



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

MARCOS CEZAR POMINI

**APLICAÇÃO SIMULTÂNEA DE SILANOS CONVENCIONAL E
EXPERIMENTAL NA RESISTÊNCIA ADESIVA E INFILTRAÇÃO
MARGINAL EM CONDUTO RADICULAR COM PINO DE FIBRA DE
VIDRO**

**SIMULTANEOUS APPLICATION OF CONVENTIONAL AND
EXPERIMENTAL SILANES ON THE ADHESIVE STRENGTH AND
MARGINAL INFILTRATION IN RADICULAR CANAL WITH
FIBERGLASS POST**

Piracicaba, SP

2020

MARCOS CEZAR POMINI

**APLICAÇÃO SIMULTÂNEA DE SILANOS CONVENCIONAL E
EXPERIMENTAL NA RESISTÊNCIA ADESIVA E INFILTRAÇÃO
MARGINAL EM CONDUTO RADICULAR COM PINO DE FIBRA DE
VIDRO**

**SIMULTANEOUS APPLICATION OF CONVENTIONAL AND
EXPERIMENTAL SILANES ON THE ADHESIVE STRENGTH AND
MARGINAL INFILTRATION IN RADICULAR CANAL WITH
FIBERGLASS POST**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica, na Área de Prótese Dental.

Dissertation presented to the Piracicaba Dental School of the University of Campinas in partial fulfillment of the requirements for the degree of Master in Clinical Dentistry, in the Dental Prosthesis area.

Orientador: Prof. Dr. Rafael Leonardo Xediek Consani

Este trabalho corresponde à versão final da dissertação defendida pelo aluno Marcos Cezar Pomini, orientado pelo Prof. Dr. Rafael Leonardo Xediek Consani.

Piracicaba, SP

2020

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Heloisa Maria Ceccotti - CRB 8/6403

P771a Pomini, Marcos Cezar, 1994-
Aplicação simultânea de silanos convencional e experimental na resistência adesiva e infiltração marginal em conduto radicular com pino de fibra de vidro / Marcos Cezar Pomini. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2020.

Orientador: Rafael Leonardo Xediek Consani.
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Técnica para retentor intrarradicular. 2. Silanos. 3. Força compressiva. 4. Infiltração dentária. I. Consani, Rafael Leonardo Xediek, 1974-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Simultaneous application of conventional and experimental silanes on the adhesive strength and marginal infiltration in radicular canal with fiberglass post

Palavras-chave em inglês:

Post and core technique

Silanes

Compressive strength

Dental leakage

Área de concentração: Prótese Dental

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Rafael Leonardo Xediek Consani [Orientador]

Bruno Massucato Zen

Luís Roberto Marcondes Martins

Data de defesa: 02-03-2020

Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica

Identificação e informações acadêmicas do(a) aluno(a)

- ORCID do autor: <https://orcid.org/0000-0001-8129-7165>

- Currículo Lattes do autor: <http://lattes.cnpq.br/9382878906374006>



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba

A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 02 de março de 2020, considerou o candidato MARCOS CEZAR POMINI aprovado.

PROF. DR. RAFAEL LEONARDO XEDIEK CONSANI

PROF. DR. BRUNO MASSUCATO ZEN

PROF. DR. LUÍS ROBERTO MARCONDES MARTINS

A Ata da defesa, assinada pelos membros da Comissão Examinadora, consta no SIGA/Sistema de Fluxo de Dissertação/Tese e na Secretaria do Programa da Unidade.

DEDICATÓRIA

Aos meus pais **Neli** e **Marcos Pomini**, foram, são e continuarão sendo minha base, referência e exemplo de vida. Por todos os esforço e sacrifícios feitos para que eu tivesse o melhor estudo e por me ensinar que a educação é o caminho para a transformação social. Palavras nunca serão suficientes para expressar minha gratidão por todas as orientações, compreensão, amor e amizade que tenho recebido. Esta dissertação é um fruto que nós colhemos juntos, considerando que sem vocês eu não teria chegado até aqui.

Amo-os incondicionalmente!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A **Deus** e a **espiritualidade amiga**, pela proteção e orientação durante essa caminhada e toda minha vida. Obrigado pela oportunidade de evoluir profissional e espiritualmente.

Ao **Prof. Dr. Rafael Leonardo Xediek Consani**, Professor Titular da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – Universidade Estadual de Campinas, por todo o conhecimento transmitido e pela dedicação em me orientar. Admiro seu profissionalismo e competência. Obrigado por tudo!

À **minha família**, pelo incentivo, paciência e apoio incondicional que sempre demonstraram. Obrigado pela força e palavras que me guiaram nos momentos difíceis desta caminhada. Sou e serei um eterno admirador. Amo vocês.

Às minhas amigas **Vitória Piccolli** e **Roberta Ramos**, pela amizade e colaboração direta com a execução da metodologia deste trabalho. Sem vocês esta jornada teria sido muito mais difícil. Muito obrigado!

AGRADECIMENTOS

O presente trabalho foi realizado com apoio da **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES)** - Código de Financiamento 001.

À Universidade Estadual de Campinas, na pessoa de seu Magnífico Reitor **Prof. Dr. Marcelo Knobel**, à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, na pessoa do seu diretor, **Prof. Dr. Francisco Haiter Neto** e ao Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, na pessoa de seu coordenador **Prof. Dr. Valentim Adelino Ricardo Barão**, pela oportunidade de realizar o curso de Mestrado.

Ao Laboratório de Prótese Total da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - Unicamp, na pessoa do **Prof. Dr. Marcelo Ferraz Mesquita**, a secretária do Departamento **Eliete Ferreira Lima Marim** e ao técnico **Eduardo Campos**; ao Laboratório de Materiais Dentários, na pessoa do **Prof. Dr. Mario Fernando Góes** e ao técnico Engenheiro **Marcos Blanco Cangiani**; ao técnico **Adriano Martins**, do Laboratório de Microscopia Eletrônica; ao Laboratório de Pediatria, na pessoa da **Profa. Dra. Regina Maria Puppim Rontani** e ao técnico **Marcelo Corrêa Maistro**; e ao Laboratório de Dentística, na pessoa da **Profa. Dra. Vanessa Cavalli Gobbo** e ao técnico **Wanderley Francisco Vieira**, pelos auxílios e disposição em colaborar com a execução da metodologia deste estudo.

Aos **pacientes** que doaram dentes extraídos para o Banco de Dentes Humanos da Universidade Estadual de Ponta Grossa, permitindo assim o desenvolvimento desta pesquisa e fortalecendo o desenvolvimento científico da Odontologia do Brasil.

Às **Profas. Dras. Carmem Silvia Pfeifer** e **Ana Paula Piovezan Fugolin**, pesquisadoras do Departamento de Dentística Operatória da *Oregon Health and Science University*, pelo fornecimento do aditivo tio-uretano.

À **Profa. Dra. Stella Kossatz Pereira**, Coordenadora do Banco de Dentes Humanos da Universidade Estadual de Ponta Grossa, pela colaboração no fornecendo dos dentes.

Aos fabricantes **Angelus** e **Ivoclar Vivadent**, pela colaboração na doação dos materiais utilizados neste trabalho.

À **Profa. Dra. Adriana Postiglione Buhrer Samra**, pela amizade e disposição em colaborar com meus trabalhos e todos os demais **professores** pela oportunidade de conviver durante o curso de Mestrado e conhecimentos transmitidos.

Ao **Rafael Ferreira**, pelo apoio e companheirismo durante grande parte da execução desse trabalho. Obrigado pela atenção e pela motivação nos momentos difíceis.

Às amigas que fiz em Piracicaba, em especial **Flávio, Murilo, Rubens, Allan, Luís, Cleverson, Jeronimo e Rodrigo**, assim como em São Paulo, em especial **Bárbara, Camila, Maurício, Maria Paula, Douglas, Diego e Izabel**. Obrigado pela parceria, pelos momentos vividos e pelas palavras que sempre me deram motivo para continuar.

A todos meus colegas de turma de Mestrado e do Laboratório de Prótese Total pela amizade e ajuda, em especial à **Roberta e Vitória**, pela colaboração com as fases experimentais deste trabalho.

A todos que de forma indireta contribuíram para mais essa etapa vencida de minha vida.

Obrigado a todos!

RESUMO

O objetivo neste estudo *in vitro* foi avaliar o efeito da aplicação simultânea de silanos convencional e experimental na resistência adesiva e micro infiltração marginal em raízes de dentes humanos restauradas com pinos de fibra de vidro (PFV) e submetidas às ciclagens térmica e mecânica. Dois oligômeros foram sintetizados em solução com quantidades catalíticas de trietilamina. O tiol-pentaeritritol tetra-3-mercaptopropionato multifuncional (PETMP) foi combinado com isocianatos di-funcionais - 1,6-hexanodioldiisocyanato (HDDI) (alifático) ou 1,3-bis (1-isocianato-1- metiletil) benzeno (BDI) (aromático). Sessenta pré-molares unirradiculares foram seccionados 2 mm acima da junção cimento-esmalte, receberam tratamento endodôntico convencional e obturação com cones de guta-percha. As raízes receberam preparo padronizado em 10 mm de profundidade com brocas de diâmetro 1,4 mm e separadas aleatoriamente em seis grupos (n=10): silanos convencionais (RelyX CP ou Angelus) e experimentais (PETMP-HDDI ou PETMP-BDI). Nos condutos foi aplicado adesivo e nos pinos silanos convencionais conforme recomendado pelos fabricantes, seguido pela aplicação de silanos experimentais. Após cimentação, as raízes receberam núcleos de preenchimento em resina composta, coroas de resina indireta e foram submetidas a $1,2 \times 10^6$ ciclos mecânicos, seguidos por 500 ciclos térmicos (5 e 55°C). Duas fatias com 1 mm de espessura foram obtidas de cada terço radicular (cervical, médio e apical). Uma fatia de cada terço foi submetida ao teste de cisalhamento (*push-out*) e o padrão de fratura analisado (%) e outra fatia submetida à análise de infiltração marginal por corante (imersão em azul de metileno a 2% por sete dias) e a penetração classificada em escores (%). Fatias representativas de cada grupo foram analisadas em MEV quanto a formação de fendas marginais. Os resultados foram analisados com ANOVA dois-fatores (silano e terço), seguido pelo teste de Tukey (*push-out*) e teste de Kruskal-wallis (micro infiltração marginal) com nível de significância de $\alpha=0,05$. A aplicação simultânea de silanos convencional e experimental aumentou a resistência da união adesiva de PFV ($p<0,001$), com valores similares entre terços radiculares ($p=0,199$), reduziu as falhas adesivas dentina-cimento e aumentou as coesivas em dentina. Não houve diferença significativa nos escores de micro infiltração por corante entre os grupos ($p=0,176$). Todos os grupos apresentaram micro infiltração similar ou superior a 2/3 da espessura da fatia. Em conclusão, a aplicação simultânea de silanos convencionais e experimentais proporcionou maior resistência adesiva, reduziu as falhas adesivas dentina-cimento e os níveis de micro infiltração marginal foram similares em canais radiculares tratados com PFV.

Palavras-chave: Retentor radicular. Silano. Força compressiva. Infiltração marginal.

ABSTRACT

The aim of this *in vitro* study was to evaluate the effect of simultaneous application of conventional and experimental silanes on adhesive resistance and marginal micro-infiltration in human tooth roots restored with fiberglass posts (FGP) and subjected to thermal and mechanical cycling. Two oligomers were synthesized in solution with catalytic amounts of triethylamine. Multi-functional thiol – pentaerythritol tetra-3-mercaptopropionate (PETMP) was combined with di-functional isocyanates – 1,6-hexanedioldiisocyanate (HDDI) (aliphatic) or 1,3-bis (1-isocyanato-1-methylethyl) benzene (BDI) (aromatic). Sixty uniradicular premolars were sectioned 2 mm above the cemento-enamel junction, received conventional endodontic treatment and filled with gutta-percha cones. The roots received standardized preparation in 10 mm of depth with drills of diameter 1.4 mm and were randomly separated in six groups (n=10) according to the variables: conventional silanes (RelyX CP or Angelus) and experimental silanes (PETMP-HDDI or PETMP-BDI). In the root canal, it was applied a three-step adhesive and the post silanized according to the manufacturer's recommendations, followed by the application of experimental silanes. After cementation, the roots received filling cores in composite resin, crowns of indirect resin and were submitted to 1.2×10^6 mechanical cycles, followed by 500 thermal cycles (5 and 55°C). Two 1-mm thick slices were obtained from each root third (cervical, middle and apical). One slice of each third was submitted to the shear bond test (push-out) and the fracture pattern was analyzed (%), and other subjected to analysis of marginal infiltration by dye (immersion in 2% methylene blue for seven days) and the penetration classified into scores (%). The remaining slices of each group were analyzed in SEM for the gaps formation. The results were analyzed with two-way ANOVA (silane and third), followed by the Tukey's test (push-out) and the Kruskal-wallis' test (micro marginal infiltration) with a significance level of $\alpha=0.05$. The simultaneous application of conventional and experimental silanes on FGPs increased the bond strength ($p<0.001$) with similar values between root thirds ($p=0.199$), reduced dentin-cement adhesive failures and increased the dentin cohesive failure. There was no significant difference in the micro infiltration scores by dye between the groups ($p=0.176$). All groups showed micro infiltration similar to or greater than 2/3 of the slice thickness. In conclusion, the simultaneous application of conventional and experimental silanes provided greater adhesive strength, reduced the dentin-cement adhesive failures and the levels of marginal micro infiltration were similar in root canal treated with FGPs.

Key Words: Root retainer. Silane. Compressive force. Marginal infiltration.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 ARTIGO: Simultaneous application of conventional and experimental silanes on the adhesion and infiltration of radicular canals with fiberglass posts	15
3 CONCLUSÃO	31
REFERÊNCIAS	32
APÊNDICE 1 - Detalhamento da metodologia	34
ANEXOS	48
Anexo 1 - Aprovação do protocolo de pesquisa pelo CEP-FOP – UNICAMP	48
Anexo 2 – Verificação de originalidade de prevenção e plágio	50
Anexo 3 - Comprovante de submissão do artigo	51

1 INTRODUÇÃO

Dentes reabilitados endodonticamente apresentam alterações biomecânicas e neuroceptivas comparados aos dentes vitais, além de desidratação, desmineralização e alteração na produção de colágeno decorrentes da remoção do tecido pulpar (Scotti *et al.*, 2015). O tratamento endodôntico pode ainda resultar em perda da integridade estrutural do dente que, por sua vez, aumenta a chance de falhas biomecânicas (Guo *et al.*, 2016), como fraturas radiculares. A prevalência de fraturas em dentes reabilitados endodonticamente varia entre 2 e 20% e tem sido associada ao sinergismo entre degradação mecânica e química da raiz (Garcia-Guerreiro *et al.*, 2018). O prognóstico para tais dentes está diretamente relacionado com a técnica restauradora (Scotti *et al.*, 2015).

Retentores radiculares são dispositivos indicados para reabilitação de dentes tratados endodonticamente com significativa ausência de estrutura dental coronária, como as ocorridas em traumas acidentais, extensas lesões cariosas ou excessivo desgaste dental. Esse procedimento reabilitador tem por finalidade reter e fixar a prótese coronária e permitir a dissipação das tensões promovida pela mastigação através do complexo dente/alvéolo (Gomes *et al.*, 2014; Samimi *et al.*, 2014).

Os retentores radiculares de fibra de vidro (PFV) foram desenvolvidos para melhorar as propriedades biomecânicas dos núcleos de preenchimento. O PFV apresenta melhor estética, biocompatibilidade, maior resistência à corrosão, adesão ao substrato dental, facilidade de remoção e módulo de elasticidade similar ao da dentina (Samimi *et al.*, 2014; Parčina e Baraba, 2016; Komada *et al.*, 2017). Por essas razões, têm sido os retentores de escolha pelos profissionais em reabilitações com tratamento endodôntico (Moraes *et al.*, 2015). Esses dispositivos radiculares são compostos por fibras de vidro dispostas numa única direção e envoltas por matriz resinosa injetada sob pressão (Perdigão *et al.*, 2006).

O principal limitante do uso de pinos de fibra de vidro para reabilitações endodônticas se refere em obter clinicamente adesão satisfatória à dentina radicular (Radovic *et al.*, 2008; Cadore-Rodrigues *et al.*, 2019). Falhas na interface adesiva causam desunião pino-adesivo e/ou cimento-dentina pela dificuldade técnica de se obter união apropriada, sendo a desunião o principal fator para o insucesso dessas reabilitações (Samimi *et al.*, 2014; Moraes *et al.*, 2015). Com a finalidade de aumentar a adesão entre PFV e cimento, diversos tratamentos de superfície têm sido mostrados na literatura (Moraes *et al.*, 2015). Tais tratamentos podem ser realizados por meio da aplicação de ácidos que desmineralizam a

superfície do pino, aumentando a área para adesão e expondo a sílica das fibras, ou ainda por adesivos que auxiliam a interação com a superfície do PFV, criando condições favoráveis para ocorrer a união com o cimento resinoso (Cadore-Rodrigues *et al.*, 2019).

Dentre os tratamentos de superfície químicos, a silanização do pino é o mais frequentemente utilizado por profissionais em reabilitações endodônticas (Moraes *et al.*, 2015). Esta técnica é considerada um procedimento clínico rápido e de significativa importância na resistência adesiva da restauração (Elnaghy *et al.*, 2016). O silano aumenta a energia de superfície dos PFV, melhorando o molhamento da superfície e favorecendo a interação com os cimentos adesivos (Lung e Matinlinna, 2012; Cadore-Rodrigues *et al.*, 2019). Adicionalmente, o silano aumenta a resistência adesiva através das ligações siloxano das moléculas bifuncionais entre partículas inorgânicas do PFV e substrato orgânico do adesivo resinoso (Lung e Matinlinna, 2012; Moraes *et al.*, 2015). A aplicação do silano também é recomendada na cimentação protética com cimentos auto-adesivos, considerando que a união covalente entre silano e monômeros metacrilatos do cimento tem sido mais eficiente do que as ligações iônicas com as fibras de vidro do pino (Oliveira *et al.*, 2011). Revisão sistemática e meta-análise com estudos *in vitro* demonstrou significativo aumento da resistência adesiva em reabilitações endodônticas quando o tratamento do pino foi realizado previamente com silano, concluindo que essa etapa seria relevante e positiva no procedimento da cimentação adesiva (Moraes *et al.*, 2015).

Portanto, conseguir forte união entre PFV e dentina radicular para auxiliar a dissipação de tensões para a raiz e osso alveolar é uma etapa fundamental na previsão do tratamento restaurador de dentes tratados endodonticamente (Cadore-Rodrigues *et al.*, 2019). Com base na geometria dos canais radiculares, técnicas operatórias convencionais não foram capazes de evitar o desenvolvimento de tensões e consequente falhas na interface adesiva; portanto, a solução para restaurações satisfatórias deve ser baseada em melhorias feitas nos materiais (Bacchi *et al.*, 2015).

A estrutura da dentina do canal radicular, especialmente a orientação, distribuição e redução do diâmetro dos túbulos da região cervical em direção à apical, assim como a resistência da união podem variar entre as regiões radiculares (Onay *et al.*, 2010; Boing *et al.*, 2017). Contudo, a relação entre adesão do PFV e região radicular ainda é controversa e parece ser diretamente influenciada pelos materiais utilizados no protocolo endodôntico (Soares *et al.*, 2020) e cimentação (Boing *et al.*, 2017; Garcia *et al.*, 2018). Assim, a busca por novos materiais e técnicas capazes de aumentar a resistência da união e a estabilidade adesiva, assim

como reduzir a tensão da interface pino-adesivo-cimento-dentina poderia melhorar o comportamento biomecânico das reabilitações e diminuir a taxa de insucesso.

Estudos promissores têm demonstrado que a incorporação de oligômeros tio-uretanos (TUs) em adesivos restauradores melhorou as propriedades mecânicas (Bacchi *et al.*, 2015; Bacchi *et al.*, 2018). Os TUs são moléculas resultantes da combinação de tióis multifuncionais: (1) tetra-3-mercaptopropionato de pentaeritritol (PETMP) ou (2) trimetilol-tris-3-mercaptopropionato (TMP), com isocianatos di-funcionais: (1) 1,6-hexanodiol-diisocianato (alifático, HDDI), (2) 1,3-bis (1-isocianato-1-metiletil) benzeno (aromático, BDI) ou (3) 4,4'-diisocianato de diciclo-hexilmetano (cíclico, HDMI) (Bacchi *et al.*, 2018). As diferentes combinações resultam em oligômeros apresentando diferentes comportamentos em formulações adesivas. Estudo prévio demonstrou que os melhores resultados de adesão em cerâmicas para cada tiol, (PETMP ou TMP), foi encontrado na reação com HDDI ou HDMI e HDDI ou BDI, respectivamente (Bacchi *et al.*, 2018).

A adição de tio-uretano reduziu a tensão da polimerização formando estruturas mais homogêneas em materiais resinosos baseados em metacrilatos devido às reações de transferência em cadeia que retardam a vitrificação do polímero enquanto aumentam o grau de conversão (Bacchi *et al.*, 2018). Da mesma maneira, dureza e resistência à fratura dessas cadeias poliméricas têm sido reportadas, sugerindo o uso em restaurações que necessitam maior resistência ao impacto (Hoyle *et al.*, 2010; Bacchi *et al.*, 2018), como as reabilitações com pinos de fibra de vidro. Esses estudos demonstraram a viabilidade e a eficácia da adição de oligômeros tio-uretanos em formulações adesivas.

Com base nessas considerações, o objetivo neste estudo *in vitro* foi avaliar o efeito da aplicação simultânea de silanos convencional e experimental na resistência adesiva e micro infiltração marginal em raízes de dentes humanos restauradas com pinos de fibra de vidro (PFV) e submetidas às ciclagens térmica e mecânica.

2 ARTIGO: Simultaneous application of conventional and experimental silanes on the adhesion and infiltration of radicular canals with fiberglass posts

Artigo submetido ao periódico *Journal of Dentistry* (Anexo 3).

M.C. Pomini^a, C.S. Pfeifer^b, A.P.P. Fugolin^c, V.M. Piccolli^a, R.A.P. Ramos^a, R.L.X Consani^{d*}

^a Master Degree student, Department of Prosthodontics and Periodontology, Piracicaba Dental School, State University of Campinas, Piracicaba, Sao Paulo, Brazil.

^b Associate Professor, Department of Restorative Dentistry, Division of Biomaterials and Biomechanics, Oregon Health and Science University, Oregon, Portland, USA.

^c Postdoctoral Researcher, Department of Restorative Dentistry, Division of Biomaterials and Biomechanics, Oregon Health and Science University, Oregon, Portland, USA.

^d Professor, Department of Prosthodontics and Periodontology, Piracicaba Dental School, State University of Campinas, Piracicaba, Sao Paulo, Brazil.^[1]_{SEP}

***Corresponding author at:** Rafael L. X. Consani, Department of Prosthodontics and Periodontology, Piracicaba Dental School, State University of Campinas, Piracicaba, Sao Paulo, SP, Brazil.

e-mail: rconsani@fop.unicamp.br

Key words: root retainer; silane; compressive force; marginal infiltration.

Abstract

Objectives

The aim of this study was to evaluate the effect of simultaneous application of conventional and experimental silanes on adhesion and marginal micro infiltration in root canal rehabilitated with fiberglass posts and subjected to thermal and mechanical cycling.

Methods

Two oligomers were synthesized in solution with catalytic amounts of triethylamine. Multi-functional thiol – pentaerythritol tetra-3-mercaptopropionate (PETMP) was combined with di-functional isocyanates – 1,6-hexanedioldiisocyanate (HDDI) (aliphatic) or 1,3-bis (1-isocyanato-1-methylethyl) benzene (BDI) (aromatic). The endodontically rehabilitated teeth were submitted to 1.2×10^6 mechanical cycles followed by 500 thermal cycles (5° and 55°C). Two slices were obtained from each root region (cervical, middle and apical). One slice from each region was submitted to the push-out test and the fracture mode evaluated. The remaining slices were immersed into 2% methylene blue solution for 7 days and the marginal infiltration evaluated according to dye penetration level. Results were analyzed with two-way ANOVA followed by Tukey's test (push-out) and Kruskal-Wallis analysis (microleakage) at $\alpha=0.05$ confidence level.

Results

Simultaneous application of conventional and experimental silanes improved bond strength ($p<.001$) with similar values among the root regions ($p=.199$), decreased the frequency of adhesive failure dentin-cement, and increased mixed and cohesive in dentin failures. There was no statistically significant difference for microleakage scores between the groups ($p=.176$).

Conclusions

Simultaneous application of conventional and experimental silanes provided greater adhesive strength, reduced the dentin-cement failures and the levels of marginal micro infiltration were similar in root canal treated with FGPs.

Clinical Significance

The current study showed that it is possible to obtain greater bond strength and reduce the number of adhesive failures in root canals rehabilitated with FGPs etched by the simultaneous application of conventional and experimental silanes.

1. Introduction

Fiberglass posts (FGPs) have been widely used in endodontic rehabilitation for teeth with limited coronal structure and has gained large acceptance among dentists [1]. In this method, FGPs are adhesively bonded to the root canal and a strong adhesion is considered to be a major factor to rehabilitate the root canal with these post types [2]. In this sense, studies have been developed to improve the FGPs adhesion to tooth root canal [1,2]. However, FGPs debonding is considered the most common failure reported in this restorative method [3,4]. This failure has been related to many factors, such as insufficient tooth crown remnant and anchoring features [5], cementation techniques sensitivity [4], and FGPs surface treatments [1].

Different FGPs surface treatments are approaches aiming to increase the adhesive strength of the material used for bonding procedure [6]. Evidences suggest that FGPs surface treatment is a mandatory clinical step, since it positively affects the adhesive retention strength [7]. Among the surface treatments, the FGPs silanization is the most frequently method used by dentists for root canal rehabilitations [1]. This technique is considered a fast clinical procedure step [2] that is able to increase chemical attachment to FGPs due to reaction between the adhesive bifunctional molecules with the inorganic glass fibers and the organic resin cement [1,8].

FGPs silanization method is also recommended in root canal rehabilitation associated to the last generation luting agents (self-adhesive resin cement), since the covalent linkage of the methacrylate monomer cement with the silane is stronger than the ionic bond with the glass fibers [8]. However, based on the adhesive limitations of currently available materials, there is need for new materials with improved properties and mechanical behavior. Therefore, better silanization procedures may enhance the FGPs biomechanical behavior in root rehabilitations, and decreasing adhesive bond failure rate.

Studies have shown that the thio-urethane oligomers (TU) incorporation in light-cured resin cements decreased the polymerization shrinkage stress and increased the degree of conversion [9]. These improvements in methacrylate-based resin materials were obtained due to the low glass transition temperature (T_g) and active behavior of the oligomer, as well as to the fact that the additive is pre-polymerized [10]. The TUs result from a combination of two multi-functional thiols with three di-functional isocyanates (aliphatic-HDDI, aromatic-BDI, or cyclic-HDMI) [11]. The different combinations result in oligomers showing different values of bond strength. For instance, the reaction of the thiol PETMP (pentaerythritol tetra-3-

mercaptopropionate) was higher when associated with the cyclic isocyanate, followed by the aliphatic [11].

Better mechanical results with these oligomers, such as toughness and fracture toughness, showed the efficacy for adhesive materials where higher impact resistance is needed [12], such as FGPs root canal rehabilitations. Previous studies showed significant evidences for the efficacy and feasibility of the thio-urethane oligomers additions on dual-cured [13] or light-cured [9] resin cements, as well as combined or not with the hexanediol dimethacrylate crosslink agent as additive for denture base acrylic resin [14]. Nevertheless, the cement viscosity was increased when TU was added [15], result that may have a positive effect due to the higher pressure exerted over the resin cement during the FGPs fixation in the root canal, region where exists confinement restriction. In addition, the sealers are affected by its rheological properties and there was a significant difference between the flow of different sealers, and the root canal diameter affected the capillary flow [16].

The aim of this *in vitro* study was to evaluate the effect of simultaneous application of conventional and experimental silanes on the adhesive resistance and marginal micro-infiltration in human tooth roots restored with fiberglass posts (FGPs) and subjected to thermal and mechanical cycling. The study hypotheses were that experimental silanes applied simultaneously to commercial silanes would promote (1) increase the bond strength values and (2) decrease marginal infiltration of root canals rehabilitated with FGPs.

2. Materials and Methods

2.1 Experimental materials composition

The TU oligomers used to make the experimental silanes were synthesized as previously described [10] and based on the adhesive results for the PETMP thiol [11]. Two oligomers were synthesized in solution with catalytic amounts of triethylamine. The multi-functional thiol – pentaerythritol tetra-3-mercaptopropionate (PETMP) was combined with di-functional isocyanates – 1,6-hexanedioldiisocyanate (HDDI) (aliphatic) or 1,3-bis (1-isocyanato-1-methylethyl) benzene (BDI) (aromatic). Precipitation in hexanes and rotaevaporation were used to purify the oligomers, followed by characterization by ¹H Nuclear Magnetic Resonance (Bruker AMX-400 MHz, Santa Barbara, CA, USA) and mid-IR spectroscopy. Isocyanate complete reaction was confirmed by the disappearance of the peak in mid-IR (2270 cm⁻¹) and thio-urethane bond formation confirmed by the appearance of resonance signals at 3.70 ppm. After, a titration method with Ellman's reagent was used to

determine the concentration of each oligomer. Purified oligomers were added at 20 wt% to ethoxylated bisphenol [10]. Two commercial silanes RelyX CP (3M ESPE, St Paul, MN, USA) or Angelus (Angelus, Londrina, PR, Brazil) was simultaneously used with the PETMP-HDDI ou PETMP-BDI experimental silanes, respectively.

2.2 Specimen selection and preparation

The University Ethics Committee approved the study (CAAE: 95564518.7.0000.5418/ 2019). Sixty premolars with root of approximately 14 mm length and single canal were used. The crowns were separated from the roots by cutting 2 mm above the cement/enamel junction (CEJ) using double face diamond disk (KG Sorensen, Barueri, SP, Brazil) and water cooling. The root canals were prepared by the step-back technique using Kerr-type files (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) up to 1 mm from the root apex. The instrumentation was performed interspersed by 1% sodium hypochlorite (Asfer Chemical, Sao Paulo, SP, Brazil) irrigations and final rinse with 17% ethylenediamine tetracetic acid (Biodinamica, Ibiopora, PR, Brazil), both followed by 0.9% saline solution (ADV, Nova Odessa, SP, Brazil). The canals were dried with sterile absorbent paper points (Dentsply Maillefer) and filled by the lateral condensation technique using gutta percha points (Dentsply Maillefer) and canal sealer (Sealer 26; Dentsply Maillefer).

2.3 Post luting procedures

After 7 day-storage at relative humidity in greenhouse at 37°C, the roots received a post space preparation to a depth of 10 mm, initially with Gattes Glidden drill (#1; Microdont, Sao Paulo, SP, Brazil), followed by Peeso reamers (Microdont), and completed with the corresponding post drill (#0.5; Angelus). A final rinse with 20 mL distilled water was performed and the root canal dried with absorbent paper points (Dentsply Maillefer). The roots were randomly divided into six groups according to the conventional and experimental silanes: RX (RelyX CP - Control); RX-PETMP-HDDI; RX-PETMP-BDI; AN (Angelus - Control); AN-PETMP-HDDI; and AN-PETMP-BDI, respectively.

Before luting, Angelus FGPs were checked for proper length (15 mm) and the excess removed with a water-cooled diamond bur, cleaned with 70% alcohol, and air-dried. The 15 mm FGPs length was standardized so that 12 mm restored the root canal and the remaining 3 mm were used to establish the distance between the light-curing unit tip and root top. The bonding procedure was according to the manufacturer's recommendations of the Fusion Duralink chemically activated adhesive (Angelus). The root canal dentin was etched

with 37% phosphoric acid (Attaque Gel, Biodinamica, Ibirapora, PR, Brazil) for 15 s, rinsed with water, and dried with absorbent paper points (Dentsply Maillefer). A layer of Fusion Duralink Primer (Angelus) was applied with microbrush (Kg Brush, KG Sorensen, Cotia, SP, Brazil), rubbing it lightly on the canal walls for 30 s followed by air drying for 10 s, followed by a layer of chemical adhesive (Angelus). The control groups (RX and AN) were silanized with RelyX CP or Angelus, respectively. Following, the experimental groups RX-PETMP-HDDI; RX-PETMP-BDI; AN-PETMP-HDDI and AN-PETMP-BDI were applied with microbrush (KG Sorensen) and air dried for 5 s.

All FGPs were luted with a dual-polymerizing resin cement (Transparent color, Variolink N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) using a Centrix syringe (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brazil). The FGPs were placed into the root canal and the cement excess removed. After, the resin cement was photo-activated with 1200 mW/cm² irradiance (Bluephase, Ivoclar Vivadent) for 20 s for each face. Following luting procedure, cores were built up with a photo-activated nano-hybrid composite resin (Tetric N-Ceram, Ivoclar Vivadent) with 5 mm-height above the CEJ. The teeth were prepared for metal-free composite resin crowns and vinyl polysiloxane impressions (Zetaplus; Zhermack, Rovigo, Italy) were made using stock tray poured with type IV gypsum (Durone IV, Dentsply). All roots received laboratory-made indirect composite resin crowns (SR Adoro; Ivoclar Vivadent) luted with Variolink N resin cement (Ivoclar Vivadent), following the manufacturer's guidelines.

2.4 Thermal and mechanical cycling

For ageing treatment, the roots were placed up to 2 mm below the CEJ in polyvinyl chloride (PVC) tubes filled with self-curing acrylic resin (VIPI, Pirassununga, SP, Brazil). The roots were removed and reinserted repeatedly into the resin until material polymerization, forming a root mold. After 24 h, the specimens were submitted to 1.2×10^6 mechanical cycles in a fatigue machine (11000; Erios, Sao Paulo, SP, Brazil), positioned in a metallic base and submitted to 50 N axial force on the crown occlusal surface, with a frequency of 2 Hz, and immersed in water at $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ [17]. Following, the specimens were removed from the acrylic resin molds and submitted to thermocycling (MSCT-3e; Sao Carlos, SP, Brazil) with 500 cycles between 5° and 55°C with a dwell time of 30 s at each temperature, and a transfer time of 5 s between baths [18].

2.5 Push-out bond strength evaluation

Before the push-out test, a low-speed diamond blade saw (Isomet 1000; Buehler, Lake Bluff, IL, USA) was used to create 6 slices of 1 mm (± 0.1) of each root (two from each root region). A slice from each region was submitted to the push-out bond strength test, while the other one was submitted to microleakage evaluation. A digital caliper (Mitutoyo; Suzano, SP, Brazil) confirmed the slice thickness (h), as well as measured the coronal (R) and apical (r) inner diameters of the root canal in order to calculate the bonding surface. It was used the following formula:

$$A = \pi (R + r) [(h^2 + (R - r)^2)^{0.5}]$$

Where: A= Bonding surface, $\pi= 3.1416$; R= Inner coronal diameter; r= Inner apical diameter, and h= slice thickness.

Each root slice was submitted to a push-out test using a universal loading machine (Instron model 441, High Wycombe, Buckinghamshire, UK) equipped with a metal device for slice stabilizing. The load was applied on root slice in the apex-crown direction using a 1-mm cylindrical plunger at crosshead speed of 1 mm/min until the FGP fillings was dislodged from the root slice. The maximum failure load was recorded in N and converted into MPa dividing the load by the bonded area (N/mm^2).

The failure modes were analyzed by means of a stereomicroscope (Meiji EMZ-TR, Meiji Techno, Tokyo, Japan) at 40x magnification and classified into the following categories: adhesive failure at the cement/dentin interface; adhesive failure at the FGPs/cement interface; cohesive failure in cement; cohesive failure in FGPs; cohesive failure in dentin; or mixed failures.

2.6 Microleakage evaluation

Three slices (one for each root region) from nine roots per group were employed for microleakage evaluation. The slices were coated with two layers of nail polish (Risque, Niasi, Taboao da Serra, SP, Brazil) up to 1 mm below the marginal limit of the root canal. The specimens were immersed into 2% methylene blue buffered aqueous solution and stored at room temperature for 7 days. Following, the root slices were rinsed in running tap water, and the nail polish layer removed. The FGPs fillings were dislodged using a universal loading machine (Instron) equipped with a 1-mm diameter plunger at crosshead speed of 1 mm/min. Thereafter, the root slices were transversally sectioned and observed with stereomicroscope (Meiji EMZ-TR) at 10x magnification. The same operator performed the analysis. Dye penetration level was evaluated according to the scores: no dye penetration; dye penetration in 1/3 of the root canal slice; dye penetration in 2/3 of the root canal slice; and dye penetration in

more than 2/3 of the root canal slice. Slices from each group were examined using SEM (JEOL, Model JSM 5600LV, Tokyo, Japan) at a 400x magnification and using 15 kV accelerating voltage.

2.7 Statistical analysis

The bond strength data distribution normality and variances homogeneity were analyzed using Shapiro-Wilk and Levene tests, respectively. The interaction between silane type and root region on push-out bond strength was assessed by two-way ANOVA, followed by Tukey's test post hoc comparisons between the groups. Data from marginal dye infiltration evaluation was submitted to Kruskal-Wallis' test. All analyses were performed using the SPSS 24.0 software (SPSS Inc, Chicago, IL, USA) at $\alpha=.05$ significance level.

3. Results

3.1 Push-out bond strength

Table 1 shows that the experimental silanes had a significantly higher bond strength compared to the conventional silanes for each group ($p<0.001$). No statistically significant difference was shown among the experimental silanes for each group. The root region-silane interaction ($p=.398$) and the root region factor ($p=.199$) did not showed statistically significant difference.

Table 1. Push-out bond strength (mean values \pm SD) in MPa for conventional and experimental groups.

Silane (p value < .001)	Root region (p value = .199)			Combined average* Tukey's test (p value < .001)
	Cervical	Middle	Apical	
RX	6.87 \pm 2.18	6.43 \pm 1.73	5.99 \pm 1.96	6.43 \pm 1.92 Ab
RX-PETMP-HDDI	8.50 \pm 1.43	8.12 \pm 1.40	9.65 \pm 3.34	8.76 \pm 2.26 Ba
RX-PETMP-BDI	9.82 \pm 2.53	9.47 \pm 4.07	9.91 \pm 2.09	9.73 \pm 2.91 Ba
AN	6.92 \pm 1.72	6.67 \pm 2.33	7.09 \pm 2.74	6.89 \pm 2.22 Ab
AN-PETMP-HDDI	10.37 \pm 2.29	10.10 \pm 3.64	14.10 \pm 3.33	11.52 \pm 3.54 Ba
AN-PETMP-BDI	12.36 \pm 4.0	10.78 \pm 4.03	10.97 \pm 4.80	11.37 \pm 4.21 Ba

*Combined average for each treatment in separate column for statistical comparison. Different capital letters in row for each silane and small letters in column for each silane indicate statistically significant differences ($p < .05$; Tukey's HSD test).

The failure mode is shown in Table 2. No cohesive failure in cement or FGPs was observed. The most frequent failure was adhesive dentin-cement, followed by mixed failures. The experimental silane applied simultaneously to each conventional silane reduced the number of adhesive failures dentin-cement and increased the number of cohesive failures in dentin and mixed failures.

Table 2. Failure mode for conventional and experimental silanes.

Silane	Failure mode (%)					
	Adhesive cement/ dentin	Adhesive cement/ FGPs	Cohesive in cement	Cohesive in FGPs	Cohesive in dentin	Mixed
RX	21 (70)	1 (3.3)	0 (0)	0 (0)	1 (3.3)	7 (23.3)
RX-PETMP-HDDI	16 (53.3)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	4 (13.3)	10 (33.3)
RX-PETMP-BDI	13 (43.3)	1 (3.3)	0 (0)	0 (0)	7 (23.3)	9 (30.0)
AN	19 (63.3)	1 (3.3)	0 (0)	0 (0)	2 (6.7)	8 (26.7)
AN-PETMP-HDDI	14 (46.7)	0 (0)	0 (0)	0 (0)	3 (10.0)	13 (43.3)
AN-PETMP-BDI	14 (46.7)	1 (3.3)	0 (0)	0 (0)	2 (6.7)	13 (43.3)
Total	97 (53.9)	4 (2.2)	0 (0)	0 (0)	19 (10.6)	60 (33.3)

3.2 Dye marginal infiltration

Marginal microleakage scores promoted by conventional or experimental silanes are shown in Figure 1. No statistically significant difference in the microleakage scores between the groups was observed ($p = .176$). Score 4 was the most frequent observed in all groups, except for RX-PETMP-BDI. All groups presented marginal infiltration similar or deeper than 2/3 of the root slice.

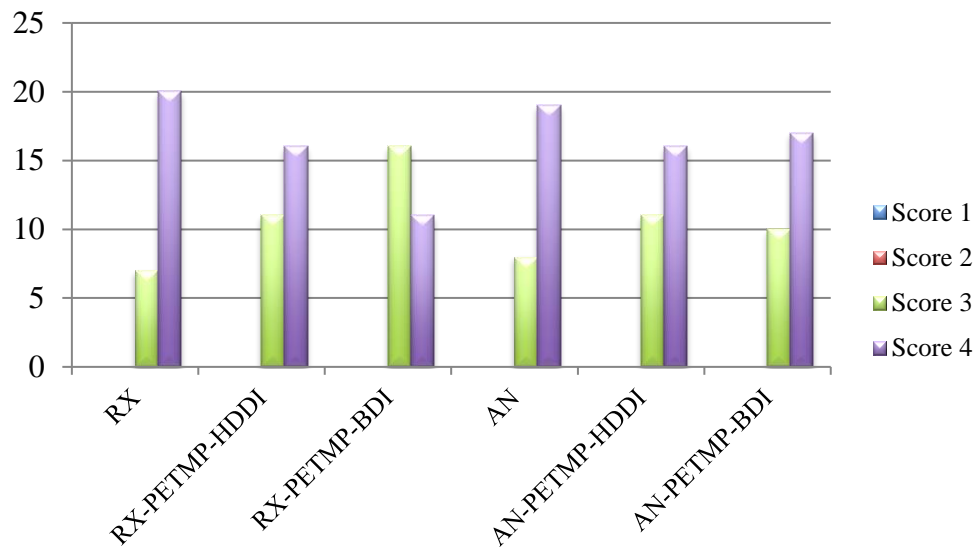


Figure 1. Frequency (n=9) of FGPs microleakage scores fixed with conventional or experimental silanes. 1 = No dye penetration, 2 = Dye penetration in 1/3 of the root canal slice, 3 = Dye penetration in 2/3 of the root canal slice, and 4 = Dye penetration in more than 2/3 of the root canal slice.

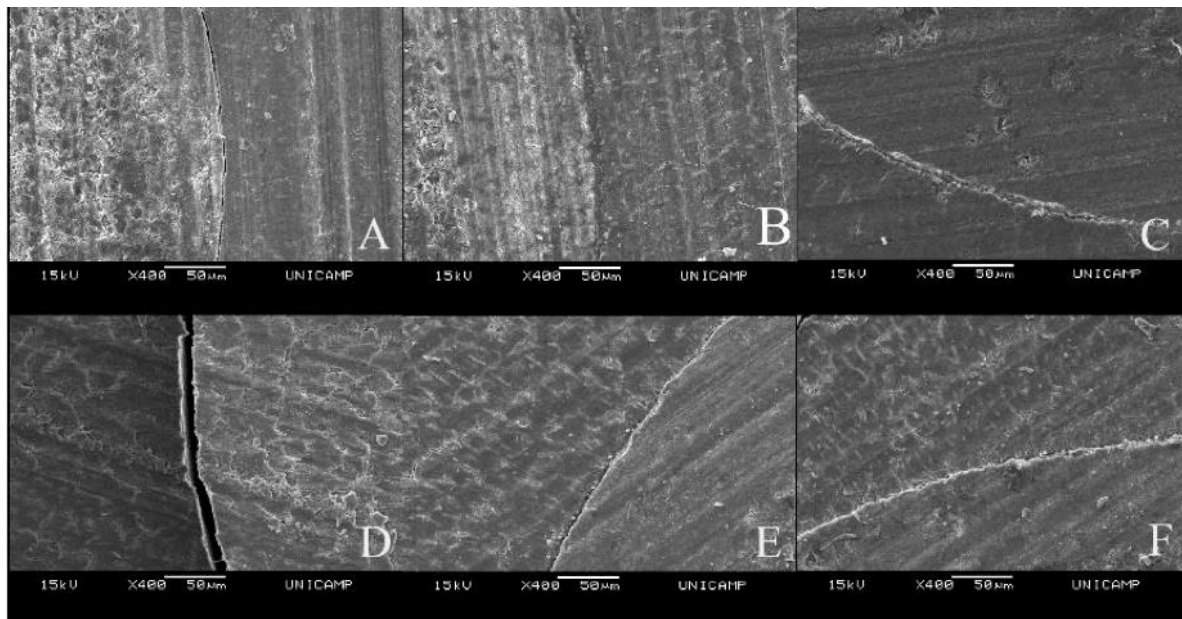


Figure 2. SEM micrographs showing gap formation for the groups: RX (a); RX-PETMP-HDDI (b); RX-PETMP-BDI (c); AN (d); AN-PETMP-HDDI (e); AN-PETMP-BDI (f).

4. Discussion

This study used two silane types based on thio-urethanes (TUs) applied simultaneously to conventional silanes in root canal rehabilitations with FGPs. The experimental silanes (PETMP-HDDI and PETMP-BDI) provided a significant increase on bond strength when compared to the control groups (RX and AN) in all root canal regions.

Therefore, the first study hypothesis that experimental silanes applied simultaneously to commercial silanes would increase the bond strength values of root canals rehabilitated with FGPs was accepted.

Recent studies have shown that thio-urethane oligomers addition to the methacrylate matrix of resin cements improves mechanical properties. Among the improved properties, flexural strength, toughness modulus, and fracture toughness are the most noticeable [11, 15] and are mainly related to the active behavior and lower T_g for TU, which contribute for less stress within the methacrylate structure [10]. This result is mainly due to the pendant thiols from the TU matrix that are free to react via chain-transfer reactions with the vinyl bonds of the methacrylate matrix of the resin cement, resulting in important advantages in physical properties [11,15].

The chain-transfer reactions delay the polymer gelation and vitrification increasing the degree of conversion since the total reaction is prolonged [10,11,15]. In addition, the polymer structure resulted from the reaction is more homogenous compared to conventional networks, as proved by the reduction of the tan delta peaks during dynamic mechanical analysis [11,12]. Therefore, considering the current study aim, it is expected that the simultaneous applications of the experimental silanes to conventional silanes showed similar reactions of the pendant thiols from the experimental silanes with the resin cement matrix, as showed in previous studies [9].

The higher bond strength values found for the experimental silanes in the current study (Table 1) may be related to the higher toughness modulus and fracture toughness resulted from the reaction, which promotes an adhesive interface more stable [12,13]. Therefore, this result suggests the need of a resin adhesive material with an improved behavior for dental rehabilitations submitted to repetitive impacts, such as occur in teeth endodontically treated with FGPs.

The polymerization stress reduction found in materials modified by TU was also considered to have a relevant effect for the bond strength, especially in confined regions such as the cementation line [11]. It is possible to think that the experimental silanes evaluated in current study when associated to conventional silanes results in improvements on mechanical properties of resin cements, thus contributing to the higher bond strength of the FGPs to root canal.

The failure modes were changed when both experimental silanes were compared to the conventional silanes (Table 2). Conventional silanes showed predominantly adhesive failures between FGPs and resin cement. However, the TUs addition increased bond strength,

resulting in decreased adhesive failures and increased cohesive in dentin and mixed failures, in agreement to previous study that showed that the silane improved bond strength of FGPs luted with self-adhesive cements, modifying the failure pattern [8].

It is necessary further evidence for the increase bond strength due to silane application. Silanized FGPs presents a surface that increases mechanical locking with the adhesive cement [19]. Since the experimental silanes increased bond strength, it is assumed that the greater the strength required for FGPs dislodging, the higher the chance to occur more catastrophic failures, such as mixed and cohesive in dentin failures; therefore, in agreement to the current study findings.

Another factor that may be related to decrease of the adhesive failures in experimental silanes is the stress amount at FGPs-root canal interface. As the elastic modulus for the resin cement is smaller than those for FGPs and root dentin, greater stress concentration occurs in the post interface [20]. In this sense, the reaction between a low T_g oligomer and the methacrylate network increases the elastic modulus, toughness and fracture toughness of the resin cement, when compared to methacrylate without additives [10].

Toughness of the resinous material is an important clinical performance prediction and should guide the restorative material selection [20], as well as the elastic modulus on the restoration mechanical strength [15]. TU addition reduced the polymerization shrinkage resulting in lower residual stress around inorganic particles [10,13,15]. The stress reduction also increased the FGPs retention resulting in lower amount of adhesive failure [22], similar to the results of the current study.

Figure 1 shows that there was no statistically significant difference in the microleakage scores between conventional and experimental groups ($p=.176$). Therefore, the study hypothesis that experimental silanes would decrease the marginal infiltration of root canals rehabilitated with FGPs was rejected.

There is a common concept that the marginal microleakage is depending of the volumetric shrinkage of the resin materials. In previous studies, TUs addition reduced the volumetric contraction due to low polymerization shrinkage for the experimental resin materials when compared to control [9,11,15,], result that was not showed in the current study. On the other hand, it was showed that the root canal marginal infiltration treated with FGPs associated to experimental silanes was similar to the conventional silanes (Figure 1).

However, it is important to clarify that all these aforementioned studies evaluated the immediate mechanical properties of the cement, while in the current investigation the specimens were submitted to mechanical and thermal cycling and in endodontic

rehabilitations conditions *in vitro*. In this way, it is possible that aging the interface between root canal and FGPs fixed with TUs-based materials will result in marginal infiltration increased with similar behavior to show for rehabilitation with materials without addition [23]. Nevertheless, it is worth noting that the TUs-based silane showed higher bond strength and lower adhesive failure number, fact that would justify the application in FGPs luting procedures. In addition, a previous study showed that the thermal stress increased the marginal leakage level at the adhesive interface mainly due to difference in the thermal expansion coefficient values between the materials [24]. Water absorption in the interface may also have a deleterious effect on the structure and properties of resinous materials [25].

Mechanical properties of adhesives are of great interest since they are directly associated to long-term behavior and FGPs endodontic rehabilitations success. The current study demonstrated that the conventional and experimental silanes association enhanced the bond strength and reduced the adhesive failures, but it not show significative reduction in root canal marginal infiltration treated with FGPs. Although promising, the findings must be interpreted with caution since the intrinsic limitations simulating *in vivo* conditions were applied in this *in vitro* study. Therefore, further studies regarding mechanical properties and oral behavior of adhesive materials containing TU are required to show the benefit for clinical use.

5. Conclusion

Simultaneous application of conventional and experimental silanes provided greater adhesive strength, reduced the dentin-cement failures and the levels of marginal micro infiltration were similar in root canal treated with FGPs.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that we do not have any financial and personal relationships with other people or organizations that could have inappropriately influenced this article to disclosure. The authors also declare no known potential conflict of interest of this research.

Acknowledgments

The authors are grateful to Professor Stella Kossatz Pereira, Coordinator of the Human Teeth Bank of the State University of Ponta Grossa for the teeth donation. The authors also thank Angelus and Ivoclar Vivadent manufacturers for the contribution with the

materials employed in this study and to the Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel of the Brazilian Ministry of Education for financial support.

References

- [1] A.P. Moraes, R. Sarkis-Onofre, R.R. Moraes, M.S. Cenci, C.J. Soares, T. Pereira-Cenci, Can silanization increase the retention of glass-fiber posts? A systematic review and meta-analysis of in vitro studies, *Oper. Dent.* 40 (2015) 567-580. <https://doi.org/10.2341/14-330-O>.
- [2] A.M. Elnaghy, S.E. Elsaka, Effect of surface treatments on the flexural properties and adhesion of glass fiber-reinforced composite post to self-adhesive luting agent and radicular dentin, *Odontology.* 104 (2016) 60-67. <https://doi.org/10.1007/s10266-014-0184-z>.
- [3] X. Li, S. Zhao, L. Niu, F.R. Tay, K. Jiao K, Y. Gao, J. Chen, Effect of luting cement and thermomechanical loading on retention of glass fiber posts in root canals, *J. Dent.* 42 (2014) 75-83. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2013.10.017>.
- [4] R. Sarkis-Onofre, J.A. Skupien, M.S. Cenci, R.R. Moraes, T. Pereira-Cenci, The role of resin cement on bond strength of glass-fiber posts luted into root canals: a systematic review and meta-analysis of in vitro studies, *Oper. Dent.* 39 (2014) E31-44. <https://doi.org/10.2341/13-070-LIT>.
- [5] M. Naumann, M. Schmitter, R. Frankenberger, G. Krastl, "Ferrule comes first. Post is second!" Fake news and alternative facts? A systematic review, *J. Endod.* 44 (2018) 212-219. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2017.09.020>.
- [6] N. Kaur, M. Kumar, A. Khosla, R. Batra, S. Katoch, Effect of Various Surface Treatments on Push-out Strength of Glass Fiber Posts—An In Vitro Study, *Dent. J. Adv. Stud.* 6 (2018) 28-33. <https://doi.org/10.1055/s-0038-1673571>.
- [7] J.A. Skupien, R. Sarkis-Onofre, M.S. Cenci, R.R. Moraes, T. Pereira-Cenci, 2015. A systematic review of factors associated with the retention of glass fiber posts. *Braz. Oral Res.* 29, S1806-83242015000100401. <https://doi.org/10.1590/1807-3107BOR-2015.vol29.0074>.
- [8] A.S. Oliveira, E.S. Ramalho, F.A. Ogliari, R.R. Moraes, Bonding self-adhesive resin cements to glass fiber posts: to silanate or not silanate?, *Int. Endod. J.* 44 (2011) 759-763. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2011.01883.x>.

- [9] A. Bacchi, R.L. Consani, C.M. Gedalias CM, C.S. Pfeifer, Thio-urethane oligomers improve the properties of light-cured resin cements, *Dent. Mater.* 31 (2015) 565-574. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.02.008>.
- [10] A. Bacchi, J.A. Yih, J. Platta, J. Knight, C.S. Pfeifer, Shrinkage/stress reduction and mechanical properties improvement in restorative composites formulated with thio-urethane oligomers, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 78 (2018) 235-240. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2017.11.011>.
- [11] A. Bacchi, A.O. Spazzin, G.R. de Oliveira, C.S. Pfeifer, P.F. Cesar, Resin cements formulated with thio-urethanes can strengthen porcelain and increase bond strength to ceramics, *J. Dent.* 73 (2018) 50-56. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2018.04.002>.
- [12] C.E. Hoyle, C.N. Bowman, Thiol-ene click chemistry, *Angew. Chem.* 49 (2010) 1540-1573. <https://doi.org/10.1002/anie.200903924>.
- [13] A. Bacchi, A. Dobson, J.L. Ferracane, R. Consani, C.S. Pfeifer, Thio-urethanes improve properties of dual-cured composite cements, *J. Dent. Res.* 93 (2014) 1320-1325. <https://doi.org/10.1177/0022034514551768>.
- [14] R.L.X. Consani, A.B. de Paula, A.P.P. Fugolin, C.S. Pfeifer, Effect of the combination of a crosslinking agent and a thiourethane additive on the properties of acrylic denture bases processed with microwave energy, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 98 (2019) 90-95. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.06.009>.
- [15] A. Bacchi, C.S. Pfeifer, Rheological and mechanical properties and interfacial stress development of composite cements formulated with thio-urethane oligomers, *Dent. Mater.* 32 (2016) 978-986. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.05.003>.
- [16] S. Lacey, T.R. Pitt Ford, T.F. Watson, M. Sherriff, A study of the rheological properties of endodontic sealers, *Int. Endod. J.* 38 (2005) 499-504. <https://10.1111/j.1365-2591.2005.00953.x>.
- [17] G.M. Gomes, O.M.M. Gomes, J.C. Gomes, A.D. Loguercio, A.L. Calixto, A. Reis, Evaluation of Different Restorative Techniques for Filling Flared Root Canals: Fracture Resistance and Bond Strength After Mechanical Fatigue, *J. Adhes. Dent.* 16 (2014) 267-276. <http://doi.org/10.3290/j.jad.a31940>.

- [18] International Organization for Standardization (1994) ISO TR11405. Dental materials—guidance on testing of adhesion to tooth structure. International Organization for Standardization, Geneva, pp 1–15.
- [19] C. D’Arcangelo, M. D’Amario, G.D. Prosperi, M. Cinelli, M. Giannoni, S. Caputi, Effect of surface treatments on tensile bond strength and on morphology of quartz-fiber posts, *J. Endodontics*. 33 (2007) 264-267.
- [20] P.C. Lazari, R.C. Oliveira, R.B. Anchieta, E.O. Almeida, A.C. Freitas Junior, S. Kina, E.P. Rocha, Stress distribution on dentin-cement-post interface varying root canal and glass fiber post diameters. A three-dimensional finite element analysis based on micro-CT data, *J. Appl. Oral Sci*. 12 (2013) 511-517. <https://doi.org/10.1590/1679-775720130203>.
- [21] S.K. Garoushi, J. He, P.K. Vallittu, L.V.J. Lassila, Effect of discontinuous glass fibers on mechanical properties of glass ionomer cement, *Acta Biomater. Odontol. Scand*. 31 (2018) 72-80. <https://doi.org/10.1080/23337931.2018.1491798>.
- [22] K. Bosso, A. Gonini Júnior, R.D. Guiraldo, S.B. Berger, M.B. Lopes, Stress generated by customized glass fiber posts and other types by photoelastic analysis, *Braz. Dent. J*. 26 (2015) 222-227. <http://doi.org/10.1590/0103-6440201300256>.
- [23] D. Taha, S. Spintzyk, A. Sabet, M. Wahsh, T. Salah, Assessment of marginal adaptation and fracture resistance of endocrown restorations utilizing different machinable blocks subjected to thermomechanical aging, *J. Esthet. Restor Dent*. 30 (2018) 319-328. <http://doi.org/10.1111/jerd.12396>.
- [24] A.D. Valdivia, L.H. Raposo, P.C. Simamoto-Júnior, V.R. Novais, C.J. Soares, The effect of fiber post presence and restorative technique on the biomechanical behavior of endodontically treated maxillary incisors: an *in vitro* study, *J. Prosthet. Dent*. 108 (2012) 147-157. [http://doi.org/10.1016/S0022-3913\(12\)60138-3](http://doi.org/10.1016/S0022-3913(12)60138-3).
- [25] N.S. Pang, B.Y. Jung, B.D. Roh, Y. Shin, 2019. Comparison of Self-Etching Ceramic Primer and Conventional Silanization to Bond Strength in Cementation of Fiber Reinforced Composite Post. *Materials* (Basel). 12, pii:E1585. <http://doi.org/10.3390/ma12101585>.

3 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos, foi possível concluir que:

A aplicação simultânea de silanos convencionais e experimentais proporcionou maior resistência adesiva, reduziu as falhas adesivas dentina-cimento e os níveis de micro infiltração marginal foram similares em canais radiculares tratados com PFV.

REFERÊNCIAS*

- Bacchi A, Yih JA, Platta J, Knight J, Pfeifer CS. Shrinkage/stress reduction and mechanical properties improvement in restorative composites formulated with thio-urethane oligomers. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 Feb; 78:235-40.
- Bacchi A, Consani RL, Gedalias CM, Pfeifer CS. Thio-urethane oligomers improve the properties of light-cured resin cements. *Dent Mater*. 2015 May;31(5):565-74.
- Boing TF, Gomes GM, Gomes JC, Reis A, Gomes OMM. Is the bonding of self-adhesive cement sensitive to root region and curing mode? *J Appl Oral Sci*. 2017 Jan/Feb;25(1):2-9.
- Cadore-Rodrigues AC, Guilardi LF, Wandscher VF, Pereira GKR, Valandro LF, Rippe MP. Surface treatments of a glass-fiber reinforced composite: Effect on the adhesion to a composite resin. *J Prosthodont Res*. 2019 Nov; pii: S1883-1958(19)30052-0.
- Elnaghy AM, Elsaka SE. Effect of surface treatments on the flexural properties and adhesion of glass fiber-reinforced composite post to self-adhesive luting agent and radicular dentin. *Odontology*. 2016 Jan;104(1):60-7.
- Garcia-Guerreiro C, Parra-Junco C, Quijano-Guauque S, Molano N, Pineda GA, Marín-Zuluaga DJ. Vertical root fracture in endodontically-treated teeth: A retrospective analysis of possible risk factors. *J Invest Clin Dent*. 2018 Feb;9(1): e12273.
- Garcia PP, da Costa RG, Garcia AV, Gonzaga CC, da Cunha LF, Rezende CE, Correr GM. Effect of surface treatments on the bond strength of CAD/CAM fiberglass posts. *J Clin Exp Dent*. 2018 Jun;10(6):e591-7.
- Gomes GM, Gomes OMM, Gomes JC, Loguercio AD, Calixto AL, Reis A. Evaluation of different restorative techniques for filling flared root canals: Fracture resistance and bond strength after mechanical fatigue. *J Adhes Dent*. 2014 Jun;16(3):267-76.
- Guo J, Wang Z, Li X, Sun C, Gao E, Li H. A comparison of the fracture resistances of endodontically treated mandibular premolars restored with endocrowns and glass fiber post-core retained conventional crowns. *J Adv Prosthodont*. 2016 Dec;8(6):489-93.
- Hoyle CE, Bowman CN. Thiol-ene click chemistry. *Angew Chem* 2010 Feb;49:1540-73.
- Komada W, Inagaki T, Ueda Y, Omori S, Hosaka K, Tagami J, et al. Influence of water immersion on the mechanical properties of fiber posts. *J Prosthodont Res*. 2017 Jan;61(1):73-80.

* De acordo com as normas da UNICAMP/FOP, baseadas na padronização do International Committee of Medical Journal Editors - Vancouver Group. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o PubMed.

- Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater*. 2012 May;28(5):467-477.
- Moraes AP, Sarkis-Onofre R, Moraes RR, Cenci MS, Soares CJ, Pereira-Cenci T. Can silanization increase the retention of glass-fiber posts? A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *Oper Dent*. 2015 Nov-Dec;40(6):567-580.
- Oliveira AS, Ramalho AS, Ogliari FA, Moraes RR. Bonding self-adhesive resin cements to glass fibre posts: to silanate or not silanate? *Int Endod J*. 2011 Aug;44(8):759-63.
- Oliveira AS, Ramalho AS, Spazzin AO, Naves LZ, Moraes RR. Influence of silane and solvated bonding agents on the bond strength to glass-fiber posts. *Aust Endod J*. 2013 Dec;39(3):122-25.
- Onay EO, Korkmaz Y, Kiremitci A. Effect of adhesive system type and root region on the push-out bond strength of glass-fibre posts to radicular dentine. *Int Endod J*. 2010 Apr;43(4):259-68.
- Parčina AI, Baraba A. Esthetic Intracanal Posts. *Acta Stomatol Croat*. 2016 Jun;50:143-150.
- Perdigão J, Gomes G, Lee IK. The effect of silane on the bond strengths of fiber posts. *Dent Mater*. 2006 Aug;22(8):752-8.
- Radovic I, Mazzitelli C, Chieffi N, Ferrari M. Evaluation of the adhesion of fiber posts cemented using different adhesive approaches. *Eur J Oral Sci*. 2008 Dec;116(6):557-563.
- Samimi P, Mortazavi V, Salamat F. Effects of heat treating silane and different etching techniques on glass fiber post push-out bond strength. *Oper Dent*. 2014 Sep-Oct;39(5):217-24.
- Scotti N, Eruli C, Comba A, Paolino DS, Alovisi M, Pasqualini D, et al. Longevity of class 2 direct restorations in root-filled teeth: A retrospective clinical study. *J Dent*. 2015 May;43(5):499-505.
- Soares IMV, Crozeta BM, Pereira RD, Silva RG, da Cruz-Filho AM. Influence of endodontic sealers with different chemical compositions on bond strength of the resin cement/glass fiber post junction to root dentin. *Clin Oral Investig*. 2020 Jan. [Ahead of print].

APÊNDICE 1 – Detalhamento da metodologia

O protocolo de pesquisa desta dissertação de mestrado foi integralmente aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos (CEP) da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – FOP/UNICAMP (CAAE: 95564518.7.0000.5418/2019) (Anexo 1) e respeitou os ditames da resolução 466/2012 que dispõe sobre a utilização de tecidos, órgãos ou outras partes do corpo humano para fins científicos.

A fase experimental deste trabalho foi separada em duas partes, a saber: (1) teste de resistência da união e (2) análise da micro infiltração marginal de raízes humanas reabilitadas com pinos de fibra de vidro condicionados simultaneamente com silanos comerciais e experimentais.

Desenvolvimento do silano experimental

Os oligômeros foram obtidos nos laboratórios da Oregon Health and Science University (OHSU, Portland, USA). Dois oligômeros foram sintetizados em solução com quantidades catalíticas de trietilamina. O tiol-pentaeritritol tetra-3-mercaptopropionato multifuncional (PETMP) foi combinado com isocianatos di-funcionais - 1,6-hexanodioldiisocyanato (HDDI) (alifático) ou 1,3-bis (1-isocianato-1- metiletil) benzeno (BDI) (aromático). Precipitação em hexanos e evaporação rotativa foram utilizados para purificação dos oligômeros, seguidos por caracterização por ressonância magnética nuclear (Bruker AMX-400 MHz, Santa Barbara, CA, EUA) e espectroscopia no meio do infravermelho (IV). A reação completa do isocianato foi confirmada pelo desaparecimento do pico em IV médio (2270 cm^{-1}) e a formação da ligação tio-uretano foi confirmada pelo aparecimento de sinais de ressonância a 3,70 ppm. Em seguida, titulação com reagente de Ellman foi utilizada para determinar a concentração de cada oligômero. Os oligômeros purificados foram adicionados a 20% em peso em bisfenol etoxilado.

Seleção dos dentes

Foram selecionados 80 pré-molares humanos (Figura 1A) junto ao Banco de Dentes Humanos da Universidade Estadual de Ponta Grossa - PR. Os seguintes critérios de inclusão foram utilizados para a seleção: pré-molares hígidos, unirradiculares e com conduto, ausência de restaurações ou tratamento endodôntico prévio, sem dilaceração radicular, com formação completa da raiz e fechamento do forame apical, além do comprimento aproximado

de 14 mm da junção cimento/esmalte (JCE) ao ápice radicular. Após seleção, os dentes foram radiografados usando filmes intra-bucal periapicais (Dentus E-Speed, Agfa-Gevaert, Mortsel, Antuérpia, Bélgica) no aparelho de raio-X Timex 70C (Gnatus, Ribeirão Preto, SP, Brasil), para certificar se atendiam os propósitos da pesquisa. Em seguida, os dentes foram limpos com curetas periodontais (Duflex, SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e permaneceram armazenados em água destilada a 4°C até o momento da utilização, o qual não ultrapassou 6 meses.

Preparo dos dentes

Os dentes foram seccionados perpendicularmente no longo eixo, 2 mm acima da JCE (Figura 1B), de maneira a preservar uma altura mínima de 2 mm de remanescente coronal (Figura 1C). Para tal, utilizou-se disco diamantado de dupla face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) acoplado em peça reta e micromotor (Kavo do Brasil, Joinville, SC, Brasil), sob refrigeração com jato de água. O comprimento médio do remanescente foi conferido com régua milimetrada (Dentsply Malleifer, Ballaigues, Suíça) (Figura 1D).

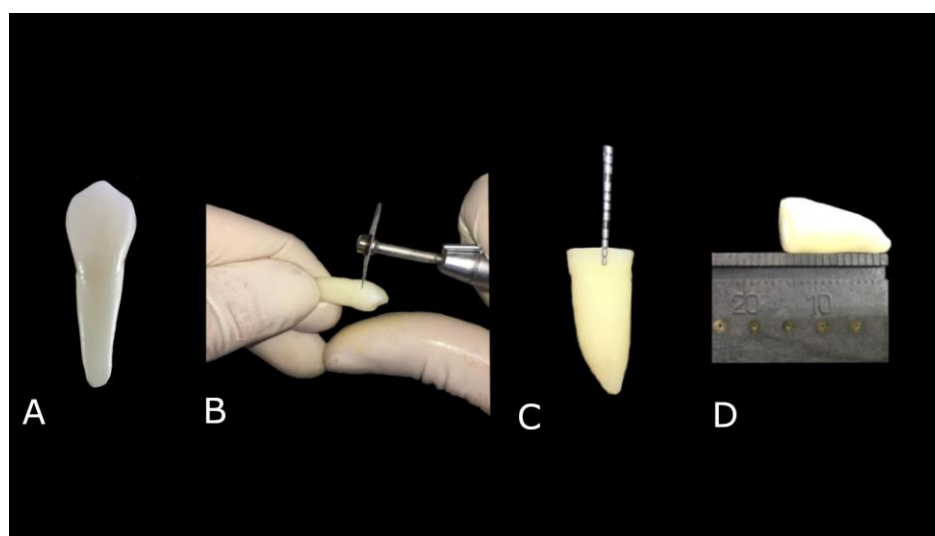


Figura 1 – Seleção e preparo dos dentes. A – Pré-molar humano; B – Secção da coroa dentária; C – Remanescente coronal mínimo de 2 mm; D - Mensuração do comprimento da raiz remanescente.

Tratamento endodôntico

A entrada dos condutos e a remoção do teto da câmara pulpar foram realizadas com ponta diamantada esférica compatível com o tamanho do dente (#1011 KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil). Os dentes receberam preparo químico-mecânico manual com o auxílio

de limas endodônticas tipo Kerr (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça), sendo os condutos esvaziados inicialmente com a lima #10. Os canais foram instrumentados por meio da técnica do escalonamento programado, com o preparo apical realizado até a lima #40 (memória) (Figura 2A) e recuo progressivo até a #55, padronizando o diâmetro do conduto. Previamente a mudança do calibre das limas, os condutos foram irrigados com 5 mL de solução de hipoclorito de sódio (NaOCl) a 1% (Asfer Indústria Química, São Paulo, SP, Brasil), para suspensão da matéria orgânica, seguido por 5 mL de solução salina a 0,9% (ADV, Nova Odessa, SP, Brasil), para neutralização da irrigação dos condutos (Figura 2B). Ao final da instrumentação, os canais foram irrigados com 1 mL de ácido etilenodiaminotetraacético (EDTA) a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, Brasil) durante 3 minutos para remoção da *smear layer*, seguido por irrigação final com 10 mL de solução salina (ADV) e secos com pontas de papel absorvente (Dentsply Maillefer, Petrópolis, RJ, Brasil) (Figura 2C). Em seguida, prova do comprimento foi realizada com cones de gutta-percha (#40, Dentsply Malleifer, Petrópolis, RJ, Brasil) (Figura 2D) e os condutos obturados por meio da Técnica de Condensação Lateral, utilizando cones de gutta-percha acessórios (Dentsply Malleifer, Petrópolis, RJ, Brasil) e cimento obturador à base de hidróxido de cálcio (Sealer 26, Dentsply), manipulado de acordo com as instruções do fabricante (Figura 2E). Ao término do tratamento endodôntico, os dentes foram radiografados para certificar a qualidade da obturação endodôntica.

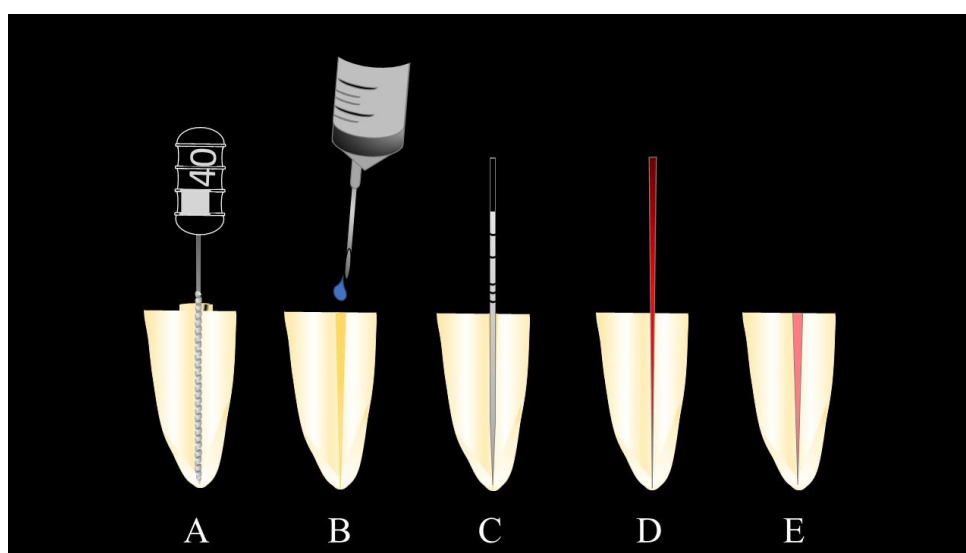


Figura 2 – Ilustração esquemática do tratamento endodôntico. A - Instrumentação manual do canal com lima memória #40; B - Irrigação com hipoclorito a 1%, solução salina a 0,9% e EDTA a 17%; C - Secagem do conduto com pontas de papel absorvente; D - Prova do cone de gutta-percha; E - Canal obturado.

Preparo radicular e grupos experimentais

Uma semana após o tratamento endodôntico, as raízes foram preparadas para reabilitação com o PFV #0,5 do sistema Exacto (Angelus, Londrina, PR, Brasil). Para tal, a obturação dos condutos foi removida com brocas Gates-Glidden #1 (Microdont, São Paulo, SP, Brasil), seguida por Largo (Peeso) #1 (Microdont), preservando os 4 mm apicais de material obturador indicado para reabilitações com PFV. Na sequência, os condutos foram preparados com a broca correspondente ao pino #0,5, a qual apresenta o mesmo diâmetro coronário do pino (1,4 mm), com preparo em profundidade radicular padronizado em 10 mm (Figura 3A). As brocas foram substituídas a cada cinco preparos. Após o preparo, o conduto foi irrigado com 10 mL de água destilada (Figura 3B) e as raízes separadas aleatoriamente em seis grupos (n=10): RX (RelyX CP - Controle); RX-PETMP-HDDI; RX-PETMP-BDI; AN (Angelus - Controle); AN-PETMP-HDDI; and AN-PETMP-BDI, respectivamente (Figura 4).

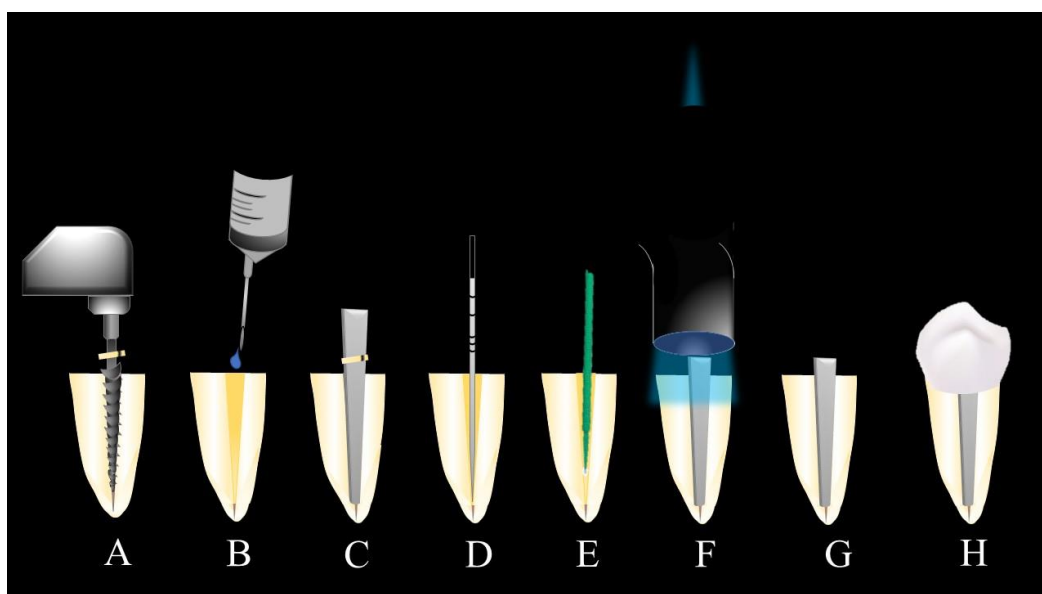


Figura 3 - Ilustração esquemática do preparo e cimentação dos pinos de fibra de vidro. A - Preparação do conduto com broca correspondente ao diâmetro do pino (#0,5); B - Irrigação com água destilada; C - Prova do comprimento do pino de fibra de vidro; D - Secagem do conduto com pontas de papel absorvente; E - Aplicação do sistema adesivo com *microbrush*; F - foto ativação com aparelho LED; G - Aspecto final da obturação; H - coroa cimentada.

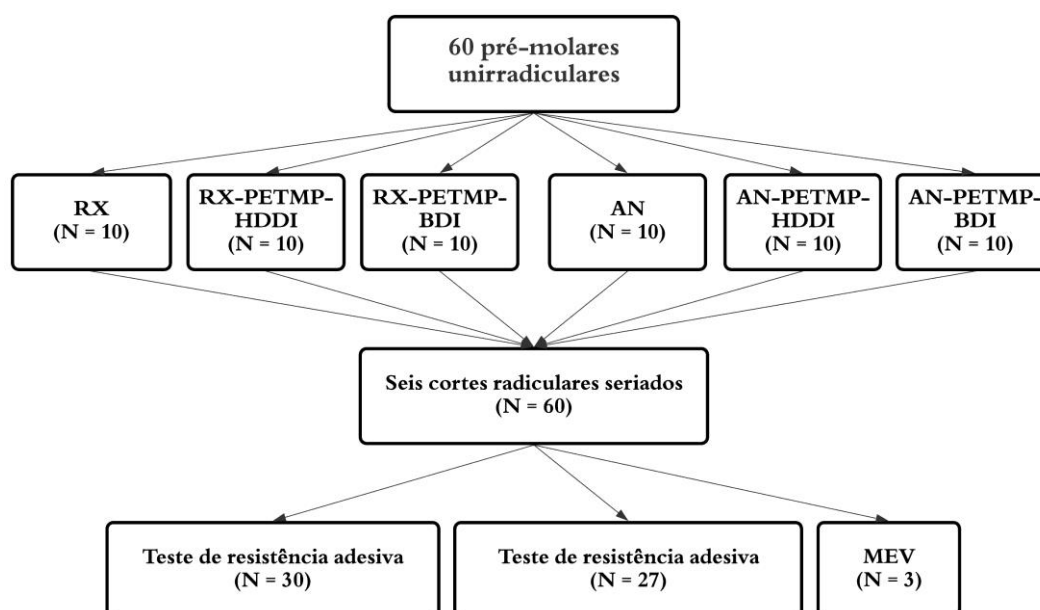


Figura 4 – Esquema metodológico e divisão dos grupos do estudo.

Cimentação dos PVF

Previamente à cimentação, os pinos foram provados (Figura 3C) e seccionados perpendicularmente em relação ao longo eixo com disco diamantado de dupla face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) acoplado em peça reta e micromotor (Kavo do Brasil, Joinville, SC, Brasil), sob refrigeração constante de água. O corte resultou em pinos com comprimento médio de 15 mm, dos quais 10 mm atingiram o comprimento de trabalho radicular, 2 mm o remanescente coronal (férula) e 3 mm restantes foram utilizados como guia de distância para a fotoativação, assegurando assim o completo assentamento do pino no conduto e a padronização da distância da ponta do aparelho foto ativador ao pino remanescente (Figura 5).

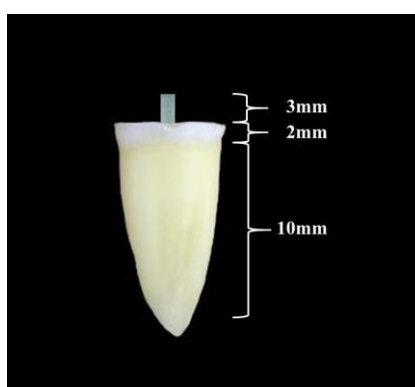


Figura 5 - Pino com comprimento de 15 mm: comprimento radicular de trabalho 10 mm; remanescente coronal 2 mm e guia de distância para foto ativação 3 mm.

O tratamento do conduto foi realizado de acordo com o recomendado pelo fabricante do Sistema Adesivo Fusion Duralink (Angelus, Londrina, PR, Brasil). Desta maneira, os condutos foram condicionados com gel de ácido fosfórico a 37% (Biodinâmica, Ibiporã, SP, Brasil) durante 15 segundos e lavados com jatos de ar e água por 15 segundos, sendo o excesso de água removido com pontas de papel absorvente (Dentsply Maillefer, Petrópolis, RJ, Brasil) (Figura 3D) de maneira que a dentina permanecesse úmida. Em seguida, foi aplicada uma camada do Fusion Duralink Primer (Angelus, Londrina, PR, Brasil) com o auxílio de aplicador descartável (Kg Brush, KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil), friccionando-o levemente nas paredes do conduto durante 30 segundos (Figura 3E), e então aplicado leve jato de ar a 10 cm da superfície durante 10 segundos. Em sequência, uma camada do Fusion Duralink Adesivo Químico (Angelus, Londrina, PR, Brasil) foi aplicada.





O tratamento do pino seguiu o protocolo recomendado pelos fabricantes dos silanos (RelyX Ceramic Primer ou Angelus). Desta maneira, os pinos de fibra de vidro foram limpos com álcool a 70% (Prolink, Guapiaçu, SP, Brasil) durante 5 segundos e secos com jato de ar. Os PFV dos grupos RX; RX-PETMP-HDDI e RX-PETMP-BDI receberam a aplicação de uma camada do silano RelyX CP (3M, Sumaré, SP, Brasil) durante 20 segundos e secos com jato de ar por 10 segundos. Os PFV dos grupos AN; AN-PETMP-HDDI e AN-PETMP-BDI receberam a aplicação de uma camada do silano Angelus (Angelus, Londrina, PR, Brasil), e após 1 minuto foram secos com jato de ar. Imediatamente após a aplicação dos silanos convencionais, os PFV dos grupos RX-PETMP-HDDI e AN-PETMP-HDDI receberam aplicação dos silanos experimentais, respectivamente. Os PFV dos grupos RX-PETMP-BDI e AN-PETMP-BDI receberam aplicação dos silanos experimentais, respectivamente. As aplicações seguiram as recomendações dos fabricantes dos silanos convencionais realizadas com aplicadores descartáveis (Kg Brush, KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil).


Em todos os grupos foi utilizado o cimento resinoso de presa dual Variolink N (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), manipulado as pastas base e catalisadora na proporção 1:1 em bloco de papel descartável e inserido no canal com o auxílio de seringa Centrix (DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). Em seguida, os PFV foram posicionados no interior do conduto sob leve pressão digital e o excesso de cimento removido com sonda exploradora (Duflex, SS White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). A foto ativação foi realizada com aparelho LED (Bluephase, Ivoclar Vivadent) por 40 segundos, com a ponta do aparelho posicionada a 3 mm do término coronário do pino e com intensidade de luz de $1,200 \text{ mW/cm}^2$ (Figura 3F), verificada periodicamente por meio de um medidor de potência a laser (Nova, Ophir,

Spiricon, Logan, UT, USA). Após a cimentação, foram confeccionados núcleos em resina composta nanohíbrida (Tetric N-Ceram, Ivoclar Vivadent) na porção coronal de todas as raízes (Figura 6A), por meio da técnica incremental de resina composta (2 mm) e foto ativação por 20 segundos de cada incremento. As amostras permaneceram armazenadas em água destilada a 37°C durante 7 dias.

A composição detalhada dos materiais utilizados durante o procedimento de cimentação pode ser verificada no Quadro 1.

Quadro 1 - Materiais usados para a cimentação dos pinos de fibra de vidro.

Figura	Material (Fabricante)	Composição	Lote
	Ácido orto-fosfórico a 37% (Ataque Gel, Ibipora, PR, Brasil)	Ácido Orto-fosfórico 37%, metilparabeno, corante azul (CI52015), espessante e água deionizada..	36518
	Adesivo Fusion Duralink (Angelus, Londrina, PR, Brasil)	Primer para dentina: ésteres derivados do ácido metacrílico, etanol e água; Adesivo: ésteres derivados do ácido metacrílico, fotoiniciadores e aceleradores de polimerização; Adesivo químico (catalisador): ésteres derivados do ácido metacrílico e aceleradores de polimerização.	C:43069 P:43068
	Silano (Angelus, Londrina, PR, Brasil)	Silano e etanol	46795
	RelyX Ceramic Primer (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA)	Silano pré-hidrolisado (3-metacriloxipropiltrimetoxissilano, MPS) misturado em recipiente com água e etanol.	1822100538

	<p>Cimento resinoso Variolink N (Ivoclar Vivadent AG, FL-9494, Schaan, Liechtenstein)</p>	<p>Matriz composta de Bis-GMA, dimetacrilato de uretano e dimetacrilato trietilenoglicol. Os materiais de carga inorgânicos são constituídos por vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de bário e alumínio e óxidos mistos esferoidais. Componentes adicionais são iniciadores, estabilizadores e pigmentos.</p>	<p>B: X35809 C: X33219</p>
---	---	---	--------------------------------

Ciclagem mecânica

Os dentes foram submetidos à ciclagem mecânica com o objetivo de simular a fadiga que estão sujeitos no ambiente bucal. Os núcleos de preenchimento foram preparados com pontas diamantadas #2135 e #3098MF (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) acopladas em alta rotação (Kavo do Brasil), sob refrigeração com água. Todos os preparos apresentaram extensão cervical (altura de fêrula) de 2 mm, espessura (ombro) de 1,2 mm, redução oclusal de 1,5 mm, ângulos axiais e ocluso-axiais arredondados e linhas de término contínuas e definidas (Figura 6B). Os preparos foram moldados com silicone por condensação (Zetaplus, Zhermack, Rovigo, Itália) com moldeiras de estoque, os moldes vazados com gesso especial (Figura 6C) e as coroas confeccionadas com o sistema restaurador SR Adoro (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Figuras 3H e 6D). Duas camadas de selador (SR Model Separator, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram aplicadas no modelo de gesso com pincel e aguardado 3 minutos. Em seguida, uma camada da pasta Liner (Ivoclar Vivadent) foi aplicada na extensão do preparo, seguida por inserção incremental da resina indireta (SR Nexco, Ivoclar Vivadent), ambas foto ativadas durante 20 segundos ($1,200 \text{ mW/cm}^2$, Bluephase, Ivoclar Vivadent). Ao término, as coroas receberam uma camada de SR Gel (Ivoclar Vivadent) e polimerização adicional por 20 segundos em cada face.

As coroas receberam acabamento e polimento com brocas de carboneto de tungstênio e pontas de silicone, respectivamente, sendo cimentadas com adesivo Fusion Duralink (Angelus) e cimento resinoso Variolink N (Ivoclar Vivadent) seguindo o mesmo protocolo utilizado para a cimentação dos pinos. Após cimentação das coroas, com a finalidade de simular o osso alveolar e dar suporte para o dente na ciclagem mecânica, as raízes foram isoladas com vaselina líquida (Rioquímica, São José do Rio Preto, SP, Brasil) e

inseridas em tubos de PVC (policloreto de vinil rígido) de 25x40 mm preenchidos com resina acrílica ativada quimicamente incolor (Vipiflash, VIPI, Pirassununga, SP, Brasil) (Figura 6E). No início da fase plástica, a raiz foi removida da resina e reinsertada várias vezes até polimerização.

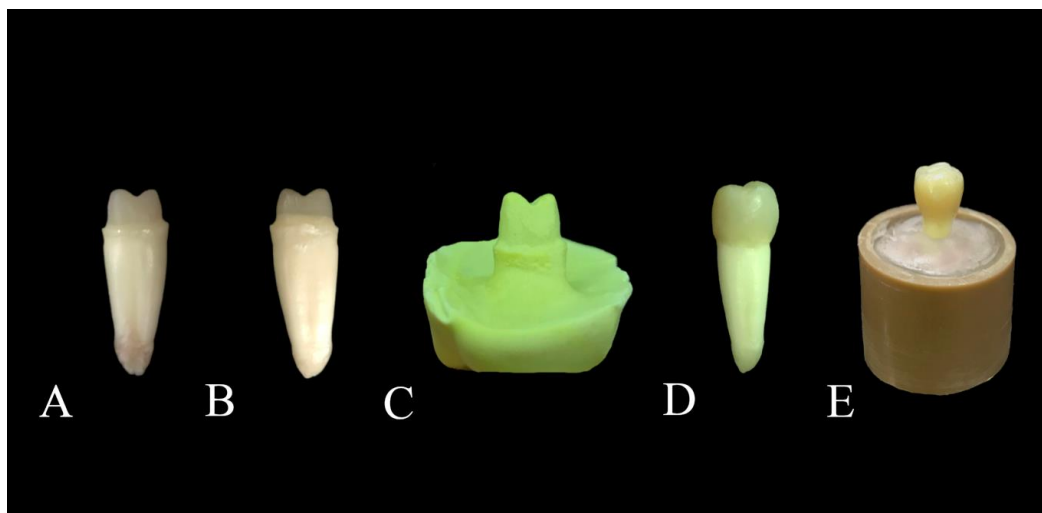


Figura 6 - Amostras para o ensaio de ciclagem mecânica. A – Núcleo de preenchimento em resina composta nanohíbrida; B – Preparo do núcleo de preenchimento; C – Modelo de gesso; D – Coroa de resina indireta cimentada; E – Raiz condicionada em tubo de PVC.

Após sete dias da cimentação, os dentes foram posicionados em 90 graus em relação ao solo e submetidos a $1,2 \times 10^6$ ciclos em um aparelho simulador de fadiga mecânica (ERIOS, modelo ER - 11000, São Paulo, SP, Brasil) com impactos repetitivos na face oclusal das amostras (Figura 7A e 7B). A carga aplicada foi de 50 N (5,0 kgf) e a frequência de 2 Hz. Durante os ciclos, as amostras foram mantidas imersas em água à temperatura de $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.

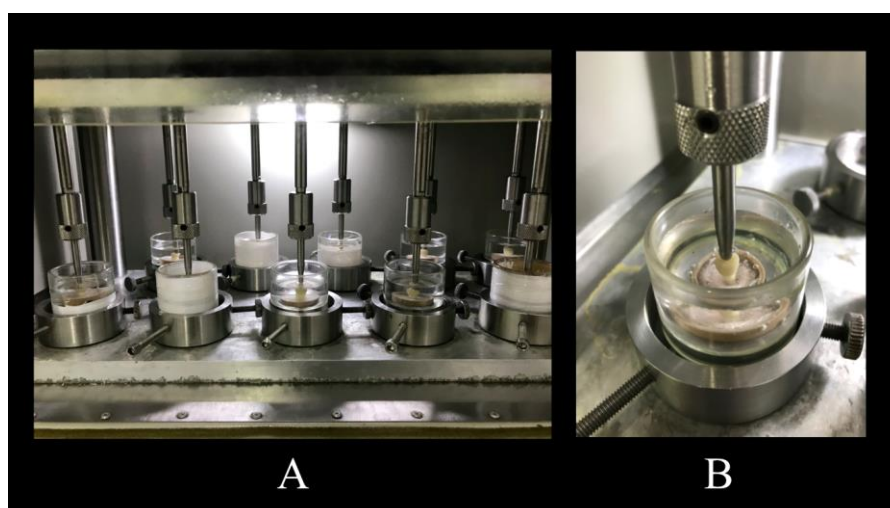


Figura 7 - Ensaio de ciclagem mecânica. A - Dentes posicionados para o ensaio; B – Dente posicionado (maior aumento).

Ciclagem térmica

Após ciclagem mecânica, os dentes foram submetidos à ciclagem térmica com o propósito de simular a variação de temperatura ocorrida na boca. Os dentes foram removidos do tudo de PVC, acondicionados em sacos de poliéster perfurado (Figura 8A) e submetidos a 500 ciclos térmicos (MSCT-3e, Elquip, São Carlos, SP, Brasil) em banhos alternados de água destilada a 5-55°C (30 segundos a 5°C + 5 segundos de transferência + 30 segundos a 55°C + 5 segundos de transferência para o próximo ciclo) (Figura 8B).

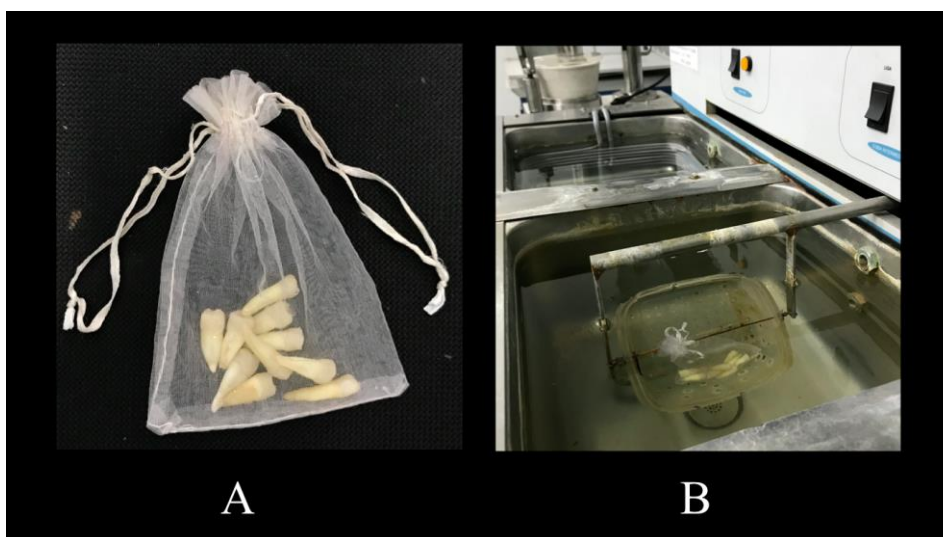


Figura 8 - Ciclagem térmica. A - Acondicionamento dos dentes em sacos de poliéster perfurado; B – Dentes submetidos à ciclagem térmica.

Teste de resistência adesiva

Após as ciclagens térmica e mecânica, os dentes foram fixados em placas de acrílico com cera pegajosa (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil) e colocados em cortadeira metalográfica (Isomet 1000; Buehler, Lake Bluff, IL, USA) acoplada com disco de diamante (Figura 6A). Um corte perpendicular em relação ao longo eixo foi realizado na JCE para separar a coroa da raiz. Em sequência, cortes seriados de $1 \pm 0,1$ mm foram realizados de maneira a obter 6 fatias (duas representativas de cada terço radicular) (Figura 6B). A espessura das fatias foi verificada por meio de um paquímetro digital com precisão de 0,01 mm (Mitutoyo; Sul América, Suzano, SP, Brasil). Três fatias (uma de cada terço radicular) foram submetidas ao teste de cisalhamento (*push-out*), enquanto as outras três foram submetidas à análise de micro infiltração marginal por corante.

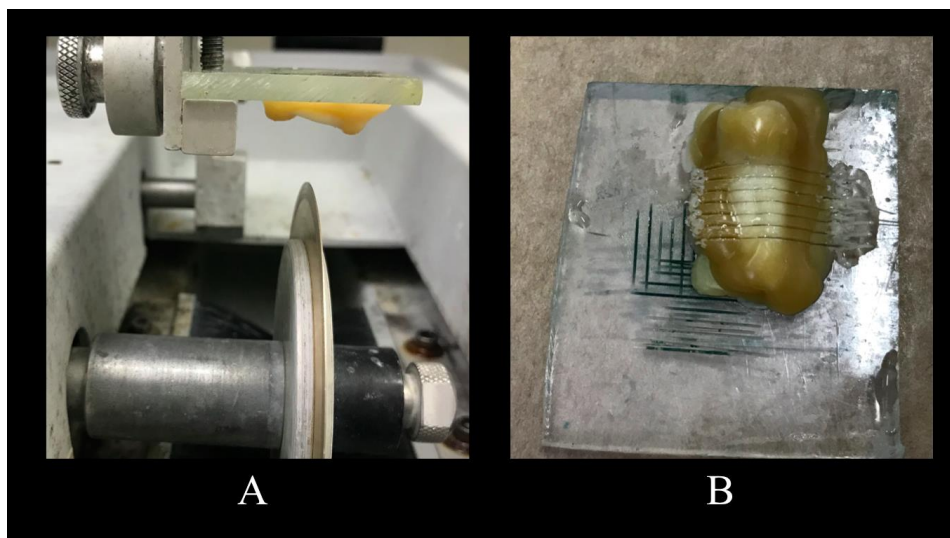


Figura 9 - Preparo dos dentes para teste de resistência adesiva. A - Dente fixado com cera pegajosa em placa de acrílico; B - Fatias radiculares de $1 \pm 0,1$ mm resultantes dos cortes seriados.

Antes do ensaio de resistência adesiva, a espessura das fatias e os diâmetros coronal e apical da área interna do canal foram aferidos com paquímetro digital (Mitutoyo) com o objetivo de calcular a área adesiva de cada fatia (Figura 10A). O valor da área adesiva (AD) foi obtido por meio da fórmula:

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

Onde: π = constante 3,1416; R = raio da porção coronária do conduto radicular (mm); r = raio apical do conduto radicular (mm); e h = espessura da amostra.

Em seguida, as fatias foram posicionadas em um dispositivo metálico com pequeno orifício central, com a porção apical voltada para cima, de maneira que a carga exercida deslocasse o pino no sentido ápice-coroa. A carga foi aplicada com ponta metálica correspondente ao diâmetro do pino, de maneira que só tocasse o centro da fatia, sem tocar a parede lateral do canal radicular (Figura 10B). A resistência adesiva foi obtida em máquina de ensaio universal (Instron, modelo 441, High Wycombe, Buckinghamshire, UK) com célula de carga de 500 kgf à velocidade de 1 mm/minuto até o deslocamento do pino. A carga de ruptura adesiva foi registrada em Newton (N) e calculado o valor da resistência da união em Mpa, dividindo a carga empregada (N) pelo valor da área adesiva (mm^2).

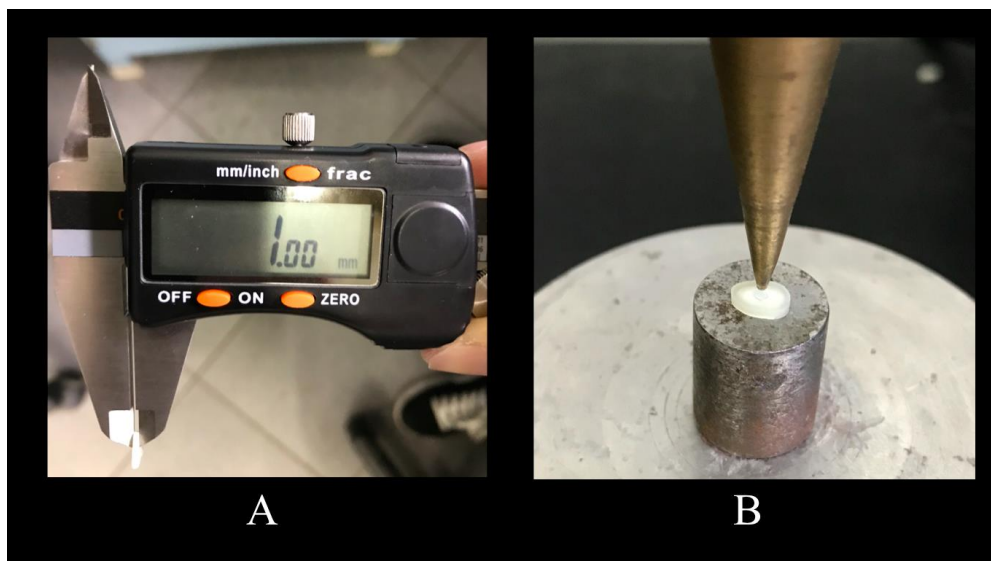


Figura 10 - Ensaio da resistência ao cisalhamento (*push-out*). A - Mensuração da espessura e diâmetro dos condutos apicais e coronais da fatia; B - Ponta ativa posicionada no centro da fatia.

Avaliação dos padrões de fratura

Após o teste de resistência adesiva, as amostras foram analisadas em estereomicroscópio (Meiji EMZ-TR, Meiji Techno, Tóquio, Japão) com aumento de 40x e as fraturas classificadas em: 1- fratura adesiva cimento-dentina radicular; 2- fratura adesiva cimento-PFV; 3- fratura coesiva cimento-PFV; 4- fratura coesiva do PFV; 5- fratura coesiva em dentina radicular; e 6- fratura mista (Figura 11).

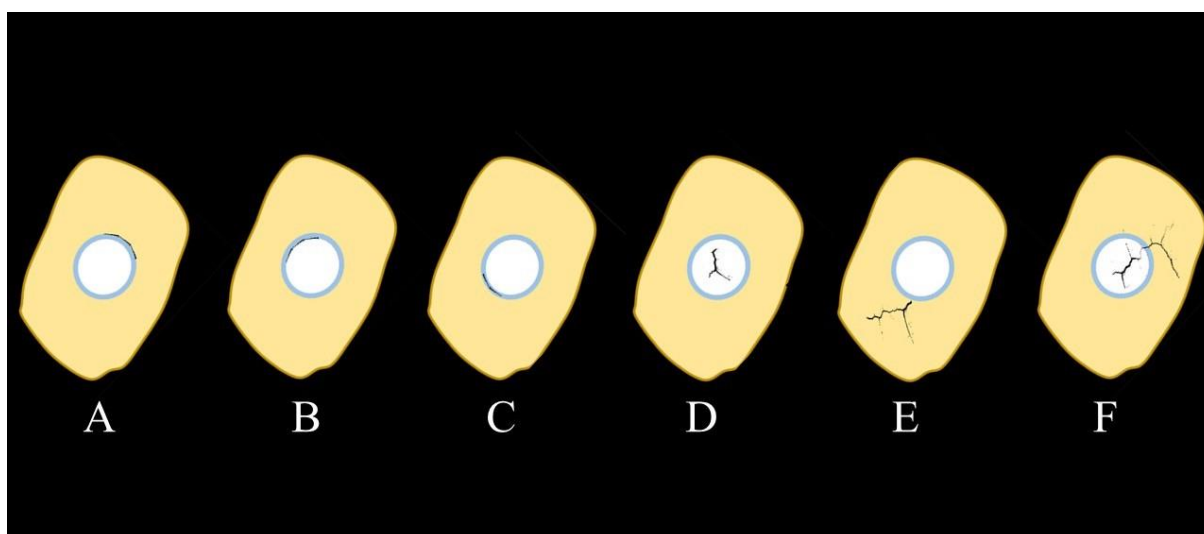


Figura 11 – Padrão de falha analisado nas fatias radiculares após teste de resistência ao cisalhamento. A – Adesiva dentina-cimento; B – Adesiva pino-cimento; C – Coesiva em

cimento; D – Coesiva no pino de fibra de vidro; E – Coesiva em dentina; F – Mista.

Avaliação da infiltração marginal na interface adesiva

Para avaliação da infiltração marginal foram utilizadas 3 fatias de cada raiz (uma de cada terço radicular). As fatias foram isoladas com duas camadas de esmalte para unha (Risque; Niasi, Taboão da Serra, SP, Brasil), preservando 1 mm além do limite marginal do canal radicular (Figura 12A). Após secagem, as fatias foram imersas em solução aquosa a 2% de azul de metileno e armazenadas em estufa (Orion, Fanem, São Paulo, SP, Brasil) por sete dias. Após armazenagem, as fatias foram lavadas em água corrente por 1 minuto e o esmalte para unha removido com cureta periodontal (Duflex, SS-White, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). Na sequência, as fatias foram inseridas no mesmo dispositivo metálico que avaliou a resistência adesiva, com a porção apical voltada para cima. A ponta metálica compatível com o diâmetro do pino foi centrada no pino e carga exercida com máquina de ensaio universal (Instron), até deslocamento. Após o ensaio, as fatias foram seccionadas na direção méso-distal com disco diamantado de dupla face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) acoplado em peça reta e micromotor (Kavo do Brasil, Joinville, SC, Brasil) e avaliadas em estereomicroscópio (Meiji EMZ-TR) com aumento de 10 vezes (Figura 12B). A penetração de corante foi classificada em escores: 1- ausência de penetração de corante; 2- penetração do corante em 1/3 do canal; 3- penetração do corante em 2/3 do canal; e 4- penetração do corante em mais de 2/3 do canal. Fatias representativas de cada grupo foram examinadas usando microscopia eletrônica de varredura (JEOL, Modelo JSM 5600LV, Tóquio, Japão) com uma ampliação de 400x e usando tensão de aceleração de 15 kV.

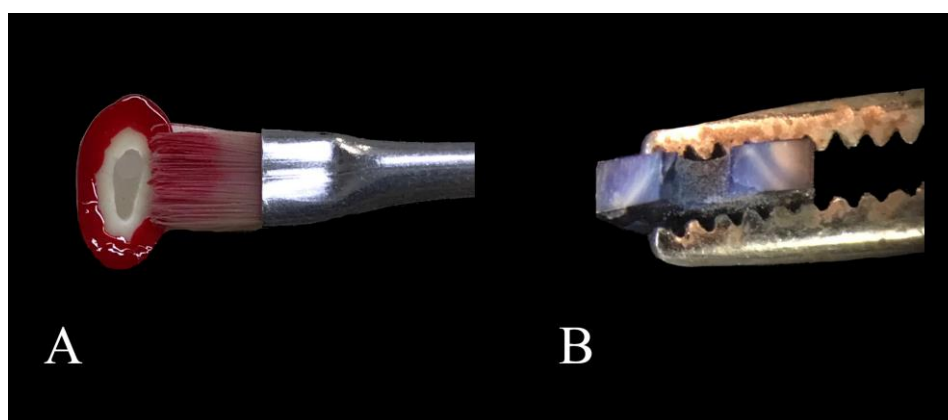


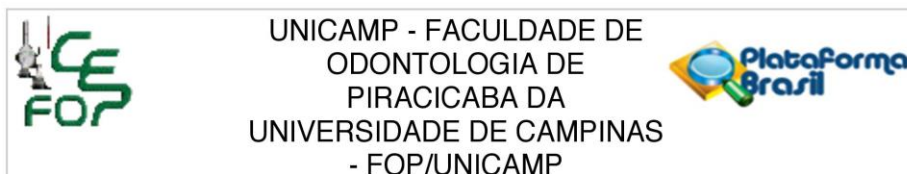
Figura 12 - Micro infiltração marginal por corante. A - Fatia isolada com esmalte preservando 1 mm além do limite marginal do canal radicular; B - Avaliação da micro infiltração marginal em estereomicroscópio.

Análise estatística

Os dados foram tabulados em planilhas do Excel (Microsoft, Redmond, WA, EUA) e submetidos ao programa SPSS (versão 24; IBM, Armonk, NY, EUA), sendo que todas as inferências estatísticas foram realizadas em nível de significância de 5%. Os supostos de normalidade e homogeneidade foram verificados por meio dos testes Shapiro-Wilk e Levene, respectivamente. Análise de variância (ANOVA) de dois fatores (silano x terço radicular) e teste *post hoc* de Tukey foram utilizados para determinar as possíveis diferenças de resistência adesiva entre os grupos. Os dados de micro infiltração marginal (%) foram submetidos ao teste de Kruskal-Wallis.

ANEXOS

Anexo 1 - Parecer consubstanciado do CEP - FOP/UNICAMP



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DA EMENDA

Título da Pesquisa: Efeito da adição de tio-uretano em silanos comerciais na resistência adesiva de pinos de fibra de vidro submetidos às ciclagens térmica e mecânica

Pesquisador: Marcos Cezar Pomini

Área Temática:

Versão: 4

CAAE: 95564518.7.0000.5418

Instituição Proponente: Faculdade de Odontologia de Piracicaba - Unicamp

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 3.555.156

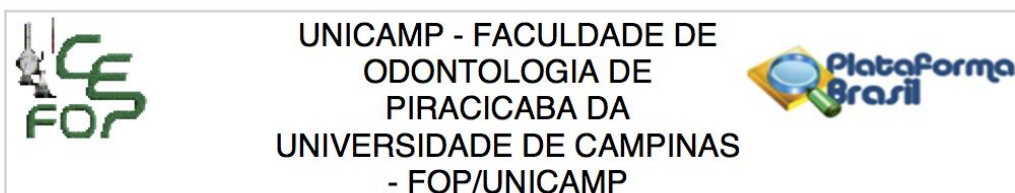
Apresentação do Projeto:

Transcrição editada do conteúdo do registro do protocolo e dos arquivos anexados à Plataforma Brasil
Trata-se de solicitação de emenda a protocolo inicialmente aprovado em 31-08-18, para alteração no material a receber o aditivo tio-uretano e grupos de estudo, adição de dois novos testes, remoção de dois testes e alteração do nome do projeto.

Delineamento da pesquisa: Trata-se de estudo in vitro, laboratorial, longitudinal, com intervenção, que envolverá 80 dentes Pré-molares unirradiculares obtidos por doação do banco de dentes da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Os dentes serão seccionados 2 mm acima da junção cimento-esmalte (JCE) para separar a coroa da raiz e receberão tratamento endodôntico e preparo intra-canal para reabilitação com pino de fibra de vidro convencionais. a) Objetivo principal: adição de tio-uretano ao silano convencional. b) Substrato: raiz com tratamento endodôntico com pino de fibra de vidro. b) Fatores: condicionamento do pino de fibra de vidro com silano experimental e ciclagens mecânica e térmica. c) Variáveis: Resistência adesiva e silanos comercial e experimental à base de tio-uretano.

Critérios de inclusão: Pré-molares unirradiculares extraídos recentemente, sem lesões de cárie,

Endereço: Av. Limeira 901 Caixa Postal 52
Bairro: Areião **CEP:** 13.414-903
UF: SP **Município:** PIRACICABA
Telefone: (19)2106-5349 **Fax:** (19)2106-5349 **E-mail:** cep@fop.unicamp.br



Continuação do Parecer: 3.555.156

Outros	acordoresposta.pdf	23/08/2018 16:30:50	Marcos Cezar Pomini	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	Projetoresponsesta.pdf	23/08/2018 16:29:24	Marcos Cezar Pomini	Aceito
Outros	CEPCompleto.pdf	10/08/2018 08:26:01	jacks jorge junior	Aceito
Outros	56TermoDoacao.pdf	09/08/2018 15:35:16	Marcos Cezar Pomini	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	54AltInfra.pdf	09/08/2018 15:35:00	Marcos Cezar Pomini	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	52DeclaraInstituicao.pdf	09/08/2018 15:34:48	Marcos Cezar Pomini	Aceito
Declaração de Pesquisadores	51DeclaraPesquisadores.pdf	09/08/2018 15:34:33	Marcos Cezar Pomini	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	4TCLE.pdf	09/08/2018 15:34:15	Marcos Cezar Pomini	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

PIRACICABA, 04 de Setembro de 2019

Assinado por:
Fernanda Miori Pascon
(Coordenador(a))

Endereço: Av.Limeira 901 Caixa Postal 52
Bairro: Areião **CEP:** 13.414-903
UF: SP **Município:** PIRACICABA
Telefone: (19)2106-5349 **Fax:** (19)2106-5349 **E-mail:** cep@fop.unicamp.br

Anexo 2 – Verificação de originalidade de prevenção e plágio

Dissertação Marcos

RELATÓRIO DE ORIGINALIDADE

1 %	0 %	1 %	0 %
ÍNDICE DE SEMELHANÇA	FONTES DA INTERNET	PUBLICAÇÕES	DOCUMENTOS DOS ALUNOS

FONTES PRIMÁRIAS

1	<p style="color: red; font-weight: bold;">Rafael L. X. Consani. "Effect of repeated microwave disinfections on bonding of different commercial teeth to resin denture base : Effect of repeated microwave disinfections", <i>Gerodontology</i>, 07/2011</p> <p style="font-size: small;">Publicação</p>	<1 %
2	<p style="color: purple; font-weight: bold;">Dobson, A., A. Bacchi, and C.S. Pfeifer. "Thio-urethane oligomers reduce polymerization stress in highly filled dental composites", <i>Dental Materials</i>, 2014.</p> <p style="font-size: small;">Publicação</p>	<1 %

Excluir citações	Desligado	Excluir correspondências	Desligado
Excluir bibliografia	Em		

Anexo 3 – Comprovante de submissão do artigo

The screenshot displays the Elsevier Editorial System (EES) interface for the Journal of Dentistry. The page title is "Submissions Being Processed for Author Rafael Leonardo Xediek Consani, PhD". The interface shows a table with one submission record. The table has columns for Action, Manuscript Number, Title, Initial Date Submitted, Status Date, and Current Status. The submission record shows a title "Simultaneous application of conventional and experimental silanes on the adhesion and infiltration of radicular canals with fibreglass posts", submitted on 18 Feb 2020, with a status date of 18 Feb 2020 and a current status of "Submitted to Journal".

Page: 1 of 1 (1 total submissions) Display: 10 results per page.

Action	Manuscript Number	Title	Initial Date Submitted	Status Date	Current Status
View Submission Send E-mail		Simultaneous application of conventional and experimental silanes on the adhesion and infiltration of radicular canals with fibreglass posts	18 Feb 2020	18 Feb 2020	Submitted to Journal

Page: 1 of 1 (1 total submissions) Display: 10 results per page.

[<< Author Main Menu](#)

Copyright © 2020 Elsevier B.V. All rights reserved. Cookies are set by this site. To decline them or learn more, visit our [Cookies page](#). RELX™

FOR 15:02 16/05/2020