada por 2 minutos e imersas em solução fotorreveladora (Kodak – Developer D-76 – Kodak Brasileira, Ind. and Com. Ltda., São José dos Campos, SP, Brazil) durante 8 horas sob luz fluorescente para reduzir íons prata em grãos metálicos de prata dentro dos espaços vazios na interface adesiva (Figura 19).

As amostras foram incluídas em resina de poliestireno e polidas em uma máquina (Politriz/Lixadeira Metalográfica Erios PL02, ERIOS Equip. Técnicos e Científicos Ltda., SP, Brazil) usando-se lixa de papel (SIC) em granulações de 600, 1200 e 2000, respectivamente, e polidos com pasta diamantada em granulação decrescente (3 $\mu$ m, 1 $\mu$ m and 0.25 $\mu$ m). As amostras foram submetidas a banhos em ultrassom (Ultrasound Ultrassom 1440 D – Odontobrás Ind. and Com. Med. Odont. Ltda, Rio Preto, SP, Brazil) por 10 minutos entre cada procedimento de polimento, visando a remoção de detritos.



**Figura 17.** **A** – Cristais de Nitrato de prata P.A; **B** – Solubilização do nitrato de prata a 50%; **C** – Tamponamento da solução com Hidróxido de Amônia; **D** – Solução de nitrato de prata 50% amoniacal pronta para ser utilizada no teste de nanoinfiltração.



**Figura 18.** – Fatias imersas em solução de nitrato de prata 50% amoniacal e devidamente identificadas.



**Figura 19.** – Fatias imersas em solução foto-reveladora por 8h sob luz fluorescente para reduzir íons prata em grãos metálicos de prata dentro dos espaços vazios na interface adesiva.

As amostras foram secadas com papel absorvente, e imersas em solução de ácido fosfórico 85% por 30 s, lavados com água destilada e imersas em hipoclorito de sódio 10% por 10 min. A seguir, os espécimes foram submetidos a banhos em álcool etílico na sequência crescente de concentrações (25%, 50%, 75%, 90% e 100%) durante 10 min. cada. As amostras foram cobertas com carbono (Bal-Tec – SCD 050 – Sputter Coater, MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) para análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV) (JEOL JSM – 5600 LV, Tokyo, Japan), operando em alto vácuo a 20KV através do modo de elétrons retro espalhados. As imagens das amostras infiltradas com nitrato de prata amoniacal foram analisadas usando-se o programa “Image J”, para medir a interface adesiva e calcular a porcentagem de área infiltrada pelo nitrato de prata.

Neste programa “*Image J*”, após a abertura da imagem a ser analisada, selecionou-se a escala a ser utilizada na leitura para micrometros ( $\mu\text{m}$ ). Em seguida, foi realizado o ajuste de cores selecionando “*Edit/Options/Colors*” e alterando a cor de fundo para preto (*Black*). Após delimitação da área a ser analisada (interface adesiva), com a ferramenta “*polygon selections*”, utilizou-se outra ferramenta “*Threshold*” para visualizar na imagem somente a área desejada (nanoinfiltração). O próximo passo foi analisar esta nova imagem com a ferramenta “*Analyse particles*” para quantificar o percentual da área de nanoinfiltração. Esse dado ordinal foi separado e submetido à análise estatística. A

análise estatística dos dados obtidos na nanoinfiltração foi realizada seguindo um delineamento inteiramente casual com parcela subdividida, em que os fatores em estudo foram os cimentos e a parcela, o terço radicular e foi aplicado o teste de Tukey para comparações múltiplas.

## 2.6 Clorexidina

Para avaliar a influência da solução de Digluconato de Clorexidina 2% (Figura 20) na resistência adesiva (*push-out*) dos cimentos resinosos auto-adesivos utilizados neste estudo, outros dois grupos foram formados: Digluconato de Clorexidina 2% + RelyX Unicem (**UNX**); Digluconato de Clorexidina 2% + RelyX U100 (**UCX**) com dez raízes cada um (n=10).



**Figura 20.** Solução de desinfecção de canal radicular a base Digluconato de Clorexidina 2% (Clorexoral 2%, Biodinâmica, Paraná, Brasil).

As raízes foram preparadas como previamente mencionado e o canal radicular foi irrigado com a solução de clorexidina durante 1,0 min. O excesso da solução foi removida de dentro do canal com cones de papel absorvente. Em seguida o canal foi irrigado com água destilada e seco com cone de papel absorvente. A seguir, a cimentação do pino de fibra de vidro foi realizada com os cimentos auto-adesivos da mesma forma como descrita nos outros grupos UNC e UCE. Para a análise da nanoinfiltração as amostras foram obtidas da mesma maneira como descrito anteriormente, porém a análise foi qualitativa.