

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
MESTRADO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO CLÍNICA ODONTOLÓGICA
MATERIAIS DENTÁRIOS**

**Influência da aplicação de um inibidor de metaloproteinases na
resistência da união adesiva à dentina radicular**

Vicente Castelo Branco Leitune

Dissertação apresentada como requisito obrigatório para a obtenção do título de **Mestre em Odontologia** na área de concentração em Clínica Odontológica.

Susana Maria Werner Samuel

Orientadora

Porto Alegre, 2010.

*“Os que se encantam com a prática sem a ciência
são como os timoneiros que entram no navio sem
timão nem bússola, nunca tendo certeza do seu
destino.”*

Leonardo da Vinci (1452 – 1519)

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, **Itacyr e Lúcia**, por terem me proporcionado o estudo, pelo apoio incondicional e pelo exemplo de vida.

Aos meus avós **Lucídio, Lina, Syrio e Cecy** pelo apoio e compreensão.

À minha namorada **Rafaela** pelo companheirismo, carinho, apoio e paciência.

À minha irmã **Juliana** pela convivência e amizade.

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Professora Doutora **Susana Maria Werner Samuel**, por ter acreditado em mim, pelos ensinamentos, paciência e disponibilidade. Um grande exemplo de dedicação, disponibilidade e profissionalismo. Muito obrigado pelo aprendizado e pelas oportunidades em mim depositadas.

Aos demais familiares pelo apoio e compreensão com a minha ausência.

Ao amigo que conquistei durante o mestrado, mestre **Fabício Mezzomo Collares**, pela convivência, aprendizado e grande contribuição na minha formação profissional.

Ao amigo, mestre **Ulisses Bastos Campregher**, pelo incentivo para o meu ingresso no Laboratório de Materiais Dentários.

Ao amigo, doutor **Fabício Aulo Ogliari**, pelas contribuições científicas para este e outros estudos.

À equipe do **Laboratório de Materiais Dentários (LAMAD)**: Professora **Carmen Beatriz Borges Fortes**, Professora **Daniela Maffei Botega**, **Daniela Meira**, **Eduardo Schwartzer**, **Érika Dias**, **Marcela Souza**, **Flávia Veronezzi Rostirolla** e **Letícia Moreira**.

Às alunas da graduação e Iniciação Científica **Daniela Guerra Andrioli e Priscila Viet Bohn** pela ajuda na realização dos ensaios deste estudo.

À professora **Patrícia Jardim** pela grande ajuda na concepção desta dissertação.

Aos colegas de mestrado **Fábio Vieira de Miranda, Lisiane Bernardi, Eduardo Delamare, Adriana Jou Inchausti, Daniel Demétrio Faustino da Silva, José Mariano da Rocha, Juliano Cavagni, Mariana Vizzotto, Marta Liliana Muskopf, Patrícia Blaya Luz**, que estiveram juntos durante esses momentos.

Ao **Programa de Pós-Graduação em Odontologia**, na pessoa da Coordenadora, Anna Christina Medeiros Fossati, pela convivência e aprendizados na Comissão de Pós-Graduação e por acreditar na formação docente em Odontologia.

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior** pela bolsa de estudos.

À **Universidade Federal do Rio Grande do Sul** e à **Faculdade de Odontologia** pela oportunidade de realizar este trabalho e pelo seu ensino público, gratuito e de qualidade.

Ao **Centro de Desenvolvimento e Controle de Biomateriais** da Universidade Federal de Pelotas, na pessoa do professor Evandro Piva, pela facilitação na realização dos ensaios deste estudo.

À empresa **3M ESPE do Brasil** pela doação do sistema adesivo Scotch Bond Multi Purpose Plus e cimento RelyX ARC.

À empresa **Angelus** pela doação dos pinos de fibra de vidro Exacto, brocas e Silano.

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito da aplicação de clorexidina após o condicionamento ácido na preservação da camada híbrida, avaliando a resistência de união imediata e a longo prazo de pinos de fibra de vidro cimentados à dentina radicular. Setenta e dois dentes unirradiculares superiores humanos foram selecionados. Os canais radiculares foram alargados para receberem os pinos de fibra de vidro e aleatoriamente divididos em três grupos (n=24). No Grupo Controle (G_{control}), o pino de fibra de vidro foi cimentado de acordo com as instruções do fabricante, utilizando um sistema adesivo convencional de três passos e um cimento resinoso dual. Os grupos tratados com digluconato clorexidina $G_{\text{CHX0.2}}$ e G_{CHX2} receberam a aplicação de solução de clorexidina 0,2% e 2%, respectivamente, após o condicionamento com ácido fosfórico e os pinos foram cimentados utilizando o mesmo sistema adesivo e cimento utilizados no G_{control} . As raízes foram seccionadas transversalmente ao longo eixo do dente, em fatias de 0,68 (\pm 0,09) mm. Metade dos dentes foi submetida ao ensaio de push-out após 24 horas e a outra metade, após seis meses de armazenamento em água destilada, a 37°C. Os valores foram analisados com ANOVA de duas vias e teste de comparações múltiplas de Tukey, com nível de significância de 5%. A aplicação de clorexidina não influenciou a resistência de união quando os dentes foram avaliados no mesmo período de armazenagem ($p>0,05$). O tempo de armazenamento diminuiu significativamente a resistência de união de 24 horas para 6 meses, em todos os grupos ($p<0,05$). A aplicação de clorexidina não preveniu significativamente a degradação da resistência de união de pinos de fibra cimentados em raízes de dentes humanos, após seis meses de armazenamento.

Palavras-chave: Clorexidina; Push-out; Pino de fibra de vidro; Camada híbrida

ABSTRACT

Introduction: This study evaluated the effect of chlorhexidine applied after dentin phosphoric acid etching on hybrid layer preservation, analyzing the immediate and long-term bond strength of a fiber post cemented to root dentin. **Methods:** Seventy-two single-rooted, human upper teeth were selected for analysis. Root canals were enlarged for fiber post cementation and were randomly divided into three groups (n= 24). After phosphoric acid etching, each group received a different dentin treatment. In the Control Group (G_{control}), the fiber post was cemented according to the manufacture's instruction, using a three-step etch-and-rinse adhesive and a dual-cured resin cement. The Chlorhexidine 0.2% Group ($G_{\text{CHX } 0.2}$) and the Chlorhexidine 2% Group ($G_{\text{CHX } 2}$) received an application of a chlorhexidine digluconate solution of 0.2% and 2%, respectively, after phosphoric acid etching, and the post was cemented using the same adhesive and cement that was used in the G_{control} . Teeth were sectioned transversally in slices of $0.68 (\pm 0.09)$ mm. Half of the teeth were submitted to push-out bond strength after 24 hours and the other half were submitted after six months of distilled water storage at 37°C . Data were analyzed by using the two-way analysis of variance (ANOVA) and a post hoc tests using the Tukey multiple comparison test at $\alpha = 0.05$. **Results:** Chlorhexidine application had no influence on bond strength when teeth were stored for the same period of time ($p > 0.05$). The storage time significantly decreased the bond strength values of 24 hours to six months, in all groups ($p < 0.05$). **Conclusion:** After six months, chlorhexidine application did not effectively arrest bond strength degradation of fiber post cemented in human roots.

Keywords: Chlorhexidine; Push-out bond strength; Fiber post; Hybrid layer

SUMÁRIO

1 Introdução	11
2 Objetivo	16
3 Manuscrito	17
3.1. Resumo	18
3.2. Introdução	19
3.3. Materiais e Métodos	20
3.4. Resultados	23
3.5. Discussão	26
3.6. Referências	29
4 Considerações Finais	32
Referências	35
ANEXO – Parecer do Comitê de Ética e Pesquisa	43

INTRODUÇÃO

A restauração de dentes tratados endodonticamente e com grande destruição coronária deve ter como objetivo possibilitar o reestabelecimento da função e estética. Para isso, muitas vezes é necessário que se utilize pinos intrarradiculares, que é o tratamento universalmente aceito para esses casos (Perdigão *et al.*, 2007). As retenções intra-radiculares ideais são aquelas que não se deslocam do canal radicular e que distribuem as forças que incidem no dente de maneira uniforme, diminuindo o risco de fraturas radiculares (Asmussen *et al.*, 1999; Naumann *et al.*, 2007).

Os pinos metálicos fundidos vêm sendo utilizados na prática clínica por muito tempo, contudo o número de fraturas radiculares associadas a eles é grande, quando comparado ao de dentes vitais (Qing *et al.*, 2007) e ao de pinos de fibra (Akkayan *et al.*, 2002; Fokkinga *et al.*, 2004; Schwartz *et al.*, 2004). A resistência à flexão dos diferentes materiais dos pinos radiculares é superior à da dentina, contudo os pinos de fibra apresentam uma resistência à flexão inferior à dos pinos metálicos, incluindo pinos de titânio e ouro (Plotino *et al.*, 2007). Sendo assim os pinos de fibra tendem a causar menos fraturas radiculares do que os pinos metálicos. Além disso, os pinos de fibra apresentam a vantagem de possuir o módulo de elasticidade semelhante ao da dentina (Baldissara *et al.*, 2006; Qing *et al.*, 2007). Os primeiros pinos pré-fabricados de fibra introduzidos no mercado no início da década de 90 foram os de fibra de carbono. Posteriormente, buscando-se uma melhora na estética, foram lançados outros tipos de pinos de fibra, como os de fibra de vidro e os de fibra de carbono revestidos por quartzo.

Com o objetivo de promover uma melhor retenção dos pinos de fibra no interior do canal radicular, lança-se mão de cimentações adesivas. Contudo, muitas falhas nestas cimentações, são clinicamente observadas, principalmente na interface adesiva cimento/dentina (Fredriksson *et al.*, 1998). Alguns fatores podem influenciar negativamente no desempenho da cimentação adesiva de pinos de fibra: a dificuldade de penetração da luz para a ativação dos sistemas adesivos e dos cimentos, fotoativáveis ou duais (Boone *et al.*, 2001; Boschian Pest *et al.*, 2002; Goracci *et al.*, 2007); a incompatibilidade química entre resinas compostas quimicamente ativadas e sistemas adesivos com baixo pH e muito hidrófilos (Sanares *et al.*, 2001); o alto valor do Fator Cavitário (Fator-C) presente nas cimentações intra-radulares (Bouillaguet *et al.*, 2003); e a espessura da linha de cimento, que deve ser fina (De Jager *et al.*, 2005), entre outros.

A contração de polimerização pode afetar a interface adesiva com a dentina, dependendo da configuração da cavidade (Feilzer *et al.*, 1987; Mallmann *et al.*, 2007). A adesão à dentina radicular fica comprometida tendo em vista que na cimentação intrarradicular estima-se que o valor do Fator-C é em torno de 200, para uma espessura de cimento de 150 μ m (Bouillaguet *et al.*, 2003). Com base nisso, a linha de cimento deve ter a menor espessura possível, para diminuir o efeito da contração de polimerização do cimento sobre a interface adesiva (De Jager *et al.*, 2005).

A adesão ao tecido dentinário depende em sua grande maioria do embricamento micromecânico dos monômeros com as fibras colágenas expostas pelo condicionamento ácido. Entretanto, o processo de esclerose dentinária dificulta a exposição destas fibras com o condicionamento ácido (Schwartz, 2006), comprometendo assim, o processo de adesão à dentina radicular. Algumas

dificuldades na aplicação dos sistemas adesivos, como o incompleto preenchimento do canal radicular com o ácido e a dificuldade de conseguir uma adequada evaporação do solvente do primer podem comprometer o processo de adesão (Schwartz, 2006).

Sendo assim, o processo de hibridização do tecido dentinário radicular assume papel importantíssimo para a criação de condições mais favoráveis à adesão. Para isso o condicionamento ácido deve ser capaz de remover a lama dentinária criada durante o preparo do canal radicular (Goracci *et al.*, 2004; Kececi *et al.*, 2007), assim como desmineralizar a dentina e expor as fibras colágenas (Erickson, 1992). Além disso, a longevidade da adesão não depende apenas destes fatores, pois polímeros com propriedades mecânicas reduzidas levam a uma menor longevidade da adesão, quando a formação da rede polimérica e a reticulação foram comprometidas no processo de polimerização (Paul *et al.*, 1999; Ikeda *et al.*, 2005). Os polímeros com baixo grau de conversão facilitam a interpenetração de água e outros componentes do meio, podendo ocasionar a degradação dos seus constituintes ao longo do tempo (Carrilho *et al.*, 2004; Pashley *et al.*, 2004).

A adesão à dentina coronária é um processo mais simples e previsível do que a adesão à dentina radicular (Schwartz, 2006; Goracci *et al.*, 2007). Portanto, os testes mecânicos empregados para avaliar a adesão de materiais à dentina coronária podem não ser satisfatórios para testar a adesão à dentina radicular (Schwartz, 2006). O teste de microtração para dentina radicular, por exemplo, não apresenta resultados confiáveis, pois mostram elevado desvio padrão e um alto percentual de falhas prematuras (Goracci *et al.*, 2004; Goracci *et al.*, 2007). Mesmo com adaptações do teste de microtração, este não parece ser o ensaio mais indicado para verificar a eficácia de sistemas de retenção de pinos intra-radulares

(Mallmann *et al.*, 2007). O método de *push-out* tem sido utilizado para ensaios de retenção de pinos endodônticos pré-fabricados, contudo, devido às amostras possuírem uma maior espessura, a área adesiva é muito grande, podendo ocasionar uma distribuição irregular das tensões e fraturas prematuras. Recentemente vem sendo utilizada uma técnica adaptada, chamada de thin-slice push-out ou micropush-out, na qual as fatias da raiz são menos espessas ($\pm 1,0\text{mm}$), uniformizando a distribuição de tensões e demonstrando resultados com menores variações (Goracci *et al.*, 2007).

Assim como o sistema adesivo e a polimerização do cimento podem interferir no sucesso e longevidade da adesão em dentina radicular, também as metaloproteinases parecem ter alguma influência sobre esse processo. Recentemente, alguns trabalhos vêm demonstrando que as metaloproteinases da matriz (MMPs) da dentina podem ser responsáveis pela degradação do colágeno, exposto durante o condicionamento ácido, não preenchido pelo sistema adesivo (Ferrari *et al.*, 2004; Pashley *et al.*, 2004), já que as MMPs são ativadas pelo baixo pH gerado pelo ácido fosfórico ou pelos monômeros fosfatados. As metaloproteinases mais presentes no tecido dentinário são a MMP2 e a MMP9 e elas são responsáveis pela quebra da tripla hélice da fibra colágena e sua posterior degradação (Pashley *et al.*, 2004). Esta degradação pode resultar na nanoinfiltração entre a dentina e a restauração (Sano *et al.*, 1995; Pashley *et al.*, 2004), podendo ocasionar a falha da restauração ao longo do tempo. Mesmo não havendo presença bacteriana, o colágeno pode ser degradado pelas metaloproteinases presentes em pequena quantidade na matriz dentinária (Pashley *et al.*, 2004; Schwartz, 2006). Com o intuito de reduzir esta degradação sugeriu-se a aplicação de inibidores de metaloproteinases após o condicionamento ácido da dentina. Para tal, a clorexidina

é um inibidor bastante utilizado, apresentando sucesso laboratorial (Pashley *et al.*, 2004) e clínico (Hebling *et al.*, 2005). Contudo, a literatura carece de estudos sobre a aplicação de inibidores de metaloproteinases, como a clorexidina, na dentina radicular, com o intuito de melhorar a adesão intra-radicular ao longo do tempo.

OBJETIVO

Avaliar a influência da aplicação de um inibidor de metaloproteinase, na resistência de união imediata e após seis meses, à dentina radicular da cimentação de pinos de fibra de vidro, utilizando a técnica de micropush-out.

MANUSCRITO**Influence of chlorhexidine application at longitudinal push-out bond strength of fiber posts**

Vicente Castelo Branco Leitune, DDS¹

Fabício Mezzomo Collares, DDS, MSc¹

Susana Maria Werner Samuel, DDS, MSc, PhD¹

¹ Dental Materials Laboratory, School of Dentistry, Federal University of Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brazil.

Corresponding author:

Vicente Castelo Branco Leitune

Dental Materials Laboratory, School of Dentistry, Federal University of Rio Grande do Sul.

Rua Ramiro Barcelos, 2492 Rio Branco,

90035-003 Porto Alegre, RS, Brazil.

Tel/Fax: +55 51 33085198.

vicenteleitune@gmail.com

Abstract

Introduction: This study evaluated the effect of chlorhexidine applied after dentin phosphoric acid etching on hybrid layer preservation, analyzing the immediate and long-term bond strength of a fiber post cemented to root dentin. **Methods:** Seventy-two single-rooted, human upper teeth were selected for analysis. Root canals were enlarged for fiber post cementation and were randomly divided into three groups (n= 24). After phosphoric acid etching, each group received a different dentin treatment. In the Control Group (G_{control}), the fiber post was cemented according to the manufacture's instruction, using a three-step etch-and-rinse adhesive and a dual-cured resin cement. The Chlorhexidine 0.2% Group ($G_{\text{CHX } 0.2}$) and the Chlorhexidine 2% Group ($G_{\text{CHX } 2}$) received an application of a chlorhexidine digluconate solution of 0.2% and 2%, respectively, after phosphoric acid etching, and the post was cemented using the same adhesive and cement that was used in the G_{control} . Teeth were sectioned transversally in slices of $0.68 (\pm 0.09)$ mm. Half of the teeth were submitted to push-out bond strength after 24 hours and the other half were submitted after six months of distilled water storage at 37°C . Data were analyzed by using the two-way ANOVA and a post hoc tests using the Tukey multiple comparison test at $\alpha = 0.05$. **Results:** Chlorhexidine application had no influence on bond strength when teeth were stored for the same period of time ($p>0.05$). The storage time significantly decreased the bond strength values of 24 hours to six months, in all groups ($p<0.05$). **Conclusion:** After six months, chlorhexidine application did not effectively arrest bond strength degradation of fiber post cemented in human roots.

Keywords: Chlorhexidine; Push-out bond strength; Fiber post; Hybrid layer

Introduction

The restoration of endodontically treated teeth with extensive loss of coronal structure often requires the use of intra-canal posts. Most clinical failures involving fiber posts occur over time through debonding (1). Thus, the bonding stability of post/cement/dentin must be achieved. The hybridization process of dentin has an important role for creating favorable conditions for dentin bonding (2) to increase its bond strength.

Intending to increase the longevity of hybridization, Matrix Metalloproteinase (MMP) inhibitors such as chlorhexidine have been studied (3, 4). The MMP of dentin could promote collagen degradation (3), leading to water penetration at the hybrid layer, and an increase in hydrolytic degradation of filling materials, and decreasing the quality of materials interface with tooth substrate. The application of chlorhexidine in the root canal is a procedure described in the literature; however, its application has been specifically to clean the canal before luting procedures (5-7). Chlorhexidine application to preserve the hybrid layer and consequently, increase the bond strength longevity, such as at coronal dentin, has not yet been evaluated for fiber post cementation, at the best of authors' knowledge.

The purpose of this study was to evaluate the effect of chlorhexidine applied after dentin phosphoric-acid etching on hybrid layer preservation, analyzing the immediate and long-term bond strength of a fiber post cemented to dentin.

Materials and Methods

Specimen Preparation

Seventy-two single-rooted, human upper teeth, extracted for therapeutic reasons, were selected for this study. This study was revised and approved by the local Ethics Committee (276/08). Freshly extracted teeth were immediately stored in distilled water at 4°C for no more than 6 months. In order to be included in this study, these criteria had to be met: straight roots; absence of root decay and/or previous endodontic treatment; and a root length of at least 10 mm. External debris were removed with a periodontal curette. The crown surfaces of each tooth were sectioned below the cement-enamel junction perpendicular to their long axis, using a slow speed diamond disc under water coolant.

After endodontic access, the working length was established with the direct method, by subtracting 1 mm from the real root length, as determined by introducing a no. 10 K-file (Maillefer-Dentsply, Ballaigues, Switzerland), until the file was visible through the apical foramen. The root canals were prepared with K-files, using the step-back technique (8). The coronal portion of each canal was shaped with size 2 Gates-Glidden drills. The root canals were irrigated with 3 mL of distilled water, preceding the use of each instrument. After final irrigation, the root canals were completely dried with absorbent paper points.

Bonding of fiber posts

The post space of each specimen was enlarged with a no. 2 drill from the Exacto[®] post system (Angelus, PR, Brazil), 4 mm before the working length depth. The fiber post had 20mm of length, 1.4mm of cervical diameter and 0.9mm of apical diameter. To standardize the method, the same operator performed all of the

procedures. Following post space preparations, the roots were randomly divided into three groups of 24 teeth each.

Intracanal dentin was etched with 37% phosphoric acid for 15 seconds, rinsed with distilled water for 15 seconds, and then gently dried with absorbent paper points. After etching the dentin, the chlorhexidine and adhesive system were applied, according to each group (Figure 1).

Figure 1. Description of the groups, according dentin treatment, after dentin phosphoric acid etching.

G_{control}	A 3-step total-etch adhesive system (Scotch Bond Multi-purpose Plus, 3M ESPE) was applied to the moist dentin with disposable microbrush tips, according to the manufacturer's instructions.
G_{CHX 0.2}	A 0.2% chlorhexidine water solution was applied for 60 seconds with disposable microbrush tips and gently dried with absorbent paper points. Then, the adhesive system was applied, according to manufacturer's instructions, as for the G _{control} .
G_{CHX 2}	A 2% chlorhexidine water solution was applied for 60 seconds with disposable microbrush tips and gently dried with absorbent paper points. Then, the adhesive system was applied, according to manufacturer's instructions, as for the G _{control} .

The fiber posts were cleaned with 96% ethanol and the silane was applied with disposable microbrush tips. The Catalyst (3M ESPE) was applied into the posts after they were completely dry, and immediately before cementation. Afterwards, the dual-cured resin cement RelyX ARC (3M ESPE, St Louis, MO) was inserted into the

root canal with Accudose[®] needle tubes and a Centrix syringe (Centrix Inc, Shelton, CT, USA), and the fiber post (Exacto[®], Angelus, PR, Brazil) was inserted and excess cement was removed. Light activation was performed through the cervical portion of the root for 30 seconds at the buccal and lingual surfaces, for a total of 60 seconds of light exposure, with 5mm of distance between source and root. The resin cement and adhesive were light-activated with XL2000 (3M ESPE), which had an output intensity of 600 mW/cm². The power of the light curing unit was gauged with a radiometer (Model 100, Demetron Research Group, USA).

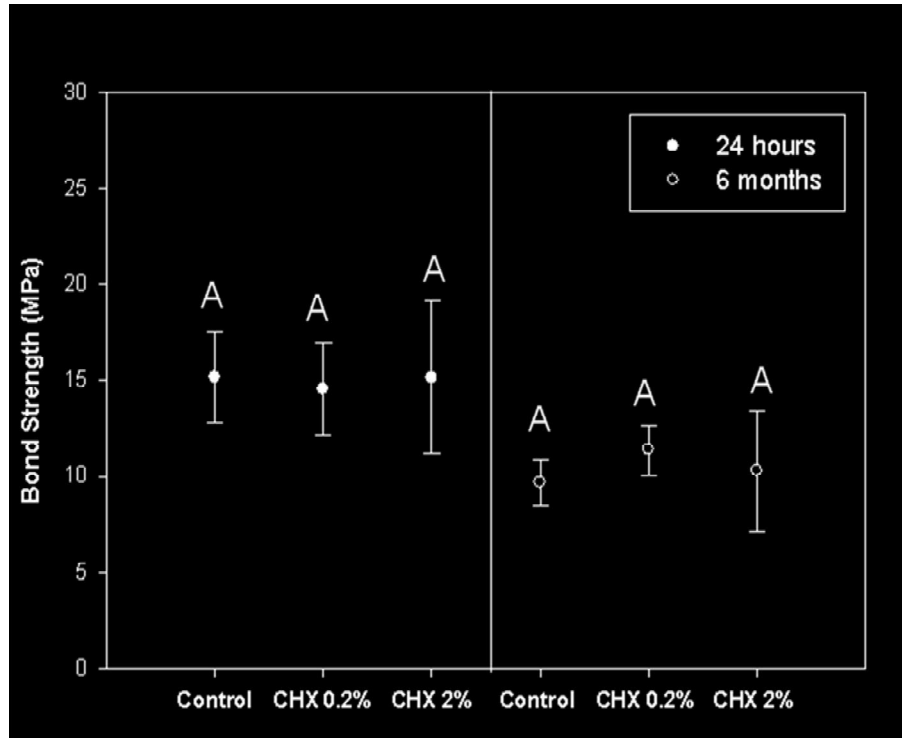
Push-out test

All of the groups were stored in 37°C distilled water for 24 hours, and sectioned into slices with 0.68 (\pm 0.09) mm thickness in a precision cutting machine (Low Speed Saw, Buehler) under constant water coolant. The slices of twelve teeth from each of the groups (G_{control} ; $G_{\text{CHX } 0.2}$; $G_{\text{CHX } 2}$) were stored in 37°C distilled water for 24 hours, and the remaining teeth were stored for 6 months before the push-out test. The cervical and apical diameter of the canal and the thickness of all of the slices were measured with a digital caliper. Each section was marked on its apical side and positioned on a base, with a central hole, in a universal testing machine (DL2000, EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil). The push-out test was performed by applying a compressive load to the apical side of each slice by using a 0.7-mm-diameter cylindrical plunger attached to the upper portion of the testing machine. A crosshead speed of 0.5 mm/min was applied until bond failure occurred. To express the bond strength in megapascals (MPa), the load upon failure was recorded in newtons (N) and divided by the bond area (mm²) (9).

Data were analyzed by using the two-way analysis of variance (ANOVA) and a post hoc tests using the Tukey multiple comparison test at $\alpha = 0.05$.

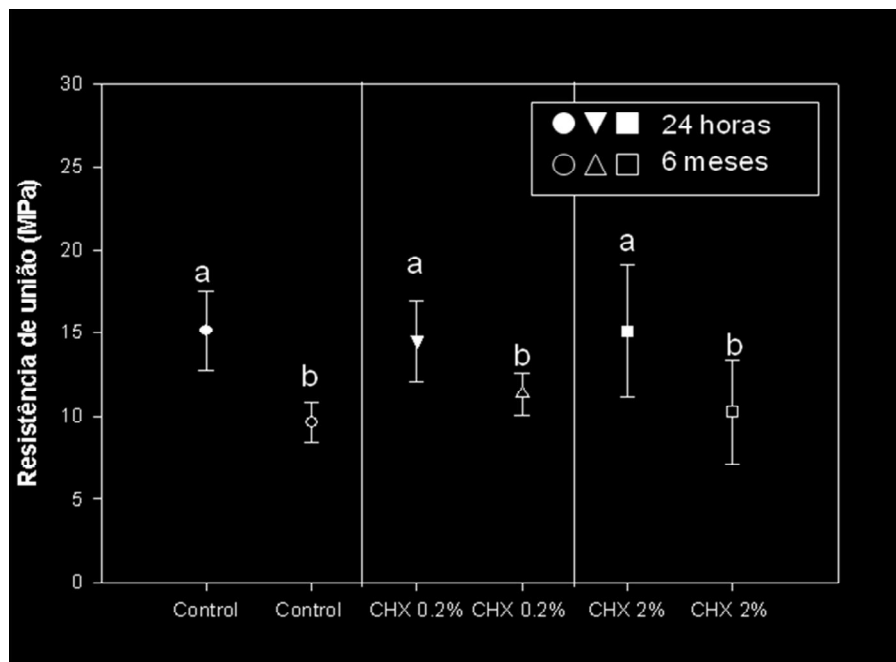
Results

The results of the bond strength analysis are presented in Figure 2. The control group had a mean and standard deviation of 15.15 (± 2.35) MPa for 24 hours and 9.66 (± 1.21) MPa for six months. For the test groups (CHX) for 24 hours, the values of mean and standard deviation were 14.54 (± 2.43) MPa and 15.13 (± 3.97) MPa for chlorhexidine concentrations of 0.2% and 2%, respectively. The test groups for six months showed a reduced bond strength, with 11.35 (± 1.28) MPa and 10.28 (± 3.16) MPa of mean and standard deviation for 0.2% and 2%, respectively. The length of time of storage significantly affected the bond strength of the fiber posts. The results demonstrated a statistical difference between the 24-hour storage time and that of 6 months, for all groups ($p < 0.05$). The bond strength values of the 24-hour time period for all of the groups were statistical higher than after 6 months. No statistical differences were found ($p > 0.05$) when groups with the same storage time were compared.



The central circle represents the mean value, and vertical bars denote the standard deviation. The same capital letter in the same storage time demonstrates that there were no statistically significant differences among the means ($p > 0.05$).

Figure 2. Graphic of the results of push-out (means and standard deviations), comparing different groups in the same storage time.



The central circle represents the mean value, and vertical bars denote the standard deviation. Different small letters in the same dentin treatment represents the statistically significant differences among the means ($p < 0.05$).

Figure 3. Graphic of the results of push-out (means and standard deviations), comparing same groups in different storage times.

Discussion

In this study, the chlorhexidine application, after phosphoric acid etched root dentin, showed no influence on the immediate and longitudinal bond strength of fiber post to dentin. Six months of storage showed significantly lower resistance values for all of the groups. To evaluate bond strength of fiber post to dentin, many tests were used; however, the micro push-out test was used here because it has been previously shown to produce more reliable data for post cementations (10).

The longevity of the cement/adhesive/dentin bond is directly related to the quality of the formed polymer (11) and the integrity of the uncovered collagen (12). The uncovered collagen may be degraded for MMPs action in coronal dentin (3, 13), leading to degraded bond interfaces. Some studies (4, 14) have shown the presence of these enzymes in root dentin, which has led to the theory that MMP-2, MMP-8 and MMP-9 must be inactivated to obtain a stable hybrid layer over time (15, 16). Chlorhexidine has been investigated as an effective inhibitor of MMP that does not have a negative affect on the bond strength (17).

In this study, the application of chlorhexidine showed no influence upon the immediate bond strength of the fiber post to root dentin. In the coronal dentin, similar results were found elsewhere (17). Other studies (13, 16) have demonstrated the reduction of bond strength degradation longitudinally, after chlorhexidine application. However, these studies used coronal dentin, with suitable conditions for an adequate photo-activation of adhesive and composite. The root canal presents a different and more challenging environment, compared to coronal dentin. Adhesive procedures in this environment are a concern, since there is low light penetration into the root canal during polymerization (18, 19), and, a low degree of conversion of formed polymer allied to the high stress in bond interface.

Polymer degradation can be avoided with the use of a high degree of conversion and cross-linking materials in the root environment (11). All of the groups showed significantly lower bond strength values after six months of storage than after 24 hours of storage. A dual-cured 3-step adhesive system for fiber post cementations was used (Figure 1). The self-cured adhesive has a lower degree of conversion when a low amount of light is available (20), such as in the root canal. A low degree of conversion can reduce the bond strength (21) and increase the adhesive layer permeability (22). The passage of water through polymer network lead to a decrease in the mechanical properties of the formed polymer (11) and reduced the bond strength (23). The water uptake of the polymer produces a relaxation process that leads to a separation of polymer chains by a reduction in the frictional forces (24) that leads to degradation of the material, and consequently a reduction in the longitudinal bond strength. In the present study, the hydrolytic effect on the polymer could have influenced evaluation of the longitudinal bond strength.

The bond strength of resin cement to root dentin seems to have a correlation with the sealing ability of the material (25). In the present study, all of the groups had a reduction in bond strength after six months of storage and this can be associated with a decrease in the sealing ability of cementations over time. Despite the reduction of bond strength, the sealing ability can also be associated with collagen (13) and polymer degradation (11). In the present study, six months of storage may not have been enough to show an effect of chlorhexidine in prevention of the collagenolytic effect of MMPs.

The maintenance of long-term post cementation into the root canal must be performed to prevent microleakage and to improve the prognosis of endodontic therapy (26). For this purpose, the hydrolytic stability of polymers and the integrity of

the hybrid layer should be studied further. Even though the application of chlorhexidine did not prevent degradation of the hybrid layer after 6 months of storage, its application may prevent long-term recontamination of the canal, thereby increasing the clinical longevity of the root canal cementation. In the present study, chlorhexidine did not arrest bond strength degradation of the fiber posts cemented in human roots after six months.

Acknowledgments

The authors gratefully acknowledge CAPES for the scholarship, the Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A for providing the silane and fiber posts, the 3M ESPE for providing the dentin bonding system and the resin cement, and the CDC-Bio UFPel to facilitate the tests. This paper is part of a thesis and is in partial fulfillment of the requirements for the Master degree.

References

1. Aksornmuang J, Foxton RM, Nakajima M, Tagami J. Microtensile bond strength of a dual-cure resin core material to glass and quartz fibre posts. *J Dent* 2004;32(6):443-450.
2. 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):265-273.
3. Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 2004;83(3):216-221.
4. Ferrari M, Mason PN, Goracci C, Pashley DH, Tay FR. Collagen degradation in endodontically treated teeth after clinical function. *J Dent Res* 2004;83(5):414-419.
5. White RR, Hays GL, Janer LR. Residual antimicrobial activity after canal irrigation with chlorhexidine. *J Endod* 1997;23(4):229-231.
6. Wang CS, Arnold RR, Trope M, Teixeira FB. Clinical efficiency of 2% chlorhexidine gel in reducing intracanal bacteria. *J Endod* 2007;33(11):1283-1289.
7. Hashem AA, Ghoneim AG, Lutfy RA, Fouda MY. The effect of different irrigating solutions on bond strength of two root canal-filling systems. *J Endod* 2009;35(4):537-540.
8. Kececi AD, Kaya BU, Adanir N. Micro push-out bond strengths of four fiber-reinforced composite post systems and 2 luting materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2007.
9. D'Arcangelo C, Cinelli M, De Angelis F, D'Amario M. The effect of resin cement film thickness on the pullout strength of a fiber-reinforced post system. *J Prosthet Dent* 2007;98(3):193-198.

10. Soares CJ, Santana FR, Castro CG, Santos-Filho PC, Soares PV, Qian F, et al. Finite element analysis and bond strength of a glass post to intraradicular dentin: comparison between microtensile and push-out tests. *Dent Mater* 2008;24(10):1405-1411.
11. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 2006;22(3):211-222.
12. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 2000;79(6):1385-1391.
13. Hebling J, Pashley DH, Tjaderhane L, Tay FR. Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo. *J Dent Res* 2005;84(8):741-746.
14. Santos J, Carrilho M, Tervahartiala T, Sorsa T, Breschi L, Mazzoni A, et al. Determination of matrix metalloproteinases in human radicular dentin. *J Endod* 2009;35(5):686-689.
15. Brackett MG, Tay FR, Brackett WW, Dib A, Dipp FA, Mai S, et al. In vivo chlorhexidine stabilization of hybrid layers of an acetone-based dentin adhesive. *Oper Dent* 2009;34(4):379-383.
16. Loguercio AD, Stanislawczuk R, Polli LG, Costa JA, Michel MD, Reis A. Influence of chlorhexidine digluconate concentration and application time on resin-dentin bond strength durability. *Eur J Oral Sci* 2009;117(5):587-596.
17. Soares CJ, Pereira CA, Pereira JC, Santana FR, do Prado CJ. Effect of chlorhexidine application on microtensile bond strength to dentin. *Oper Dent* 2008;33(2):183-188.

18. Boone KJ, Murchison DF, Schindler WG, Walker WA, 3rd. Post retention: the effect of sequence of post-space preparation, cementation time, and different sealers. *J Endod* 2001;27(12):768-771.
19. Goracci C, Grandini S, Bossu M, Bertelli E, Ferrari M. Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: a review. *J Dent* 2007;35(11):827-835.
20. Faria-e-Silva AL, Casselli DS, Lima GS, Ogliari FA, Piva E, Martins LR. Kinetics of conversion of two dual-cured adhesive systems. *J Endod* 2008;34(9):1115-1118.
21. Kanehira M, Finger WJ, Hoffmann M, Endo T, Komatsu M. Relationship between degree of polymerization and enamel bonding strength with self-etching adhesives. *J Adhes Dent* 2006;8(4):211-216.
22. Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, et al. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci* 2005;113(6):525-530.
23. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 2001;17(4):296-308.
24. Brazel CS, Peppas NA. Dimensionless analysis of swelling of hydrophilic glassy polymers with subsequent drug release from relaxing structures. *Biomaterials* 1999;20(8):721-732.
25. Zicari F, Couthino E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I, et al. Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater* 2008;24(7):967-977.
26. Bachicha WS, DiFiore PM, Miller DA, Lautenschlager EP, Pashley DH. Microleakage of endodontically treated teeth restored with posts. *J Endod* 1998;24(11):703-708.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

No presente estudo, ocorreu degradação e diminuição da resistência da união adesiva em todos os grupos após seis meses, não havendo diferença entre os grupos com e sem aplicação de clorexidina após o condicionamento ácido. Diversos estudos vêm demonstrando a ação da clorexidina como efetivo inibidor de MMP, diminuindo a degradação da união dentina/adesivo (Pashley *et al.*, 2004; Hebling *et al.*, 2005; Soares, Pereira *et al.*, 2008; Loguercio *et al.*, 2009, De Munck *et al.*, 2009). Entretanto estas avaliações vêm sendo realizadas em dentina coronária, onde é possível que se proceda uma adequada fotoativação dos polímeros envolvidos (Boone *et al.*, 2001; Boschian Pest *et al.*, 2002). No interior do conduto radicular, onde existe grande dificuldade de penetração da luz, a degradação do polímero pode tornar-se mais relevante em períodos menores de armazenagem, sobrepondo este efeito deletério sobre a propalada potencialidade da clorexidina de preservação do colágeno exposto.

Os achados do presente estudo sugerem que a aplicação de clorexidina, após o condicionamento ácido da dentina radicular, não interfere na resistência de união da cimentação de pinos pré-fabricados. Por outro lado, é possível que o tempo de armazenagem não tenha sido suficiente para evidenciar o efeito da clorexidina como inibidor de metaloproteinases de matriz (MMP), uma vez que estudos sugerem que a degradação hidrolítica do polímero formado é mais pronunciada do que a própria degradação da matriz de colágeno (De Munck *et al.*, 2009). Portanto, de acordo com o delineamento deste trabalho, a adição de mais um passo clínico de aplicação da clorexidina com o intuito de reduzir a degradação da união cimento/adesivo/dentina, não se justifica

Apesar das limitações, o ensaio de micro push-out ainda parece ser o mais adequado para a análise da resistência de união de materiais no interior do conduto radicular (Soares *et al.*, 2008; Goracci *et al.*, 2007). Além do desempenho da cimentação como um todo, também a caracterização por terços radiculares, mostrando ou não diferença entre eles pode ser realizada. Neste trabalho não foram encontradas diferenças entre os terços cervicais, médios e apicais dos diferentes grupos ($p > 0,05$), contudo foi encontrada diferença entre os diferentes tempos de armazenagem ($p < 0,001$).

Avaliações da interface adesiva, como o grau de conversão no interior da camada híbrida fazem-se necessários para que se consiga entender os fenômenos envolvidos na formação da união dentina radicular/adesivo e seus processos de degradação. Para isso uma análise por espectroscopia vibracional micro-raman apresenta-se como uma abordagem complementar interessante. Com a análise por raman, é possível que se avalie a composição química em áreas bastante reduzidas, em torno de $1\mu\text{m}$, sendo possível a avaliação da penetração dos polímeros, identificando quais têm maior penetração, a qualidade da camada híbrida formada e o grau de conversão em diferentes locais (Van Meerbeek *et al.*, 1993; Santini *et al.*, 2008). Os resultados gerados com esse tipo de análise poderão trazer grande contribuição científica para a compreensão deste fenômeno.

Sabe-se que a presença de material sujeito à degradação ao longo do tempo no interior do canal radicular pode acarretar efeitos citotóxicos nos tecidos periapicais, tendo em vista que os materiais lixiviados podem se difundir pelo canal radicular (Brackett *et al.*, 2008). Com base nisso deve-se buscar materiais que apresentem maior grau de conversão, com baixa contração de polimerização e técnicas que minimizem a degradação do colágeno da dentina exposto após o

condicionamento ácido. A manutenção da união pino/cimento/dentina ao longo do tempo previne a infiltração bacteriana através do canal radicular bem como a falha prematura da restauração ocasionada pelo deslocamento do pino, justificando e valorizando o investimento na produção científica nesta área do conhecimento da Odontologia.

REFERÊNCIAS

Akkayan, B. e T. Gulmez. Resistance to fracture of endodontically treated teeth restored with different post systems. **J Prosthet Dent**, v.87, n.4, Apr, p.431-7. 2002.

Aksornmuang, J., *et al.* Microtensile bond strength of a dual-cure resin core material to glass and quartz fibre posts. **J Dent**, v.32, n.6, Aug, p.443-50. 2004.

Asmussen, E., *et al.* Stiffness, elastic limit, and strength of newer types of endodontic posts. **J Dent**, v.27, n.4, May, p.275-8. 1999.

Bachicha, W. S., *et al.* Microleakage of endodontically treated teeth restored with posts. **J Endod**, v.24, n.11, Nov, p.703-8. 1998.

Baldissara, P., *et al.* Effect of root canal treatments on quartz fiber posts bonding to root dentin. **J Endod**, v.32, n.10, Oct, p.985-8. 2006.

Boone, K. J., *et al.* Post retention: the effect of sequence of post-space preparation, cementation time, and different sealers. **J Endod**, v.27, n.12, Dec, p.768-71. 2001.

Boschian Pest, L., *et al.* Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. **Dent Mater**, v.18, n.8, Dec, p.596-602. 2002.

Bouillaguet, S., *et al.* Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. **Dent Mater**, v.19, n.3, May, p.199-205. 2003.

Brackett, M. G., *et al.* Cytotoxicity of endodontic materials over 6-weeks ex vivo. **Int Endod J**, v.41, n.12, Dec, p.1072-8. 2008.

Brackett, M. G., *et al.* In vivo chlorhexidine stabilization of hybrid layers of an acetone-based dentin adhesive. **Oper Dent**, v.34, n.4, Jul-Aug, p.379-83. 2009.

Brazel, C. S. e N. A. Peppas. Dimensionless analysis of swelling of hydrophilic glassy polymers with subsequent drug release from relaxing structures. **Biomaterials**, v.20, n.8, Apr, p.721-32. 1999.

Cadenaro, M., *et al.* Degree of conversion and permeability of dental adhesives. **Eur J Oral Sci**, v.113, n.6, Dec, p.525-30. 2005.

Carrilho, M. R., *et al.* Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems. **Am J Dent**, v.17, n.2, Apr, p.104-8. 2004.

D'arcangelo, C., *et al.* The effect of resin cement film thickness on the pullout strength of a fiber-reinforced post system. **J Prosthet Dent**, v.98, n.3, Sep, p.193-8. 2007.

De Jager, N., *et al.* Finite element analysis model to simulate the behavior of luting cements during setting. **Dent Mater**, v.21, n.11, Nov, p.1025-32. 2005.

De Munck, J., *et al.* Inhibition of enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces. **J Dent Res**, v.88, n.12, Dec, p.1101-6. 2009.

Erickson, R. L. Surface interactions of dentin adhesive materials. **Oper Dent**, v.Suppl 5, p.81-94. 1992.

Faria-E-Silva, A. L., *et al.* Kinetics of conversion of two dual-cured adhesive systems. **J Endod**, v.34, n.9, Sep, p.1115-8. 2008.

Feilzer, A. J., *et al.* Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. **J Dent Res**, v.66, n.11, Nov, p.1636-9. 1987.

Ferracane, J. L. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. **Dent Mater**, v.22, n.3, Mar, p.211-22. 2006.

Ferrari, M., *et al.* Collagen degradation in endodontically treated teeth after clinical function. **J Dent Res**, v.83, n.5, May, p.414-9. 2004.

Fokkinga, W. A., *et al.* A structured analysis of in vitro failure loads and failure modes of fiber, metal, and ceramic post-and-core systems. **Int J Prosthodont**, v.17, n.4, Jul-Aug, p.476-82. 2004.

Fredriksson, M., *et al.* A retrospective study of 236 patients with teeth restored by carbon fiber-reinforced epoxy resin posts. **J Prosthet Dent**, v.80, n.2, Aug, p.151-7. 1998.

Goracci, C., *et al.* Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: a review. **J Dent**, v.35, n.11, Nov, p.827-35. 2007.

Goracci, C., *et al.* The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. **Eur J Oral Sci**, v.112, n.4, Aug, p.353-61. 2004.

Hashem, A. A., *et al.* The effect of different irrigating solutions on bond strength of two root canal-filling systems. **J Endod**, v.35, n.4, Apr, p.537-40. 2009.

Hashimoto, M., *et al.* In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. **J Dent Res**, v.79, n.6, Jun, p.1385-91. 2000.

Hebling, J., *et al.* Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo. **J Dent Res**, v.84, n.8, Aug, p.741-6. 2005.

Ikeda, T., *et al.* Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. **Dent Mater**, v.21, n.11, Nov, p.1051-8. 2005.

Kanehira, M., *et al.* Relationship between degree of polymerization and enamel bonding strength with self-etching adhesives. **J Adhes Dent**, v.8, n.4, Aug, p.211-6. 2006.

Kececi, A. D., *et al.* Micro push-out bond strengths of four fiber-reinforced composite post systems and 2 luting materials. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, Oct 15. 2007.

Loguercio, A. D., *et al.* Influence of chlorhexidine digluconate concentration and application time on resin-dentin bond strength durability. **Eur J Oral Sci**, v.117, n.5, Oct, p.587-96. 2009.

Mallmann, A., *et al.* Microtensile bond strength of photoactivated and autopolymerized adhesive systems to root dentin using translucent and opaque fiber-reinforced composite posts. **J Prosthet Dent**, v.97, n.3, Mar, p.165-72. 2007.

Nakabayashi, N., *et al.* The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mater Res**, v.16, n.3, May, p.265-73. 1982.

Naumann, M., *et al.* Randomized controlled clinical pilot trial of titanium vs. glass fiber prefabricated posts: preliminary results after up to 3 years. **Int J Prosthodont**, v.20, n.5, Sep-Oct, p.499-503. 2007.

Pashley, D. H., *et al.* Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. **J Dent Res**, v.83, n.3, Mar, p.216-21. 2004.

Paul, S. J., *et al.* Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. **J Dent**, v.27, n.3, Mar, p.209-14. 1999.

Perdigao, J., *et al.* The effect of dowel space on the bond strengths of fiber posts. **J Prosthodont**, v.16, n.3, May-Jun, p.154-64. 2007.

Plotino, G., *et al.* Flexural properties of endodontic posts and human root dentin. **Dent Mater**, v.23, n.9, Sep, p.1129-35. 2007.

Qing, H., *et al.* In vitro evaluation of the fracture resistance of anterior endodontically treated teeth restored with glass fiber and zircon posts. **J Prosthet Dent**, v.97, n.2, Feb, p.93-8. 2007.

Sanares, A. M., *et al.* Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. **Dent Mater**, v.17, n.6, Nov, p.542-56. 2001.

Sano, H., *et al.* Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer. **Oper Dent**, v.20, n.4, Jul-Aug, p.160-7. 1995.

Santini, A. e V. Miletic. Comparison of the hybrid layer formed by Silorane adhesive, one-step self-etch and etch and rinse systems using confocal micro-Raman spectroscopy and SEM. **J Dent**, v.36, n.9, Sep, p.683-91. 2008.

Santos, J., *et al.* Determination of matrix metalloproteinases in human radicular dentin. **J Endod**, v.35, n.5, May, p.686-9. 2009.

Schwartz, R. S. Adhesive dentistry and endodontics. Part 2: bonding in the root canal system-the promise and the problems: a review. **J Endod**, v.32, n.12, Dec, p.1125-34. 2006.

Schwartz, R. S. e J. W. Robbins. Post placement and restoration of endodontically treated teeth: a literature review. **J Endod**, v.30, n.5, May, p.289-301. 2004.

Soares, C. J., *et al.* Effect of chlorhexidine application on microtensile bond strength to dentin. **Oper Dent**, v.33, n.2, Mar-Apr, p.183-8. 2008.

Soares, C. J., *et al.* Finite element analysis and bond strength of a glass post to intraradicular dentin: comparison between microtensile and push-out tests. **Dent Mater**, v.24, n.10, Oct, p.1405-11. 2008.

Tay, F. R. e D. H. Pashley. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. **Dent Mater**, v.17, n.4, Jul, p.296-308. 2001.

Van Meerbeek, B., *et al.* Chemical characterization of the resin-dentin interface by micro-Raman spectroscopy. **J Dent Res**, v.72, n.10, Oct, p.1423-8. 1993.

Wang, C. S., *et al.* Clinical efficiency of 2% chlorhexidine gel in reducing intracanal bacteria. **J Endod**, v.33, n.11, Nov, p.1283-9. 2007.

White, R. R., *et al.* Residual antimicrobial activity after canal irrigation with chlorhexidine. **J Endod**, v.23, n.4, Apr, p.229-31. 1997.

Zicari, F., *et al.* Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. **Dent Mater**, v.24, n.7, Jul, p.967-77. 2008.

ANEXO

COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA**RESOLUÇÃO**

O Comitê de Ética em Pesquisa e a Comissão de Pesquisas da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul analisaram o Projeto:

Número: 276/08

Título: INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE UM INIBIDOR DE METALOPROTEINASES NA RESISTÊNCIA DA UNIÃO ADESIVA À DENTINA RADICULAR.

Investigador(es) principal(ais): Susana Maria Werner Samuel e CD. Vicente Castelo Branco Leitune.

O Projeto foi aprovado na reunião do dia 13/03/2008, Ata nº 03/08 do Comitê de Ética em Pesquisa e da Comissão de Pesquisas, da UFRGS, por estar adequado ética e metodologicamente de acordo com a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde.

Porto Alegre, 13 de março de 2008.



Prof^a. Heloísa Emília D. Da Silveira
Coordenadora do Comitê de Ética em Pesquisas



Prof^a. Deise Ponzoni
Coordenadora da Comissão de Pesquisas