



**Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"  
Faculdade de Odontologia de Araraquara**



**MÍRIAM GRAZIELE MAGRO**

**Efeitos da interação e soluções utilizadas na prevenção da formação do  
precipitado originado pela interação do hipoclorito de sódio e do digluconato  
de clorexidina e a repercussão sobre a resistência de união do cimento  
obturador na dentina do canal radicular**

**ARARAQUARA**

**2014**



Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”  
Faculdade de Odontologia de Araraquara



## MÍRIAM GRAZIELE MAGRO

**Efeitos da interação e soluções utilizadas na prevenção da formação do precipitado originado pela interação do hipoclorito de sódio e do digluconato de clorexidina e a repercussão sobre a resistência de união do cimento obturador na dentina do canal radicular**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Área de Endodontia, da Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” como requisito para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

**ORIENTADOR: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga**

**ARARAQUARA**

**2014**



MÍRIAM GRAZIELE MAGRO

**EFEITOS DA INTERAÇÃO E SOLUÇÕES UTILIZADAS NA PREVENÇÃO DA  
FORMAÇÃO DO PRECIPITADO ORIGINADO PELA INTERAÇÃO DO  
HIPOCLORITO DE SÓDIO E DO DIGLUCONATO DE CLOREXIDINA E A  
REPERCUSSÃO SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO DO CIMENTO  
OBTURADOR NA DENTINA DO CANAL RADICULAR**

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA A OBTENÇÃO DE GRAU DE MESTRE

Presidente e orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

2º Examinador: Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho

3º Examinador: Prof. Dr. Carlos Eduardo da Silveira Bueno

Araraquara, 13 de março de 2014.

## **DADOS CURRICULARES**

### ***MÍRIAM GRAZIELE MAGRO***

NASCIMENTO	18.03.1985 – Olímpia – São Paulo
FILIAÇÃO	Valdemar Antonio Magro Joalice Vassallo Magro
2002 – 2003	Ensino Médio (2º Grau) – Carson High School, Carson City – NV - EUA
2004 – 2007	Graduação em Odontologia na Fundação Educacional de Barretos (UNIFEB), Barretos – São Paulo
2011 – 2012	Especialização em Endodontia – São Leopoldo Mandic, Campinas - São Paulo
2012 – 2014	Pós-graduação em Odontologia – Área de Endodontia, nível de Mestrado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista – UNESP.
ASSOCIAÇÕES	SBPqO – Sociedade Brasileira de Pesquisa em Odontologia.

## DEDICATÓRIA

Dedico aos meus pais Valdemar e Joalice, que durante todos os momentos, tanto felizes quanto difíceis, estiveram e estão sempre ao meu lado, me ajudando, incentivando, acreditando sempre em mim e fazendo com que eu me torne uma pessoa cada dia maior e melhor! Vocês são os meus grandes amores, por vocês meu amor é incondicional. Dizer pra vocês todos meus sentimentos de amor e gratidão talvez não caberia neste pequeno espaço, mas devo resumidamente dizer que eu sinto uma imensa gratidão, por todo ensinamento, por tudo que fazem por mim, e se não fosse por vocês, talvez eu não tivesse chegado até aqui ou talvez teria sido árdua a caminhada, portanto esta nova conquista é NOSSA!!! Amo vocês com todo meu coração e obrigada por tanto amor e cuidado!!!

“ Eu tenho tanto Prá lhe falar Mas com palavras Não sei dizer Como é grande O meu amor Por você... E não há nada Prá comparar Para poder Lhe explicar Como é grande O meu amor Por você... ”	Nem mesmo o céu Nem as estrelas Nem mesmo o mar E o infinito Não é maior Que o meu amor Nem mais bonito... Me desespero A procurar Alguma forma De lhe falar Como é grande O meu amor Por você... ”	Nunca se esqueça Nem um segundo Que eu tenho o amor Maior do mundo Como é grande O meu amor Por você... Mas como é grande O meu amor Por VOCÊS! ”
---	--	---

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

À Deus por estar sempre presente em minha vida, me iluminando, dando forças para seguir sempre em frente. Agradeço infinitamente por toda a benção derramada sobre mim para que eu pudesse ir à busca de mais um sonho a se realizar.

*"Eu pedi Força...*

*e Deus me deu dificuldades para me fazer forte.*

*Eu pedi Sabedoria...*

*e Deus me deu Problemas para resolver.*

*Eu pedi Prosperidade...*

*e Deus me deu Cérebro e Músculos para trabalhar.*

*Eu pedi Coragem...*

*e Deus me deu Perigo para superar.*

*Eu pedi Amor...*

*e Deus me deu pessoas com Problemas para ajudar.*

*Eu pedi Favores...*

*e Deus me deu Oportunidades.*

*Eu não recebi nada do que eu pedi...*

*Mas eu recebi tudo que eu precisava."*

*(autor desconhecido)*

Aos meus irmãos **Marcos Giovani e Márcia Gisaine e suas famílias (Maraene, Isabella e Carolina; César, Letícia e Lucas)** que estão sempre presente em minha vida, me incentivando, cuidando, torcendo sempre pelas minhas conquistas. Saibam que vocês são meus exemplos e que vocês também são responsáveis por esta conquista!!! Amo vocês incondicionalmente!

Ao meu namorado **Lucas**, que tive o privilégio de conhecer em Araraquara e que traz muita alegria pra minha vida. Não tenho palavras pra agradecer por todo amor, incentivo, compreensão, dedicação, amizade, cuidado, enfim por tudo que fez e faz por mim para que eu esteja sempre bem e também por me presentear o Luck! Saiba que sou muito grata por tudo que você é para comigo, e agradeço também a sua família que sempre está presente, me oferecendo sempre muito amor e cuidado! Amo você e sua família com todo meu coração!!

À minha amiga **Tatiane Pereira**, obrigada pela sua amizade, por sempre estar comigo em todos os momentos, em cada conquista da minha vida e por todos os incentivos, afinal você é uma das maiores responsáveis por eu estar aqui hoje, por ter sido a pessoa que mais me incentivou para que eu tentasse o mestrado, mesmo quando você estava vivendo o seu mestrado e sentindo as dificuldades da vida e dos estudos, a correria para que tudo desse certo com sua pesquisa e assim mesmo não desistiu e ainda me mostrava que realmente vale a pena! Te amo, Tati e obrigada por tudo sempre!

À minha amiga **Thátsa**, que apesar da distância, está sempre presente, sempre torcendo e incentivando! Muitas saudades sinto de ter você por perto Thá! Amo você!!

À minha amiga **Carol Venção**, quero que saiba que é um privilégio ter pessoas maravilhosas como você em minha vida. Nunca terei como agradecer por tudo, pelo apoio que você sempre ofereceu nos momentos que mais precisei e oferece sempre, por toda ajuda tanto nos trabalhos quanto pessoais, por todo cuidado, afinal sempre que não me sentia bem, era você quem estava por perto pra me socorrer (risos); Foram muitas coisas vividas neste tempo e muitas emoções!! Saiba que tenho uma imensa admiração e gratidão por você e desejo que nossa amizade se permaneça eternamente e que nossa vida tanto pessoal quanto

profissional seja guiada lado a lado! Que Deus te dê em dobro tudo que você fez e faz por mim durante esse tempo de mestrado, esse tempo de nossa amizade. Tempo que parece que faz uma eternidade que nos conhecemos. Carol, amo muito você e desejo que sua vida seja abençoada com vibrações positivas, de paz, amor e muito sucesso!!!

Às minhas amigas **Nayara, Taís e Giselle** por cada momento de felicidade perto de vocês em Campinas, pela amizade e incentivo quando ainda estávamos na especialização e eu iniciei o mestrado, por toda vibração positiva que eu pude sentir vindo de cada uma de vocês! Sinto muitas saudades de vocês e obrigada por tudo e principalmente pela amizade que conseguimos manter até hoje e que esta amizade seja eterna! Amo!!!

À minha prima e amiga **Priscila Magro**, que além de crescemos juntas, convivemos juntas nos anos de graduação, nos formamos, tomamos rumos diferentes, e em um momento que mais precisei de uma ajuda profissional, me ajudou prontamente com todo coração! Pri, você não imagina o quanto sou grata por sua amizade, por tudo que fez por mim e você sempre será além de minha prima, amiga, irmã, minha dupla de clínica. Ter você comigo durante toda a vida e também durante a faculdade, foi essencial e um privilégio que eu tive! E agora, além de tudo isso, somos Endodontistas!!! Te amo muito e conte sempre comigo!

À todos os **familiares** que de alguma maneira estiveram sempre torcendo por mim e incentivando, em especial à minha prima **Liz** (in memoriam) que diante de muitas dificuldades, ainda tinha força pra dizer as mais belas palavras de incentivo e de sua admiração! Sinto-me feliz ao poder te agradecer neste trabalho, e gostaria de dedicar cada conquista à você que não teve a oportunidade de realizar tudo que eu sei que gostaria, afinal,

sua capacidade era incrível, mas Deus quis você junto a ele muito cedo! Saiba que sempre estará no meu coração, assim como cada palavra sua que guardo comigo! Amo!

À minha amiga **Michelle Budin** não tenho nem palavras pra descrever a consideração que tenho para com você! Você é a grande amiga que Deus colocou em minha vida durante a graduação. Minha companheira de trabalho quando resolvemos ir para Florianópolis em busca da nossa vida profissional! Mi, infelizmente a vida nos prega muitas coisas e uma das coisas foi voltar pra São Paulo enquanto você continuou no Sul. Claro que apesar dos obstáculos, temos que enxergar que algo de bom Deus há de fazer na nossa vida. Deixar o sul, a minha amiga, não foi fácil e não é até hoje, mas aqui estou e o resultado de tudo isso, está sendo a realização desta nova conquista e saber que outra conquista estará por vir daqui alguns anos. Apesar de tudo, o mais importante é que nossa amizade é realmente verdadeira, porque nem toda essa distância de 1000 km, foi e é capaz de acabar ou distanciar nossa amizade! Saiba que mesmo não estando por perto, amo você e amo falar com você ao telefone praticamente todos os dias!

Aos meus amigos **Vinicius e Tiago!** Vinicius, meu Vinis!!! Quem diria que estariamos aqui depois de nos conhecer em Barretos. Você é um amigo muito especial, aquele amigo que sempre digo que tem um coração gigante dentro do peito, aquele amigo que está sempre presente, sempre fazendo o bem ao próximo, sempre ajudando e sempre prestativo! Que nossa amizade seja eterna, pois amigo como você, é pra sempre! Amo!! Tiago, Titis!!! Nos conhecemos no dia da prova e quem diria que nos reencontraríamos, e cá estamos! Te admiro muito, admiro sua inteligência, só tenho a agradecer por tudo, por toda ajuda que já me prestou, que nossa amizade também seja eterna! Obrigada por sua amizade!!! Que

estejamos sempre juntos Vinicius e Tiago, independente da direção que cada um de nós tomarmos lá na frente. Obrigada pela convivência com vocês, tanto na faculdade, quanto em casa. São muito especiais pra mim, e espero ter sido tão boa pra vocês quanto vocês foram para mim!

À minha amiga **Adriana**, ficaria aqui escrevendo e escrevendo sobre o que representa sua amizade pra mim. Você é minha amiga querida, dona de um coração imenso que sempre está por perto para o que der e vier, e me fazendo sempre chorar com suas histórias de vida. Quero que saiba que você é muito especial e sentirei muito a sua falta quando já estiver de volta ao México! Amo você e espero que nossa amizade seja sempre a melhor!!!

*“Ninguém cruza nosso caminho por acaso e nós não entramos na vida de alguém sem nenhuma razão.”*

*Chico Xavier*

## **AGRADECIMENTOS**

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP), na presença de seu Magnífico Reitor **Prof. Dr. Júlio Cézar Durigan** e Vice Reitora **Profa. Dra. Marilza Vieira Cunha Rudge.**

À Faculdade de Odontologia de Araraquara (FOAr) da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP), na pessoa de sua diretora **Profa. Dra. Andreia Affonso Barreto Montandon** e de sua vice-diretora **Profa. Dra. Elaine Maria Sgavioli Massucato**, a vocês, minha eterna admiração, pois, além de grandes profissionais, são exemplo de seres humanos!

Ao Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara (UNESP), representado pelo Chefe de Departamento **Prof. Dr. Fábio Luiz Camargo Villela Berbert** e pelo vice-chefe **Prof. Dr. Edson Alves Campos.**

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia de Araraquara (UNESP), na pessoa de seu coordenador **Prof. Dr. Carlos Rossa Júnior** e de seu vice-coordenador **Prof. Dr. Joni Augusto Cireli**, pela oportunidade de ser aluno deste tão conceituado programa.

Ao meu orientador **Milton Carlos Kuga!** Sempre digo que Deus foi muito generoso colocando em minha vida um exemplo professor, pesquisador e ser humano! Agradeço imensamente por me orientar tanto nos trabalhos quanto na vida pessoal, agradeço pela amizade, pelos ensinamentos, pela confiança depositada a mim, pelos pacientes que confia ao meu atendimento, pela paciência, ajuda, por tudo! Obrigada por cada lição de vida que aprendi e aprendo em suas aulas. Sou infinitamente grata a você, Kuga! Espero, um dia, ser um pouquinho do ser humano e profissional que você é, para que eu possa ministrar aulas e ter o contato com os alunos como você tem para com os seus! Você é uma pessoa incrível e

muito querida! Desejo que Deus continue te iluminando para que você continue firme, passando para frente seu vasto conhecimento. Saiba também, que eu admiro muito sua humildade diante da sua imensa sabedoria! Isso e muito mais é o que te faz uma pessoa diferenciada e ser muito especial para todos que convivem ao seu redor! Desejo que possamos continuar nossos trabalhos muito além do mestrado, futuro doutorado...desejo que assim seja eternamente, afinal é um prazer trabalhar com alguém como você, MEU ETERNO ORIENTADOR!!!

Aos **docentes do Departamento de Odontologia Restauradora** da Faculdade de Odontologia de Araraquara, em especial aos professores da disciplina de Endodontia.

Ao **Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho**, obrigada professor, por permitir que eu fizesse parte da pós-graduação em Endodontia, pela confiança depositada a mim, por acreditar que eu pudesse melhorar cada vez mais e por todo ensinamento transmitido pelo senhor. Obrigada por tudo!

À **Profa. Dra. Gisele Faria**, por trabalharmos sempre contando com sua parceria, pelas conversas, pelos almoços, enfim, por toda sua ajuda, por ser sempre prestativa nos momentos em que precisei.

Ao **Prof. Dr. Renato de Toledo Leonardo**, agradeço por todo ensinamento, ajuda, e por sempre se preocupar em saber como estou. Obrigada por toda dedicação!

E aos demais docentes da disciplina de Endodontia, **Prof. Dr. Fábio Luiz Camargo Vilella Berbert**, **Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho**, **Profa. Dra. Juliane Maria Guerreiro Tanomaru**, obrigada por todo ensinamento transmitido por vocês, pela amizade, por tudo!

Aos meus colegas de pós-graduação, **Carol Venção, Tiago, Camila Espir, Camila Nascimento, Kátia, Kennia, Keli, Letícia, Adinael, Fernando, Ariele, Arturo, Roberta, Ana Lívia, Natália, Gisselle, Alana, Raquel, Bernardo, Paula, Elisandra, Matheus, Adriana Cabrera e Vinicius Paiva**, obrigada pela grande amizade que pudemos construir nesta nossa caminhada. Desejo que independente da direção que tomarmos, possamos sempre contar um com o outro e acima de tudo, que possamos manter nossa amizade ao longo de nossas vidas. Saibam que de uma forma direta ou indiretamente, aprendi muito com vocês e que sinto um carinho especial por cada um. Obrigada por tudo e por fazerem parte de minha vida!

Aos **funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora** da Faculdade de Odontologia de Araraquara (UNESP), **Marinho, Wanderley, Creusa, Dona Conceição, Dona Cida, Priscila, Diva, Denise, Rosângela, Ana Maria e Lucinha**, por toda ajuda e por serem sempre prestativos sempre que precisei!

Aos **funcionários da Seção de Pós-Graduação** da Faculdade de Odontologia de Araraquara (UNESP), **Mara Cândida Munhoz do Amaral, José Alexandre Garcia e Sergio Luiz Gusmão Gimenes Romero**, obrigada por tudo, por sempre me atender tão bem nas vezes que eu precisei e por ser tão prestativos!

Aos **funcionários da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Araraquara (UNESP)**, pela preparação da ficha catalográfica, pelas orientações quanto às normas de preparação deste trabalho.

Aos **demais funcionários que trabalham por esta Faculdade** de maneira geral, nos proporcionando um ambiente agradável para que possamos realizar nossas tarefas.

*À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa de estudos concedida durante todo o curso de mestrado.*

*“Tenha coragem Vá em frente!*

*Determinação, coragem e autoconfiança são fatores decisivos para o sucesso.*

*Não importa quais sejam os obstáculos e as dificuldades.*

*Se estamos possuídos de uma inabalável determinação,  
conseguiremos superá-los independentemente das circunstâncias,  
devemos ser sempre humildes, recatados e despidos de orgulho.”*

*Dalai Lama*

*Os sonhos não determinam o lugar onde vocês vão chegar, mas produzem a força necessária para tirá-los do lugar em que vocês estão. Sonhem com as estrelas para que vocês possam pisar pelo menos na Lua. Sonhem com a Lua para que vocês possam pisar pelo menos nos altos montes. Sonhem com os altos montes para que vocês possam ter dignidade quando atravessarem os vales das perdas e das frustrações. Bons alunos aprendem a matemática numérica, alunos fascinantes vão além, aprendem a matemática da emoção, que não tem conta exata e que rompe a regra da lógica. Nessa matemática você só aprende a multiplicar quando aprende a dividir, só consegue ganhar quando aprende a perder, só consegue receber, quando aprende a se doar.*

Augusto Cury

Magro MG. Efeitos da interação e soluções utilizadas na prevenção da formação do precipitado originado pela interação do hipoclorito de sódio e do digluconato de clorexidina e a repercussão sobre a resistência de união do cimento obturador na dentina do canal radicular [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2014.

## RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar a magnitude da precipitação de resíduos e seu efeito sobre a resistência de união de um cimento obturador endodôntico (AH Plus) na dentina radicular, após a utilização do protocolo de irrigação final com hipoclorito de sódio (NaOCl) a 2,5% e digluconato de clorexidina a 2% (CHX), intercaladas ou não com álcool isopropílico, água destilada ou soro fisiológico. No capítulo 1, inicialmente cem caninos humanos extraídos foram preparados com o instrumento F5 e irrigados com NaOCl a 2,5% e EDTA 17%. Cinquenta dentes foram divididos em 5 grupos ( $n = 10$ ), de acordo com o protocolo de irrigação final: G1 (controle, sem irrigação final); G2 (solução de CHX); G3 (CHX gel); G4 (Concepsis) e G5 (CHX Plus). Em seguida, os espécimes foram clivados e a dentina do canal radicular analisada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), nos segmentos cervical-médio e médio-apical, a fim de detectar a presença de *debris* e *smear layer*. Outros cinquenta dentes foram tratados igualmente ao estudo anterior, obturados e submetidos ao teste de *push out*, nos terços cervical, médio e apical radicular. Os espécimes foram avaliados utilizando uma máquina universal de ensaios mecânicos. Para análise estatística foi utilizando o teste de Kruskal Wallis e Dunn ( $p = 0,05$ ). No capítulo 2, inicialmente cinquenta caninos humanos extraídos foram instrumentados semelhante ao descrito no capítulo 1 e distribuídos em 5 grupos ( $n = 10$ ), de acordo com o protocolo de irrigação final . No G1, os canais

radiculares foram irrigados com NaOCl 2,5% e EDTA 17% ; no G2, procedimentos semelhantes ao G1 foram realizados, exceto que a CHX 2% foi utilizada como solução de irrigação final. Nos demais grupos, o álcool isopropílico (G3), solução salina (G4) ou água destilada (G5) foram utilizados entre NaOCl e a CHX. Os espécimes foram clivados longitudinalmente e a superfície dentinária radicular submetida à análise em MEV, também para avaliar a presença de *debris* e *smear layer*, nos segmentos cervical-médio e médio-apical. Outros cinqüenta caninos humanos extraídos foram divididos em cinco grupos ( $n = 10$ ) e realizados com os mesmos procedimentos descritos no estudo anterior. Após a obturação, foram seccionadas para obter secções nos terços cervical, médio e apical radicular e também submetidos ao teste de *push out*, identicamente ao citado no capítulo1. A análise estatística dos estudos foi realizada utilizando o teste de Kruskal Wallis e Dunn ( $p = 0,05$ ). No capítulo 1, foi demonstrado que as formulações do CHX a 2% (solução pura, gel, Concepsis e CHX-Plus) utilizadas no protocolo de irrigação final ocasionaram a precipitação de *debris* e *smear layer* sobre a dentina radicular, tanto no segmento cervical-médio como no médio-apical. Entretanto, estes resíduos não reduziram a resistência de união da obturação dos canais radiculares quando utilizado o cimento endodôntico (AH Plus). No capítulo 2, foi observado que o álcool isopropílico, a solução salina e a água destilada não foram capazes de prevenir a precipitação de resíduos sobre a dentina. No entanto, estes resultados não interferiram negativamente nos valores da resistência de união do cimento endodôntico (AH Plus) na dentina radicular.

**Descritores:** clorexidina; endodontia; hipoclorito de sódio; resistência ao cisalhamento.

Magro MG. Effects of different solutions irrigation or protocols to prevent the chemical precipitates formed by interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate and its repercussion on the bond strength of an epoxy-based sealer in radicular dentin [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2014.

## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effects of the chemical interaction between different formulations of chlorhexidine gluconate solution and sodium hypochlorite and alternative protocols to prevent the chemical residues precipitation on radicular dentin. In chapter 1, the aim of the current study was to evaluate the presence of debris and smear layer after endodontic irrigation with different formulations of 2% chlorhexidine gluconate (CHX) and its effects on the push-out bond strength of an epoxy-based sealer on the radicular dentin. One hundred extracted human canines were prepared to F5 instrument and irrigated with 2.5% sodium hypochlorite (NaOCl) and 17% ethylenediaminetetraacetic acid. Fifty teeth were divided into five groups ( $n=10$ ), according to the final irrigation protocol with different 2% CHX formulations: G1 (control, no final rinse irrigation), G2 (2% CHX solution), G3 (2% CHX gel), G4 (Concepsis), and G5 (CHX Plus). In sequence, the specimens were submitted to scanning electron microscopy (SEM) analysis, in the cervical-medium and medium-apical segments, to evaluate the presence of debris and smear layer. The other 50 teeth were treated equally to a SEM study, but the root canals filled with an epoxy-based endodontic sealer and submitted to a push-out bond strength test, in the cervical, middle, and apical thirds. G2, G3, G4, and G5 provided higher precipitation of the debris and smear layer than G1 ( $p<0.05$ ), but these groups were similar to each other ( $p>0.05$ ), in both segments. The values obtained in the push out test did

not differ between groups, independent of the radicular third ( $p>0.05$ ). The CHXs formulations caused precipitation of the debris and smear layer on the radicular dentin, but these residues did not interfere in the push-out bond strength of the epoxy-based sealer. In chapter 2, the aim was to evaluate the effectiveness of isopropyl alcohol, saline or distilled water to prevent the precipitate formed between NaOCl and 2% CHX and its effect on the bond strength of an epoxy-based sealer in radicular dentine. Fifty extracted human canines ( $n =10$ ) were instrumented. In G1, root canals were irrigated with 17% EDTA and 2.5% NaOCl; G2, procedures similar to G1, except that 2% CHX was used as final irrigation. In the other groups, intermediate flushes with isopropyl alcohol (G3), saline (G4) or distilled water (G5) were used between NaOCl and CHX. The specimens were submitted to SEM analysis to evaluate the presence of debris and smear layer, in the apical and cervical segments. In sequence, fifty extracted human canines were distributed into five groups ( $n = 10$ ), similar to the SEM study. After the obturation, the roots were sectioned transversally to obtain dentine slices, in the cervical, middle and apical thirds. The specimens were submitted to a push-out bond strength test using an electromechanical testing machine. The statistical analysis for studies were performed using the Kruskal Wallis and Dunn's tests ( $\alpha = 5\%$ ). All groups presented similar amount of residues precipitated on the radicular dentine ( $P > 0.05$ ). The push-out bond strength values were similar for all groups, independently of the radicular third evaluated ( $P > 0.05$ ). Isopropyl alcohol, saline or distilled water failed to prevent the precipitation of residues on the root canal dentine, but these residues did not interfere on the push-out bond strength of the obturation. In conclusion, all formulations 2% CHX provided chemical precipitates on radicular dentin after 2.5%

NaOCl irrigation, but this residues does not interfered in push-out bond strength of epoxy-based sealer on dentin.

**Keywords:** chlorexidine; endodontics; sodium hipocloryte; Push out.

# **SUMÁRIO**

1 INTRODUÇÃO .....	23
2 PROPOSIÇÃO .....	28
3 CAPÍTULOS .....	29
3.1 CAPÍTULO 1 .....	29
3.2 CAPITULO 2 .....	53
4 DISCUSSÃO GERAL.....	71
5 CONCLUSÃO .....	74
6 REFERÊNCIAS .....	75
7 ANEXO.....	80

## 1 INTRODUÇÃO

O preparo químico mecânico consiste na fase do tratamento endodôntico em que há a ação conjunta mecânica dos instrumentos endodônticos com as ações físico-químicas das soluções de irrigação, proporcionando o controle microbiano e de seus subprodutos, com o objetivo de eliminar resíduos orgânicos e inorgânicos do sistema de canais radiculares<sup>17</sup>.

Entretanto, nenhuma substância contempla todas as propriedades ideais recomendadas para uma solução irrigadora, tanto no âmbito biológico como no físico-químico<sup>38</sup>. Portanto, visando obter uma adequada limpeza e neutralização dos produtos tóxicos presentes nos canais radiculares, é interessante a combinação de diversas substâncias irrigadoras, a fim de estabelecer protocolos de irrigação mais eficazes<sup>10</sup>.

Após o preparo químico-mecânico há a formação de uma estrutura precipitada sobre a dentina, denominada como *smear layer*, a qual é constituída de resíduos orgânicos e inorgânicos provenientes do conteúdo do canal radicular e também de resíduos de substâncias químicas rotineiramente utilizadas durante o tratamento endodôntico<sup>8,38</sup>. A remoção da camada de *smear layer* propicia a desorganização da microbiota e seus subprodutos adjacentes à parede dentinária pelos agentes químicos, incrementando a resistência de união do cimento obturador à dentina e, por conseguinte favorecendo a obturação do canal radicular<sup>2,9,33</sup>.

A solução de hipoclorito de sódio (NaOCl) é a substância universalmente empregada no preparo químico-mecânico dos canais radiculares, sob diversas apresentações comerciais<sup>38</sup>. Apesar de sua satisfatória ação antimicrobiana e da boa capacidade solvente de matéria orgânica presente no canal radicular, não é eficaz na remoção da *smear layer*, bem como sua atividade antimicrobiana sobre

algumas bactérias presente na microbiota endodôntica ser reduzida<sup>30,34,37</sup>. Com a intenção de suprimir estas deficiências, diversas substâncias tem sido sugeridas para o uso concomitante do NaOCl nos protocolos de irrigação, tais como o digluconato de clorexidina a 2%<sup>38</sup>.

A clorexidina (CHX) é um composto químico bisbiguanida, que se dissocia em íons carregados positivamente e interage com a membrana celular bacteriana, penetrando no meio intracelular por um mecanismo de transporte ativo/passivo. Possivelmente sua atividade antimicrobiana é devida à interação da carga positiva da molécula com os grupos negativos da parede celular microbiana, alterando assim o seu equilíbrio osmótico ocasionando a morte celular<sup>22</sup>. A ação antimicrobiana também pode estar relacionada com o tipo de concentração e forma de apresentação dos irrigantes, bem como à susceptibilidade dos microrganismos à formulação utilizada<sup>6,23</sup>.

As restritas propriedades solvente de matéria orgânica em decomposição e neutralizante de endotoxinas a inviabilizam como substância de irrigação única, em substituição ao NaOCl a 2,5%, sendo recomendada apenas como agente de irrigação final previamente à obturação do canal radicular<sup>23</sup>. Com a finalidade de melhorar o seu uso clínico, alterações na composição na fórmula do composto do digluconato de clorexidina a 2% tem sido sugeridos, tais como a alteração do veículo e a adição de tensoativos<sup>18,23,29</sup>.

A forma farmacêutica gel (Natrosol) tem sido recomendado em substituição à solução aquosa de digluconato de clorexidina para maior praticidade clínica, mantendo suas respectivas propriedades antimicrobianas e químicas<sup>16,18,20,23</sup>. Com o objetivo de reduzir a tensão superficial da própria clorexidina para favorecer a difusão nos túbulos dentinários foi idealizado o CHX-Plus (Vista Dental Products,

Racine, WI) que consiste na associação com um detergente não iônico (Triton-X®), ao qual demonstra satisfatória atividade antimicrobiana sobre o biofilme microbiano presente em canais radiculares<sup>29</sup>. Outra fórmula comercial do digluconato de clorexidina a 2% disponível é o Concepsis Plus (Ultradent Products, Salt Lake, Utah) que de acordo com o fabricante também possui reduzido valor de tensão superficial, sendo recomendado tanto no tratamento dos canais radiculares como agente de condicionamento da dentina radicular previamente à cimentação de pinos de fibra<sup>21</sup>.

O digluconato de clorexidina tem demonstrando ser efetivo como agente de irrigação final, tanto favorecendo a adesão do cimento obturador ao substrato dentinário como também pela sua atividade antimicrobiana na microbiota presente nas infecções endodônticas secundárias<sup>21,25</sup>. Porém as formulações recentemente propostas para uso endodôntico ainda carecem de avaliações científicas a fim de avaliar sua efetividade clínica<sup>1,25,28</sup>.

Por outro lado, o uso combinado do hipoclorito de sódio com a clorexidina ocasiona a precipitação de resíduos que pode descolorir a estrutura dentária<sup>3,31</sup>. A composição deste precipitado ainda é discutida, porém através de análises realizadas com espectrofotometria de dispersão de raios X e de massa identificaram a 4-cloroanilina, também conhecida como para-cloroanilina (PCA), como sendo o seu principal constituinte<sup>4</sup>. Mas a identificação destes constituintes estão muito relacionadas de acordo com a metodologia empregada e também a fórmula da clorexidina utilizada, uma vez que o acetato de clorexidina ao reagir com o NaOCl não forma a PCA<sup>32</sup>.

Uma vez que a composição do precipitado ainda é discutida, incógnitas surgem em relação aos possíveis danos biológicos de serem causados aos tecidos periradiculares, assim como também a repercussão físico-química sobre a

obturação dos canais radiculares. Desta forma, é interessante prevenir a deposição deste precipitado sobre a dentina radicular, através da irrigação com álcool absoluto após o uso do NaOCl e previamente ao digluconato de clorexidina, pois o soro fisiológico ou a água destilada apenas amenizam a precipitação<sup>19</sup>.

O precipitado de coloração-laranja-acastanhado resultante da reação química entre a CHX e o NaOCl ocorre devido ao processo de cloração do nitrogênio-guanidino da molécula da CHX, diferente da reação química tipo ácido-base que ocorre quando a molécula de CHX reage com o etanol ou EDTA gerando um precipitado de reduzida solubilidade, de coloração branca e praticamente incapaz de proporcionar descoloração da estrutura dental<sup>26,27</sup>. Como a resistência de união do cimento obturador de canais radiculares no substrato dentinário está diretamente relacionado com a presença de *smear layer* ou precipitados sobre a dentina radicular e ciente que o sinergismo de ação proporcionado pela CHX em relação ao NaOCl nos protocolos de irrigação endodôntico é viável, porém com o efeito adverso de proporcionar uma *smear layer* química, a busca por agentes que possam ser utilizados entre ambos a fim de prevenir este inconveniente se faz necessário, principalmente utilizando soluções alcoólicas<sup>11,12,35</sup>.

As soluções alcoólicas disponíveis comercialmente são hidratadas e não composta de etanol puro, o que pode vir a interferir negativamente no resultado preventivo final. Por sua vez, o álcool isopropílico tem sido utilizado em Endodontia para a remoção de resíduos de cimento obturador da câmara pulpar bem como agente de condicionamento do substrato dentinário previamente à obturação dos canais radiculares, porém inexistem estudos avaliando a sua efetividade na prevenção da formação do precipitado formado após o uso do protocolo de irrigação com o NaOCl e a CHX<sup>13,20</sup>. Estabelecidas as premissas ora discutidas, achamos

oportuno avaliar se a formulação química do digluconato de clorexidina a 2% após a irrigação com o NaOCl exerce influência na magnitude de formação de precipitado sobre a dentina radicular, bem como se a utilização do álcool isopropílico, água destilada ou soro fisiológico são capazes de prevenir este fenômeno, e por sua vez se o precipitado formado tende a interferir na resistência de união do cimento obturador contendo resina epóxi (AH Plus) no substrato dentinário.

## 2 PROPOSIÇÃO

**Capítulo 1:** Avaliar a magnitude da presença de *debris* e *smear layer* após a irrigação final com diversas formulações do digluconato de CHX 2% e o efeito deste protocolo de irrigação sobre a resistência de união de obturações endodônticas utilizando cimento contendo resina epóxi, no interior do canal radicular e;

**Capítulo 2:** Avaliar a eficácia do álcool isopropílico, soro fisiológico ou água destilada entre as soluções de NaOCl a 2,5% e CHX a 2% para evitar a formação do precipitado sobre o substrato dentinário e o efeito destes protocolos sobre resistência de união de um cimento à base de resina epóxi na dentina do canal radicular.

### 3 CAPÍTULOS

#### 3.1 CAPÍTULO 1

Evaluation of the Interaction Between Sodium Hypochlorite and Several Formulations Containing Chlorhexidine and its Effect on the Radicular Dentin - SEM and Push-Out Bond Strength Analysis. \*

\* Artigo aceito e publicado no *Microscopy Research and Technique*

## ABSTRACT

The aim of the current study was to evaluate the presence of debris and smear layer after endodontic irrigation with different formulations of 2% chlorhexidine gluconate (CHX) and its effects on the push-out bond strength of an epoxy-based sealer on the radicular dentin. One hundred extracted human canines were prepared to F5 instrument and irrigated with 2.5% sodium hypochlorite and 17% ethylenediaminetetraacetic acid. Fifty teeth were divided into five groups (n510), according to the final irrigation protocol with different 2% CHX formulations: G1 (control, no final rinse irrigation), G2 (CHX solution), G3 (CHX gel), G4 (Concepsis), and G5 (CHX Plus). In sequence, the specimens were submitted to scanning electron microscopy (SEM) analysis, in the cervical-medium and medium-apical segments, to evaluate the presence of debris and smear layer. The other 50 teeth were treated equally to a SEM study, but with the root canals filled with an epoxy-based endodontic sealer and submitted to a pushout bond strength test, in the cervical, middle, and apical thirds. G2, G3, G4, and G5 provided higher precipitation of the debris and smear layer than G1 ( $P<0.05$ ), but these groups were similar to each other ( $P>0.05$ ), in both segments. The values obtained in the push out test did not differ between groups, independent of the radicular third ( $P>0.05$ ). The CHXs formulations caused precipitation of the debris and smear layer on the radicular dentin, but these residues did not interfere in the push-out bond strength of the epoxy-based sealer. Microsc. Res. Tech. 00:000–000, 2013. VC 2013 Wiley Periodicals, Inc.

**Keywords:** endodontics; debris; root canal; scanning electron microscopy; smear layer.

## INTRODUCTION

The combined action of endodontic instruments with simultaneous irrigation aims to eliminate organic and inorganic debris, microorganisms and the byproducts of the radicular canal system, and shape the posterior root canal filling (Só et al., 2011). However, there is no single irrigation solution that contains all the physicochemical and ideal microbiological properties (Zehnder, 2006). Therefore, interesting is the combination of different irrigation protocols to provide better cleaning, antisepsis, and neutralization of toxic products present in the root canal system (Chandra, 2009; Aranda-Garcia et al., 2013). The presence of the debris and smear layer interferes negatively in the bond strength of endodontic sealers on the radicular dentin (Torabinejad et al., 2002; de Assis et al., 2011; Aranda-Garcia et al., 2013). Consequently, microbial leakage can occur in the root canal filling–dentin interface (Clark-Holke et al., 2003). A number of chemical agents and/or physical methods have been investigated to remove the debris and smear layer and ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA) is the most commonly used solution (Torabinejad et al., 2002; Violich and Chandler, 2010).

However, if another final rinse solution is used after these solutions, such as chlorhexidine, a further residue precipitation on the radicular dentin may occur (Aranda-Garcia et al., 2013). Sodium hypochlorite (NaOCl) solution is commonly used as an irrigation solution during chemomechanical preparation of root canals, in different commercial presentations (Zehnder, 2006; Só et al., 2011). Despite its broad-spectrum antimicrobial action and tissue dissolving properties, its penetration into the dentin is limited (Zand et al., 2010; Kuga et al., 2011). At high concentrations it is toxic, whereas at low concentrations it is ineffective against *E. faecalis* strains (Zand et al., 2010; Dornelles-Morgental et al., 2011).

These shortcomings of NaOCl have led the exploration for additional irrigant solutions that would complement or replace NaOCl. Chlorhexidine (CHX), which is a bisbiguanide compound, has been suggested as an alternative to or in combination with NaOCl (Zehnder, 2006). It is a broad-spectrum antimicrobial agent that is shown to be effective against *E. faecalis* strains and imparts antimicrobial substantivity to the dentin (Oliveira et al., 2007; Mohammadi and Abbott, 2009).

For clinical practicability, chlorhexidine gluconate (CHX) gel has been recommended as an alternative to an aqueous solution (Zehnder, 2006; Mohammadi and Abbott, 2009). This preparation is effective in reducing *E. faecalis* strains, even after 7 days of the conclusion of the chemomechanical preparation of root canals, and has also been associated with calcium hydroxide to be used as an intracanal dressing (Shen et al., 2009; Pereira et al., 2012). On the other hand, CHX-Plus (Vista Dental Products, Racine, WI) is also a new formulation of 2% CHX with a nonionic surfactant (Triton- X VR) to reduce the surface tension of the solution with the objective of providing higher antimicrobial activity (Shen et al., 2009; Wang et al., 2012). Concepisis Plus (Ultradent Products, Salt Lake, UT) is another formulation which was initially recommended for the radicular dentin conditioning previous to intracanal cementation of the fiber post, but its application in endodontic procedures still require further studies (Lindblad et al., 2010).

Although the root canal irrigation protocol commonly proposed is to use 2.5% NaOCl during the chemomechanical preparation and a sequential final irrigation with 17% EDTA, 2.5% NaOCl, and 2% CHX, the association of these solutions produces an orange– brown precipitate which forms a chemical smear layer and reduces the dentinal permeability. (Zehnder, 2006; Basrani et al., 2007; Krishnamurthy and Sudhakaran, 2010; Akisue et al., 2010; Do Prado et al., 2013). However, its effects

are still unknown in the push-out bond strength of the root canal filling on the radicular dentin. Therefore, the aim of this study was to evaluate the magnitude of the presence of the debris and smear layer after final irrigation with different formulations of 2% CHX and its effect on the push-out bond strength of an epoxy-based sealer on the root canal dentin.

## MATERIALS E METHODS

### Evaluation of the Presence of “*Debris*” and “*Smear Layer*”

The research protocol was authorized by the Ethical Committee Research of the São Paulo State University, Brazil (Dental School, UNESP, Araraquara). Fifty extracted single-rooted human teeth were radiographed to select only those with a similar anatomy and kept in 0.1% thymol solution, at 4°C. The selected teeth were decoronated 16 mm from the anatomic apex. The working length was established 1 mm short of the apical foramen. After the initial exploration with a #15K-file (Maillefer, Ballaigues, Switzerland), the root canals were prepared using ProTaper rotary instruments (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) until the F5 instrument, according to the manufacturer's recommendations. Between each instrument, 5 mL of 2.5% NaOCl was used for irrigation for 1 min. The radicular apex was sealed with heated wax and at each change of rotary instrument the root canals were irrigated with 5 mL of 2.5% NaOCl (Asfer, São Bernardo do Campo, São Paulo, Brazil). After the chemomechanical preparation was completed, the root canals were filled with 17% EDTA (Biodynamics, Ibirapuã, PR, Brazil), maintained for 3 min and again irrigated with 5 mL of 2.5% NaOCl, aspirated and dried with F5 absorbent paper points (ProTaper, Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland).

The teeth were randomly divided into five groups (n=10), according to the final irrigation protocol: G1 (control), use only 17% EDTA and 2.5% NaOCl for 3 min each; G2 (CHX solution), similar to G1, but after irrigation with NaOCl solution, aspiration and drying, the root canal was filled 2% CHX solution (FGM, Joinville, SC, BR); G3 (CHX gel): similar to G2 but using 2% chlorhexidine digluconate gel (Essential Pharma, Itapetininga, SP, BR); G4 (Concepsis): similar to G2 but using 2% CHX modified solution (Concepsis, Ultradent, South Jordan, UT), and G5 (CHX Plus):

similar to G2 but using 2% chlorhexidine digluconate associated with a surfactant (Vista Dental Products, Racine, WI). The chlorhexidine formulations were kept intracanal for 3 min. All root canals were again aspirated and dried with F5 absorbent paper points. In sequence, the teeth were split along their long axis and one half of each specimen was dehydrated and processed in accordance with previous studies (Kuga et al., 2012; Aranda-Garcia et al., 2013).

The specimens were examined under SEM (JEOL, Tokyo, Japan), operating at 10 kV. Magnifications of 500X and 2000X were used to respectively evaluate the debris and smear layer after the applications of different irrigation protocols, at the cervical-medium and medium-apical radicular segments. In each root canal segment, four areas were demarcated, analyzed, and the scores were obtained. The debris and smear layer presence scores were in accordance with the criteria used by Hulsmann et al. (1997). The scores assigned to each group and segments were submitted to the Kruskal Wallis and Dunn tests ( $P=0.05$ ).

### **Evaluation of the *Push-Out* Test**

Fifty extracted canines for periodontal reasons with similar characteristics were selected from patients, with ages between 50 and 70 years. The crowns were sectioned using a water-cooled diamond bur (Medical burs Ind. and Com., Cotia, São Paulo, Brazil), obtaining a root length of 16 mm, and the working length established 1 mm short of the apex. The root canal's chemomechanical preparations and the group divisions were performed as previously described in the SEM analysis. All the root canals were dried with absorbent paper points and filled with the single cone technique using a F5 gutta-percha point (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) and AH Plus sealer (Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Germany), as described by Rodrigues et al. (2012). The quality of the root canal filling was checked

radiographically, cut at the cervical level and vertically condensed. The roots were stored at 37°C and 100% humidity for 7 days. Subsequently, the roots were vertically positioned and centered in a plastic matrix (16.5 cm diameter X 15.0 mm in length) and embedded in polyester resin (Maxi Rubber, Diadema, São Paulo, Brazil). All specimens remained intact for 24 h.

The roots were then sectioned perpendicular to the longitudinal axis of the root using a slow-speed diamond saw (Isomet; Buehler, Lake Bluff, IL) under water-cooling. Three sections were obtained at a thickness of  $2.0 \pm 0.1$  mm, in the apical, middle, and cervical thirds of each root. The cervical, middle, and apical sections were obtained 1.0, 5.0, and 10.0 mm from the cervical side of the root. The push-out bond strength was performed using an electromechanical testing machine (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil). A 1.30, 0.9, and 0.5 mm diameter cylindrical stainless steel plunger, applying a constant compressive load at a crosshead speed of 0.5 mm/min, was positioned respectively in the cervical, middle, and apical thirds, so that it only contacted the filling material. The values of displacement were recorded in N and transformed into tension (MPa) using the formula according to Skidmore et al. (2006). The results obtained for each third were submitted to the Kruskal Wallis and Dunn tests ( $P=0.05$ ). After the push-out bond strength test, the failure modes were analyzed by examining each de-bonded specimen under a stereomicroscope (Leica Microsystems, Wetzlar, Germany) at 40X magnification. The failures were classified according to Huffman et al. (2009): adhesive failure: along the sealer-dentine interface; cohesive: within the sealer, or mixed failures: that consisted of partial adhesive failure along the dentinal walls and partial cohesive failure within the sealer.

## RESULTS

### Evaluation of the Presence of “*Debris*” and “*Smear Layer*”

The representative images of the presence of the “*debris*” and “*smear layer*” in the cervical- medium and medium-apical segments are shown respectively in Figures 1 and 2, after the final irrigation with 2.5% NaOCl and 17% EDTA (control) or with several 2% CHX formulations. G1 showed a lower presence of debris and smear layer, in both segments, than the other groups ( $P<0.05$ ). There were no differences between G2, G3, G4, and G5, in both radicular segments ( $P>0.05$ ). Through SEM analysis of the representative images, debris-covered area in cervical-medium segment, in control and experimental groups shows nearly 5 and 25% of the total dentin area, whereas in medium apical segment these values were nearly 3 and 30%, respectively. On the other hand, smear-covered area in cervical-medium segment, in control and experimental groups shows nearly 10 and 25% of the total dentin area, whereas in medium-apical segment these values were nearly 10 and 40%, respectively. Tables 1 and 2 show the assigned values (median, minimum, and maximum) of the obtained images in the cervical-medium and medium-apical, respectively, for the presence of the debris and smear layer on the root dentin.

### Evaluation of the Push-Out Bond Strength Test

Regardless of the root third evaluated, there were no differences between G1 (control group) and the other experimental groups ( $P>0.05$ ), when an epoxy-based sealer was used. G2, G3, G4, and G5 provided similar bond strength values of the root canal filling when AH Plus sealer was used, when compared with G1 ( $P>0.05$ ). The groups that used 2% chlorhexidine digluconate (G2, G3, G4, and G5) showed similar results when compared with each other ( $P>0.05$ ). The median (minimum and maximum) values, in experimental groups were: (a) cervical third: G1-1.80 (1.01–

5.67); G2-1.70 (0.75–3.93); G3-1.83(0.29–3.19); G4-1.80(0.95–2.73); G5-1.98(1.31–3.72); (b) middle third: G1–2.73 (2.20–4.06); G2-2.42 (0.77–4.22); G3- 2.57 (0.61–5.74); G4-2.10 (1.28–3.48); G5-2.92 (1.76– 4.46); (C) apical third: G1–3.60 (2.02–4.06); G2–3.14 (1.76–4.62); G3-3.75 (1.66–5.91); G4-2.60 (1.64–4.22); G5-3.86 (2.00–5.29).

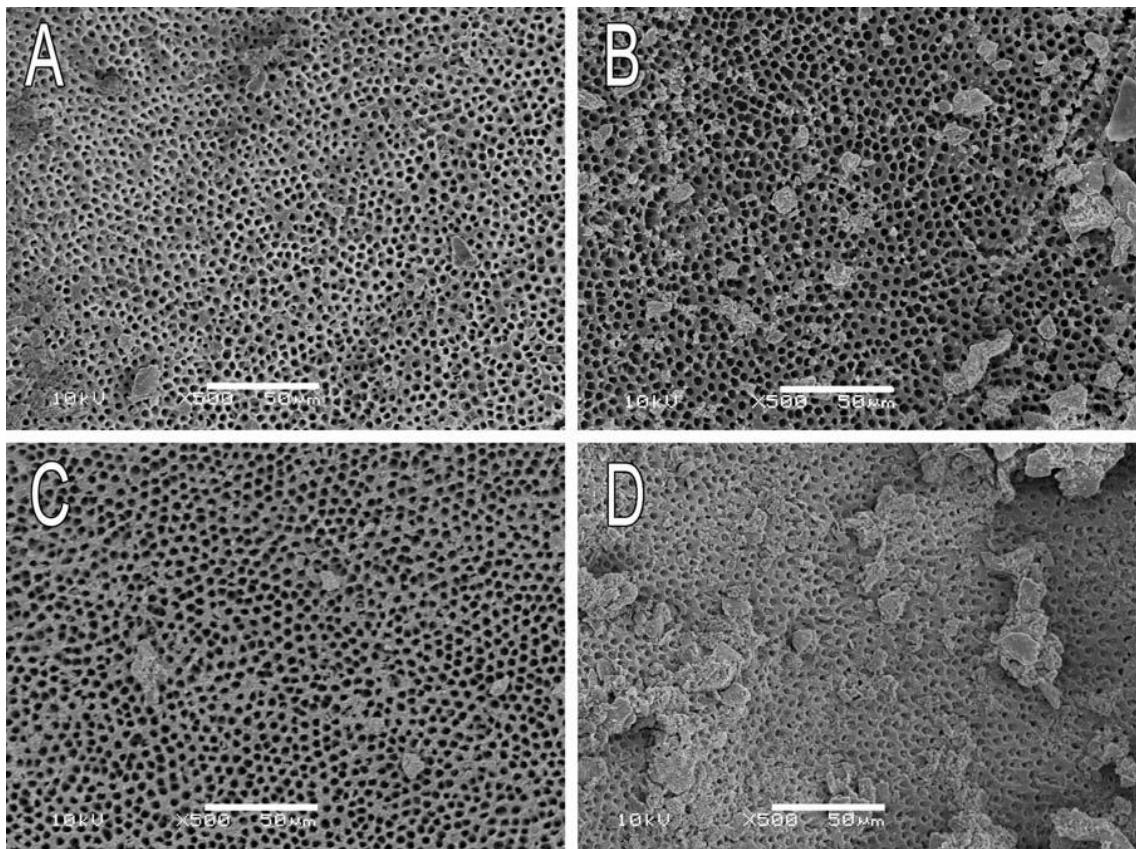


Fig. 1. Control group (A - cervical-medium segment, C - medium-apical segment) and representative images of debris on the root canal dentin in the 2% CHX solution and gel, Concepsis, and CHX Plus groups (B - cervical-medium segment, D - medium-apical segment). Scale bar 5500 mm.

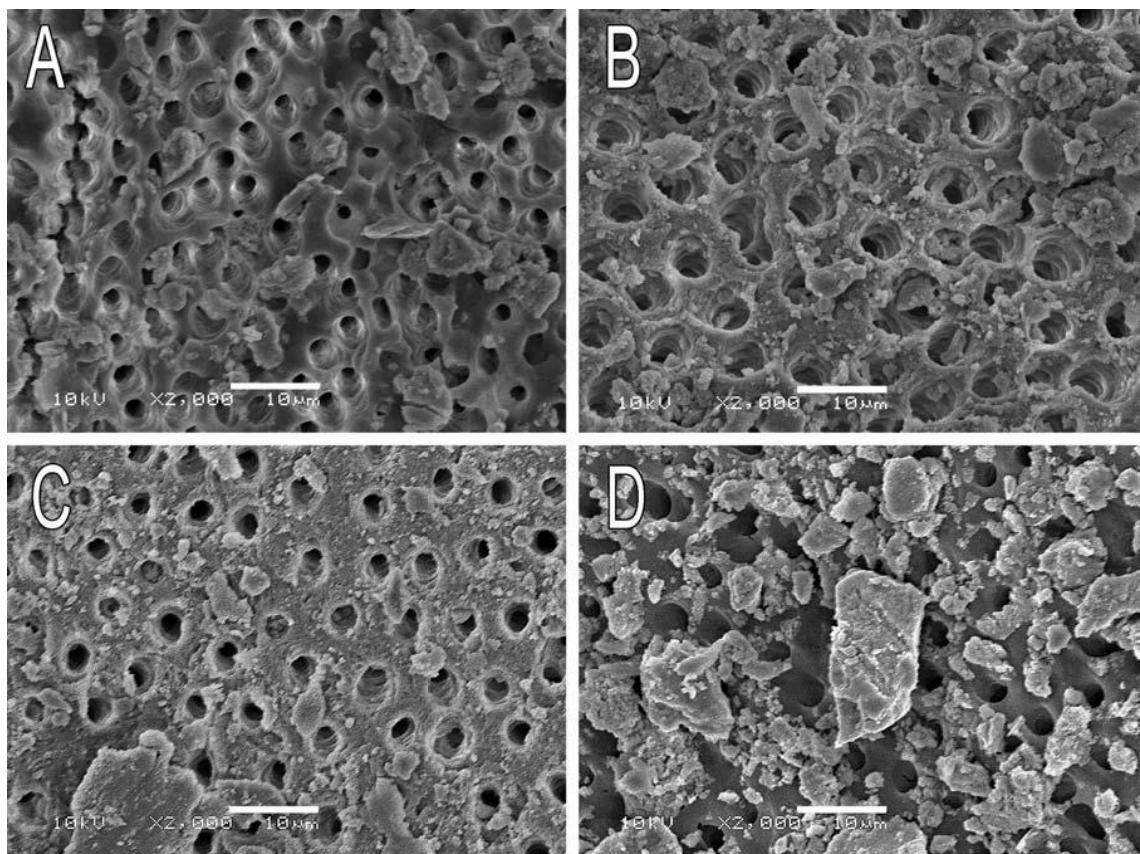


Fig.2. Control group (A - cervical-medium segment, C - medium-apical segment) and representative images of the smear layer on the root canal dentin in the 2% CHX solution and gel, Concepsis, and CHX Plus groups (B - cervical-medium segment, D - medium-apical segment). Scale bar=2,000  $\mu\text{m}$ .

TABLE 1. Values attributed to presence of *debris* in the cervical medium (CM) and medium-apical (MA) segments

segments		G1	G2	G3	G4	G5
CM	Median	1 <sup>a</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>
	Q1-Q3	1-1	2-2	2-2	2-2	2-2
	Min-Max	1-2	1-3	2-3	2-3	1-3
MA	Median	1 <sup>a</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>
	Q1-Q3	1-1	2-2	2-2	2-2	2-2
	Min-Max	1-2	2-3	2-3	2-3	2-3

<sup>a,b</sup> Different letters in the same segment indicate a statistical difference ( $P<0.05$ ). CM, cervical-medium segment; MA, medium-apical; Q1, first quartile; Q3, third quartile; Min, minimum; Max, maximum. G1 - control group; G2 - 2% CHX solution; G3 - 2% CHX gel; G4 - Concepsis; G5 - CHX Plus.

TABLE 2. Values attributed to presence of *smear layer* in the cervical-medium (CM) and medium-apical (MA) segments

segments		G1	G2	G3	G4	G5
CM	Median	1 <sup>a</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>
	Q1-Q3	1-1.75	2-2	2-2	2-2	2-2
	Min-Max	1-2	2-3	2-3	2-3	2-3
MA	Median	1 <sup>a</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>	2 <sup>b</sup>
	Q1-Q3	1-1.75	2-2.75	2-3	2-2.75	2-2.75
	Min-Max	1-2	2-3	2-3	2-3	2-3

<sup>a,b</sup>Different letters in the same segment indicate a statistical difference ( $P<0.05$ ). CM, cervical-medium segment; MA, medium-apical segment; Q1, first quartile; Q3, third quartile; Min, minimum; Max, maximum. G1 - control group; G2 - 2% CHX solution; G3 - 2% CHX gel; G4 - Concepsis; G5 - CHX Plus.

Figure 3 shows the push-out bond strength values between the groups (in MPa) in the cervical, middle, and apical radicular thirds. The failure analysis showed that mixed failure mode was predominant in all groups, independent of the radicular thirds.

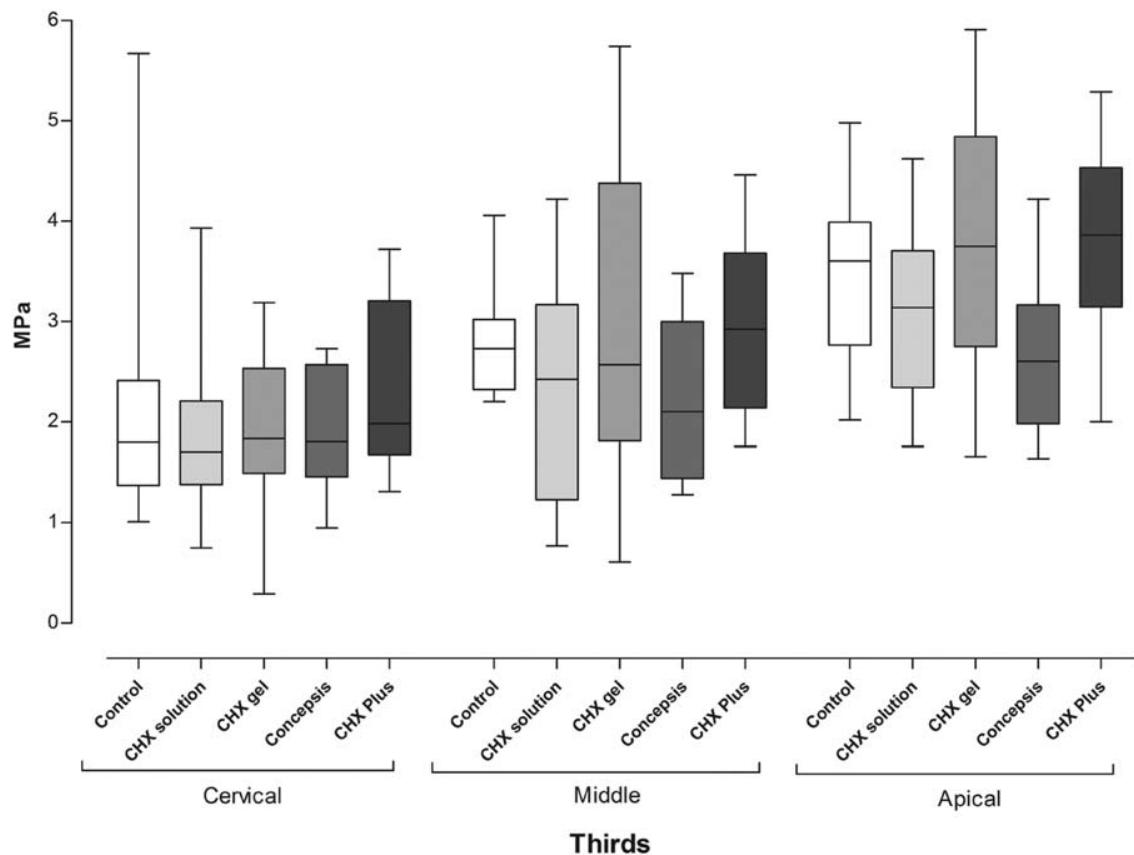


Fig.3. Comparison of push-out bond strength values (in MPa) for various final irrigation protocols in the different radicular thirds.

## DISCUSSION

The CHX formulations used in the final irrigation provided a chemical precipitation of debris and smear layer on the radicular dentin, both in the cervical-medium and medium-apical segments, higher than the irrigation protocol with 17% EDTA and 2.5% NaOCl. However, these residues did not interfere in the push-out bond strength of the epoxy-based sealer (AH Plus) on the radicular dentin. In the control group (G1), the final irrigation with 17% EDTA and 2.5% NaOCl provided the radicular dentin surface with a low incidence of debris and smear layer, in accordance with previous studies (Torabinejad et al., 2002; Zehnder, 2006; Violich and Chandler, 2010). On the other hand, the slight residues precipitation on the root canal dentin observed in G2, G3, G4, and G5 were also observed in other studies (Bui et al., 2008; Do Prado et al., 2013).

Initially, it was believed that this precipitate consisted principally of 4-chloroaniline or parachloroaniline (Basrani et al., 2007; Basrani et al., 2010). However, recent studies have shown that the amount of parachloroaniline (PCA) present in the precipitate is minimum, being mainly composed of parachlorophenylurea (PCU) and parachlorophenylguanidyl-1,6-diguanidyl-hexane (PCGH) (Thomas and Sem, 2010; Nowicki and Sem, 2011). In the current study, this precipitate may have occurred because no solution had been used between the NaOCl solution and CHX formulations (Krishnamurthy and Sudhakaran, 2010; Do Prado et al., 2013). The residues precipitation intensity on the radicular dentin is related to the maintenance of the root canal filled with NaOCl before the use of CHX (Bui et al., 2008). In the current study, before the use of several formulations of CHX, the root canal was aspirated and dried with an absorbent paper point. Therefore, there was only a slight residues precipitation on the radicular dentin, as also

observed by Bui et al. (2008). Several methodologies were used to evaluate presence of debris and/or smear layer on radicular dentin (Hulsmann et al., 1997; Torabinejad et al., 2002; Lottandi et al., 2009; De-Deus et al., 2011). Lottandi et al. (2009) used backscattered SEM images of root canal trans-sections to determine the pattern of the dentinal in-depth demineralization and concluded that tubular sclerotic dentin areas were present along the whole radicular extension, mainly in apical third. Based in this observation, they suggested the existence of possible errors when debris/smear layer-covered dentin areas were evaluated only through conventional SEM qualitative analysis. Thus, De-Deus et al. (2011) developed an optical microscopy method (CSOM) which allows longitudinal observation of a predetermined dentin area and provides quantitative data of the changes in dentinal substrate. However, in these studies the dentinal substrate was underwent some kind of demineralization action and smear layer-covered area was immediately analyzed. In contrast, our study evaluated the precipitates formed only after the use of several formulations containing chlorhexidine.

Moreover, as in all groups the initial treatment was similar, using 2.5% NaOCl and 17% EDTA, the precipitate formed on radicular dentin in experimental groups were consequently derived from chemical reaction between chlorhexidine solutions and NaOCl, designated “chemical smear layer” (Do Prado et al., 2013).

Therefore, in this case the method proposed by Hulsmann et al. (1997) is coherent to evaluate the precipitate-covered area and routinely used to evaluate the presence of residues on radicular dentin (Kuga et al., 2012; Aranda-Garcia et al., 2013), although only provide qualitative analysis.

The effect of the presence of the debris and smear layer in the push-out bond strength on the radicular dentin using an epoxy-based sealer was null, in all radicular

thirds. The chemical endodontic sealer composition used may have also contributed to the similarity of the results between the groups. When the dentine is pre-treated with 2% CHX, the contact angle formed between the surface and the epoxybased sealer (AH Plus) is significantly lower, increasing the dentinal adhesion of the endodontic sealer, regardless of the presence of the smear layer (de Assis, 2011).

There is no correlation between the intradental epoxy-based endodontic sealer penetration and its adhesion in the radicular dentin (Saleh et al., 2003). On the other hand, dentinal adhesion for this sealer is attributed to a chemical reaction with the collagen dentin amine group establishing a covalent bond between the epoxy resin and dentinal surface (Lee et al., 2002). The AH Plus, an epoxy-based endodontic sealer, was used in this study because in the push-out bond strength test, it is a gold standard sealer for comparison (Aranda-Garcia et al., 2013).

Therefore, in the current study, since the chemical residues precipitation on the root canal dentin surface was slight, possibly due to the aspiration and drying procedures, the largest surface area without the debris and smear layer compensated the area of obstructed dentinal tubules by residues, providing the similarity of push-out bond strength values between several groups, regardless of the 2% CHX formulation and radicular thirds. All 2% CHX provides residues precipitation, regardless of the gel or liquid formulations with or without a surfactant. The 2% CHX is a substance recommended to complement the 2.5% NaOCl in endodontic irrigation protocols.

Despite the possible chemical combinations, these solutions can produce residues precipitation on the radicular dentin, and its effect on the adhesion of the epoxy-based sealer in the radicular dentin is insignificant, since the root canal had been previously aspirated and dried. However, longitudinal studies on the impact of

the persistence of these residues on the radicular dentin and its biological and microbiological effects are still required to be studied.

## CONCLUSION

The formulations of 2% CHX (solution, gel, Concepsis and CHX-Plus) used as a final irrigation protocol caused higher precipitation of the debris and smear layer on the root canal dentin than the 17% EDTA and 2.5% NaOCl irrigation protocol, both in the cervical medium and medium apical segments. But, these residues did not interfere in the push-out bond strength of the epoxy-based endodontic sealer (AH Plus) on the root canal dentin, in all radicular thirds.

## REFERENCES

1. Akisue E, Tomita VS, Gavini G, Poli de Figueiredo JA. 2010. Effect of the combination of sodium hypochlorite and chlorhexidine on dentinal permeability and scanning electron microscopy precipitate observation. *J Endodont* 36:847–850.
2. Aranda-Garcia AJ, Kuga MC, Vitorino KR, Chávez-Andrade GM, Duarte MAH, Bonetti-Filho I, Faria G, Só MVR. 2013. Effect of the root canal final rinse protocols on the debris and smear layer removal and on the push-out strength of an epoxy-based sealer. *Microsc Res Tech* 76:533–537.
3. Basrani BR, Manek S, Sodhi RN, Fillery E, Manzur A. 2007. Interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate. *J Endodont* 33:966–969.
4. Basrani BR, Manek S, Mathers D, Fillery E, Sodhi RN. 2010. Determination of 4-chloroaniline and its derivatives formed in the interaction of sodium hypochlorite and chlorhexidine by using gas chromatography. *J Endodont* 36:312–314.
5. Bui TB, Baumgartner JC, Mitchell JC. 2008. Evaluation of the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate and its effect on root dentin. *J Endodont* 34:181–185.
6. Chandra A. 2009. Discuss the factors that affect the outcome of endodontic treatment. *Aust Endod J* 35:98–107.
7. Clark-Holke D, Drake D, Walton R, Rivera E, Guthmiller JM. 2003. Bacterial penetration through canals of endodontically treated teeth in the presence or absence of the smear layer. *J Dent* 31:275–281.
8. de Assis DF, Prado M, Simão RA. 2011. Evaluation of the interaction between endodontic sealers and dentin treated with different irrigant solutions. *J Endodont* 37:1550–1552.

9. De-Deus G, Reis C, Paciornik S. 2011. Critical appraisal of publish smear layer-removal studies: Methodological issues. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 112:531–543.
10. Do Prado M, Simão RA, Gomes BP. 2013. Evaluation of different irrigation protocols concerning the formation of chemical smear layer. *Microsc Res Tech* 76:196–200.
11. Dornelles-Morgental R, Guerreiro-Tanomaru JM, de Faria-Junior NB, Hungaro-Duarte MA, Kuga MC, Tanomaru-Filho M. 2011. Antibacterial efficacy of endodontic irrigating solutions and their combinations in root canals contaminated with *Enterococcus faecalis*. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 112:396–400.
12. Huffman BP, Mai S, Pinna L, Weller RN, Primus CM, Gutmann JL, Pashley DH, Tay FR. 2009. Dislocation resistance of ProRoot Endo Sealer, a calcium silicate-based root canal sealer, from radicular dentine. *Int Endod J* 42:34–46.
13. Hülsmann M, Rümmelin C, Schäfers F. 1997. Root canal cleanliness after preparation with different endodontic handpieces and hand instruments: A comparative SEM investigation. *J Endodont* 23: 301–306.
14. Krishnamurthy S, Sudhakaran S. 2010. Evaluation and prevention of the precipitate formed on interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine. *J Endodont* 36:1154–1157.
15. Kuga MC, Gouveia-Jorge E, Tanomaru-Filho M, Guerreiro-Tanomaru JM, Bonetti-Filho I, Faria G. 2011. Penetration into dentin of sodium hypochlorite associated with acid solutions. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 112:e155–e159.

16. Kuga MC, Só MVR, de Faria-Junior NB, Keine KC, Faria G, Fabrício S, Matsumoto MA. 2012. Persistence of resinous cement residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Microsc Res Tech* 75:982–985.
17. Lee KW, Willians MC, Camps JJ, Pahsley DH. 2002. Adhesion of endodontic sealers to dentin and gutta-percha. *J Endodont* 28:684–688.
18. Lindblad RM, Lassila LVJ, Salo V, Vallittu PK, Tjäderhane L. 2010. Effect of chlorhexidine on initial adhesion of fiber-reinforced post to root canal. *J Dent* 38:796–801.
19. Lottandi S, Gautschi H, Sener B, Zehnder M. 2009. Effects of ethylenediaminetetraacetic, etidronic and peracetic acid irrigation on human root dentine and the smear layer. *Int Endod J* 42:335–343.
20. Mohammadi Z, Abbott PV. 2009. Antimicrobial substantivity of root canal irrigants and medicaments: A review. *Aust Endod J* 35:131– 139.
21. Nowicki JB, Sem DS. 2011. An in vitro spectroscopic analysis to determine the chemical composition of the precipitate formed by mixing sodium hypochlorite and chlorhexidine. *J Endodont* 37: 983–988.
22. Oliveira DP, Barbizam JV, Trope M, Teixeira FB. 2007. In vitro antibacterial efficacy of endodontic irrigants against *Enterococcus faecalis*. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 103:702– 706.
23. Pereira MS, Faria G, Bezerra da Silva LA, Tanomaru-Filho M, Kuga MC, Rossi MA. 2012. Response of mice connective tissue to intracanal dressings containing chlorhexidine. *Microsc Res Tech* 75:1653– 1658.
24. Rodrigues A, Bonetti-Filho I, Faria G, Andolfatto C, Camargo Vilella Berbert FL, Kuga MC. 2012. Percentage of gutta-percha in mesial canals of mandibular

- molars obturated by lateral compaction or single cone techniques. *Microsc Res Tech* 75:1229–1232.
25. Saleh IM, Ruyter IE, Haapasalo MP, Orstavik D. 2003. Adhesion of endodontic sealers: Scanning electron microscopy and energy dispersive spectroscopy. *J Endodont* 29:595–601.
26. Shen Y, Qian W, Chung C, Olsen I, Haapasalo M. 2009. Evaluation of the effect of two chlorhexidine preparations on biofilm bacteria in vitro: A three dimensional quantitative analysis. *J Endodont* 35: 981–985.
27. Skidmore LJ, Berzins DW, Bahcall JK. 2006. An in vitro comparison of the intraradicular dentin bond strength of Resilon and gutta-percha. *J Endodont* 32:963–966.
28. Só MVR, Vier-Pelisser FV, Darcie MS, Smaniotto DGR, Montagner F, Kuga MC. 2011. Pulp tissue dissolution when the use of sodium hypochlorite and EDTA alone or associated. *Revista Odonto Ci^encia* 26:156–160.
29. Thomas JE, Sem DS. 2010. An in vitro spectroscopic analysis to determine whether para-chloroaniline is produced from mixing sodium hypochlorite and chlorhexidine. *J Endodont* 36:315–317.
30. Torabinejad M, Handysiders R, Khademi AA, Bakland LK. 2002. Clinical implications of the smear layer in endodontics: A review. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 94:658–666.
31. Violich DR, Chandler NP. 2010. The smear layer in endodontics – A review. *Int Endod J* 43:2–15.
32. Zand V, Lotfi M, Rahimi S, Mokhtari H, Kazemi A, Sakhamanesh V. 2010. A comparative scanning electron microscopic investigation of the smear layer after

- the use of sodium hypochlorite gel and solution forms as root canal irrigants. *J Endodont* 36:1234–1237.
33. Zehnder M. 2006. Root canal irrigants. *J Endodont* 32:389–398.
34. Wang Z, Shen Y, Ma J, Haapasalo M. 2012. The effect of detergents on the antibacterial activity of disinfecting solutions in dentin. *J Endodont* 38:948–953.

### 3.2 CAPITULO 2

Effectiveness of several solutions in prevention of the precipitate formed on the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine and its effect on the bond strength of an epoxy-based sealer.\*

\*Artigo aceito no International Endodontic Journal.

## ABSTRACT

To evaluate the effectiveness of isopropyl alcohol, saline or distilled water to prevent the precipitate formed between sodium hypochlorite (NaOCl) and chlorhexidine (CHX) and its effect on the bond strength of an epoxy-based sealer in radicular dentine. **Methodology** Fifty extracted human canines ( $n = 10$ ) were instrumented. In G1, root canals were irrigated with 17% EDTA and 2.5% NaOCl; G2, procedures similar to G1, except that 2% CHX was used as final irrigation. In the other groups, intermediate flushes with isopropyl alcohol (G3), saline (G4) or distilled water (G5) were used between NaOCl and CHX. The specimens were submitted to SEM analysis to evaluate the presence of debris and smear layer, in the apical and cervical segments. In sequence, fifty extracted human canines were distributed into five groups ( $n = 10$ ), similar to the SEM study. After the obturation, the roots were sectioned transversally to obtain dentine slices, in the cervical, middle and apical thirds. The specimens were submitted to a push-out bond strength test using a electromechanical testing machine. The statistical analysis for studies were performed using the Kruskal Wallis and Dunn's tests ( $\alpha = 5\%$ ). **Results** All groups presented similar amount of residues precipitated on the radicular dentine ( $P > 0.05$ ). The push-out bond strength values were similar for all groups, independently of the radicular third evaluated ( $P > 0.05$ ). **Conclusions** Isopropyl alcohol, saline or distilled water failed to prevent the precipitation of residues on the root canal dentine, but these residues did not interfere on the push-out bond strength of the obturation.

**Keywords:** endodontics, dentine, debris, scanning electron microscopy, smear layer

## INTRODUCTION

The organic and inorganic tissues dissolving ability and antimicrobial effects associated with low toxicity to periapical tissue are desirable properties of endodontic irrigation solutions (Hauman & Love 2003, Haapasalo *et al.* 2010). Sodium hypochlorite (NaOCl) is the irrigating solution most commonly used during root canal therapy because of its effective physicochemical and antibacterial properties (Mohammadi 2008, Dornelles- Morgental *et al.* 2011, Kuga *et al.* 2011, Só *et al.* 2011). However, there are some disadvantages for NaOCl, such as toxicity to tissues and potentially allergenic (Pontes *et al.* 2008), and if accidentally extruded out of the root canal, can result in destructive tissue damage (Ehrich *et al.* 2007). Thus, alternative substances, such as 2% chlorhexidine digluconate have been suggested to replace NaOCl (Mohammadi & Abbott 2009a). Chlorhexidine is a cationic molecule, which disrupts the membranes of bacteria and has a wide range of antimicrobial activity (Sena *et al.* 2006). Its chemical structure provides a unique property designed substantivity (Mohammadi & Abbott 2009b). Despite its satisfactory biological property, chlorhexidine has a practically disproved tissue dissolution capacity (Naenni *et al.* 2004, Pereira *et al.* 2012). Therefore, the utilization of chlorhexidine is interesting only as a supplemental final irrigation solution after NaOCl and EDTA irrigation (Zehnder 2006, Baldissera *et al.* 2012).

A problem with this irrigation protocol is that with the use of chlorhexidine gluconate, simultaneously or after the use of NaOCl, it produces an orange-brown precipitate (Basrani *et al.* 2007). It is assumed that this precipitate contains parachloroaniline (PCA), which has been shown to be toxic (Chhabra *et al.* 1991, Pereira *et al.* 2012). Another problem is that this precipitate can lead to dental discoloration and might interfere with the sealing of the root canal filling (Vivacqua-

Gomes *et al.* 2002, Bui *et al.* 2008). However, the chemical composition of this precipitate is questionable because through nuclear magnetic resonance spectroscopy analysis, it has been observed that a mixture of NaOCl and chlorhexidine acetate does not produce PCA (Thomas & Sem 2010).

The products appear to be parachlorophenylurea (PCU) and parachlorophenylguanidyl-1,6-diguanidyl-hexane (PCGH) (Nowicki & Sem 2011). On the other hand, it has also been shown that mixing EDTA with CHX also creates a white precipitate without PCA (Rasimick *et al.* 2008). To avoid the formation of this precipitate, an intermediate intracanal flush with isopropyl alcohol or 50% citric acid has been recommended to remove residues of NaOCl, before the use of CHX (Krishnamurthy & Sudhakaran 2010, Mortenson *et al.* 2012). Isopropyl alcohol prevents formation of the precipitate, while saline, distilled water or citric acid only minimizes it (Krishnamurthy & Sudhakaran 2010). However, this study was evaluated by stereomicroscopy and there is no study that evaluates the effectiveness of these solutions, in removal of NaOCl residues and thus preventing the formation of precipitates, thorough scanning electron microscopy (SEM) analysis on root canal dentine, as well as its effect on the push-out bond strength of epoxy-based sealer in root canal dentine.

The aim of this study was to compare the effectiveness of different irrigation protocols between NaOCl and 2% CHX irrigation solutions (isopropyl alcohol, saline or distilled water) to prevent the precipitates formation and its effect on the push-out bond strength of an epoxy-based sealer on root canal dentine.

## MATERIAL E METHODS

### ***Debris and smear layer removal analysis***

The research protocol was authorized by the Ethical Committee Research of the São Paulo State University, Brazil (Dental School, UNESP, Araraquara). Fifty extracted human canines were radiographed to select only those with a similar radicular morphology. The selected teeth were decoronated 17 mm from the anatomic apex.

The working length was established 1 mm short of the apical foramen. The root canals were prepared using ProTaper rotary instruments (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) until F5 instrumentation. After each instrument, the root canal was irrigated with 5 mL 2.5% NaOCl. As an irrigation final protocol, the root canal was filled with 17% EDTA (Biodinâmica, Ibiporã, Brazil), maintained for 3 minutes and neutralized with 5mL of 2.5% NaOCl. The root canal was aspirated and dried with paper points. Heat was used to seal the apical foramen. In sequence, the roots were assigned to 5 groups ( $n = 10$ ) according to the irrigation protocol: G1 (control group), a new irrigation with 5 mL 2.5% NaOCl was performed; G2- similar to G1, except that after the use of 2.5% NaOCl, the root canal was aspirated and dried with paper points, and a final irrigation with 5 mL 2% CHX digluconate (FGM, Joinville, PR, Brazil) was performed; G3, G4 and G5 were similar to G2, but received intermediate flushes between the last two solutions, with 5 mL of isopropyl alcohol (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA), saline or distilled water, respectively. The root canals were aspirated and dried with paper points, between each solution change and in the final treatment. Next, the teeth were split along their long axis and one half of each specimen was dehydrated and processed in accordance to Kuga *et al.* (2012a). The specimens were examined under SEM (JEOL Ltda, Tokyo, Japan),

operating at 10 kV. Magnifications of 500X and 2000X were used to respectively evaluate the debris and smear layer removal ability by the irrigating protocols, at the cervical and apical root canal segments. In each root canal segment, four areas were demarcated, analyzed and the scores were obtained.

The debris and smear layer removal scores were in accordance to the criteria used by Hülsmann *et al.* (1997). The data was analyzed statistically by the Kruskal Wallis and Dunn's tests, at a 5% significance level.

### **Push-out bond strength test**

Fifty extracted human maxillary canines with similar characteristics were selected. The crown portions were sectioned using a water-cooled diamond bur (Medical burs Ind. and Com. Ltda, Cotia, São Paulo, Brazil), obtaining a root length of 16 mm, and the working length established 1 mm short of the apex. All teeth were instrumented using ProTaper rotary instruments (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) until F5 instrumentation. The root canals were irrigated with 2.5% NaOCl. After the instrumentation, the roots were divided into 5 groups ( $n = 10$ ), as previously described in the debris and smear layer removal analysis. The irrigating procedures were done with the same protocols described in the debris and smear layer removal analysis. In sequence, all the root canals were dried with paper points and filled with the single cone technique using a F5 gutta-percha point (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) and AH Plus sealer (Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Germany). The roots were stored at 37°C and 100% humidity for 7 days. After this period, the specimens were vertically positioned in a circular plastic matrix and embedded in polyester resin. All specimens remained intact for 24 hrs. The roots were then sectioned perpendicular to the longitudinal axis of the root using a slow-speed diamond saw (Isomet; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA) under watercooling.

Three sections were prepared at a thickness of 2.0 mm + 0.1, in the apical, middle and coronal thirds of each root. The cervical, middle and apical sections were obtained 1, 5 and 10 mm from the cervical side of the root, respectively. The push-out bond strength was performed using a universal testing machine (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil). A 1.30 mm, 0.9 mm and 0.5 mm diameter cylindrical stainless-steel plunger, applying a constant compressive load at a crosshead speed of 0.5 mm/min, was positioned respectively in the cervical, middle and apical thirds, so that it only contacted the filling material. The values at the time of displacement were recorded in N and transformed into tension (MPa) using the formula described by Skidmore *et al.* (2006).

The results obtained for each third were submitted to the Kruskal Wallis and Dunn's test, at a 5% significance level. After the push-out bond strength test, the failure modes were analyzed by examining each de-bonded specimen under a stereomicroscope (Leica Microsystems, Wetzlar, Germany) at 40X magnification. The failures were classified according to Huffman *et al.* (2009): adhesive failure: along the sealer-dentine interface; cohesive: within the sealer, or mixed failures: that consisted of partial adhesive failure along the dentine walls and partial cohesive failure within the sealer

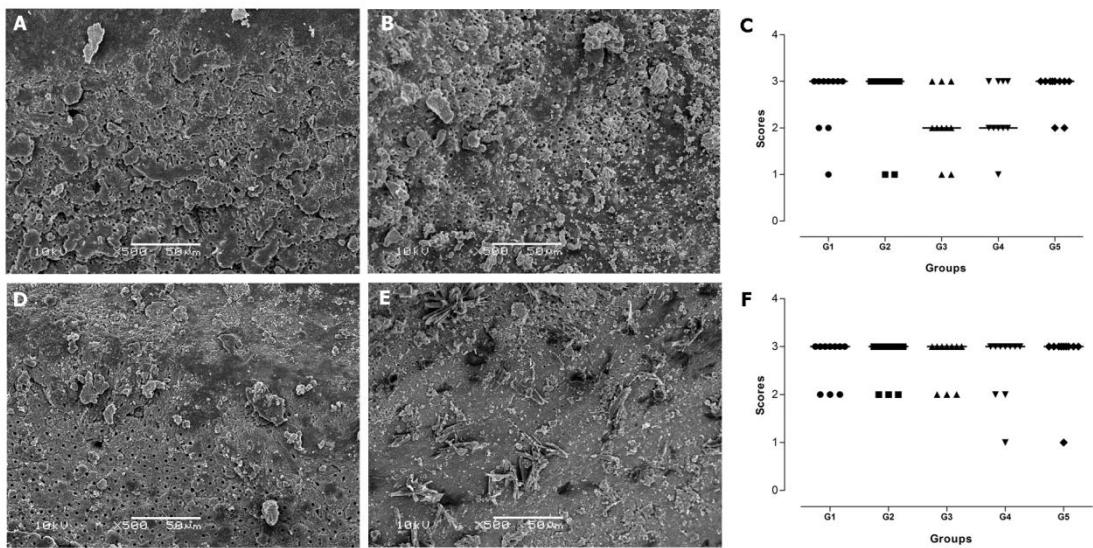
## RESULTS

### ***Debris and smear layer removal***

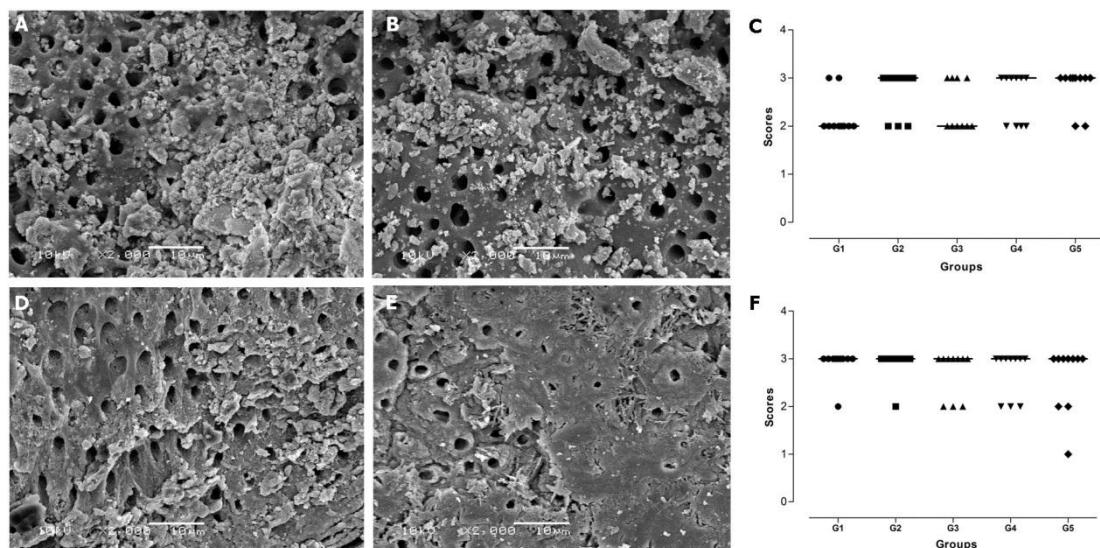
The representative images of the debris and smear layer persistence in the cervical and apical segments are shown respectively in Fig. 1 and 2, after irrigation as described for G1 (control group) and the other groups (G2, G3, G4 and G5). There are no differences between the control and experimental groups ( $P > 0.05$ ), for the debris and smear layer analysis. All groups presented moderate presence of residues on the root canal dentine.

### **Push-out bond strength test and failure mode analysis**

Independent of the root third evaluated, there are no differences between the control and experimental groups ( $P > 0.05$ ), when an epoxy-based sealer was used. The failure analysis showed that mixed failure mode was predominant in all groups, independent of the radicular third. Table 1 shows the push-out bond strength values (in MPa) in several radicular thirds.



**Figure 1** - Control group (A- cervical segment, D- apical segment) and representative images of debris in experimental groups (B- cervical segment, E- apical segment). Scores attributed to: G1- control group; G2- 2%CHX; G3- Isopropyl alcohol; G4- saline, and G5- distilled water, in the cervical (C) and apical (F) segments. 170x85mm (300 x 300 DPI)



**Figure 2** - Control group (A- cervical segment, D- apical segment) and representative images of smear layer in experimental groups (B- cervical segment, E- apical segment). Scores attributed to: G1- control group; G2- 2%CHX; G3- Isopropyl alcohol; G4- saline, and G5- distilled water, in the cervical (C) and apical (F) segments. 170x85mm (300 x 300 DPI).

**Table 1** Push-out bond strength values (in MPa) of an epoxy-based sealer, in several radicular thirds.

		G1	G2	G3	G4	G5
C	Medium	3.44	2.31	4.07	3.78	3.08
	Q1-Q3	2.53-3.89	2.08-2.51	3.35-4.57	2.56-4.65	2.81-3.51
	min-max	1.39-5.78	1.52-5.67	2.46-5.56	1.19-8.12	1.14-5.44
M	medium	4.77	2.73	3.70	4.25	2.32
	Q1-Q3	2.64-6.29	2.34-2.95	1.46-5.67	1.76-6.20	1.46-4.85
	min-max	1.26-7.18	2.21-4.06	1.23-7.88	1.03-9.07	1.23-7.14
A	medium	3.08	5.74	3.61	4.25	3.40
	Q1-Q3	1.75-3.68	3.11-7.36	2.08-6.15	3.92-4.74	2.50-6.18
	min-max	1.16-8.13	3.31-9.34	1.21-9.90	1.34-5.97	1.54-9.34

G1- control group; G2- 2%CHX; G3- isopropyl alcohol; G4- saline, and G5- distilled water; (C) cervical third, (M) middle third, (A) apical third; (Q1) first quartile; (Q3)third quartile;(min), minimum, (max), maximum. There are no significant differences between the groups ( $P > 0.05$ ).

## DISCUSSION

The different irrigation protocols used between NaOCl and 2% CHX digluconate, such as isopropyl alcohol, saline or distilled water, were not effective in preventing residues precipitation on the root canal dentine. However, this precipitate did not interfere on the push-out bond strength of AH Plus sealer in the root canal dentine, while all groups presented similar values to the control group. Several and different methods to evaluate the presence of debris and/or smear layer on the root canal dentine were proposed, but SEM analysis is the most commonly used for endodontic studies (Kuga *et al.* 2010, Kuga *et al.* 2012b). The parameter used to evaluate the amount of residue on the root canal dentine is in accordance with Hülsmann *et al.* (1997). Push-out bond strength is a test frequently used to evaluate the adhesion of endodontic sealer in the root canal dentine (Kandaswamy *et al.* 2011, Baldissera *et al.* 2012).

The experimental groups presented similar amount of debris and smear layer in relation to the control group, possibly due to low interaction between 2.5% NaOCl and 2% CHX, since after each irrigation procedure the root canals were aspirated and dried with paper points. Bui *et al.* (2008) also observed that there is no significant difference in the remaining debris on the root canal dentine after using this association, when compared to 5.25% NaOCl alone.

In the present study, isopropyl alcohol, saline or distilled water did not prevent the formation of precipitate on the root canal dentine. On the other hand, Krishnamurthy & Sudhakaran (2010), using stereomicroscopy analysis, observed that isopropyl alcohol resulted in completely clean canals, whereas saline or distilled water produced a sparse precipitate. However, these authors maintained that the root canal

filled with NaOCl provides a low number of patent tubules than in a root canal previously aspirated (Bui *et al.* 2008).

The ideal for root canal obturation is that the entire root canal space is filled without gaps or voids. Sealers and gutta-percha cones should be formed in a uniform, chemically bonded mass that is bonded to the radicular dentine (Janaen *et al.* 2007). The mixture of NaOCl and CHX causes a reduction of dentinal permeability, significantly in the apical radicular third, creating a “chemical smear layer” (Akisue *et al.* 2010), which adheres to the root canal dentine (Vivacqua-Gomes *et al.* 2002). This could interfere on the bond strength of endodontic sealers in the radicular dentine. However, in the conditions of the present study, push-out bond strength values were similar between groups, due to sparse and heterogeneous residues precipitation, probably because the root canals were aspirated and dried during the irrigation procedures.

Therefore, when irrigation solutions were aspirated and the root canals were dried with paper points, 2.5% NaOCl associated with 2% CHX irrigation provided residues precipitation on the root canal dentine similar to that provided by 2.5% NaOCl irrigation alone.

## CONCLUSION

Isopropyl alcohol, saline or distilled water used between irrigating solutions failed to prevent the precipitation of residues on the root canal dentine. However, the use of different irrigation protocols and precipitate residues did not interfere on the values of the bond strength of epoxy-based sealer (AH Plus) in the root canal dentine. Further studies are needed to define the ideal protocol for irrigation in these situations.

## REFERENCES

1. Akisue E, Tomita VS, Gavini G, Poli de Figueiredo JA (2010). Effect of the combination of sodium hypochlorite and chlorhexidine on dentineal permeability and scanning electron microscopy precipitate observation. *Journal of Endodontics* 36, 847-50.
2. Baldissera R, Rosa RA, Wagner MH, Kuga MC, Grecca FS, Bodanezi A, Frasca LC, Só MV (2012) Adhesion of real seal to human root dentine treated with different solutions. *Brazilian Dental Journal* 23, 521-5.
3. Basrani BR, Manek S, Sodhi RNS, Fillery E, Manzur A (2007) Interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate. *Journal of Endodontics* 33, 966-9.
4. Bui TB, Baumgartner JC, Mitchell JC (2008) Evaluation of the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate and its effect on root dentine. *Journal of Endodontics* 34, 181-5.
5. Chhabra RS, Huff JE, Haseman JK, Elwell MR, Peters AC (1991) Carcinogenicity of p-chloroaniline in rats and mice. *Food and Chemical Toxicology* 29, 119-24.
6. Dornelles-Morgental R, Guerreiro-Tanomaru JM, de Faria-Júnior NB, Hungaro-Duarte MA, Kuga MC, Tanomaru-Filho (2011) Antibacterial efficacy of endodontic irrigating solutions and their combinations in root canals contaminated with *Enterococcus faecalis*. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology* 112, 396-400.
7. Ehrich DG, Brian JD Jr, Walker WA (1993) Sodium hypochlorite accident: inadvertent injection into maxillary sinus. *Journal of Endodontics* 19, 180-2.
8. Haapasalo M, Shen Y, Qian W, Gao Y (2010) Irrigation in endodontics. *Dental Clinics of North America* 54, 291-312.

9. Hauman CH, Love RM (2003) Biocompatibility of dental materials used in contemporary endodontic therapy: a review. Part 1. Intracanal drugs and substances. *International Endodontic Journal* **36**, 75-85.
10. Huffman BP, Mai S, Pinna L, Weller RN, Primus CM, Gutmann JL, Pashley DH, Tay FR (2009) Dislocation resistance of ProRoot Endo Sealer, a calcium silicate-based root canal sealer, from radicular dentine. *International Endodontic Journal* **42**, 34-46.
11. Hulsmann M, Rummelin C, Schafers F (1997) Root canal cleanliness after preparation with different endodontic handpieces and hand instruments dentine: a comparative SEM investigation. *Journal of Endodontics* **23**, 301-6.
12. Jainaen A, Palamara JEA, Messer HH (2007) Push-out bond strengths of the-sealer interface with and without a main cone. *International Endodontic Journal* **40**, 882-90.
13. Kandaswamy D, Venkateshbabu N, Arathi G, Roohi R, Anand S (2011) Effects of various final irrigants on the shear bond strength of resin-based sealer to dentine. *Journal of Conservative Dentistry* **14**, 40-2.
14. Krishnamurthy S, Sudhakaran S (2010) Evaluation and prevention of the precipitate formed on interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine. *Journal of Endodontics* **36**, 1154-7.
15. Kuga MC, Tanomaru-Filho M, Faria G, Só MV, Galletti T, Bavello JR (2010) Calcium hydroxide intracanal dressing removal with different rotary instruments and irrigating solutions: a scanning electron microscopy study. *Brazilian Dental Journal* **21**, 310-4.
16. Kuga MC, Gouveia-Jorge E, Tanomaru-Filho, M, Guerreiro-Tanomaru JM, Bonetti-Filho I, Faria G (2011) Penetration into dentine of sodium hypochlorite

- associated with acid solutions. *Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontology* **112**, e155-9.
17. Kuga MC, So MV, De Faria-junior NB, Keine KC, Faria G, Fabricio S, Matsumoto MA (2012a) Persistence of resinous cement residues in dentine treated with different chemical removal protocols. *Microscopic Research and Technique* **75**, 982-5.
18. Kuga MC, Campos EA, Faria-Junior NB, Só MV, Shinohara AL (2012b) Efficacy of NiTi rotary instruments in removing calcium hydroxide dressing residues from root canal walls. *Brazilian Oral Research* **26**, 19-23.
19. Mohammadi Z. (2008) Sodium hypochlorite in endodontics: an update review. *International Dental Journal* **58**, 329-41.
20. Mohammadi Z, Abbott PV. (2009a) The properties and applications of chlorhexidine in endodontics. *International Endodontic Journal* **42**, 288-302.
21. Mohammadi Z, Abbott PV (2009b) Antimicrobial substantivity of root canal irrigants and medicaments: a review. *Australian Endodontic Journal* **35**, 131-9.
22. Mortenson D, Sadilek M, Flake NM, Paranjpe A, Heling I, Johnson JD, Cohenca N (2012) The effect of using an alternative irrigant between sodium hypochlorite and chlorhexidine to prevent the formation of para-chloroaniline within the root canal system. *International Endodontic Jornal* **45**, 878-82.
23. Naenni N, Thoma K, Zehnder M (2004) Soft tissue dissolution capacity of currently used and potential endodontic irrigants. *Journal of Endodontics* **30**, 785-7.
24. Nowicki JB, Sem DS (2011) An in vitro spectroscopic analysis to determine the chemical composition of the precipitate formed by mixing sodium hypochlorite and chlorhexidine. *Journal of Endodontics* **37**, 983-8.

25. Pereira MS, Faria G, Bezerra da Silva LA, Tanomaru-Filho M, Kuga MC, Rossi MA (2012) Response of mice connective tissue to intracanal dressings containing chlorhexidine. *Microscopic Research and Technique* **75**, 1653-8.
26. Pontes F, Pontes H, Adachi P, Rodini C, Almeida D, Pinto D Jr (2008) Gingival and bone necrosis caused by accidental sodium hypochlorite injection instead of anaesthetic solution. *International Endodontic Journal* **41**, 267-70.
27. Rasimick BJ, Nekich M, Hladek MM, Musikant BL, Deutsch AS (2008) Interaction between chlorhexidine digluconate and EDTA. *Journal of Endodontics* **34**, 1521-3.
28. Sena NT, Gomes BP, Vianna ME, Berber VB, Zaia AA, Ferraz CC, Souza-Filho FJ (2006) In vitro antimicrobial activity of sodium hypochlorite and chlorhexidine against selected single-species biofilms. *International Endodontic Journal* **39**, 878-88.
29. Skidmore LJ, Berzins DW, Bahcall JK (2006) An in vitro comparison of the intraradicular dentine bond strength of Resilon and gutta-percha. *Journal of Endodontics* **32**, 963-6.
30. Só MVR, Vier-Pelisser FV, Darcie MS, Smaniotto DGR, Montagner F, Kuga MC Pulp tissue dissolution when the use of sodium hypochlorite and EDTA alone or associated. *Revista Odonto Ciência* **26**, 156-60.
31. Thomas JE, Sem DS (2010) An in vitro spectroscopic analysis to determine whether para-chloroaniline is produced from mixing sodium hypochlorite and chlorhexidine. *Journal of Endodontics* **36**, 315-7.
32. Vivacqua-Gomes N, Ferraz CC, Gomes BP, Zaia AA, Teixeira FB, Souza-Filho FJ Influence of irrigants on the coronal microleakage of laterally condensed gutta-percha root fillings. *International Endodontic Journal* **35**, 791-5.

- 33.Zehnder M Root canal irrigants. *Journal of Endodontics* **32**, 389-9.

#### **4 DISCUSSÃO GERAL**

O sucesso do tratamento endodôntico envolve fatores intrínsecos e extrínsecos aos procedimentos técnicos, porém a persistência de microrganismos no sistema de canais radiculares pode comprometer negativamente o seu prognóstico<sup>28</sup>. O preparo biomecânico tem por finalidade eliminar ou reduzir a presença destes microrganismos e também do substrato para a sua sobrevivência 2,8,9,10,14,33.

O NaOCl é a solução de irrigação dos canais radiculares universalmente recomendada no preparo biomecânico, porém é ineficaz para a total remoção da smear layer da superfície dentinária e apresenta restrita atividade antimicrobiana sobre bactérias presentes na infecção secundária dos canais radiculares <sup>10,22,30,33,37</sup>. Protocolos associando o NaOCl e o digluconato de clorexidina tem sido propostos com a finalidade de suprir as deficiências permitidas quando o NaOCl é utilizado como solução de irrigação única <sup>1,2,25,28</sup>.

Apesar da racionalidade e bons resultados obtidos com esta associação, protocolos que utilizam o gluconato de clorexidina a 2% imediatamente após o NaOCl a 2,5% ocasionam a precipitação de resíduos químicos sobre a superfície dentinária radicular, acreditando inicialmente ser a 4-cloroanilina ou paracloroanilina <sup>3,4</sup>. Entretanto, através de estudos recentes tem demonstrado que a quantidade de paracloroanilina (PCA) presente no precipitado é desprezível, sendo ele constituído principalmente por paraclorofeniluréia (PCU) e paraclorofenilguandinil-1, 6-diguanidil-hexeno (PCGH) <sup>24,32</sup>.

No presente estudo foi constatado que este protocolo de irrigação sempre ocasiona a precipitação de resíduos sobre a superfície dentinária do canal radicular, independente da formulação química do composto que contém o digluconato de

clorexidina a 2%. Por outro lado, o álcool isopropílico, água destilada e soro fisiológico utilizados entre o NaOCl a 2,5% e a CHX a 2% foram ineficazes para evitar a precipitação de resíduos, porém estes precipitados não interferiram negativamente na resistência de união do cimento AH Plus na dentina, independentemente do terço radicular, quando comparado ao protocolo de irrigação final com o EDTA a 17%.

No primeiro capítulo foi observado que o grupo controle (G1) apresentou debris e smear layer sobre a dentina radicular, semelhante ao observado por estudos anteriores<sup>5,33,36,38</sup>. Entretanto esta formação foi em menor magnitude que os grupos ao qual utilizaram algum composto contendo digluconato de clorexidina a 2%. Tais observações estão em acordo com Do Prado et al.<sup>12</sup> (2013).

Enquanto que nos outros grupos G2, G3, G4,G5, uma ligeira formação do precipitado pode ser observado, assim como nos estudos de Do Prado et al.<sup>12</sup> (2013).

A intensidade da precipitação destes resíduos na dentina está diretamente relacionada ao método de irrigação e aspiração endodôntica utilizada. Caso o NaOCl seja mantido no interior do canal radicular, sem ser previamente aspirado e/ou seco com pontas de papel absorvente, e imediatamente ser utilizado o CHX a 2% há intensa precipitação de resíduos na dentina<sup>5</sup>. No presente estudo a precipitação de resíduos foi de reduzida magnitude, uma vez que após o NaOCl 2,5% os canais radiculares foram aspirados e secos com cones de papel absorvente.

Os *debris e smear layer*, caracterizando a precipitação de resíduos, não interferiram negativamente na resistência de união do cimento AH Plus na dentina

radicular. A composição química do cimento obturador utilizado no presente estudo pode ter contribuído para que houvesse similaridade de resultados entre os grupos<sup>1</sup>.

Para evitar a formação deste precipitado tem sido sugerido a utilização de substâncias irrigadoras entre o NaOCl 2,5% e a CHX a 2%<sup>19,28</sup>. No segundo capítulo deste estudo, foram utilizados protocolos de irrigação com álcool isopropílico, soro fisiológico ou água destilada após a utilização do NaOCl a 2,5% e previamente ao CHX a 2%, porém estes protocolos não foram capazes de prevenir totalmente a precipitação de resíduos na dentina do canal radicular, que mesmo assim não interferiram na resistência de união do cimento AH Plus, possivelmente pelos mesmos motivos previamente discutidos.

A quantidade de *debris* e *smear layer* e os efeitos sobre a resistência de união do cimento AH Plus na dentina radicular foram similares entre os grupos experimentais e o grupo controle grupo controle, possivelmente devido à reduzida interação entre NaOCl 2,5% e CHX 2%, uma vez que os canais também foram aspirados e secos com cones de papel absorvente<sup>5</sup>. Tais resultados divergem de Krishnamurthy, Sudhakaran<sup>19</sup> (2010), porém estes autores realizaram a análise em estereomicroscopia após a irrigação com CHX a 2%, porém sem a secagem do canal radicular e da dentina radicular.

Sendo assim, há necessidades de novos estudos serem realizados, tanto biologicamente a fim de avaliar a toxicidade deste precipitado, como tanto avaliar novas substâncias que possam prevenir a precipitação de resíduos na dentina radicular, após a utilização de protocolos de irrigação que se faz necessário utilizar o NaOCl e a CHX.

## 5 CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia descrita no presente estudo, podemos concluir que o protocolo de irrigação com diversas formulações contendo o digluconato de clorexidina a 2% após o hipoclorito de sódio a 2,5% ocasiona a precipitação de resíduos sobre a dentina radicular. Entretanto estes resíduos não interferem na resistência de união do cimento endodôntico contendo resina epóxi (AH Plus) na dentina. Complementando o estudo, foi possível observar que protocolos de irrigação intermediária, entre o uso do hipoclorito de sódio a 2,5% e o digluconato de clorexidina a 2%, com álcool isopropílico, solução salina ou água destilada fracassaram em evitar tal precipitação sobre a dentina radicular, porém novamente foi comprovado que estes resíduos não interferiram na resistência de união do cimento obturador.

## 6 REFERÊNCIAS \*

1. Aranda-Garcia AR, Guerreiro-Tanomaru JM, Faria-Júnior NB, Chavez-Andrade GM, Leonardo RT, Tanomaru-Filho M. et al. Antibacterial effectiveness of several irrigating solutions and the Endox Plus system – an ex vivo study. *Int Endod J.* 2012; 45(12): 1091-6.
2. Assis DF, Prado M, Simão RA. Evaluation of the interaction between endodontic sealers and dentin treated with different irrigant solutions. *J Endod.* 2011; 37 (11): 1550-2.
3. Basrani BR, Manek S, Sodhi RN, Fillery E, Manzur A. Interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate. *J Endod.* 2007; 33(8): 966-9.
4. Basrani BR, Manek S, Mathers D, Fillery E, Sodhi RN. Determination of 4-chloroaniline and its derivatives formed in the interaction of sodium hypochlorite and chlorhexidine by using gas chromatography. *J Endod.* 2010; 36(2): 312-4.
5. Bui TB, Baumgartner JC, Mitchell JC. Evaluation of the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate and its effect on root dentin. *J Endod.* 2008; 34(2): 181–5.
6. Carrilho MR, Carvalho RM, Sousa EN, Nicolau J, Breschif L, Mazzonih A, et al. Substantivity of chlorhexidine to human dentin. *Dent Mat.* 2010; 26(8): 779-85.
7. Cecchin D, Almeida JFA, Gomes BPFA, Zaia AA, Ferraz CCR. Deproteinization technique stabilizes the adhesion of the fiberglass post relined with resin composite to root canal. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2012; 100B(2): 577-83.

---

\*De acordo com o manual da FOAr/UNESP, adaptadas das normas Vancouver. Disponível no site: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.htm](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.htm)

8. Chandra A. Discuss the factors that affect the outcome of endodontic treatment.  
Aust Endod J. 2009; 35(2): 98-107.
9. Clark-Holke D, Drake D, Walton R, Rivera E, Guthmiller JM. Bacterial penetration through canals of endodontically treated teeth in the presence or absence of the smear layer. J Dent. 2003; 31(4): 275-81.
10. Cruz-Filho AM, Sousa-Neto MD, Savioli RN, Silva RG, Vansan LP, Pécora JD. Effect of chelating solutions on the microhardness of root canal lumen dentin. J Endod. 2011; 37(3): 358-62.
11. de Assis DF, Prado Md, Simão RA. Evaluation of the interaction between endodontic sealers and dentin treated with different irrigant solutions. J Endod. 2011; 37(11): 1550-2.
12. Do Prado M, Simão RA, Gomes BP. Evaluation of different irrigation protocols concerning the formation of chemical smear layer. Microsc Res Tech. 2013; 76(2): 196-200.
13. Engel GT, Goodell GG, McClanahan SB. Sealer penetration and apical microleakage in smear-free dentin after a final rinse with either 70% isopropyl alcohol or Peridex. J Endod. 2005; 31(8): 620-3.
14. Huffman BP, Mai S, Pinna L, Weller RN, Primus CM, Gutmann JL, et al. Dislocation resistance of ProRoot Endo Sealer, a calcium silicate-based root canal sealer, from radicular dentine. Int Endod J. 2009; 42(1): 34–46.
15. Hülsmann M, Rümmelin C, Schäfers F. Root canal cleanliness after preparation with different endodontic handpieces and hand instruments: a comparative SEM investigation. J Endod. 1997; 23(5): 301-6.
16. Hülsmann M, Heckendorff M, Lennon A. Chelating agents in root canal treatment: mode of action and indications for their use. Int Endod J. 2003; 36(12): 810-30.

17. Gomes BP, Vianna ME, Zaia AA, Almeida JF, Souza-Filho FJ, Ferraz CC. Chlorhexidine in endodontics. *Braz Dent J.* 2013; 24(2): 89-102.
18. Kontakiotis EG, Tsatsoulis IN, Papanakou SI, Tzanetakis GN. Effect of 2% Chlorhexidine gel mixed with calcium hydroxide as an intracanal medication on sealing ability of permanent root canal filling: a 6-month follow-up. *J Endod.* 2008; 34(7): 866 – 70.
19. Krishnamurthy S, Sudhakaran S. Evaluation and prevention of the precipitate formed on interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine. *J Endod.* 2010; 36(7): 1154-7.
20. Kuga MC, Faria G, Rossi MA, do Carmo Monteiro JC, Bonetti-Filho I, Berbert FL, Keine KC, Só MV. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Scanning.* 2013; 35(1): 17-21.
21. Lindblad RM, Lassila LVJ, Salo V, Vallittu PK, Tjäderhane L. Effect of chlorhexidine on initial adhesion of fiber-reinforced post to root canal. *J Dent.* 2010; 38(10): 796 – 801.
22. Mohammadi Z, Abbott PV. Antimicrobial substantivity of root canal irrigants and medicaments: a review. *Aust Endod J.* 2009; 35(3): 131-9.
23. Mohammadi Z, Abbott PV. The properties and applications of chlorhexidine in endodontics.; *Int Endod J.* 2009; 42(4): 288-302.
24. Nowicki JB, Sem DS. An in vitro spectroscopic analysis to determine the chemical composition of the precipitate formed by mixing sodium hypochlorite and chlorhexidine. *J Endod.* 2011; 37(7): 983–8.
25. Parirokh M, Jalali S, Haghdoost AA, Abbott PV. Comparison of the Effect of various irrigants on apically extruded debris after root canal preparation. *J Endod.* 2012; 38(2): 196–9.

26. Prado M, Santos Júnior HM, Rezende CM, Pinto AC, Faria RB, Simão RA, et al. Interactions between irrigants commonly used in endodontic practice: a chemical analysis. *J Endod.* 2013; 39(4): 505-10.
27. Rasimick BJ, Nekich M, Hladek MM, Musikant BL, Deutsch AS. Interaction between chlorhexidine digluconate and EDTA. *J Endod.* 2008; 34(12): 1521-3
28. Rossi-Fedele G, DDS, Dogramacı EJ, Guastalli AR, Figueiredo JAF. Antagonistic Interactions between Sodium Hypochlorite, Chlorhexidine, EDTA, and Citric Acid. *J Endod.* 2012; 38(4): 426–31.
29. Shen Y, Qian W, Chung C, Olsen I, Haapasalo M. Evaluation of th effect of two chlorhexidine preparations on biofilm bacteria in vitro: a three dimensional quantitative analysis. *J Endod.* 2009; 35(7): 981-5.
30. Só MVR, Vier-Pelisser FV, Darcie MS, Smaniotto DGR, Montagner F, Kuga MC. Pulp tissue dissolution when the use of sodium hypochlorite and EDTA alone or associated. *Rev Odonto Cienc.* 2011; 26(2): 156-60.
31. Souza M, Cecchin D, Barbizam JV, Almeida JF, Zaia AA, Gomes BP, Ferraz CC. Evaluation of the colour change in enamel and dentine promoted by the interaction between 2% chlorhexidine and auxiliary chemical solutions. *Aust Endod J.* 2013; 39(3): 107-11.
32. Thomas JE, Sem DS. An in vitro spectroscopic analysis to determine whether para-chloroaniline is produced from mixing sodium hypochlorite and chlorhexidine. *J Endod.* 2010; 36(2): 315-7.
33. Torabinejad M, Handysiders R, Khademi AA, Bakland LK. Clinical implications of the smear layer in endodontics: a review. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2002; 94(6):658-66.

34. Valera MC, Silva KC, Maekawa LE. Antimicrobial activity of sodium hypochlorite associated with intracanal medication for *Candida albicans* and *Enterococcus faecalis* inoculated in root canals. J Appl Oral Sci. 2009; 17(6):555-9.
35. Vilanova WV, Carvalho-Junior JR, Alfredo E, Sousa-Neto MD, Silva-Sousa YT. Effect of intracanal irrigants on the bond strength of epoxy resin-based and methacrylate resin-based sealers to root canal walls. Int Endod J. 2012; 45(1): 42-8.
36. Violich DR, Chandler NP. The smear layer in endodontics – a review. Int Endod J. 2010; 43(1): 2-15.
37. Zand V, Lotfi M, Rahimi S, Mokhtari H, Kazemi A, Sakhamanesh V. A comparative scanning electron microscopic investigation of the smear layer after the use of sodium hypochlorite gel and solution forms as root canal irrigants. J Endod. 2010; 36(7): 1234-7.
38. Zehnder M. Root canal irrigants. J Endod. 2006; 32(5): 389-98.

**7 ANEXO** – Parecer consubstanciado do comitê de ética e pesquisa referente ao projeto de pesquisa deste trabalho.

FACULDADE DE  
ODONTOLOGIA DE  
ARARAQUARA - UNESP



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** Eficácia de várias soluções na prevenção da formação do precipitado pela interação entre o hipoclorito de sódio e da clorexidina e os seus efeitos sobre a resistência de união de um cimento a base de resina epoxi

**Pesquisador:** Milton Carlos Kuga

**Área Temática:**

**Versão:** 1

**CAAE:** 16096013.2.0000.5416

**Instituição Proponente:** Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP

**Patrocinador Principal:** FUND COORD DE APERFEIÇOAMENTO DE PESSOAL DE NIVEL SUP

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 367.292

**Data da Relatoria:** 25/06/2013

#### Apresentação do Projeto:

Eficácia de várias soluções na prevenção da formação do precipitado pela interação entre o hipoclorito de sódio e da clorexidina e os seus efeitos sobre a resistência de união de um cimento a base de resina epoxi.

#### Objetivo da Pesquisa:

O objetivo deste estudo será comparar a eficácia de diferentes protocolos de irrigação entre soluções de irrigação NaOCl e CHX (2% de álcool isopropílico, soro fisiológico ou água destilada) para evitar a formação de precipitados e o seu efeito sobre a resistência de união push-out de um cimento a base de resina epoxi na dentina do canal radicular.

#### Avaliação dos Riscos e Benefícios:

**Quanto à riscos:** a presença dos resíduos podem interferir na resistência de união e comprometer a longevidade da qualidade da obturação dos canais radiculares

**Quanto à benefícios:** através do presente estudo será possível estabelecer um protocolo de irrigação final que remova os eventuais resíduos precipitados sobre a dentina radicular.

#### Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

a pesquisa está bem delineada, com propósitos definidos, e poderá nos orientar sobre melhorias e

Endereço: HUMAITA 1680

Bairro: CENTRO

CEP: 14.801-003

UF: SP

Município: ARARAQUARA

Telefone: 1633-0164

Fax: 1633-0164

E-mail: cep@foar.unesp.br; mnagle@foar.unesp.br

FACULDADE DE  
ODONTOLOGIA DE  
ARARAQUARA - UNESP



Continuação do Parecer: 367.292

conhecimentos técnicos em relação a materiais obturadores de canais radiculares

**Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:**

estão todos apresentados

**Recomendações:**

não há recomendações a ser realizadas

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

não há pendências ou inadequações que puderam ser citadas

**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Apreciação da CONEP:**

Não

**Considerações Finais a critério do CEP:**

APROVADO em reunião de 20 de agosto de 2013.

ARARAQUARA, 21 de Agosto de 2013

---

Assinador por:

Mauricio Meirelles Nagle  
(Coordenador)

Endereço: HUMAITÁ 1680	CEP: 14.801-003
Bairro: CENTRO	
UF: SP	Município: ARARAQUARA
Telefone: 1633-0164	Fax: 1633-0164
	E-mail: cep@foar.unesp.br; mnagle@foar.unesp.br

Autorizo a reprodução deste trabalho.  
(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 13 de Março de 2014

Míriam Graziele Magro