

**Cristina Parise Gré**

**ADESÃO EM DENTINA CORONÁRIA E INTRARRADICULAR**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de Doutora em Odontologia.

Orientadores: Prof. Dr. Luiz Clovis Cardoso Vieira

*(in memoriam)*

Prof. Dr. Guilherme Carpena Lopes

Coorientador: Prof. Dr. Bart Van Meerbeek

Florianópolis  
2017

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do  
Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC

Gré, Cristina Parise

Adesão em Dentina Coronária e Intrarradicular / Cristina Parise Gré ; orientadores, Luiz Clovis Cardoso Vieira (*in memoriam*) ; Guilherme Carpena Lopes Cardoso Vieira ; coorientador, Bart Van Meerbeek. – Florianópolis, SC, 2017.

72 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Inclui referências

1. Odontologia. 2. Dentina. 3. Sistemas adesivos. 4. Cross-linkers. I. Lopes, Guilherme Carpena. II. Meerbeek, Bart Van. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. IV. Título.

Cristina Parise Gré

## **ADESÃO EM DENTINA CORONÁRIA E INTRARRADICULAR**

Esta Tese foi julgada adequada para obtenção do Título de “Doutora em Odontologia, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Concentração Dentística.

Florianópolis, \_\_ de novembro de 2017.

---

Prof<sup>ª</sup>. Elena Riet Correa Rivero, Dr<sup>ª</sup>.  
Coordenadora do Curso

### **Banca Examinadora:**

---

Prof. Guilherme Carpena Lopes, Dr.  
Universidade Federal de Santa Catarina  
(Orientador)

---

Prof<sup>ª</sup>., Dr<sup>ª</sup> Sheila Stolf  
Universidade Federal de Santa  
Catarina-UFSC

---

Prof., Dr. Diogo Lise  
Universidade Federal de Santa  
Catarina-UFSC

---

Prof<sup>ª</sup>., Dr<sup>ª</sup>. Ana Maria Spohr  
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul-PUC/RS



*Dedico este trabalho aos meu pais,  
com todo o meu amor.*



## AGRADECIMENTOS

Obrigada **Deus** por tudo que eu tenho, pela minha família, minha saúde, minha vida. Obrigada por estar sempre comigo!

Obrigada **Universidade Federal de Santa Catarina**, nossa UFSC, por ter me acolhido e me instruído desde a Graduação, passando pelo Mestrado e finalmente meu Doutorado.

Agradeço imensamente ao meu orientador, **Prof. Dr. Luiz Clovis Cardoso Vieira**- que infelizmente já não está mais entre nós- por dividir seus conhecimentos comigo. Obrigada professor por todas as conversas, por toda a orientação didática que me deu, pelo apoio e ajuda não apenas neste trabalho, mas durante o todo Mestrado e o Doutorado. Obrigada por toda atenção e carinho com os quais sempre me tratou.

Agradeço ao meu co-orientador, agora orientador, **Prof. Dr. Guilherme Carpena Lopes**, pela orientação e por dividir seus conhecimentos conosco. Obrigada também pelo louvável trabalho que faz em prol da nossa UFSC, objetivando sempre melhorar a nossa pós-graduação.

Obrigada **Prof. Dr. Sylvio Monteiro Júnior**, por estar sempre presente, pela ajuda, pelos ensinamentos, e por nos mostrar o caminho para sermos bons profissionais!

Obrigada **Prof. Dr. Hamilton Pires Maia** (que infelizmente já não está mais conosco) por tudo. Pelas longas horas em que pacientemente me ajudou e contribuiu com outros trabalhos. Obrigada por dividir comigo seus conhecimentos. Obrigada por me incentivar e me fazer ver que sempre podemos fazer melhor!

Obrigada **Prof. Dr. Mauro Amaral Caldeira de Andrada**, que tão bem me orientou no Mestrado e continuou sempre me incentivando e me orientando durante o Doutorado! Obrigada pelas conversas e pela atenção e carinho com que sempre me tratou.

Obrigada **Prof. Dr. Luiz Narciso Baratieri** por ser uma fonte de motivação e defender a Odontologia com tanto orgulho, transmitindo isso para todos os seu alunos. Obrigada por nos incentivar a sermos melhores e buscarmos nossos sonhos.

Obrigada **Prof<sup>a</sup>, Dr<sup>a</sup> Jussara Karina Bernardon** pela alegria e simpatia de sempre, pelo carinho com o qual sempre me tratou. Obrigada por ter me ensinado tantas coisas desde o Mestrado. O tempo que passei junto com você na clínica foi sensacional!

Obrigada **Prof<sup>a</sup>, Dr<sup>a</sup> Sheila Stolf** pelo convívio que me possibilitou aprender tantas coisas. Obrigada por dividir seus conhecimentos, por ser tão paciente e educada e por realmente gostar de ensinar.

Obrigada **Prof<sup>a</sup>, Dr<sup>a</sup> Renata Gondo Machado** por ser tão atenciosa, por me ajudar sempre que precisei e por me receber sempre tão bem!

Obrigada a todos os professores da Dentística por formarem essa equipe tão competente, contribuindo para o reconhecimento da nossa Universidade.

Obrigada a todos os meus amigos e amigas do Mestrado e Doutorado, **Vitor, Renata, Alana, Maynara, Andria, Renan, Gabi, Bruna, Shizuma**. Com vocês trabalhei muito mas também me diverti. Nossas longas horas na clínica e no lab. de pesquisa, preparando aula, atendendo pacientes, fazendo pesquisa. Os nossos almoços divertidos no RU, nossas conversas sem fim na sala dos alunos da Dentística. Obrigada por terem feito meus dias mais alegres! Obrigada minhas colegas de Mestrado e Doutorado **Larissa e Ludmilla** por toda a ajuda que sempre me deram. Obrigada **Camila** pela amizade e pelo convívio!

Obrigada aos funcionários da UFSC **Dona Léa, Dona Talita, Ana Maria, Nilceia, Rô, Batista**. Vocês foram sempre muito legais comigo! Obrigada por me ajudarem sempre que precisei!

Thank you **Belgium** for receiving so well! Thank you **Leuven** for being this cozy and lovely city and for providing me with happy days! Thank you **KU Leuven** for accepting me as a visitor student!

Thank you to all my **Biomaters friends: Xin, Mohammed** (our third syster!) I can not describe how happy I am for working with you every day. Thank you for all the conversations, for the coffee “with the recipe” and the hot water we shared! **Ivana, Simon, Stevan, Eveline, Siemon, Ben, Marcio** thank you for everything, for all your support, for your friendship. Thank you each for the joy you felt for me every time I was able to stay longer! See you soon ☺



Thank you **Jan de Munck, Pong, Ana Paula** for receiving me so well when I arrived in Biomat and for patiently explaining everything to me.

Thank you **Sandra Winnen** for helping me so much. Thank you for all the attention you gave to me and thank you for always treating me so well every time I went to your office.

Thank you **Rosa Ciloglu** for everything, for your attention, for your help and for the important words you said to me, I will never forget that!

Professor **Bart Van Meerbeek** I have no words to describe how grateful I am to you! Thank you for everything. Thank you for giving me the chance me to be part of your fantastic Biomat family. Thank you for the important opportunity you gave to me.

Obrigada amigo **Diogo Lise** por tudo! Pelo convívio, por pacientemente me explicar tantas coisas, por me ajudar, enfim, obrigada de verdade por tudo!

**Mão e pai**, vocês são mill!! Não tenho palavras para descrever o quão grata sou por tudo que fazem por mim. Obrigada pelo apoio e suporte que sempre me deram. Obrigada pelo amor e pela alegria com os quais me criaram. Agradeço a Deus todos os dias por ter vocês!

Obrigada **nonna**, por me escutar quando preciso e por ter sempre me dado muito amor e carinho. Agradeço ao meu **nonno**, que mesmo lá do céu, cuida de mim e sempre escuta minhas orações.

Agradeço às minhas amigas do coração, **Caroline, Carol Anderson, Mari Grunschy, Mari Vandresen, Carmela, Thaís, Kaká** pelo convívio, pelas conversas, por torcerem por mim e pelos alegres momentos que passamos juntas.

Agradeço aos meus padrinhos **Zica e Milton** pelas conversas divertidas e pelo apoio. Obrigada amiga **Jupiter-Jussara Fortes**, pela torcida, apoio e pelas visitas a Leuven!

Enfim, obrigada a todos os que estiveram comigo durante a realização deste trabalho, me incentivando e torcendo por mim!



## LISTA DE FIGURAS

### Artigo I

Figura 1: Dente fixado em gesso.....	32
Figura 2: Base de resina composta.....	32
Figura 3: Remoção de parte da coroa dental.....	32
Figura 4: Preparo de lama dentinária.....	32
Figura 5: Sulco raso preparado na superfície dentinária.....	36
Figura 6: Espécime restaurado e aderido à placa de PMMA para seccionamento e obtenção de mini-espécimes. Diferentes cores (azul e vermelho) correspondem a grupos experimentais distintos.....	36
Figura 7: Mini-espécime posicionado para confecção do entalhe ( <i>notch</i> ).....	37
Figura 8: Esquema da secção transversal do mini-espécime na porção interfacial, onde o entalhe está representado pela cor amarela.....	37
Figura 9: Mini-espécime posicionado na máquina de teste universal....	37
Figura 10: Esquema do teste de flexão de 4 pontos, com 10 mm de distância entre os pontos de apoio inferiores e 5 mm entre os pontos de carga superiores.....	37
Figura 11: Gráfico dos resultados do teste de mini-iFT imediato. Linhas centrais horizontais, círculos pretos e losangos representam mediana, média, e média ajustada no modelo estatístico, respectivamente. Valores atípicos que são representados por círculos (°). Os asteriscos (*) indicam as diferenças significativas em relação aos respectivos grupos controle ( $p < 0,05$ ).....	41
Figura 12: Gráfico dos resultados do teste de mini-iFT após 6 meses sobrepostos aos resultados imediatos. Linhas centrais horizontais, círculos pretos e losangos representam mediana, média, e média ajustada no modelo estatístico, respectivamente. Valores atípicos que são representados por círculos (°). Os asteriscos (*) indicam as diferenças significativas em relação aos respectivos grupos controle ( $p < 0,05$ ).....	42
Figura 13: Fotomicrografias (MEV) representativas de interfaces dentina-adesivo de condicionamento ácido total.....	43

Figura 14: Fotomicrografias (MEV) representativas de interfaces dentina-adesivo autocondicionante.....44

Figura 15: Fotomicrografias (MEV) representativas de interfaces dentina-adesivos universais testados após 6 meses de armazenamento. Independente do modo da estratégia condicionamento ácido total ou autocondicionante, a aplicação prévia de proantocianidina resultou em falha no topo da camada híbrida.....45

## **Artigo II**

Figura 1: Representação esquemática do estudo.....61

Figura 2: Gráfico dos resultados do teste de resistência adesiva ao *push-out* para cada terço radicular. As caixas representam os dados entre o primeiro e o terceiro quartis. Linhas centrais horizontais e losangos representam mediana e média, respectivamente. Os fios de bigode se estendem até os valores máximos e mínimos observados, com exceção aos valores atípicos que são representados por círculos (°). Fér: férula; Sem-Fér: sem férula; Fad: fadiga (ciclagem mecânica).....66

Figura 3: Fotomicrografias (MEV) representativa de falha n interface dentina/cimento resinoso. D: dentina; C: cimento resinoso; P: pino de fibra.....68

Figura 4: Fotomicrografias (MEV) representativa de falha mista; nota-se a propagação da falha para a dentina adjacente. D: dentina; C: cimento resinoso; P: pino de fibra.....69

Figura 5: Fotomicrografias (MEV) representativa de falha na interface pino/cimento resinoso. D: dentina; C: cimento resinoso; P: pino de fibra.....69

## **LISTA DE QUADROS**

### **Artigo I**

Quadro 1: Materiais utilizados e seus respectivos modos de uso.....	34
Quadro 2: Resultados de mini-iFT (MPa).....	39

### **Artigo II**

Quadro 1: Médias e desvios padrão da resistência de união por <i>push-out</i> (MPa) e distribuição dos modos de falha em cada terço radicular.....	65
--	----



## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

°C	Grau <i>Celsius</i>
μTBS	Resistência de união adesiva à microtração
%	Por cento
μm	Micrometro
mini-iFT	Tenacidade à fratura mini-interfacial
UVA	Raios ultravioleta
E	Módulo de elasticidade
DP	Desvio padrão
K <sub>Ic</sub>	Tenacidade à fratura
EUA	Estados Unidos da América
Fig.	Figura
h	Hora
NaOCl	Hipoclorito de sódio
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Ácido fosfórico
Kg	Quilograma
kV	Quilovolts
LED	Diodo emissor de luz
Hz	Hertz
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
min	Minuto
mm	Milímetro
MPa	Megapascal
mW/cm <sup>2</sup>	Miliwatt/centímetro quadrado
N	Newton
nm	Nanometro
seg	Segundo





## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>19</b>
<b>2</b>	<b>REFERÊNCIAS DA INTRODUÇÃO.....</b>	<b>21</b>
<b>3</b>	<b>ARTIGOS.....</b>	<b>25</b>
	<b>Artigo I.....</b>	<b>27</b>
	<b>Artigo II.....</b>	<b>55</b>



## 1 INTRODUÇÃO

O mecanismo básico de união dos sistemas adesivos à dentina é baseado na remoção de minerais dos tecidos dentais duros e substituição por monômeros resinosos, formando assim a camada híbrida.<sup>1</sup> O efetivo selamento da dentina ocorre com a infiltração do adesivo tanto a dentina intratubular quanto a dentina intertubular, formando *tags* e uma camada híbrida contínua e uniforme, respectivamente.<sup>2</sup> A longevidade desta adesão depende da estabilidade e integridade estrutural das fibras colágenas e das cadeias poliméricas da camada híbrida.<sup>3</sup>

Apesar da evolução dos sistemas adesivos ao longo das últimas décadas, a degradação enzimática das fibras colágenas ainda prejudica a longevidade das interfaces adesivas.<sup>4</sup> Dentre as diversas estratégias propostas para melhorar a resistência das fibras colágenas à degradação, destaca-se o uso de inibidores das enzimas colagenolíticas ligadas à matriz, comumente chamadas de matriz-metaloproteinases (MMPs). Compostos como a clorexidina, o galardin e metacrilatos de amônio quaternário vêm sendo testados como possíveis alternativas,<sup>5-8</sup> entretanto, a literatura científica não é muito consistente com relação ao seu uso, pois o efeito benéfico observado até o momento parece apenas adiar a degradação e não inibi-la.<sup>9</sup>

A utilização de agentes de ligação cruzada do colágeno, também conhecidos como *cross-linkers*, figura como a mais recente estratégia para melhoria da adesão dentinária. Tais agentes seriam capazes de prevenir a degradação da camada híbrida por meio de dois mecanismos: inibição das MMPs e fortalecimento das fibras colágenas do tipo I.<sup>10</sup> A palavra *cross-linking* é utilizada em ciências biológicas para denominar a formação de ligações, após reações químicas, entre cadeias de aminoácidos vizinhas dentro da molécula de colágeno.<sup>11</sup> Ligações cruzadas intrínsecas do colágeno estabilizam o arranjo molecular dentro da fibra colágena, melhorando suas propriedades de tração.<sup>12</sup> A biomodificação da matriz dentinária com ligações cruzadas externas vem sendo proposta para melhorar a resistência fibrilar à degradação enzimática e aumentar as propriedades de tração da matriz através da criação de adicionais inter e intramolecular *cross-linkers*.<sup>13-15</sup>

Estudos prévios demonstram que agentes *cross-linkers* como a proantocianidina e o glutaraldeído apresentam potencial terapêutico sobre o colágeno dentinário quando aplicados por longos períodos (10 min a 40h),<sup>16-20</sup> limitando sua aplicabilidade na prática clínica. No entanto, resultados satisfatórios também foram registrados sob tempos de aplicação aceitáveis clinicamente.<sup>14,15,21,22</sup> Assim, torna-se necessária

a avaliação da eficácia de diferentes agentes *cross-linkers*, utilizados sob tempos de aplicação clinicamente factíveis.

Com relação à cimentação de pinos intrarradiculares utilizados para retenção de restaurações indiretas, os pinos de fibra vêm ganhando popularidade e ocupando o lugar dos tradicionais pinos e núcleos confeccionados em metal,<sup>23,24</sup> já que tornam o tratamento mais rápido, são mais estéticos e resistentes à corrosão.<sup>25</sup> Sua principal vantagem é o módulo de elasticidade ( $\cong 40$  GPa) mais próximo ao da dentina ( $\cong 18$  GPa).<sup>26</sup> Tal fato permite melhor absorção das cargas que incidem sobre o dente e distribuição uniforme do estresse através da estrutura dentária remanescente, contribuindo para a diminuição da incidência de fratura radicular.<sup>27-29</sup>

Uma vez que os pinos estão passivamente retidos na raiz dental através de cimentos resinosos, sua resistência ao deslocamento depende da adesão dos cimentos à dentina radicular.<sup>30</sup> Dentre as diversas estratégias adesivas sugeridas para cimentação de pinos, os cimentos convencionais (que requerem o prévio condicionamento ácido da dentina) apresentam bom desempenho; porém, a sensibilidade técnica e o maior tempo clínico necessário para a cimentação desfavorecem sua utilização.<sup>31</sup> Neste contexto, os cimentos autoadesivos figuram como uma alternativa, já que apresentam conteúdo de água ideal, dessa forma evita-se a etapa crítica de secagem da dentina e o procedimento torna-se mais rápido.<sup>32</sup>

Considerando outros fatores que podem influenciar na longevidade das coroas e pinos intrarradiculares, a preservação da maior quantidade possível de estrutura dental coronária hígida é fundamental para melhorar o comportamento biomecânico de dentes tratados endodonticamente.<sup>33</sup> Preparos para coroa indireta que apresentam férula,<sup>34</sup> definida como paredes dentinárias axiais paralelas que se estendem coronalmente ao término do preparo, tendem a melhorar a distribuição de cargas ao longo eixo dental,<sup>35</sup> e assim reduzir a possibilidade de fratura radicular, fratura do pino e/ou deslocamento do pino.<sup>36,37</sup>

Os objetivos deste estudo são:

- investigar o efeito, imediato e após seis meses de armazenamento, da utilização de agentes *cross-linkers* no aumento da resistência adesiva entre dentina coronária e diferentes sistemas adesivos.

- investigar o efeito, imediato e após ciclagem mecânica de fadiga, da presença da férula na resistência de união entre pinos de fibra aderidos à dentina intrarradicular com cimento resinoso autoadesivo.

## 2 REFERÊNCIAS DA INTRODUÇÃO

- 1 Nakabayashi, N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16(3):265-73.
- 2 Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent* 1997;25(5):355-72.
- 3 Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of dental hard tissues. Tóquio: Quintessence. 1998 p. 16–89.
- 4 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 Mater* 2008;24:90-101.
- 5 Breschi L, Cammelli F, Visintini E, Mazzoni A, Vita F, Carrilho M, Cadenaro M, Foulger S, Mazzotti G, Tay FR, Di Lenarda R, Pashley D. Influence of chlorhexidine concentration on the durability of etch-and-rinse dentin bonds: a 12-month in vitro study. *J Adhes Dent* 2009;11:191–98.
- 6 De Munck J, Van den Steen PE, Mine A, Van Landuyt KL, Poitevin A, Opdenakker G, Van Meerbeek B. Inhibition of enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces. *J Dent Res* 2009;88:1101-6.
- 7 Tjäderhane L, Nascimento FD, Breschi L, Mazzoni A, Tersariol IL, Geraldeli S, Tezvergil-Mutluay A, Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley HD. Optimizing dentin bond durability: control of collagen degradation by matrix metalloproteinases and cysteine cathepsins. *Dent Mater* 2013;29:116–35.
- 8 Mazzoni A, Angeloni V, Apolonio FM, Scotti N, Tjäderhane L, Tezvergil-Mutluay A, Di Lenarda R, Tay FR, Pashley DH, Breschi L. Effect of carbodiimide (EDC) on the bond stability of etch-and-rinse adhesive systems. *Dent Mater* 2013;29:1040–7.
- 9 Montagner AF, Sarkis-Onofre R, Pereira-Cenci T, Cenci MS. MMP inhibitors on dentin stability: A systematic review and meta-analysis. *J Dent Res* 2014;93:733-43.

- 10 Mazzoni A, Angeloni V, Sartori N, Duarte S Jr, Maravic T, Tjäderhane L, Pashley DH, Tay FR, Breschi L. Substantivity of carbodiimide inhibition on dentinal enzyme activity over time. *J Dent Res* 2017;96(8):902-8.
- 11 Goh KL, Meakin JR, Aspden RM, Hukins DW. Stress transfer in collagen fibrils reinforcing connective tissues: effects of collagen fibril slenderness and relative stiffness. *J Theoret Biol* 2007;245:305–311.
- 12 Ricard-Blum S, Ville G. Collagen cross-linking. *Int J Biochem* 1989;21:1185-9.
- 13 Bedran-Russo AK, Pashley DH, Agee K, Drummond JL, Miescke KJ. Changes in stiffness of demineralized dentin following application of collagen crosslinkers. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008;86:330-4.
- 14 Fang M, Liu R, Xiao Y, Li F, Wang D, Hou R, Chen J. Biomodification to dentin by a natural crosslinker improved the resin-dentin bonds. *J Dent* 2012;40:458-66.
- 15 Hass V, Luque-Martinez IV, Gutierrez MF, Moreira CG, Gotti VB, Feitosa VP, Koller G, Otuki MF, Loguercio AD, Reis A. Collagen cross-linkers on dentin bonding: stability of the adhesive interfaces, degree of conversion of the adhesive, cytotoxicity and in situ MMP inhibition. *Dent Mater* 2016;32:732-41.
- 16 Bedran-Russo AK, Pereira PN, Duarte WR, Drummond JL, Yamauchi M. Application of crosslinkers to dentin collagen enhances the ultimate tensile strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2007;80:268-72.
- 17 Al-Amman A, Drummond JL, Bedran-Russo AK. The use of collagen cross-linking agents to enhance dentin bond strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2009;91:419-24.
- 18 Macedo GV, Yamauchi M, Bedran-Russo AK. Effects of chemical cross-linkers on caries-affected dentin bonding. *J Dent Res* 2009;88:1096–100.

- 19 Castellan CS, Bedran-Russo AK, Karol S, Pereira PN. Long-term stability of dentin matrix following treatment with various natural collagen cross-linkers. *J Mech Behav Biomed Mater* 2011;4:1343–50.
- 20 Hiraishi N, Sono R, Sofiqul I, Yiu C, Nakamura H, Otsuki M, Takatsuka T, Tagami J. In vitro evaluation of plant derived agents to preserve dentin collagen. *Dent Mater* 2013;29:1048-54.
- 21 Liu Y, Dusevich V, Wong Y. Proanthocyanidins rapidly stabilize the demineralized dentin layer. *J Dent Res* 2013; 92:746–52.
- 22 Seseogullari-Dirihan R, Apollonio F, Mazzoni A, Tjaderhane L, Pashley D, Breschi L, Tezvergil-Mutluay A. Use of crosslinkers to inactivate dentin MMPs. *Dent Mater* 2016; 32:423-32.
- 23 D’Arcangelo C, D’Amario M, Vadini M, De Angelis F, Caputi S. Influence of surface treatments on the flexural properties of fiber posts. *J Endod* 2007;33(7) 864-867.
- 24 Bitter K, Kielbassa AM. Post-endodontic restorations with adhesively luted fiber-reinforced composite post systems: a review. *Am J Dent* 2007;20:353-360.
- 25 Boschian Pest L, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. *Dent Mater* 2002;18: 596-602.
- 26 Maccari PC, Conceição EN, Nunes MF. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with three different prefabricated esthetic posts. *J Esthet Restor Dent* 2003;15:25-31.
- 27 Li LL, Wang ZY, Bai ZC, Mao Y, Gao B, Xin HT, et al. Three-dimensional finite element analysis of weakened roots restored with different cements in combination with titanium alloy posts. *Chin Med J* 2006;119:305-311.
- 28 Bottino MA, Baldissara P, Valandro LF, Galhano GA, Scotti R. Effects of mechanical cycling on the bonding of zirconia and fiber posts to human root dentin. *J Adhes Dent* 2007;9:327-31.

- 29 Samran A, El Bahra S, Kern M. The influence of substance loss and ferrule height on the fracture resistance of endodontically treated premolars. An in vitro study. *Dent Mater* 2013;29:1280-86.
- 30 Goracci C, Grandini S, Bossù M, Bertelli E, Ferrari M. Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: a review. *J Dent* 2007;35:827-35.
- 31 Li XJ Effect of luting cement and thermomechanical loading on retention of glass fibre posts in root canals. *J Dent* 2014;42(1):75-83.
- 32 Pereira JR, Valle AL, Ghizoni JS, Só MV, Ramos MB, Lorenzoni FC. Evaluation of push-out bond strength of four luting agents and SEM observation of the dentine/fibre-glass bond interface. *Int Endod J* 2013;46:982-92.
- 33 Zicari F, Van Meerbeek B, Scotti R, Naert I. Effect of fibre post length and adhesive strategy on fracture resistance of endodontically treated teeth after fatigue loading. *J Dent* 2012; 40(3):12-21.
- 34 Sorensen JA, Engelman MJ. Ferrule design and fracture resistance of endodontically treated teeth. *J Prosthet Dent* 1990;63:529-36.
- 35 Stankiewicz N, Wilson P. The ferrule effect. *Dent Up* 2008;35:222-4.
- 36 Pierrisnard L, Bohin F, Renault P, Barquins M. Corono-radicular reconstruction of pulpless teeth: a mechanical study using finite element analysis. *J Prosthet Dent* 2002;88:442-8.
- 37 da Silva NR, Raposo LH, Versluis A, Fernandes-Neto AJ, Soares CJ. The effect of post, core, crown type, and ferrule presence on the biomechanical behavior of endodontically treated bovine anterior teeth. *J Prosthet Dent* 2010;105(5):306-17.



# **Artigo I**



## **Influência da biomodificação da dentina com agentes de ligação cruzada (*cross-linkers*) na resistência adesiva**

*Cristina Parise Gré<sup>1,2</sup>, Guilherme Carpena Lopes<sup>1</sup>, Luiz Clovis Cardoso Vieira<sup>1</sup> (in memoriam), Bart Van Meerbeek<sup>2</sup>*

<sup>1</sup> *Departamento de Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil.*

<sup>2</sup> *BIOMAT, Departamento de Ciências da Saúde Oral, KU Leuven & Odontologia, UZ Leuven, Leuven, Bélgica.*

### **Resumo**

Objetivos: investigar o efeito, imediato e após armazenamento, da utilização de agentes de ligação cruzada no aumento da resistência adesiva entre dentina coronária e diferentes sistemas adesivos.

Materiais e Métodos: após a exposição de dentina coronal média e preparo de lama dentinária, 60 molares extraídos foram alocados aleatoriamente em grupos experimentais de acordo com o agente de ligação cruzada e o sistema adesivo. Os agentes proantocianidina 6,5%, riboflavina 0,5% ativada por UVA, glutaraldeído 5% ou água destilada (controle) foram aplicados na dentina durante 60 segundos, após condicionamento com ácido fosfórico (estratégia de condicionamento ácido total) e antes da aplicação do adesivo (estratégia auto-condicionante). Um adesivo de condicionamento ácido total de três passos (OptiBond FL, Kerr), um autocondicionante de dois passos (Clearfil SE Bond 2, Kuraray) e dois adesivos universais (G-Premio Bond, GC; Prime&Bond Active, Dentsply) empregados em ambas estratégias, foram aplicados seguindo as instruções dos fabricantes. Após a restauração da porção coronária com resina composta (8 x 8 x 8 mm) e armazenamento por uma semana em saliva artificial à 37°C, os espécimes foram seccionados em mini-espécimes (1,5 x 2,0; 16-18 mm de comprimentos), e um entalhe (*notch*) foi preparado na interface dentina-adesivo para determinar a tenacidade à fratura mini-interfacial (mini-iFT). Metade dos mini-espécimes foi testada imediatamente, enquanto o restante foi testado após 6 meses de armazenamento. Os dados foram analisados estatisticamente com um modelo linear misto ( $p < 0,05$ ).

Como efeito geral, o uso de proantocianidina resultou em valores de resistência de união estáveis após 6 meses de armazenamento em saliva artificial, enquanto o uso de riboflavina, glutaraldeído e água destilada

(controle) não foi capaz de manter os valores de mini-iFT após 6 meses quando comparados aos valores imediatos.

**Resultados:** o uso de proantocianidina resultou na manutenção dos valores de resistência de união para todos os adesivos e estratégias adesivas. Em comparação com os respectivos grupos controle (água destilada), houve uma diminuição significativa nos valores de mini-iFT após 1 semana e 6 meses de armazenamento quando riboflavina foi aplicada em combinação com os adesivos Clearfil SE Bond 2 e OptiBond FL, sendo este último também afetado negativamente pelo uso de glutaraldeído.

**Conclusão:** Proantocianidina 6,5% aplicada em tempo clinicamente aceitável foi capaz de prevenir a degradação do colágeno dentinário durante um período de armazenamento de 6 meses. O uso de riboflavina 0,5% ativada por UVA e glutaraldeído 5% previamente à aplicação de adesivo dentinário não foi eficaz na prevenção da degradação do colágeno.

**Palavras-chave:** colágeno *cross-linker*; resistência de união à dentina; proantocianidina; riboflavina; glutaraldeído.

## Abstract

**Objectives:** Dentin biomodification using collagen cross-linkers has been proposed as one of the strategies to improve bond durability of adhesives to dentin. However, literature is not very consistent regarding their benefit, in particular when they are applied in clinically realistic application times. This study investigated the effect of 3 cross-linkers on the mini-interfacial fracture toughness (mini-iFT) of 4 adhesives bonded to dentin following either etch&rinse (E&R) or self-etch (SE) approaches.

**Methods:** 60 molars were randomly divided in accordance to cross-linker, adhesive and bonding mode (n=5). The cross-linkers glutaraldehyde (5 wt%; GA), proanthocyanidin (6.5 wt%; PA), or UVA-activated riboflavin (0.5 wt%; RB), and distilled water (control) were applied on dentin for 60 s after acid-etching (E&R) or before self-etching (SE). The 3-step E&R adhesive (3E&Ra) OptiBond FL (Kerr), the 2-step SE adhesive (2SEa) Clearfil SE Bond 2 (Kuraray Noritake), and the universal adhesives G-Premio Bond (GC) and Prime&Bond Active (Dentsply), the latter two employed in E&R and SE mode, were applied following the respective manufacturer's instructions. Buildups (8×8x8 mm) were made using Filtek Supreme XTE (3M) prior to 1-

week storage in artificial saliva. After the teeth were sectioned into mini-specimens (1.5×2.0×18 mm), a single notch was prepared at the adhesive-dentin interface. Half of the specimens were immediately loaded until failure by 4-point bending to determine the mini-iFT, while the remaining specimen set was tested upon 6-month aging. Data were statistically analyzed with a linear model ( $p < .05$ ).

**Results:** A statistically significant positive bond-degradation inhibitory effect was only noted for PA, while bond degradation occurred in terms of mini-iFT for both other cross-linkers and in quite a similar way as when solely water ( $W_a$ ) was applied.

**Significance:** The cross-linker proanthocyanidin (PA) applied following clinically relevant conditions was able to reduce bond degradation over a 6-month aging period. The incorporation of UVA-activated riboflavin (RB) and glutaraldehyde (GA) in the dentin-bonding protocol appeared not effective to improve the stability of adhesive-dentin interfaces.

**Key-words:** Dentin bonding; proanthocyanidin; riboflavin; glutaraldehyde; mini-iFT; fracture toughness.

## Introdução

O mecanismo básico de união dos sistemas adesivos à dentina é baseado na remoção de minerais dos tecidos dentais duros e substituição por monômeros resinosos, formando assim a camada híbrida.<sup>1</sup> O efetivo selamento da dentina ocorre com a infiltração do adesivo tanto a dentina intratubular quanto a dentina intertubular, formando *tags* e uma camada híbrida contínua e uniforme, respectivamente.<sup>2</sup> A longevidade desta adesão depende da estabilidade e integridade estrutural das fibras colágenas e das cadeias poliméricas da camada híbrida.<sup>3</sup>

Sistemas adesivos atuais são comumente classificados de acordo com o tratamento da lama dentinária para formação da camada híbrida<sup>4</sup> e por isso denominados de condicionamento ácido total (*etch&rinse*) ou sistemas autocondicionantes (*self-etch*).<sup>5</sup> Já os sistemas adesivos universais podem ser utilizados em ambas estratégias.<sup>6</sup> Ainda, versões distintas de adesivos possuem diferentes números de etapas de aplicação: três passos (apenas os de condicionamento ácido total), dois passos ou apenas um passo.<sup>7</sup> Apesar da evolução dos sistemas adesivos ao longo das últimas décadas, a degradação enzimática das fibras colágenas ainda prejudica a longevidade das interfaces adesivas.<sup>8</sup> Dentre as diversas estratégias propostas para melhorar a resistência das fibras colágenas à degradação, destaca-se o uso de inibidores das enzimas

colagenolíticas ligadas à matriz, comumente chamadas de matriz-metaloproteinases (MMPs). Compostos como a clorexidina, o galardín e metacrilatos de amônio quaternário vêm sendo testados como possíveis alternativas;<sup>9-12</sup> entretanto, a literatura científica não é muito consistente com relação ao seu uso, pois o efeito benéfico observado até o momento parece apenas adiar a degradação e não inibi-la.<sup>13</sup>

A utilização de agentes de ligação cruzada do colágeno, também conhecidos como *cross-linkers*, figura como a mais recente estratégia para melhoria da adesão dentinária. Tais agentes seriam capazes de prevenir a degradação da camada híbrida por meio de dois mecanismos: inibição das MMPs e fortalecimento das fibras colágenas do tipo I.<sup>14</sup> A palavra *cross-linking* é utilizada em ciências biológicas para denominar a formação de ligações, após reações químicas, entre cadeias de aminoácidos vizinhas dentro da molécula de colágeno.<sup>15</sup> Ligações cruzadas intrínsecas do colágeno estabilizam o arranjo molecular dentro da fibra colágena, melhorando suas propriedades de tração.<sup>16</sup> A biomodificação da matriz dentinária com ligações cruzadas externas vem sendo proposta para melhorar a resistência fibrilar à degradação enzimática e aumentar as propriedades de tração da matriz através da criação de adicionais inter e intramolecular *cross-linkers*.<sup>17-19</sup> Estudos prévios demonstram que agentes *cross-linkers* como a proantocianidina e o glutaraldeído apresentam potencial terapêutico sobre o colágeno dentinário quando utilizados sob longos períodos de aplicação (10 min a 40h),<sup>20-24</sup> limitando sua aplicabilidade na prática clínica. No entanto, resultados satisfatórios também foram registrados sob tempos de aplicação aceitáveis clinicamente.<sup>18,19,25</sup> Assim, torna-se necessária a avaliação da eficácia de diferentes agentes *cross-linkers*, utilizados sob tempos de aplicação clinicamente factíveis.

Desenvolvido por Sano et al.,<sup>26</sup> o teste de microtração ( $\mu$ TBS) é frequentemente utilizado para mensurar a resistência de união de sistemas adesivos à dentina. Mesmo após diversas melhorias no método, como tamanho/formato do espécime e tipo de jig para posicionamento<sup>27</sup>, o aumento dos valores de resistência de união proveniente da evolução nas formulações dos sistemas adesivos fez com que frequentemente ocorram falhas coesivas em dentina ou em resina composta, o que prejudica a investigação de interfaces dentina-adesivo.<sup>28</sup> A tenacidade à fratura (K<sub>Ic</sub>) se traduz na capacidade de um material conter/resistir à propagação de uma falha pré-existente<sup>29</sup> é já sugerida como um melhor método para mensurar a resistência de união adesiva em interfaces; porém, o preparo de espécimes é fatigante e demanda grande quantidade de material biológico.<sup>30</sup> Assim, um método alternativo denominado

tenacidade à fratura mini-interfacial (mini-iFT) foi recentemente desenvolvido e apresentou positiva correlação com a tradicional  $\mu$ TBS.<sup>31</sup>

O objetivo deste estudo é investigar o efeito, imediato e após seis meses de armazenamento, da utilização de agentes *cross-linkers* no aumento da resistência adesiva por mini-iFT entre dentina coronária e diferentes sistemas adesivos.

## **Materiais e Métodos**

Após aprovação do Comitê de Ética da Universidade Católica de Leuven – Bélgica (protocolo S57622), 60 molares extraídos foram coletados e armazenados em cloramina 0,5% à 4°C por um período máximo de dois meses antes de sua utilização. Para facilitar a manipulação, os dentes foram fixados em blocos de gesso (Fig. 1) e então suas raízes seccionados à 1 mm abaixo da junção cimento-esmalte, utilizando um disco diamantado (Isomet 1000, Buehler, EUA). Após aplicação de adesivo autocondicionante (Clearfil SE Bond 2, Kuraray, Japão), uma base foi confeccionada com resina composta (Filtek Supreme XTE, 3M ESPE, EUA) (Fig. 2) inserida em matriz de silicone (8 × 8 × 8 mm). Os dentes foram aderidos pela base à placas de polimetil metacrilato (PMMA) e as coroas parcialmente seccionadas com disco diamantado montado em máquina de corte semiautomática (Accutom-50, Struers, Dinamarca), a fim de expor dentina coronária média e garantir o paralelismo da mesma (Fig. 3).

A lama dentinária foi produzida de forma padronizada para todos os dentes, por meio da utilização de brocas diamantada, trocadas após o preparo de três dentes, com granulação de 107  $\mu$ m (842, Komet, Alemanha) montadas em dispositivo específico para confecção de espécimes (Micro-Specimen Former, University of Iowa, EUA) (Fig. 4). Todos os espécimes foram avaliados cuidadosamente sob um estereomicroscópio (Stemi 2000, Carl Zeiss, Alemanha) para identificar possíveis remanescentes de esmalte. Para viabilizar a técnica do dente dividido, um disco de corte diamantado foi utilizado para preparar um sulco raso na superfície (Fig. 5). O posicionamento de uma lâmina metálica no sulco permitiu a aplicação de dois tratamentos dentinários distintos no mesmo dente.

Os dentes foram alocados em 24 grupos experimentais, de acordo com a variação da combinação de agentes *cross-linker* e sistemas adesivos. Para a estratégia de condicionamento ácido total, a dentina foi previamente condicionada com ácido fosfórico 35% (K-Etchant,

Kuraray) por 15 seg, enxaguada por 15 seg e gentilmente seca com jato de ar por 5 seg.



Figura 1: Dente fixado em gesso.



Figura 2: Base de resina composta.

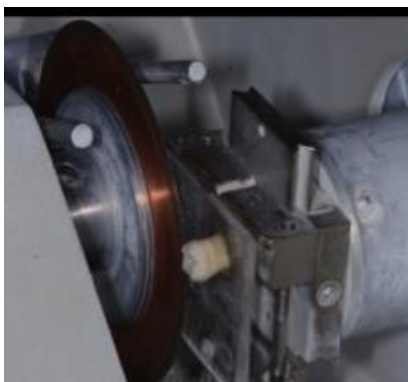


Figura 3: Remoção de parte da coroa.



Figura 4: Preparo de lama dentinária.

Na sequência, as superfícies dentinárias foram tratadas com diferentes combinações de agentes *cross-linkers* e sistemas adesivos (Quadro 1). As superfícies tratadas com riboflavina foram ativadas com luz ultravioleta com comprimento de onda de 366 nm e irradiância de 3 mW/cm<sup>2</sup> (Merck KGaA, Alemanha) antes de serem secos com ar.<sup>32</sup> Os sistemas adesivos foram aplicados seguindo as instruções dos fabricantes e a fotopolimerização foi realizada com o mesmo aparelho (Bluephase 20i, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein), com irradiância de 1.200 mW/cm<sup>2</sup> mensurada periodicamente com radiômetro (MARC, BlueLight Analytics, Canadá). A porção coronária dos dentes foi



restaurada incrementalmente com resina composta (Filtek Supreme XTE, 3M ESPE) inserida em molde de silicone ( $8 \times 8 \times 8$  mm), sendo cada incremento fotopolimerizado por 40 seg.

Quadro 1: Materiais utilizados e seus respectivos modos de uso.

<b>Material</b>	<b>Composição</b>	<b>Modo de uso</b>
Proantocianidina (MegaNatural, EUA, LOT13682503-01)	Proantocianidina 6,5%, água destilada.	Aplicar por 60 seg com leve agitação. Secar levemente com jato de ar por 5 seg.
Riboflavina (Sigma-Aldrich, Finlândia, LOT24887210)	Riboflavina 0,5 %, água destilada.	Aplicar por 60 seg com leve agitação. Irradiar com luz UVA por 2 min e secar com jato de ar por 5 seg.
Glutaraldeído (Fisher Scientific, Finlândia, LOT186852)	Glutaraldeído 5%, água destilada.	Aplicar por 60 seg com leve agitação. Secar levemente com jato de ar por 5 seg.
Água destilada (controle)	Água destilada.	Aplicar por 60 seg com leve agitação. Secar levemente com jato de ar por 5 seg.
Adesivo de condicionamento ácido total de três passos (OptiBond FL, Kerr, EUA, LOT5629794 / 5692296)	Primer: HEMA, GPDM (dimetacrilato glycerol fosfato), mono-2-metacrilatoetilfritalato, água, etanol, fotoiniciador.  Adesivo: Bis-GMA, HEMA, GPDM (dimetacrilato glycerol fosfato), vidro de borossilicato bário-alumínio, hexafluorosilicato disódio, sílica.	Após condicionamento com ácido fosfórico 35% por 15 seg, enxaguar por 15 seg e secar levemente com jato de ar por 5 seg. Aplicar o primer com leve agitação por 15 seg e secar por 5 seg.
Adesivo autocondicionante de dois passos (Clearfil SE Bond 2,	Primer: 10-MDP, 2-HEMA, dimetacrilato alifático hidrofílico, canforoquinona, água.	Aplicar sobre a dentina e após leve jato de ar, fotopolimerizar por 10 seg.  Secar levemente a dentina e aplicar. Aguardar 20 seg e secar por 5 seg com jato de ar.

**Sistemas adesivos**

**Cross-linkers**

<p>Kuraray, Japão, LOT3Q0034 / 3N0050)</p>	<p>Adesivo: 10-MDP, 2-HEMA, Bis-GMA, dimetacrilato alifático hidrofílico, canforoquinona, iniciadores, aceleradores, sílica coloidal silanizada.</p>	<p>Aplicar sobre a dentina e após leve jato de ar, fotopolimerizar por 10 seg.</p>
<p>Adesivo universal (G-Premio Bond, GC, Japão, LOT1605122)</p>	<p>10-MDP, 4-META, 10-MDTP, ester ácido metacrilato, água destilada, acetona, fotoiniciadores, sílica.</p>	<p>- Autocondicionante: após secar levemente a dentina, aplicar o adesivo e aguardar 10 seg. Após leve jato de ar, fotopolimerizar por 10 seg. -Condicionamento ácido total: condicionar a dentina com ácido fosfórico 35% por 15 seg, enxaguar por 15 seg e secar levemente com jato de ar por 5 seg. Aplicar adesivo da mesma forma descrita acima.</p>
<p>Adesivo universal (Prime&amp;Bond Active, Dentsply, Alemanha, LOT1605004100)</p>	<p>10-MDP, PENTA, acrilato multifuncional, acrilato bifuncional, acrilato ácido, isopropanol, água, iniciador, estabilizador.</p>	<p>- Autocondicionante: após secar levemente a dentina, aplicar com leve agitação por 20 seg. e após leve jato de ar, fotopolimerizar por 10 seg. - Condicionamento ácido total: condicionar a dentina com ácido fosfórico 35% por 15 seg, enxaguar por 15 seg e secar levemente com jato de ar por 5 seg. Aplicar adesiva da mesma forma descrita acima.</p>

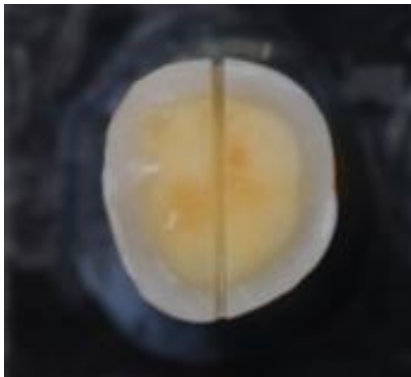


Figura 5: Sulco raso preparado na superfície dentinária.



Figura 6: Espécime restaurado e aderido à placa de PMMA para corte e obtenção de mini-espécimes. Diferentes cores (azul e vermelho) correspondem a grupos experimentais distintos.

Após uma semana de armazenamento em saliva artificial à 37°C,<sup>33</sup> os espécimes foram seccionados perpendicularmente à interface adesiva com um disco de corte diamantado (Isomet 1000, Buehler) montado em uma máquina de corte semiautomática (Accutom-50, Struers) (Fig. 6), originando 6 mini-espécimes (1.5 mm × 2.0 mm, e 16 à 18 mm de comprimento). Sob 40x de magnificação proporcionada por um estereomicroscópio (M71, Leica, Alemanha), um disco de corte ultrafino com 150 µm de espessura (M1D08, Struers, Dinamarca) foi posicionado na interface dentina-adesivo de cada mini-espécime de forma a realizar um pequeno entalhe (*notch*) durante seu avanço de 0,015 mm/seg à 1000 rpm (Fig. 7). O entalhe (Fig. 8) realizado apresentou largura de <0,3 mm, ângulo de 45° e sua ponta foi localizada no lado mais longo do mini-espécime (W = 2,0 mm), a uma distância entre 0,24 e 0,48 mm ( $l_0$ ) da borda posterior. A porção oposta do entalhe foi terminada a uma distância menor que 0,2 mm ( $l_1$ ) da parte posterior.

Metade dos espécimes foi testada imediatamente (após 1 semana) em uma máquina de testes universal (5848 Micro Tester, Instron, EUA), utilizando um suporte para teste de flexão de 4 pontos, à velocidade de 0.05 mm/min (Fig. 9 e 10). A outra metade dos espécimes permaneceu armazenada em saliva artificial à 37°C e testada após 6 meses. Imediatamente após o teste mecânico, os mini-espécimes foram processados para avaliação em microscópio eletrônico de varredura (JSM 6610LV, JEOL, Japão), incluindo procedimentos de fixação,

desidratação gradual e secagem com hexametildisilazano (HMDS) e recobrimento com ouro (JFC 1300, JEOL). Além disso, este processo possibilitou a mensuração exata das dimensões do entalhe no plano transversal com auxílio de aparelho modular com eixos X-Y equipado com microscópio óptico e leitor digital (Leitz VRZ-U, Alemanha), com magnificação de 250x e precisão de 0,001 mm. As medidas da secção transversal dos mini-espécimes foram utilizadas para o cálculo da K<sub>Ic</sub> em MPa.<sup>31</sup>

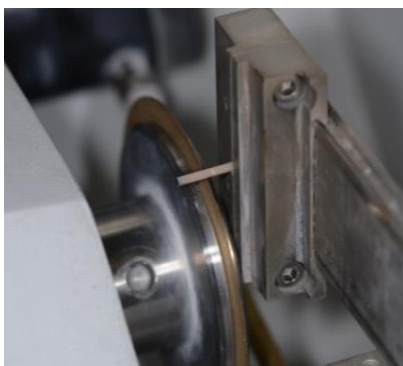


Figura 7: Mini-espécime posicionado para confecção do entalhe (*notch*).

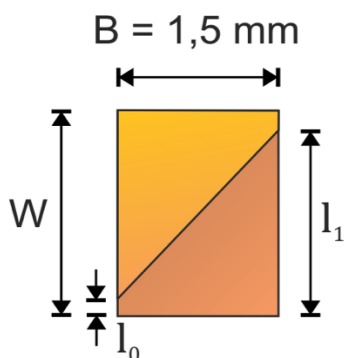


Figura 8: Esquema da secção transversal do mini-espécime na porção interfacial, onde o entalhe está representado pela cor amarela.

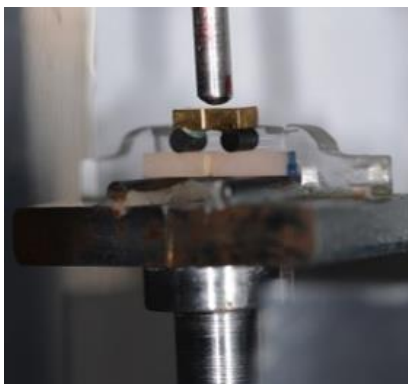


Figura 9: Mini-espécime posicionado na máquina de teste universal.

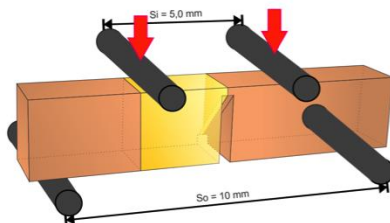


Figura 10: Esquema do teste de flexão de 4 pontos, com 10 mm de distância entre os pontos de apoio inferiores e 5 mm entre os pontos de carga superiores.

Um modelo linear misto incluindo os fatores *cross-linker*, sistema adesivo e armazenamento foi utilizado para analisar estatisticamente os dados, considerando aqueles mini-espécimes provenientes da mesma metade de dente. Um modelo inicial incluiu os efeitos principais, todas as interações e a interação de três vias. Um modelo parcimonioso foi construído após remoção de interações não significativas ( $p > 0,05$ ), respeitando-se assim a hierarquia. A inferência foi baseada no modelo final e todas análises realizadas pelo software SAS (versão 9.4 do Sistema SAS para Windows).

## Resultados

Os valores de mini-iFT estão descritos no Quadro 2 e nas Fig. 11 e 12. Não foram observadas falhas pré-teste durante a obtenção dos mini-espécimes e realização do entalhe. O modelo linear misto revelou diferença significativa entre os grupos com diferentes tratamentos dentinários ( $p < 0,05$ ). Como efeito geral, o uso de proantocianidina resultou em valores de resistência de união estáveis após 6 meses de armazenamento em saliva artificial, enquanto o uso de riboflavina, glutaraldeído e água destilada (controle) não foram capazes de manter os valores de mini-iFT após 6 meses quando comparados aos valores imediatos.

Mais especificamente para ambos adesivos de condicionamento ácido total (OptiBond FL) e autocondicionante (Clearfil SE Bond 2), a aplicação de riboflavina diminuiu tanto a resistência adesiva imediata quanto após 6 meses, isto quando comparados aos seus respectivos grupos controle (água destilada). Já o uso de glutaraldeído influenciou negativamente a resistência adesiva imediata e após 6 meses, para o adesivo de condicionamento ácido total (OptiBond FL). A aplicação de proantocianidina não afetou os valores de mini-iFT imediatos para nenhum dos sistemas adesivos.

A análise do tipo de falha revelou que a maioria ocorreu na interface dentina-adesivo e que a fratura foi iniciada na ponta do entalhe (*notch*). Independente do sistema adesivo, a dentina tratada com proantocianidina apresentou padrão de falha similar e no topo da camada híbrida, caracterizada por numerosos prolongamentos de adesivo ocupando a luz dos túbulos dentinários. Por outro lado, as superfícies dentinárias tratadas com riboflavina, glutaraldeído e água destilada (controle) apresentaram falhas adesivas na base da camada híbrida, caracterizadas por túbulos dentinários vazios (Fig. 13 e 14).

Quadro 2: Resultados de mini-iFT (MPa).

Grupo	1 semana			6 meses		
	Média	DP	fpt/n	Média	DP	fpt/n
OptiBondFL_AD	1,64	0,26	0/6	1,54	0,29	0/6
OptiBondFL_PA	1,51	0,43	0/6	1,70	0,07	0/6
OptiBondFL_RB	1,32	0,44	0/6	1,04	0,27	0/6
OptiBondFL_GA	1,00	0,20	0/6	0,91	0,20	0/6
Prime&BondActive_AD	1,80	0,49	0/6	1,41	0,20	0/6
Prime&BondActive_PA	1,19	0,50	0/6	1,78	0,26	0/6
Prime&BondActive_RB	2,16	0,43	0/6	1,46	0,29	0/6
Prime&BondActive_GA	1,22	0,33	0/6	1,03	0,25	0/6
G-PremioBond_AD	1,62	0,51	0/6	0,90	0,22	0/6
G-PremioBond_PA	1,16	0,28	0/6	1,20	0,12	0/6
G-PremioBond_RB	1,38	0,46	0/6	1,08	0,28	0/6
G-PremioBond_GA	1,00	0,14	0/6	0,95	0,17	0/6

Estratégia de condicionamento ácido total

Estratégia autocondicionante						
ClearfilSEBond2_AD	2,01	0,69	0/6	1,80	0,79	0/6
ClearfilSEBond2_PA	1,72	0,50	0/6	1,81	0,32	0/6
ClearfilSEBond2_RB	1,36	0,34	0/6	1,16	0,19	0/6
ClearfilSEBond2_GA	1,68	0,38	0/6	1,33	0,36	0/6
Prime&BondActive_AD	1,29	0,45	0/6	1,17	0,26	0/6
Prime&BondActive_PA	1,39	0,35	0/6	1,22	0,24	0/6
Prime&BondActive_RB	1,57	0,72	0/6	1,28	0,40	0/6
Prime&BondActive_GA	1,80	0,51	0/6	1,45	0,30	0/6
G-PremioBond_AD	1,10	0,23	0/6	0,85	0,32	0/6
G-PremioBond_PA	1,17	0,41	0/6	1,20	0,18	0/6
G-PremioBond_RB	1,22	0,64	0/6	0,84	0,07	0/6
G-PremioBond_GA	1,14	0,18	0/6	0,87	0,19	0/6

DP: desvio padrão; fpt: falha pré-teste; n: número de mini-espécimes; AD: água destilada (controle); PA: proantocianidina; RB: riboflavina; GA: glutaraldeído.



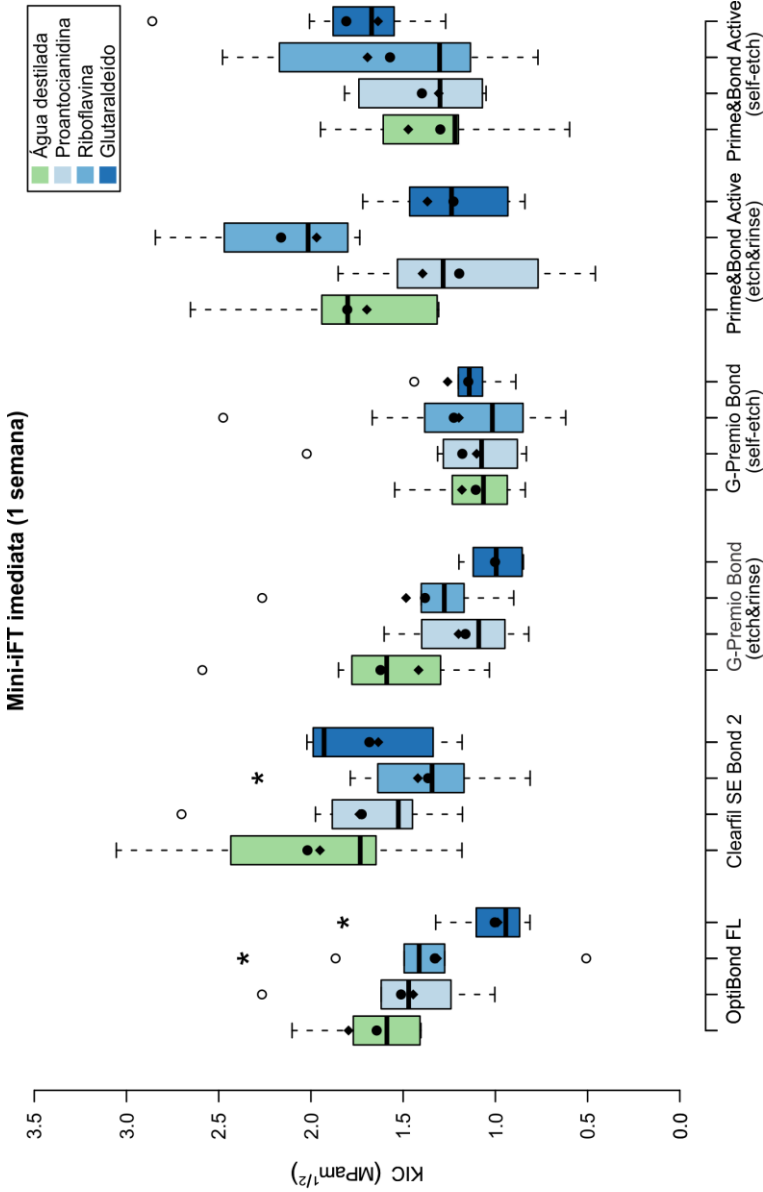


Figura 11: Gráfico dos resultados do teste de mini-iFT imediato. Linhas centrais horizontais, círculos pretos e losangos representam mediana, média, e média ajustada no modelo estatístico, respectivamente. Valores atípicos que são representados por círculos (°). Os asteriscos (\*) indicam as diferenças significativas em relação aos respectivos grupos controle (p<0,05).

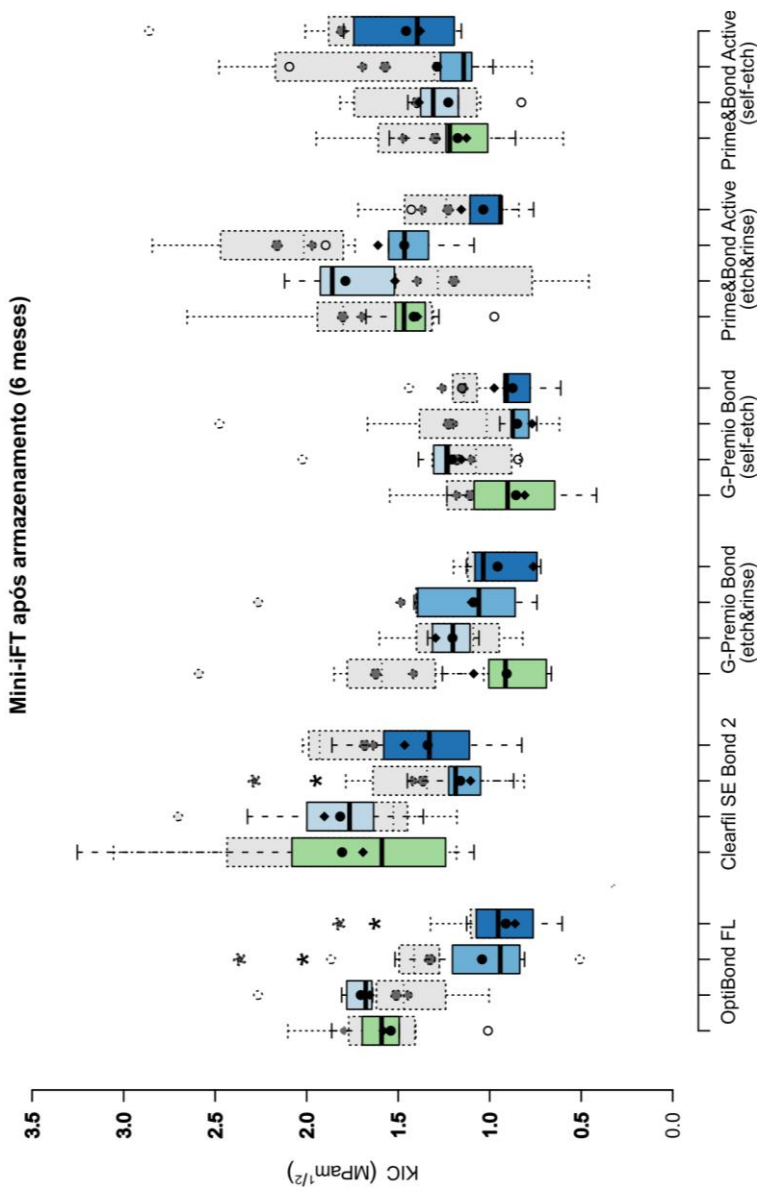


Figura 12: Gráfico dos resultados do teste de mini-iFT após 6 meses sobrepostos aos resultados imediatos. Linhas centrais horizontais, círculos pretos e losangos representam mediana, média, e média ajustada no modelo estatístico, respectivamente. Valores atípicos que são representados por círculos (°). Os asteriscos (\*) indicam as diferenças significativas em relação aos respectivos grupos controle ( $p < 0,05$ ).

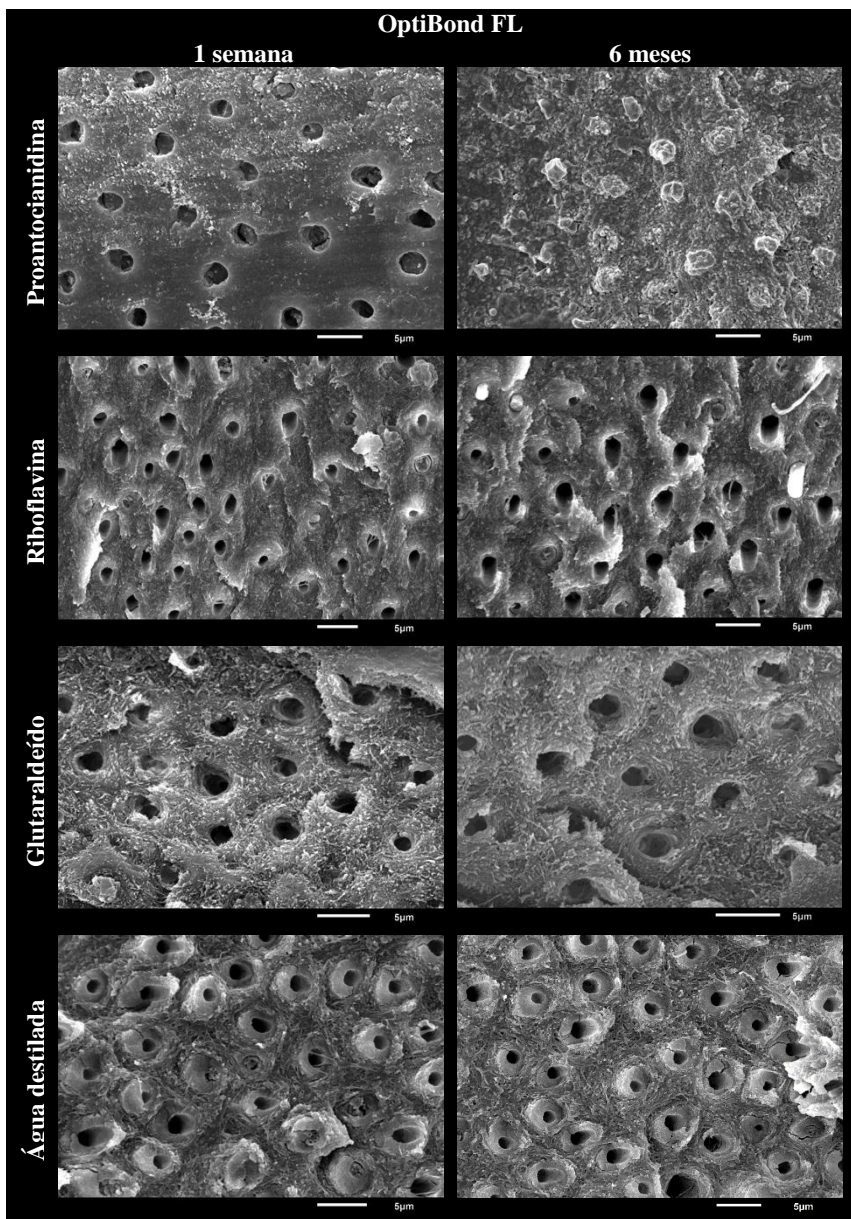


Figura 13: Fotomicrografias (MEV) representativas de interfaces dentina-adesivo de condicionamento ácido total.

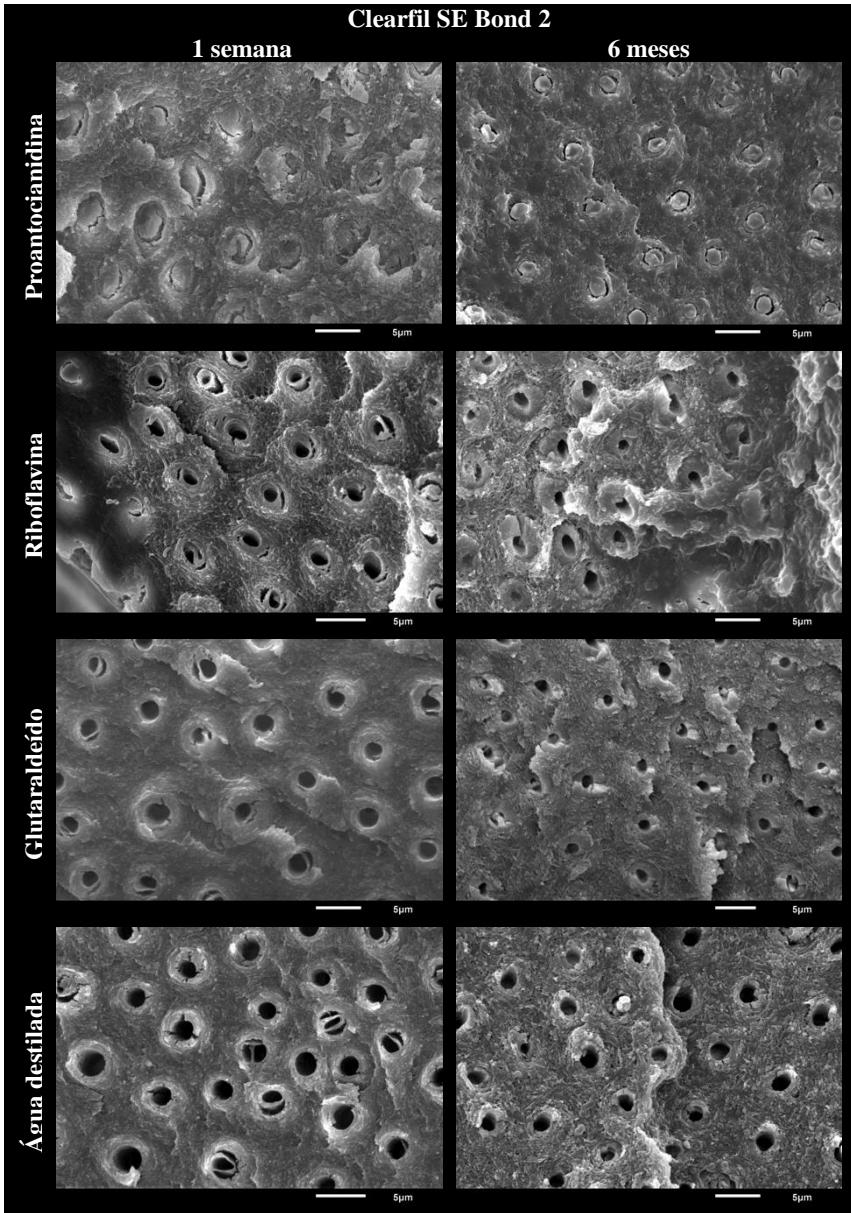


Figura 14: Fotomicrografias (MEV-2.000x de aumento) representativas de interfaces dentina-adesivo autocondicionante.

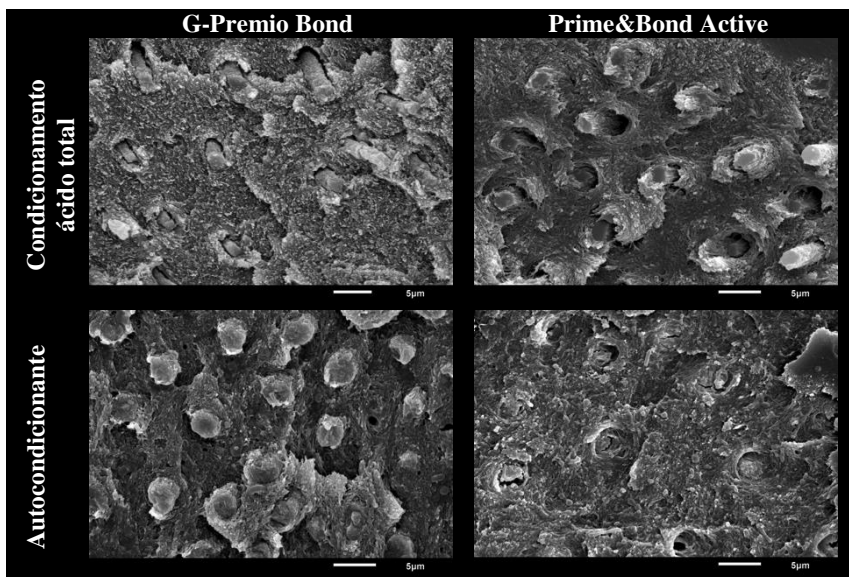


Figura 15: Fotomicrografias (MEV-2.000x de aumento) representativas de interfaces dentina-adesivos universais testados após 6 meses de armazenamento.

Independente do modo da estratégia condicionamento ácido total ou autocondicionante, a aplicação prévia de proantocianidina resultou em falha no topo da camada híbrida.

## Discussão

O efeito do uso de três agentes *cross-linkers* em combinação com diferentes sistemas adesivos com estratégias de condicionamento ácido total e autocondicionante na resistência união adesiva à dentina coronal média foi avaliado neste estudo. Diferentemente da riboflavina e do glutaraldeído, o uso de proantocianidina em dentina por tempo viável clinicamente, previamente à aplicação do sistema adesivo, foi capaz de manter os valores de mini-iFT após 6 meses de armazenamento.

A capacidade de reagir com a matriz dentinária e o consequente impacto na estabilidade do colágeno e vulnerabilidade das interfaces adesivas à degradação, são determinadas pelas características químicas e estruturais de cada agente *cross-linker*.<sup>34</sup> O glutaraldeído, amplamente utilizado como fixador de tecido biológico,<sup>35</sup> é uma molécula alifática com cinco carbonos e a presença de um grupo aldeído em cada extremidade da cadeia torna-o bifuncional. O aldeído interage quimicamente com os grupos amino do colágeno, criando ligações

químicas e, assim, aumentaria a resistência do colágeno na interface adesiva.<sup>35</sup> A melhoria das propriedades mecânicas do tecido biológico e a redução da degradação do colágeno já foram relatadas quando o glutaraldeído foi utilizado.<sup>19,36</sup> Entretanto, a redução dos valores de mini-iFT observada em nosso estudo sugere que a presença de ligações cruzadas exógenas induzidas pelo glutaraldeído não influenciou positivamente as propriedades mecânicas da camada híbrida após 6 meses de armazenamento. Especula-se que a rápida reticulação superficial do colágeno promovida por este agente pode criar uma barreira que impediria uma maior penetração do glutaraldeído.<sup>20</sup> Ainda, a ausência de diferenças significativas entre os grupos tratados com glutaraldeído e seus respectivos grupos-controle (água destilada), em ambos testes imediatos e após armazenamento, corrobora com estudo prévio de Bedran-Russo et al.<sup>20</sup> Já os menores valores de mini-iFT encontrados para o adesivo de condicionamento ácido total de 3 passos (OptiBond FL) após tratamento com glutaraldeído também pode ser explicado por esse efeito negativo, visto que a fixação do tecido é prejudicada à medida que a profundidade de desmineralização aumenta.<sup>37</sup> O processo de despolimerização que este agente pode sofrer lança resíduos não reagidos no paciente, tornando-o 120 vezes mais tóxico que a proantocianidina,<sup>34</sup> o que desencoraja ainda mais sua utilização como agente *cross-linker*.

A riboflavina, também conhecida como vitamina B2, é um fotossensibilizador biocompatível com picos de absorção de UVA com comprimentos de onda de 270, 366 e 445 nm.<sup>38,39</sup> A alta energia da luz UVA destrói as fracas ligações cruzadas intrínsecas nas fibrilas de colágeno e cria radicais livres de oxigênio que induzem a formação de fortes ligações covalentes entre as moléculas de colágeno.<sup>40</sup> Resultados positivos com a incorporação de riboflavina 0,1% no protocolo adesivo foram reportados por diversos estudos.<sup>19,32,41</sup> Optamos pela utilização de riboflavina 0,5% pois uma maior concentração deste agente na matriz colágena resultaria em maior absorção de UVA, geração de mais radicais livres e reativos de oxigênio.<sup>41</sup> No entanto, nossos resultados foram contrários ao esperado e os valores de mini-iFT não se mantiveram estáveis após 6 meses de armazenamento para todos os sistemas adesivos testados. Além disso, houve uma redução nos valores de mini-iFT dos adesivos OptiBond FL e Clearfil SE Bond 2 para ambos os tempos de armazenamento, isto quando comparados aos respectivos grupos controle (água destilada). Como o pico de absorção máximo da riboflavina é semelhante àqueles dos fotoiniciadores contidos nos sistemas adesivos, o aumento da concentração de riboflavina poderia

levar à uma competição pela absorção de luz.<sup>42</sup> A provável subpolimerização dos sistemas adesivos utilizados em combinação com riboflavina ainda deve ser investigada mais detalhadamente em estudos futuros.

As proantocianidinas são bioflavonóides naturais amplamente encontradas em vegetais, frutas, nozes, sementes, flores e cascas.<sup>34</sup> Estudos prévios demonstraram que as proantocianidinas atuam como estabilizadores da matriz de colágeno dentinário, melhorando sua resistência de união adesiva e módulo de elasticidade.<sup>17,20,21,23</sup> Considerando os valores de mini-iFT registrados no presente estudo, o uso de proantocianidina 6,5% parece ter evitado e/ou retardado a degradação da camada híbrida por um período de até 6 meses de armazenamento. Diversos mecanismos de interação entre proantocianidinas e proteínas foram postulados e podem explicar esta estabilização, incluindo interações covalentes<sup>43</sup>, iônicas<sup>44</sup> e hidrofóbicas.<sup>34</sup> Proteínas ricas em prolina como o colágeno, possuem alta afinidade por compostos contendo proantocianidina. Ligações de hidrogênio entre o grupo carboneto de proteína amida presente no colágeno e o grupo hidroxilo fenólico presente no agente *cross-linker* cria o complexo prolina-PA<sup>34</sup>, o que se traduz em ligações fortes.

Ao testar proantocianidina 6,5%, riboflavina 0,1% ativada por UVA e glutaraldeído 5% com um tempo de aplicação idêntico ao utilizado em nosso estudo, Hass et al.<sup>19</sup> não observou diferença significativa nos valores de  $\mu$ TBS imediatos. Em desacordo com nossos resultados, o mesmo estudo ainda reportou que os três agentes *cross-linkers* mantiveram  $\mu$ TBS estável após 18 meses de armazenamento em água.

Uma vez que as fibras colágenas estão orientadas perpendicularmente aos túbulos dentinários, a direção destes pode influenciar diretamente os resultados de testes mecânicos de resistência adesiva.<sup>45-47</sup> Diferentemente de outros estudos em que os espécimes foram submetidos à forças de tração aplicadas paralelamente à orientação dos túbulos,<sup>19,21,22,32,41,48</sup> mini-espécimes testados em nosso estudo foram submetidos à um teste de flexão de 4 pontos em que a carga é aplicada perpendicularmente aos túbulos dentinários. Os agentes *cross-linkers* podem reagir de forma diferente com o colágeno, criando diferentes quantidades e tipos de ligações cruzadas exógenas, que conseqüentemente podem fornecer ao colágeno propriedades mecânicas distintas. A localização dessas novas ligações cruzadas em determinadas orientações<sup>17</sup> pode ter contribuído para os resultados dos grupos tratados com riboflavina e glutaraldeído.

A análise dos modos de falhas corrobora com os valores de mini-iFT registrados, sendo que o uso de proantocianidina resultou em maiores valores de resistência de união adesiva e maioria das falhas no topo da camada híbrida. Além disso, este tipo de falha associado à manutenção dos valores de mini-iFT após 6 meses sugerem uma melhoria das propriedades mecânicas da camada híbrida com um colágeno quimicamente modificado.<sup>18,21</sup> Já as superfícies dentinárias tratadas com riboflavina, glutaraldeído e água destilada (controle), apresentaram falhas na base da camada híbrida e valores de resistência de união adesiva menores após armazenamento.

Sistemas adesivos contendo diferentes monômeros e solventes foram testados neste estudo. Quando utilizado como solvente, o etanol tende a diminuir a constante dielétrica dos adesivos e melhorar a estabilidade das ligações de hidrogênio, o que promove a interação entre a proantocianidina e o colágeno.<sup>34</sup> Tal fato corrobora com os resultados positivos que registramos para os grupos tratados com proantocianidina e adesivos contendo etanol (OptiBond FL, Clearfil SE Bond 2 e Prime&Bond Active). Embora já tenha sido sugerido que a presença de HEMA não interfere no efeito dos agentes *cross-linkers*,<sup>41</sup> ambos adesivos contendo este componente (OptiBond FL e Clearfil SE Bond 2) foram negativamente afetados pela riboflavina neste estudo, e ainda um deles influenciado pelo glutaraldeído (OptiBond FL). Por outro lado, o uso de agentes *cross-linkers* não resultou em diferenças significativas para os adesivos universais (Fig. 15) que não contêm HEMA (G-Premio Bond e Prime&Bond Active). O tipo específico de interação entre monômeros/solventes e agentes *cross-linkers* ainda necessita ser investigado.

O tipo de preparo da dentina produz lama dentinária com diferentes características, também podendo afetar a resistência de união dos adesivos.<sup>49,50</sup> Com o intuito de reproduzir a situação clínica, pontas diamantadas foram utilizadas para produzir uma lama dentinária mais compacta e com túbulos mais fechados em comparação com àquela comumente realizada com lixas de carbetto de silício.<sup>49-51</sup> Uma lama dentinária menos permeável pode ter dificultado a penetração dos agentes *cross-linkers*, e por consequência ter diminuído seus efeitos.



## Conclusões

Com base nos resultados de resistência de união adesiva, pode-se sugerir que a biomodificação da matriz dentinária de colágeno por meio da aplicação de proantocianidina 6,5% por um tempo clinicamente aceitável aumenta a resistência do colágeno à degradação enzimática. Ainda, o uso de riboflavina 0,5% ativada por UVA e glutaraldeído 5% previamente à aplicação de adesivo dentinário não foi eficaz na prevenção da degradação do colágeno.

## Referências

- 1 Nakabayashi, N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16(3):265-73.
- 2 Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent* 1997;25(5):355-72.
- 3 Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of dental hard tissues. Tóquio: Quintessence. 1998 p. 16-89.
- 4 Nakabayashi N, Saimi Y. Bonding to intact dentin. *J Dent Res* 1996;75 (9):1706-15.
- 5 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.
- 6 Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, De Munck J. Bonding effectiveness of a new ‘multi-mode’ adhesive to enamel and dentin. *J Dent* 2012;40(6):475-84.
- 7 Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD, Robinson SJ. *J Dent Res* 1998;77(1):50-9.
- 8 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 Mater* 2008;24:90-101.

- 9 Breschi L, Cammelli F, Visintini E, Mazzoni A, Vita F, Carrilho M, Cadenaro M, Foulger S, Mazzotti G, Tay FR, Di Lenarda R, Pashley D. Influence of chlorhexidine concentration on the durability of etch-and-rinse dentin bonds: a 12-month in vitro study. *J Adhes Dent* 2009;11:191–98.
- 10 De Munck J, Van den Steen PE, Mine A, Van Landuyt KL, Poitevin A, Opdenakker G, Van Meerbeek B. Inhibition of enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces. *J Dent Res* 2009;88:1101-6.
- 11 Tjäderhane L, Nascimento FD, Breschi L, Mazzoni A, Tersariol IL, Geraldini S, Tezvergil-Mutluay A, Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley HD. Optimizing dentin bond durability: control of collagen degradation by matrix metalloproteinases and cysteine cathepsins. *Dent Mater* 2013;29:116–35.
- 12 Mazzoni A, Angeloni V, Apolonio FM, Scotti N, Tjäderhane L, Tezvergil-Mutluay A, Di Lenarda R, Tay FR, Pashley DH, Breschi L. Effect of carbodiimide (EDC) on the bond stability of etch-and-rinse adhesive systems. *Dent Mater* 2013;29:1040–7.
- 13 Montagner AF, Sarkis-Onofre R, Pereira-Cenci T, Cenci MS. MMP inhibitors on dentin stability: A systematic review and meta-analysis. *J Dent Res* 2014;93:733-43.
- 14 Mazzoni A, Angeloni V, Sartori N, Duarte S Jr, Maravic T, Tjäderhane L, Pashley DH, Tay FR, Breschi L. Substantivity of carbodiimide inhibition on dentinal enzyme activity over time. *J Dent Res* 2017;96(8):902-8.
- 15 Goh KL, Meakin JR, Aspden RM, Hukins DW. Stress transfer in collagen fibrils reinforcing connective tissues: effects of collagen fibril slenderness and relative stiffness. *J Theoret Biol* 2007;245,305–311.
- 16 Ricard-Blum S, Ville G. Collagen cross-linking. *Int J Biochem* 1989;21:1185-9.
- 17 Bedran-Russo AK, Pashley DH, Agee K, Drummond JL, Miescke KJ. Changes in stiffness of demineralized dentin following application of collagen crosslinkers. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008;86:330-4.

- 18 Fang M, Liu R, Xiao Y, Li F, Wang D, Hou R, Chen J. Biomodification to dentin by a natural crosslinker improved the resin-dentin bonds. *J Dent* 2012;40:458-66.
- 19 Hass V, Luque-Martinez IV, Gutierrez MF, Moreira CG, Gotti VB, Feitosa VP, Koller G, Otuki MF, Loguercio AD, Reis A. Collagen cross-linkers on dentin bonding: stability of the adhesive interfaces, degree of conversion of the adhesive, cytotoxicity and in situ MMP inhibition. *Dent Mater* 2016;32:732-41.
- 20 Bedran-Russo AK, Pereira PN, Duarte WR, Drummond JL, Yamauchi M. Application of crosslinkers to dentin collagen enhances the ultimate tensile strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2007;80:268-72.
- 21 Al-Ammar A, Drummond JL, Bedran-Russo AK. The use of collagen cross-linking agents to enhance dentin bond strength. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2009;91:419-24.
- 22 Macedo GV, Yamauchi M, Bedran-Russo AK. Effects of chemical cross-linkers on caries-affected dentin bonding. *J Dent Res* 2009;88:1096–100.
- 23 Castellan CS, Bedran-Russo AK, Karol S, Pereira PN. Long-term stability of dentin matrix following treatment with various natural collagen cross-linkers. *J Mech Behav Biomed Mater* 2011;4:1343–50.
- 24 Hiraishi N, Sono R, Sofiqul I, Yiu C, Nakamura H, Otsuki M, Takatsuka T, Tagami J. In vitro evaluation of plant derived agents to preserve dentin collagen. *Dent Mater* 2013;29:1048-54.
- 25 Seseogullari-Dirihan R, Apollonio F, Mazzoni A, Tjaderhane L, Pashley D, Breschi L, Tezvergil-Mutluay A. Use of crosslinkers to inactivate dentin MMPs. *Dent Mater* 2016; 32:423-32.
- 26 Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res* 1994;73(6):1205-11.

27 Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adhes Dent*. 2008;10(1):7-16.

28 Söderholm KJ. Time to abandon traditional bond strength testing? *J Adhes Dent* 2012;14(1):3-4.

29 Long R, Hui CY. Fracture toughness of hydrogels: measurement and interpretation. *Soft Mater* 2016;12:8069-86.

30 De Munck J, Luehrs AK, Poitevin A, Van Ende A, Van Meerbeek B. Fracture toughness versus micro-tensile bond strength testing of adhesive–dentin interfaces. *Dent Mater* 2013;29:635–44.

31 Pongprueksa P, De Munck J, Karunratanakul K, Barreto BC, Van Ende A, Senawongse P, Van Meerbeek B. Dentin bonding testing using a mini-interfacial fracture toughness approach. *J Dent Res* 2016;95:327–33.

32 Cova A, Breschi L, Nato F, Ruggeri A Jr, Carrilho M, Tjäderhane L, Prati C, Di Lenarda R, Tay FR, Pashley DH, Mazzoni A. Effect of UVA-activated riboflavin on dentin bonding. *J Dent Res* 2011;90:1439-45.

33 Asano K, Kawamoto R, Iino M, Fruichi T, Nojiri K, Takamizawa T, Miyazaki M. Effect of pre-reacted glass-ionomer filler extraction solution on demineralization of bovine enamel. *Oper Dent* 2014;39:159-65.

34 Han B, Jaurequi J, Tang BW, Nimni ME. Proanthocyanidin: A natural crosslinking reagent for stabilizing collagen matrices. *J Biomed Mater Res A* 2003;65:118-24.

35 Sung HW, Chang Y, Chiu CT, Chen CN, Liang HC. Mechanical properties of a porcine aortic valve fixed with a naturally occurring crosslinking agent. *Biomaterials* 1999;20:1759-72.

36 Scheffel DL, Hebling J, Scheffel RH, Agee KA, Cadenaro M, Turco G, Breschi L, Mazzoni A, Costa CA, Pashley DH. Stabilization of dentin matrix after cross-linking treatments, in vitro. *Dent Mater* 2014;30:227-33.

- 37 Khor E. Methods for the treatment of collagenous tissues for bioprotheses. *Biomaterials* 1997;18:95-105.
- 38 Sisson TR. Photodegradation of riboflavin in neonates. *Fed Proc* 1987;46:1883-5.
- 39 Spoerl E, Mrochen M, Sliney D, Trokel S, Seiler T. Safety of UVA-riboflavin cross-linking of the cornea. *Cornea* 2007;26:385-89.
- 40 Snibson GR. Collagen cross-linking: a new treatment paradigm in corneal disease – a review. *Clin Experiment Ophthalmol* 2010;38:141-53.
- 41 Chiang YS, Chen YL, Chuang SF, Wu CM, Wei PJ. Riboflavin-ultraviolet-A-induced collagen cross-linking treatments in improving dentin bonding. *Dent Mater* 2013;29:682-92.
- 42 Daood U, Swee Heng C, Neo Chiew Lian J, Fawzy AS. In vitro analysis of riboflavin-modified, experimental, two-step etch-and-rinse dentin adhesive: Fourier transform infrared spectroscopy and micro-Raman studies. *Int J Oral Sci* 2015;26:110-24.
- 43 Pierpoint WS. Quinones formed in plant extracts. Their reactions with amino acids and peptides. *Biochem J* 1969;112: 609-16.
- 44 Loomis WD. Overcoming problems of phenolics and quinines in the isolation of plant enzymes and organelles. *Methods Enzymol* 1974;31:528-44.
- 45 Inoue T, Takahashi H, Nishimura F. Anisotropy of tensile strengths of bovine dentin regarding dentinal tubule orientation and location. *Dent Mater J* 2002;21:32-43.
- 46 Nalla RK, Kinney JH, Ritchie RO. Effect of orientation on the in vitro fracture toughness of dentin: the role of toughening mechanisms. *Biomaterials* 2003;24: 3955–68.
- 47 Miguez PA, Pereira PN, Atsawasuwan P, Yamauchi M. Collagen cross-linking and ultimate tensile strength in dentin. *J Dent Res* 2004;83:807-10.

48 Fawzy AS, Nitisusanta LI, Iqbal K, Daood U, Neo J. Riboflavin as a dentin crosslinking agent: ultraviolet A versus blue light. *Dent Mater* 2012;28:1284-91.

49 Oliveira SSA, 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;758-67.

50 Sattabanasuk V, Vachiramon V, Qian F, Armstrong SR. Resin-dentin bond strength as related to different surface preparation methods. *J Dent* 2007;35:467-75.

51 Saikaew P, Chowdhury AF, Fukuyama M, Kakuda S, Carvalho RM, Sano H. The effect of dentine surface preparation and reduced application time of adhesive on bonding strength. *J Dent* 2016;47:63-70.

# **Artigo II**





## **Influência do efeito férula na resistência de união entre pino de fibra e dentina intrarradicular**

*Cristina Parise Gré<sup>1,2</sup>, Guilherme Carpena Lopes<sup>1</sup>, Bart Van Meerbeek<sup>2</sup>, Luiz Clovis Cardoso Vieira<sup>1</sup> (in memoriam)*

<sup>1</sup> *Departamento de Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil.*

<sup>2</sup> *BIOMAT, Departamento de Ciências da Saúde Oral, KU Leuven & Odontologia, UZ Leuven, Leuven, Bélgica.*

### **Resumo**

**Objetivos:** avaliar a influência do efeito férula e da ciclagem mecânica na resistência de união ao *push-out* entre pinos de fibra e a dentina radicular.

**Materiais e Métodos:** 32 pré-molares superiores tiveram suas coroas removidas 2 mm acima (com férula) ou na junção cimento-esmalte (sem férula) e receberam tratamento endodôntico. Após armazenamento em água destilada por 24 horas à 37°C, os canais foram preparados e os pinos de fibra cimentados a uma profundidade de 10 mm, utilizando um cimento resinoso autoadesivo dual. Núcleos padronizados foram confeccionados com resina composta e coroas de resina acrílica foram cimentadas. Metade dos espécimes, ambos com e sem férula, foram submetidos à 1.200.000 ciclos de fadiga em simulador de mastigação, enquanto a outra metade foi armazenada em água destilada à 37°C por uma semana. Espécimes dos 4 grupos experimentais foram seccionados perpendicularmente ao eixo longo dental em fatias com 1 mm de espessura e testados mecanicamente por meio do teste de PBS. Os dados foram analisados estatisticamente para cada terço da raiz (coronal, médio e apical) usando a análise de variância (ANOVA) para os fatores 'férula' e 'ciclagem mecânica' ( $p < 0,05$ ). O modo de falha de todos os espécimes foi avaliado em estereomicroscópio com 3,5x de magnificação e a distribuição de frequência foi comparada usando o teste Qui-quadrado de Person ( $p < 0,05$ ).

**Resultados:** Diferenças significativas foram encontradas para todos os terços da raiz para ambos fatores férula e fadiga e sua interação ( $p < 0,05$ ). Valores significativamente maiores de resistência de união adesiva foram registrados para espécimes não submetidos à ciclagem mecânica ( $p < 0,001$ ). Nos grupos fatigados, a ausência de férula resultou em valores significativamente menores ( $p < 0,05$ ). A grande

maioria das falhas ocorreu na interface dentina-cimento para todos os grupos; no entanto, houve um aumento significativo de falhas mistas envolvendo fratura coesiva em dentina para o grupo sem férula submetidos à ciclagem ( $p < 0,001$ ).

**Conclusões:** a presença de férula em pré-molares impede até certo grau a diminuição da resistência de união após fadiga entre pino de fibra e dentina radicular.

**Palavras-chave:** férula, fadiga, push-out, pré-molar, pino de fibra, cimento autoadesivo.

### **Abstract**

**Purpose:** to evaluate the influence of ferrule effect and mechanical fatigue aging on the push-out bond strength (PBS) between fiber posts and root dentin.

**Materials and Methods:** Thirty-two sound maxillary premolars were cut 2 mm above (with ferrule) or at the cemento-enamel junction (without ferrule), and subsequently received endodontic treatment. After 24-h water storage at 37°C, post spaces were prepared and fiber posts were cemented at 10-mm depth into the root canals using a dual-cure self-adhesive composite cement. Standardized composite cores were built-up and acrylic resin crowns were cemented. Half of the specimens both with and without ferrule were subjected to 1,200,000 cycles in a chewing simulator, while the other half was only stored in distilled water at 37°C for 1 week. Next, all specimens were cut perpendicularly to the teeth long axis into 1-mm-thick slices and tested by using a PBS method. Data were statistically analyzed for each root third (coronal, middle and apical) using two-way analysis of variance (ANOVA) for the factors 'ferrule' and 'fatigue' ( $p < .05$ ). After specimen processing, the failure mode of all specimens was assessed using scanning electron microscopy (SEM) and frequency distribution were compared by using Person chi-squared test ( $p < .05$ ).

**Results:** For all root thirds, significant differences were found for both factors 'ferrule' and 'fatigue', and their interaction ( $p < .05$ ). Significant higher PBS were found for specimens not subjected to fatigue aging ( $p < .001$ ). Regarding the aged groups, the absence of ferrule resulted in significant lower PBS ( $p < .05$ ). The great majority of failures occurred at dentin/cement interfaces for all groups; however, there was a significant increase of mixed failures involving cohesive fracture of dentin for the group without the ferrule and submitted to fatigue aging ( $p < .001$ ).

Conclusions: the presence of ferrule in premolars impairs to a certain extent the decrease of PBS between fiber posts and intra-radicular dentin after mechanical fatigue aging.

**Keywords:** ferrule, fatigue, push-out bond strength, premolar, fiber post, self-adhesive cement

## Introdução

Para assegurar a correta retenção de coroas indiretas, pinos intrarradiculares são frequentemente utilizados por cirurgiões-dentistas ao restaurar dentes tratados endodonticamente com grande perda de estrutura coronária. Em relação ao material, pinos de fibra vêm ganhando popularidade devido à relativa simplicidade da técnica, tornando desnecessário o trabalho laboratorial.<sup>1</sup> Diferente dos tradicionais pinos metálicos que, devido à corrosão, podem causar manchamento da dentina, os pinos de fibra, com coloração semelhante à estrutura dental, permitem a utilização de materiais restauradores mais translúcidos com melhor aparência estética.<sup>2</sup> Outra vantagem dos pinos de fibras é seu módulo de elasticidade (E), similar ao da dentina. Tal característica favorece a distribuição uniforme do estresse através da estrutura dentária remanescente e diminui a incidência de fratura radicular.<sup>3,4</sup> No entanto, o estresse excessivo e a acumulação de tensões na interface de cimentação contribuem para a complicação mais frequentemente relatada na literatura: o descolamento ou decimentação do pino.<sup>5</sup>

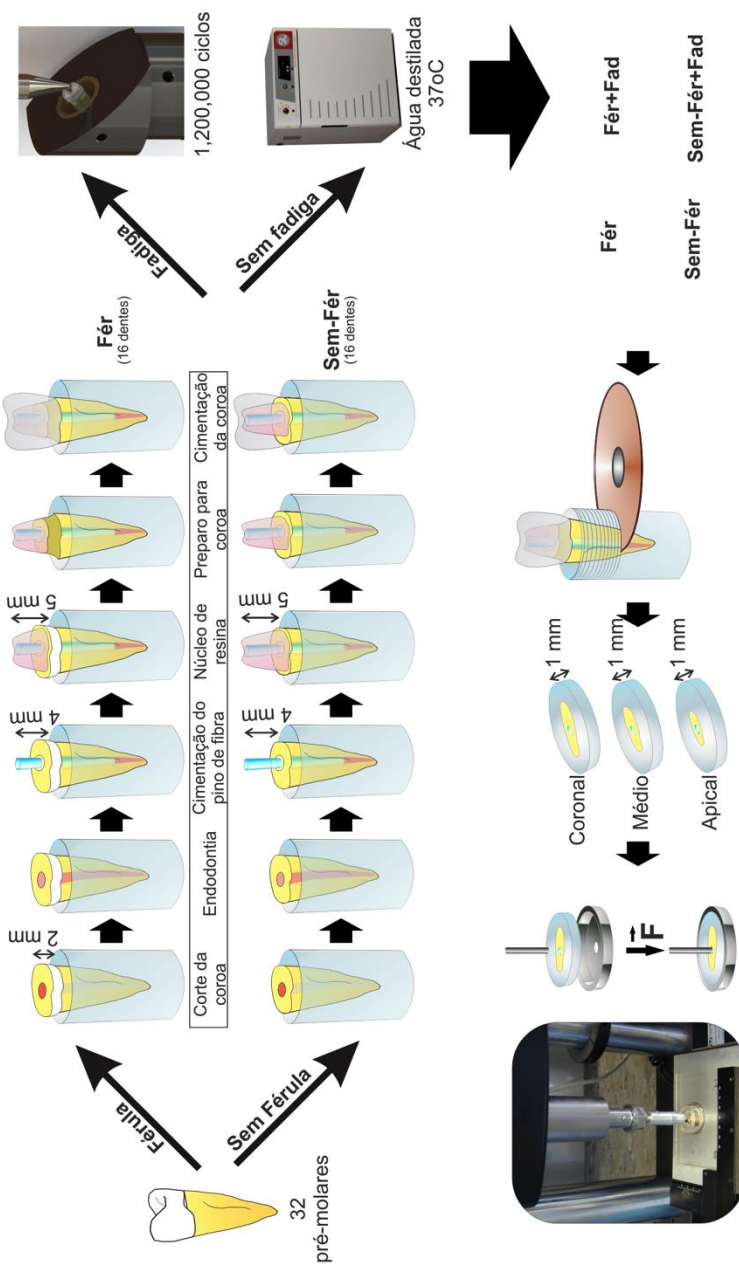
Considerando outros fatores que podem influenciar a longevidade das coroas e pinos, uma recente revisão sistemática também concluiu que, na ausência de férula, pinos com elevado E apresentam melhor desempenho, dessa forma, o pino metálico tradicional ainda seria indicado.<sup>6</sup> Vários estudos de análise de elementos finitos também sugerem que o efeito férula pode alterar a distribuição do estresse oclusal e diminuir sua acumulação ao longo da interface de cimentação.<sup>7-10</sup> Dentre os estudos clínicos com pinos de fibra, um acompanhamento de 6 anos reportou menor taxa de sucesso (39%) para pré-molares sem férula restaurados com pino e coroa.<sup>11</sup> No entanto, o número de casos de descolamento do pino foi o mesmo para os grupos com e sem férula, e a diferença entre a taxa de sucesso entre os grupos foi atribuída à outros tipos de falhas, como fratura do pino/núcleo e complicações endodônticas. Estudos *in vitro* mensuraram a resistência de união de diferentes sistemas de pinos e núcleos à dentina

intrarradicular,<sup>12,13</sup> todavia o dano associado por tensões oclusais presentes clinicamente muitas vezes não é simulado.<sup>13</sup> Contudo, ainda não está claro se a ausência da férula teria efeito na resistência de união adesiva de pinos de fibra de vidro cimentados com cimento autoadesivo em pré-molares, isto considerando a simulação de fadiga por ciclagem mecânica. Dessa forma, este estudo tem como objetivo avaliar a influência da férula e da ciclagem mecânica na resistência de união ao teste *push-out* em diferentes terços da raiz de pré-molares. As hipóteses nulas testadas são que (1) a ausência de férula e (2) a ciclagem mecânica não são capazes de influenciar significativamente a resistência de união ao *push-out* nos terços coronal, médio e apical.

## **Materiais e Métodos**

O desenho do estudo está ilustrado na Fig. 1. Após aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos da Universidade Federal de Santa Catarina (CEP 1.342.024), 32 pré-molares hígidos, extraídos por razões alheias à esta pesquisa, foram limpos e armazenados em cloramina 0,5% à 4°C e utilizados por um período não superior a 3 meses após a coleta. Os dentes apresentavam dimensões mésiodistal e vestibulo-lingual semelhantes e comprimento radicular de 15±1.0 mm. Os dentes foram incluídos em resina acrílica (JET, Clássico, Brasil) 2 mm abaixo da junção cimento-esmalte (JCE). Para facilitar a futura confecção da restauração, os dentes foram moldados com silicone de adição (Express XT, 3M ESPE, EUA).

Com o intuito de preservar o efeito férula (Fér),<sup>16</sup> dentes tiveram suas coroas removidas 2 mm acima da JCE, enquanto o restante dos dentes, sem efeito férula (Sem-Fér) foi seccionado ao nível da JCE com um disco diamantado (Isomet 1000, Buehler, EUA) sob irrigação. Os dentes foram tratados endodonticamente pela técnica ápice-coroa por um único operador. Os canais foram preparados até a lima #30 (K-File, Dentsply-Maillefer, Alemanha) e 1 mm aquém do forame apical, sendo os canais irrigados com NaOCl 2,5% após cada troca de instrumento. Os canais foram limpos com álcool 96%, secos com pontas de papel e obturados com guta-percha e cimento à base de resina epóxi (Top Seal, Dentsply-Maillefer). Os ápices e as porções coronárias foram seladas temporariamente com cimento de ionômero de vidro (Maxxion R, FGM, Brasil).



4 grupos experimentais (n=8)

Sectionamento das raízes em fatias

Resistência adesiva ao push-out

Figura 1: Representação esquemática do estudo.

Após 24 horas de armazenamento em água destilada à 37°C, 10 mm de guta-percha foram removidos de cada canal (Gates, Dentsply-Maillefer) e os canais foram preparados utilizando a broca específica do sistema de pinos. Pinos translúcidos e cônicos (Exacto #1, Angelus, Brasil) com 1,5 mm de diâmetro na porção coronal foram provados nos canais e cortados 4 mm acima da JCE. Os pinos foram limpos com álcool 96% e silanizados (Silano, Angelus) e os canais irrigados com água destilada e secos com cones de papel. Após aplicar o cimento autoadesivo dual (RelyX U200, 3M ESPE) com seringa centrix (Centrix, Nova DFL, Brasil), os pinos foram inseridos no interior dos canais e mantidos em posição sob uma carga de 1 Kg e fotopolimerizados por 40 seg com fotopolimerizador (Bluephase, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) com intensidade de luz de 1.300 mW/cm<sup>2</sup> previamente mensurada com radiômetro. Após aplicação do sistema adesivo de condicionamento ácido total de dois passos (Adper Single Bond 2, 3M ESPE), núcleos padronizados com 5 mm de altura foram incrementalmente confeccionados com a resina composta (Filtek Z250 XT, 3M ESPE) e auxílio de matriz de polietileno (CoreForms #11, Kerr, EUA). Os núcleos foram preparados com pontas diamantadas em alta rotação (#3216, KG Sorensen, Brasil) e apresentaram término em ombro de 1,5 e 0,5 mm nas faces vestibular e lingual, respectivamente. Os núcleos foram polidos com discos abrasivos (Sof-Lex 2382C e 2382F, 3M ESPE). Para confecção das coroas, resina acrílica (JET, Clássico) foi inserida no interior de cada molde de silicone de adição e este posicionado no dente correspondente. Após a polimerização da resina acrílica, as coroas foram polidas e cimentadas com o cimento resinoso RelyX U200.

Após uma semana de armazenamento em água destilada à 37°C, metade dos espécimes de cada um dos grupos (grupos 'Fér+Fad' e 'Sem-Fér+Fad') foi submetida à 1.200.000 ciclos mecânicos (SD Mechatronik Chewing Simulator, Willytec, Alemanha). Os espécimes foram mantidos em câmaras contendo água destilada enquanto uma ponta com formato arredondado e 6 mm de diâmetro, posicionada no centro de cada superfície oclusal, exercia uma carga de 50 N em uma angulação de 45° com o longo eixo dental à uma frequência de 1,6 Hz. A outra metade dos espécimes, não submetida à ciclagem mecânica (grupos 'Fér' e 'Sem-Fér') permaneceu armazenada em água destilada à 37°C. Ao término da ciclagem mecânica os espécimes foram avaliados sob estereomicroscópio com magnificação de 3,5x para identificar a presença de falhas como deslocamento da coroa/pino, fendas marginais, fratura do dente ou da restauração. Na sequência, os espécimes foram

seccionados perpendicularmente ao longo eixo do dente usando um disco de corte (Isomet 1000, Buehler) sob refrigeração com água. O primeiro corte, a 5 mm do ápice, foi descartado; assim, duas fatias com 1 mm de espessura foram obtidas de cada terço: coronal, médio e apical. Os espécimes foram avaliados sob estereomicroscópio com magnificação de 3,5x e espécimes com possíveis defeitos foram descartados. Cada fatia foi posicionada em dispositivos para teste de *push-out* e adaptados à máquina de ensaio universal (Instron 4444, Instron Corp., EUA), com a porção coronal voltada para o solo. Após posicionar a ponta do dispositivo no centro do pino de fibra e sem qualquer contato com as paredes dentinárias circundantes, uma carga de 0,5 mm/min foi aplicada na direção coronal-apical até a ocorrência da falha. A resistência de união adesiva ao *push-out* foi calculada usando a fórmula  $R = L/A$ , onde L é a carga máxima atingida no momento da fratura (N) e A é a área aderida, que foi determinada através da fórmula usada para calcular a área lateral de um cone circular com bases paralelas  $A = \pi \times g \times (R1 + R2)$ , onde  $\pi = 3.14$ , g = inclinação, R1 = raio menor, and R2 = raio maior. Para cálculo da inclinação, a seguinte fórmula foi utilizada:  $g = h^2 + (R2 - R1)^2$ , onde h = altura da secção, mensurada com um paquímetro digital, (727, Starrett, Brasil); R1 e R2 foram obtidos através da mensuração do diâmetro interno das bases menor e maior em um microscópio X-Y equipado com leitor digital (Leitz VRZ-U, Wetzlar, Alemanha). Os valores de resistência de união ao *push-out* foram avaliados para cada terço radicular (coronal, médio e apical). O teste de Shapiro-Wilk foi aplicado para verificar a normalidade dos dados ( $p > 0,05$ ), que foram analisados em programa estatístico (SPSS 21.0, IBM Inc., EUA) por meio da Análise de Variância de dois fatores (2-ANOVA), para as variáveis 'fêrula' e 'fadiga', seguido pelo teste *post-hoc* Tukey de múltiplas comparações ( $p < 0,05$ ).

O modo de falha foi avaliado em estereomicroscópio com 3,5x de magnificação e as falhas classificadas em adesiva entre dentina e cimento; adesiva entre pino e cimento; coesiva no pino; coesiva em dentina; coesiva no cimento, ou mista, em caso de combinação dos modos citados anteriormente. A frequência de distribuição dos modos de falha entre os grupos experimentais foi estatisticamente analisada através do teste Qui-quadrado de Pearson ( $p < 0,05$ ) e teste *post-hoc* com correção de Bonferroni ( $p < 0,0042$ ). Espécimes representativos dos tipos de falha mais frequentes foram avaliados em microscópio eletrônico de varredura (JSM-6610LV, JEOL, Japão).

## Resultados

Os valores de resistência de união ao *push-out* para cada grupo estão apresentados no Quadro 1 e na Fig. 2. Ambas variáveis ‘férula’ e ‘fadiga’, e suas interações foram significativas para os três terços avaliados ( $p < 0,05$ ). Independentemente do terço radicular, espécimes não submetidos à ciclagem mecânica apresentaram maior resistência de união (grupos ‘Fér’ e ‘Sem-Fér’) ( $p < 0,001$ ). Nos grupos submetidos à ciclagem mecânica (‘Fér+Fad’ e ‘Sem-Fér+Fad’), valores significativamente menores foram registrados na ausência de férula (‘Sem-Fér+Fad’) ( $p < 0,05$ ).



Quadro 1: Médias e desvios padrão da resistência de união ao *push-out* (MPa) e distribuição dos modos de falha em cada terço radicular.

<b>CORONAL</b>					
Grupo	Média ± DP	fpt/n	Modo de falha (%)		
			D/C	P/C	M
Fér	14,8 ± 3,7 <sup>a</sup>	0/16	90%	6%	4%
Sem-Fér	14,2 ± 3,3 <sup>a</sup>	0/16	90%	4%	6%
Fér+Fad	10,4 ± 2,7 <sup>b</sup>	0/16	79%	6%	15%
Sem-Fér+Fad	7,6 ± 1,6 <sup>c</sup>	0/16	60%	13%	27%
<b>MÉDIO</b>					
Grupo	Média ± SD	fpt/n	Modo de falha (%)		
			D/C	P/C	M
Fér	14,4 ± 2,5 <sup>a</sup>	0/16	90%	6%	4%
Sem-Fér	14,1 ± 3,2 <sup>a</sup>	0/16	92%	6%	2%
Fér+Fad	9,9 ± 1,6 <sup>b</sup>	0/16	88%	4%	8%
Sem-Fér+Fad	7,1 ± 1,9 <sup>c</sup>	0/16	69%	10%	21%
<b>APICAL</b>					
Grupo	Média ± SD	fpt/n	Modo de falha (%)		
			D/C	P/C	M
Fér	14,4 ± 1,8 <sup>a</sup>	0/16	88%	8%	4%
Sem-Fér	14,3 ± 2,3 <sup>a</sup>	0/16	94%	4%	2%
Fér+Fad	10,8 ± 4,5 <sup>b</sup>	0/16	84%	4%	12%
Sem-Fér+Fad	5,9 ± 1,7 <sup>c</sup>	0/16	67%	12%	21%

\* Para cada terço radicular, letras subscritas diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa ( $p < 0,05$ ).

Fér: ferula; Sem-Fér: sem ferula; Fad: fadiga (ciclagem mecânica); DP: desvio padrão; fpt: falhas pré-teste; n: número de espécimes; D/C: interface dentina/cimento; P/C: interface pino/cimento; M: coesiva no pino; D: coesiva em dentina; C: coesiva no cimento; M: mista.

Uma distribuição de falhas similar foi observada entre os diferentes terços radiculares, sendo que falhas coesivas do pino, em dentina ou do cimento não foram observadas. A maioria das falhas ocorreu na interface dentina/cimento, seguido por falhas mistas e falhas na interface pino/cimento (Quadro 1). As falhas mistas se caracterizaram pela combinação de falha na interface dentina/cimento e coesiva em dentina. O teste Qui-quadrado de Pearson revelou diferenças significativas nos modos de falha entre os grupos experimentais para os três terços radiculares ( $p = 0,006$  coronal;  $p = 0,022$  médio;  $p = 0,013$  apical); com uma significativa diminuição de falhas na interface dentina/cimento e aumento de falhas mistas para o grupo ‘Sem-Fér+Fad’ ( $p < 0,001$ ).

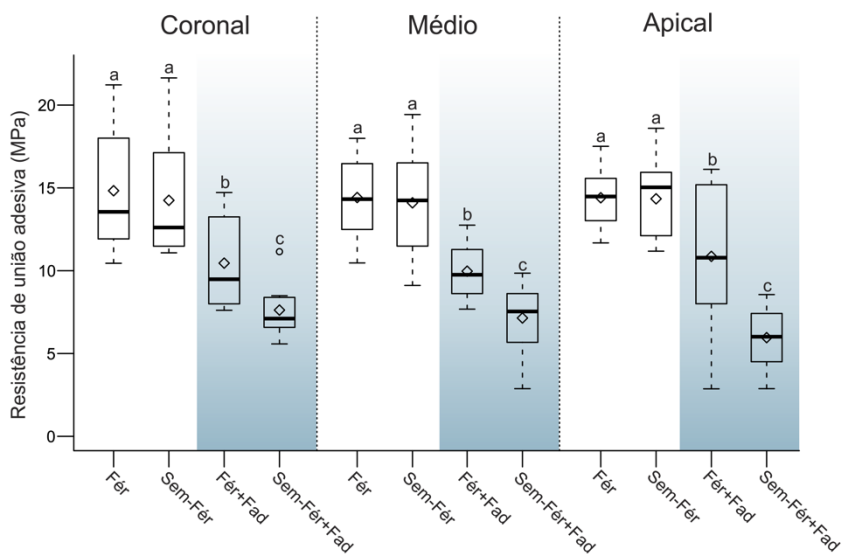


Figura 2: Gráfico dos resultados do teste de resistência adesiva ao *push-out* para cada terço radicular. As caixas representam os dados entre o primeiro e o terceiro quartis. Linhas centrais horizontais e losangos representam mediana e média, respectivamente. Os fios de bigode se estendem até os valores máximos e mínimos observados, com exceção aos valores atípicos que são representados por círculos (°). Fér: fêrula; Sem-Fér: sem fêrula; Fad: fadiga (ciclagem mecânica).

## Discussão

Uma influência significativa do efeito férula na resistência de união ao *push-out* foi observada apenas nos grupos submetidos à ciclagem mecânica; assim a primeira hipótese nula foi parcialmente rejeitada. Apesar da presença da férula não ter sido capaz de manter a resistência de união após ciclagem mecânica ('Fér+Fad'), a ausência da férula resultou em valores de resistência de união significativamente ainda mais baixos ('Sem-Fér+Fad'). Tais resultados estão de acordo com estudos de elementos finitos prévios que observaram uma redução do estresse nas áreas ao redor do pino quando da presença do efeito férula.<sup>8</sup> A preservação de uma férula com altura suficiente (1,5 – 2 mm) resulta na redução da força do pino de fibra contra a estrutura radicular e, conseqüentemente, diminui o estresse na interface dentina intrarradicular/cimento resinoso.<sup>7,9,14</sup>

Independente da presença da férula, valores de resistência de união significativamente menores foram registrados para ambos os grupos submetidos à ciclagem mecânica, fazendo com que a segunda hipótese nula fosse rejeitada. Tal resultado indica que a ciclagem mecânica de macro-espécimes, como dentes restaurados, deve ser utilizada sempre que possível. Neste estudo, todos os espécimes sobreviveram aos 1.200.000 ciclos mecânicos, o que corresponderia clinicamente à 5 anos de função.<sup>15,16</sup> Apesar de nenhum dos grupos submetidos à ciclagem ter apresentado descolamento do pino, os valores significativamente menores registrados para o grupo 'Sem-Fér+Fad' podem ser atribuídos à uma maior micromovimentação do pino durante a ciclagem mecânica, o que favoreceria a microinfiltração.<sup>17</sup> Chang et al.<sup>18</sup> observaram um aumento significativo na extensão da microinfiltração, chegando até o espaço ocupado pelo pino, após apenas 120.000 ciclos mecânicos, o que pode ser considerado um precursor da diminuição da resistência de união ao *push-out* com possível descolamento do pino à longo prazo. A angulação de 45° utilizada em nosso estudo teve o intuito de simular uma situação mais desafiadora, na qual forças não-axiais podem induzir momentos de flexão e distribuição não uniforme do estresse.<sup>19</sup> Além disso, pré-molares superiores unirradiculares e tratados endodonticamente demonstraram ser mais propensos à fratura radicular, o que justifica a seleção desses dentes para este estudo.<sup>20</sup>

A predominância de falhas entre a dentina e o cimento (Fig. 3) evidencia que a interface dentina intrarradicular/cimento resinoso é a parte mais suscetível em dentes restaurados com pinos.<sup>21,22</sup> O grupo

‘Sem-Fér+Fad’ apresentou aumento significativo do número de falhas mistas com falhas coesiva da dentina (Fig. 4); assim, pode-se sugerir que a força exercida pelo pino contra as paredes do canal durante a ciclagem mecânica pode ter causado pequenas falhas na dentina que, durante a ciclagem, se propagaram facilmente e dessa forma afetaram negativamente a resistência de união. Por outro lado, a presença da férula (‘Fér+Fad’) poderia atenuar a ocorrência dessas falhas, uma vez que neste estudo uma menor porcentagem de falhas mistas foi registrada para os grupos com férula. O menor número de falhas entre o pino e o cimento resinoso (Fig. 5) indica que a silanização foi eficaz e resultou em maior resistência de união quando comparada àquela da interface dentina/cimento; no entanto, tratamentos de superfície adicionais podem reduzir ainda mais este tipo de falha.<sup>23</sup>

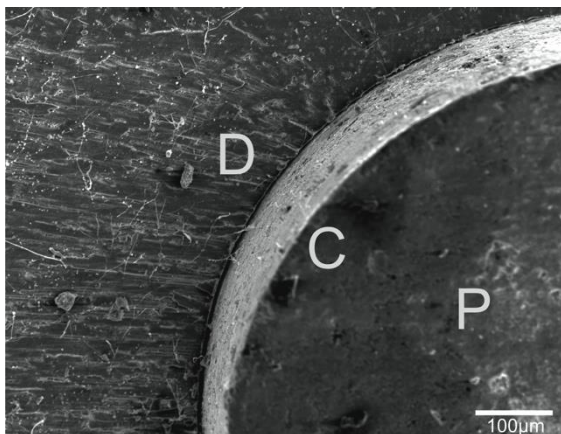


Figura 3: MEV representativa de falha na interface dentina/cimento resinoso. D: dentina; C: cimento resinoso; P: pino de fibra.

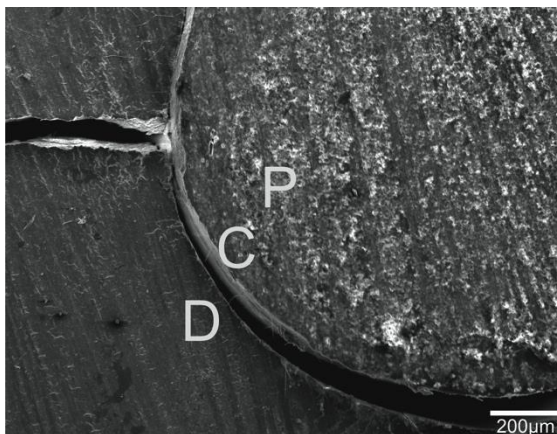


Figura 4: MEV representativa de falha mista; nota-se a propagação da falha para a dentina adjacente. D: dentina; C: cimento resinoso; P: pino de fibra.

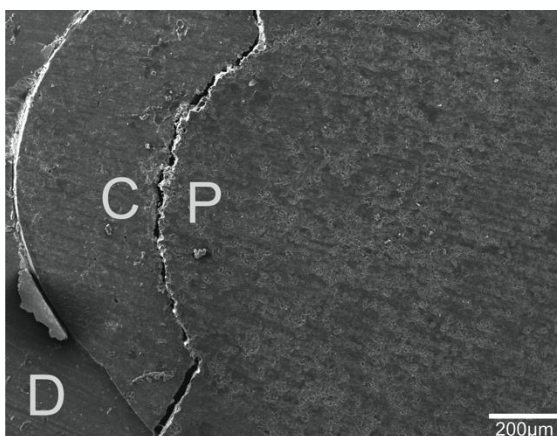


Figura 5: MEV representativa de falha na interface pino/cimento resinoso. D: dentina; C: cimento resinoso; P: pino de fibra.

Uma vez que os pinos de fibra estão passivamente retidos no canal radicular, sua resistência ao deslocamento depende diretamente da qualidade da adesão à dentina intrarradicular.<sup>24</sup> Recentemente, uma revisão sistemática mostrou que cimentos autoadesivos são capazes de criar uma adesão efetiva à dentina intrarradicular, sendo menos suscetíveis à influencia negativa de fatores como modo de aplicação do cimento, experiência do operador e pré-tratamento do pino de fibra.<sup>13</sup> Quando comparado à cimentos resinosos de múltiplos passos, o cimento resinoso autoadesivo de passo único utilizado neste estudo mostra-se menos sensível à técnica e mais tolerante à variação de umidade na região apical,<sup>25</sup> o que possivelmente explica a ausência de diferença significativa nos valores de resistência de união entre os diferentes

terços radiculares.<sup>26</sup> A influência do efeito férula na resistência de união ao *push-out* de cimentos resinosos com estratégias adesivas diferentes é um tema a ser avaliado em futuros estudos.

## Conclusão

Independente do terço radicular, a preservação do efeito férula em pré-molares restaurados com pinos de fibra evita a diminuição da resistência de união entre pino e dentina intrarradicular após ciclagem mecânica.

## Referências

- 1 Lamichhane A, Xu C, Zhang FQ. Dental fiber-post resin base material: a review. *J Adv Prosthodont* 2014;6:60-5.
- 2 Maccari PC, Conceição EN, Nunes MF. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with three different prefabricated esthetic posts. *J Esthet Restor Dent* 2003;15:25-31.
- 3 Li LL, Wang ZY, Bai ZC, Mao Y, Gao B, Xin HT, Zhou B, Zhang Y, Liu B. Three-dimensional finite element analysis of weakened roots restored with different cements in combination with titanium alloy posts. *Chin Med J* 2006;119:305-11.
- 4 Samran A, El Bahra S, Kern M. The influence of substance loss and ferrule height on the fracture resistance of endodontically treated premolars. An in vitro study. *Dent Mater* 2013;29:1280–6.
- 5 Sorrentino R, Di Mauro MI, Ferrari M, Leone R, Zarone F. Complications of endodontically treated teeth restored with fiber posts and single crowns or fixed dental prostheses – a systematic review. *Clin Oral Investig* 2016;20:1449-57.
- 6 Sarkis-Onofre R, Fergusson D, Cenci MS, Moher D, Pereira-Cenci T. Performance of post-retained single crowns: a systematic review or related risk factors. *J Endod* 2017;43:175-83.
- 7 Chen D, Wang N, Gao Y, Shao L, Deng B. A 3-dimensional finite element analysis of the restoration of the maxillary canine with a complex zirconia post system. *J Prosthet Dent* 2014;112:1406-15.

- 8 Dejak B, Mlotkowski A. The influence of ferrule effect and length of cast and FRC posts on the stresses in anterior teeth. *Dent Mater* 2013;29:e227-37.
- 9 Juloski J, Apicella D, Ferrari M. The effect of ferrule height on stress distribution within a tooth restored with fibre posts and ceramic crown: A finite element analysis *Dent Mater* 2014;30:1304-15.
- 10 Roscoe MG, Noritomi PY, Novais VR, Soares CJ. Influence of alveolar bone loss, post type, and ferrule presence on the biomechanical behavior of endodontically treated maxillary canines: strain measurement and stress distribution. *J Prosthet Dent* 2013;110:116-26.
- 11 Ferrari M, Vichi A, Fadda GM, Cagidiaco MC, Tay FR, Breschi L, Polimeni A, Goracci C. A randomized controlled trial of endodontically treated and restored premolars. *J Dent Res* 2012;91:72S-78S.
- 12 Lopes GC, Ballarin A, Baratieri LN. Bond strength and fracture analysis between resin cements and root canal dentin. *Aust Endod J* 2012;38:14-20.
- 13 Skupien JA, Sarkis-Onofre R, Cenci MS, Moraes RR, Pereira-Cenci T. A systematic review of factors associated with the retention of glass fiber posts. *Braz Oral Res* 2015;29:1-8.
- 14 Eraslan O, Aykent F, Yücel MT, Akman S. The finite element analysis of the effect of ferrule height on stress distribution at post-and-core-restored all-ceramic anterior crowns. *Clin Oral Investig* 2009;13:223-7.
- 15 Krejci I, Lutz F. In-vitro test results of the evaluation of dental restoration systems. Correlation with in-vivo results. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 1990;100:1445-9.
- 16 Reid LC, Kazemi RB, Meiers JC. Effect of fatigue testing on core integrity and post microleakage of teeth restored with different post systems. *J Endod* 2003;29:125-31.
- 17 Hood JA. Biomechanics of the intact, prepared and restored tooth: some clinical implications *Int Dent J* 1991;41:25-32.

- 18 Chang JW, Soo I, Cheung GS. Evaluation of fiber post-supported restorations under simulated occlusal loading. *J Prosthet Dent* 2012;108:158-64.
- 19 Bolhuis HP, de Gee AJ, Pallav P, Feilzer AJ). Influence of fatigue loading on the performance of adhesive and nonadhesive luting cements for cast post-and-core buildups in maxillary premolars. *Int J Prosthodont* 2004;17:571-6.
- 20 Schwartz RS, Robbins JW. Post placement and restoration of endodontically treated teeth: a literature review. *J Endod* 2004;30:289-301.
- 21 Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Ferrari M, Osorio R. Effect of thermal cycling on the bond strength of self-adhesive cements to fiber posts. *Clin Oral Investig* 2012;16:909-15.
- 22 Zaitter S, Sousa-Neto MD, Roperto RC, Silva-Sousa YT, El-Mowafy O. Microtensile bond strength of glass fiber posts cemented with self-adhesive and self-etching resin cements. *J Adhes Dent* 2010;13:55–9.
- 23 Zicari F, De Munk J, Scotti R, Naert I, Van Meerbeek B. Factor affecting the cement-post interface. *Dent Mater* 2012;28:287-97.
- 24 Goracci C, Grandini S, Bossù M, Bertelli E, Ferrari M. Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: a review. *J Dent* 2007;35:827-35.
- 25 Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, 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.
- 26 Malyk Y, Kaaden C, Hickel R, Ilie N. Analysis of resin tags formation in root canal dentine: A cross-sectional study. *Int Endod J* 2010;43:47-56.