



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



Lauriê Garcia Belizário

**Efeitos de soluções ácidas de limpeza sobre a interface de adesão entre dentina radicular
e sistema de cimentação de pino de fibra**

Araraquara
2020



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



Lauriê Garcia Belizário

**Efeitos de soluções ácidas de limpeza sobre a interface de adesão entre dentina radicular
e sistema de cimentação de pino de fibra**

Tese apresentada à Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara, para obtenção do título de Doutor em Odontologia, na área de Endodontia

Orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

**Araraquara
2020**

Belizário, Lauriê Garcia

Efeitos de soluções ácidas de limpeza sobre a interface de adesão entre a dentina radicular e sistema de cimentação de pino de fibra / Lauriê Garcia Belizário.-- Araraquara: [s.n.], 2020

91 f.; 30 cm.

Tese (Doutorado em Odontologia) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia
Orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

1. Ácido peracético 2. Dentina 3. Endodontia I. Título

Lauriê Garcia Belizário

Efeitos de soluções ácidas de limpeza sobre a interface de adesão entre dentina radicular e sistema de cimentação de pino de fibra

Comissão julgadora

Tese para obtenção do grau de Doutor em Odontologia – Área de Endodontia

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

2º examinador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

3º examinador: Prof. Dr. Oscar Muñoz

4º examinadora: Prof. Dr. Flaviana Bombarda de Andrade

5º examinador: Prof. Dr. Eduardo Maximiliano Fernández Godoy

Araraquara, 16 de março de 2020.

DADOS CURRICULARES

Lauriê Garcia Belizário

NASCIMENTO: 30.05.1988 – Barretos / SP

FILIAÇÃO: Sérgio Savik Belizário

Laura Terezinha Garcia Belizário

2006 – 2009: Curso de Graduação em Odontologia

Centro Universitário da Fundação Educacional de Barretos – UNIFEB

2012 – 2014: Curso de Especialização em Endodontia

Faculdade São Leopoldo Mandic - Campinas

2014 – 2016: Curso de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Endodontia

Nível: Mestrado

Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

2016 – 2020: Curso de Pós-Graduação em Odontologia – Área de Endodontia

Nível: Doutorado

Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

Dedico esse trabalho os meus amados pais, **Sérgio Savik Belizário** (*in memorium*) **Laura Terezinha Garcia Belizário**, por terem me dado o maior presente de todos: conceberam-me a vida! E com muito amor, caminharam ao meu lado. Dia após dia, pacientemente, distribuindo ensinamentos, conselhos, pensamentos, influências. Dedicaram grande parte de suas vidas e seu tempo com palavras de amor e empoderamento.

Foram insistentes. Perseveraram na luta diária, frente à tantas dificuldades da vida.

Ao meu *pai*, que há algum tempo está ausente fisicamente, e mesmo diante dessa dor me fez absorver mais um aprendizado: invisibilidade não significa ausência. Nesse dia, dessa fase tão importante, sei que você está ao meu lado espiritualmente comemorando com aquele sorriso que eu tenho tanta sorte de lembrar. E quando lembro, sorrio!

A você dedico a conclusão de mais uma etapa. A evolução acontece com persistência, assim como os longos exercícios de matemática que você me propunha solucionar.

Obrigada por ser um exemplo nato de simplicidade e humildade. Aprendi com você que a riqueza material não é a única virtude de um homem, exercitar minha paciência e acreditar em MIM acima de todas as coisas!

À minha *mãe*, gratidão eterna por, talvez inconscientemente, ter me criado e estimulado ser tão à sua semelhança. Mulher com fé por dias melhores, perseverante, guerreira e vencedora numa vida tão árdua, mãe defensora de seus filhos, espontaneidade nata, professora idolatrada por seus alunos. E assim cresci, vivendo uma influência feminina que me tornou mulher forte! Me criou para o mundo e não apenas para ela. E dentre as regras de sobrevivência, nunca aceitar desonestidade, não propagar o mal e agradecer à Deus, por tanto amor e carinho.

Obrigada por acreditar em mim e me impulsionar sempre para frente. Eu sempre soube, que se algo desse errado, você estaria bem ali, pronta para o resgate! Importante frisar meu amor mais genuíno por você e eterna admiração.

“A única coisa que podemos deixar de valor para nossos filhos é o que somos e não o que temos.” (Desconhecido)

Dedico também essa conquista aos meus irmãos, **Lucilara Garcia Belizário, Sérgio Francisco Garcia Belizário e Lícia Clara Garcia Belizário**, que fazem minha vida ter mais sentido e brilho. Sou muito grata à minha árvore genealógica e ancestrais, que me conceberam o lar em que eu precisava estar, com aqueles que melhor me auxiliam em minha evolução. Vocês sempre foram e serão minha âncora em dias difíceis e meus melhores parceiros em dias de alegria. Meus amigos e fiéis escudeiros na infância, repleta de alegria, arte e companheirismo. Que assim possamos prosseguir por anos e anos. Sinto que meus irmãos são parte inerente do meu ser, são prolongamento de minha vida. É um amor sem medidas, no qual sou muita grata. Luz, prosperidade e saúde é o que desejo a vocês.

“Por amor e graças a vocês eu irei mais longe e com leveza. O meu sucesso é o sucesso de todos vocês.” (Andréi Moreira)

AGRADECIMENTOS

À *Deus*, por tanto amor e carinho. Por proporcionar a possibilidade de evolução espiritual e toda generosidade durante a caminhada na vida terrena. Não há mal que dure pare sempre, e com você tudo se torna possível!

Agradecimento mais do que especial ao meu querido amigo e orientador, **Prof. Dr. Milton Carlos Kuga**. Quero expressar minha grande admiração frente a um excelente profissional, pesquisador, professor e ser humano de coração infinito.

Agradeço pelas inúmeras oportunidades de aprendizado e crescimento. Talvez você não tenha dimensão do grande mestre e líder que és, e com isso sempre teve e sempre terá todo meu respeito e admiração. Agradeço de coração, por toda a confiança e credibilidade na realização deste e outros trabalhos, bem como diversos projetos que aconteceram em minha vida profissional, o qual não seria possível sem sua orientação e capacidade de acreditar em minhas habilidades! Gratidão pelo convívio diário, alegre, saudável e de tantos momentos inenarráveis! Esses momentos, ensinamentos e nossa amizade, estarão sempre comigo!

Nunca me esquecerei essa frase **“Faça valer 100% onde houver 1%”**

Muito obrigada!

Aos meus queridos avós, **Francisco do Nascimento Garcia** (*in memoriam*), **Tereza do Nascimento Garcia** (*in memoriam*), **Benedito Belizário** (*in memoriam*) e **Maria de Jesus Pereira da Silva** (*in memoriam*), que me proporcionaram uma infância repleta de momentos felizes e memoráveis, com um ambiente familiar de muito amor e compreensão. Quanta generosidade e simplicidade nas palavras. Vocês caminharam comigo, me ensinaram e me presentearam com a melhor árvore genealógica que eu poderia ter escolhido. Com muita saudade, ressalto meu amor e admiração por vocês!

À **Vinicius de Paiva Gonçalves**, que nas andanças da vida tivemos a oportunidade de nos reencontrar. Reencontro de outras vidas, afinal, tamanha afinidade e amizade não poderia ser limitada a apenas um intervalo de tempo físico. E com essa amizade, floresceu o mais genuíno amor. Esse que se solidifica a cada dia, a cada ano, pois temos perseverança diária em cultivá-lo, com atitudes cuidadosas e muito companheirismo. Nos intempéres da vida, você sempre esteve lá com as palavras certas e o abraço mais acolhedor do mundo! Durante toda nossa caminhada, em especial em Araraquara, você me inspirou na vida acadêmica, revelando

inspiradora dedicação e persistência. Obrigada por auxiliar minha evolução (espiritual e profissional). Sua maior virtude é a humildade, que eu admiro. Sua paciência inabalável me inspira. Obrigada por me ensinar o verdadeiro amor, que aceita as pessoas como elas são. Gratidão por segurar minha mão na caminhada da pós-graduação em Araraquara. Tudo nessa vida passa, menos meu amor e admiração por você. A você também dedico, com imenso carinho, este trabalho! **AMO VOCÊ! “Meu melhor amigo é o meu amor!”**

À minha família materna (*Garcia*) e paterna (*Belizário*), que compreende inúmeras pessoas e todas muito queridas e amadas. Meus queridos tios, padrinhos, primos queridos, que sempre estiveram na torcida, transmitindo excelentes vibrações, e muitas vezes participando diretamente desta minha caminhada. A união e amor de vocês são imprescindíveis! Amo muito todos!

Às minhas sobrinhas *Maria Paula Garcia Belizário* e *Ana Clara Garcia Belizário*. Vocês trouxeram brilho e alegria para nossa família. Nosso amor por vocês é indescritível. Estarei sempre aqui desejando o melhor da vida e apoiando-as em suas escolhas e em tudo que for necessário.

Ao cunhado *Giovani Gomes*, pessoa leve, determinada e bem-humorada! Nossa família te adora e eu te admiro!

Aos primos *Luiz Manoel Gomes Júnior* que, no início dessa empreitada de vida acadêmica, me estimulou e encorajou a não desistir. Ao seu companheiro de vida *Robson Maraba*, que é um ser educadíssimo e super cordial, agradeço o carinho com nossa família.

À família *de Paiva Gonçalves*, uma segunda família que Deus foi tão generoso em me presentear... À minha sogra, *Ionice de Paiva Gonçalves* e meu ao meu sogro *José Augusto Gonçalves*, que sempre me acolheram, e sempre demonstraram tanto carinho... Adoro demais vocês! Obrigada por tanto.

À querida *Maria José Burjale (Zezé)* que é amiga e parte da família. Obrigada por tanto carinho desde minha primeira infância. Espero um dia poder retribuir tanta generosidade.

Ao amigo e irmão *Tiago Silva da Fonseca (Titis)*. Não posso lhe dedicar algo sem expor um largo sorriso. Bem largo! Você faz parte da minha família. Sinto saudade demais do nosso

convívio diário, mas amigos não se estranham mesmo quando muito tempo longe. E eu estarei sempre aqui para você, caro colega Professor Doutor. Araraquara foi generosa com esse presente tão *peculiar* que é você. Aos pais manauaras muito queridos **Josè Anísio e Ana**, minha gratidão e carinho pelos momentos prazerosos que dispendemos juntos!

À **Mariana Mena Barretos** (Mana)... que alegria ter conhecido um ser de luz como você. Que exala palavras de positividade. De vez em quando, tínhamos um surtos juntas com prazo daqui e dali, mas quem nunca?! A amiga mais sincera que já tive na vida toda (adoro e admiro isso). São muitas coisas a agradecê-la, e muito tenho a agradecer a Deus pela nossa amizade, mesmo que à distância. Manaus ganha uma mana e meu coração, saudade. Obrigado pela nossa convivência fraterna! Amo você! Estarei sempre na torcida por sua felicidade, sucesso e prosperidade! O mesmo se estende ao meu maninho querido Gabriel (Gabriêô).

À querida amiga **Kennia Viola (Kennião)**, agradeço por tantos momentos de alegria, conversas, ensinamentos, medos! Você é uma amiga muito especial! Obrigado pela imprescindível colaboração na realização deste trabalho! Sentirei saudade da nossa convivência diária, mas sei que por onde você for, estará brilhando! Desejo sucesso e felicidade para você.

À querida **Mariana Gélio**, aluna de iniciação científica, agradeço imensamente por todo auxílio nos experimentos! Obrigada pela dedicação e pelos ensinamentos de vida! Estarei sempre torcendo pelo seu melhor, e conte comigo para o que precisar!

Às amigas **Jade Sbrissa Okada, Marina Elias Graziosi, Vanessa Ferreira Moraes, Soraia Abrão Del Santo** *por anos de cumplicidade e por provar que distância física não afeta os laços de amizade. Amo muito vocês!*

Aos amigos de pós-graduação **Aline Giroto, Thais Piragine, Giovanna Righetti, Jéssia Mayhara, Lucas Galvani**. Agradeço a sincera amizade, ajuda nos momentos que necessitei e aprendizados compartilhados. Adoro vocês!

Aos amigos **Fernanda Ferrari, Gabriela Castro-Núñez, Wilfredo Escalante Otárola, Larissa Torres de Almeida, Sâmara Tfaile**... Companheiros na jornada do Mestrado, desejo muita luz e sabedoria no caminho de vocês!

À todos os demais amigos da Pós-graduação, por toda a colaboração em muitas circunstâncias que de ajuda necessitei, e sempre atenderam prontamente. Obrigado pela amizade também!

Aos queridos **Jorge Guedes** e **Rose Gonçalves**, pelo acolhimento gentil em meio às incertezas e por se tornarem parte da minha família. Tanto carinho nunca será esquecido. Gratidão!

Às queridas amigas **Gabriela Teixeira, Daniele Campos, Leticia Magri, Aline Neves, Kaline Moura, Tatiane Barreiro, Mariana Agnesini, Juliana Pereira** da **XXIII Turma Do Curso De Graduação Em Odontologia** do Centro Educacional de Barretos - UNIFEB, por todas as boas lembranças partilhadas durante o tempo de faculdade e até hoje cultivadas. Obrigada pela convivência e por essa amizade tão querida!

Aos exímios endodontistas que conheci, que se dedicam e com muito amor compartilham essa especialidade, **Adalberto Vieira, Adriana Silveira, Alessandra de Sá, Alexandre Fernandes, Kelma Campos, Rodrigo Amaral**, meu sincero agradecimento.

Aos queridos amigos que a vida me presenteou, **Ricardo Alpino, Lais Santana Munari, Pedro Moura, Rodrigo Sena, Marcela Bini, José Flávio Gabrich, Aécio Abner, Lidiane Machado, Mária Cláudia Brito, Giovani Lana, Fabrício Amaral, Lívio de Barros, Veridiana Salles, Geraldo Magela, Vladimir Noronha, Aline Pierote, Luiz Lehman, Camila Aparecida, Fernando Porfírio, Vitor Francesconi**. Amo conviver com vocês!

Aos queridos amigos do *Crossfit* para a vida **Júlia Camargos, Gabriela Hoepers, Rodrigo Silva, Sávio Muniz, Mariana Castro, Rafael Aguiar, Gyovanna Resende, Lorena Kauffmann, Priscilla Santos, Luísa Cavalieri, Hugo Ribeiro**. São inúmeros os momentos bons e lembranças que cultivo com carinho! Vocês são pessoas muito especiais, que levarei para sempre comigo!

Ao professor **André Shinohara** e técnica **Márcia Graeff**, agradeço pela colaboração na realização deste trabalho e os ensinamentos!

Aos Professores da **Disciplina De Endodontia** desta Faculdade, **Prof. Dr. Fábio Luiz Camargo Vilella Berbert, Prof.a Dr.a Gisele Faria, Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho, Prof.a Dr.a Juliane Maria Guerreiro Tanomraru, Prof. Dr. Mário Tanomaru Filho, Prof. Dr. Milton Carlos Kuga e Prof. Dr. Renato De Toledo Leonardo**, pelos conhecimentos transferidos e pela respeitosa acolhida neste grupo internacionalmente renomado e reconhecido, o qual tão bem recebe seus estudantes.

Aos Professores e toda equipe do **Departamento de Odontologia** - Área de Dentística. Vocês são pessoas muito especiais e queridas!

Aos técnicos **Mário Sérgio Fantini** e **Vanderlei José Antônio da Silva**, sempre dispostos a ajudar durante a rotina de laboratório, pelos valorosos predicados técnicos, por todos os ensinamentos laboratoriais e pela relevante colaboração durante o preparo dos espécimes.

Aos funcionários do Departamento De Odontologia Restauradora, na pessoa da Secretária **Creusa Maria Hortenci** pela convivência tão salutar e pelo auxílio sempre oportuno para sanar quaisquer adversidades ou obstáculos.

Aos queridos **José Alexandre Garcia** e **Cristiano Afonso Lamounier**, pela acessibilidade e disponibilidade em atender nossas necessidade. Agradeço imensamente pela paciência e carinho.

À toda equipe de funcionários da **Biblioteca** da Faculdade de Odontologia de Araraquara, na pessoa de sua Diretora Técnica **Ceres Maria Carvalho Galvão De Freitas**, *pelas revisões no intuito de sanar eventuais equívocos no texto final e pelo auxílio durante as consultas bibliográficas.*

À **Diretoria da FOAr-UNESP**, agradeço a estrutura proporcionada à realização do Curso de Pós-Graduação.

A todos os **funcionários da FOAr-UNESP** que em vários momentos, e às vezes de forma anônima, fizeram a caminhada menos árdua. Muito Obrigado!

À **CAPES**: o presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de financiamento 001.

“Nunca deixe que lhe digam que não vale a pena

Acreditar no sonho que se tem

Ou que seus planos nunca vão dar certo

Ou que você nunca vai ser alguém

Tem gente que machuca os outros

Tem gente que não sabe amar

Mas eu sei que um dia a gente aprende

Se você quiser alguém em quem confiar

Confie em si mesmo

Quem acredita sempre alcança”

Renato Russo (Legião Urbana)

Belizário LG. Efeitos de soluções ácidas de limpeza sobre a interface de adesão entre dentina radicular e sistema de cimentação de pino de fibra [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2020.

RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito da irrigação do espaço para pino de fibra e a capacidade de limpeza com a solução contendo ácido bórico a 5% e ácido cítrico a 1% (EX) ou ácido peracético a 1% (PA) e os seus efeitos sobre a resistência de união, penetrabilidade dentinária e presença de *smear layer* nos túbulos dentinários. Após obturação dos canais radiculares de dentes bovinos, foi realizado o preparo intrarradicular para pino de fibra com instrumento rotatório. Os dentes foram divididos em quatro grupos ($n=10$), de acordo com o protocolo de irrigação do espaço intrarradicular: G1 (DW): água destilada, G2 (SH): hipoclorito de sódio a 2.5% e EDTA 17%, G3 (PA): ácido peracético e G4 (EX): ácido bórico a 5% e ácido cítrico a 1%. No estudo 1, foi utilizado o sistema adesivo Ambar Universal e os pinos foram cimentados com cimento resinoso dual (Allcem Core). Após 24h (WDI, SHI, PAD e EXD) ou 6 meses (WDD, SHD, PAD e EXD), os terços cervical, médio e apical foram submetidos aos testes de *push-out* e penetrabilidade dentinária do sistema de cimentação. Os dentes foram submetidos à análise em MEV (2.000X). No estudo 2, avaliou-se o potencial de limpeza da dentina sobre a resistência de união entre dentina e sistema de cimentação com o adesivo Universal (SU; Single Bond Universal) e cimento resinoso (RU; Relyx Ultimate). Os dentes foram submetidos à análise em MEV (500X), para avaliar a presença da *smear layer* e teste de *push-out* em 24h (DWI, EXI, SHI e PAI) ou 6 meses (DWD, EXD, SHD e PAD) após a cimentação do pino de fibra (WhitePost DC) anatomizados. No estudo 3, os dentes foram submetidos à análise em MEV (2000X), para avaliar a limpeza e quantidade de túbulos dentinários abertos. Independentemente do terço do espaço para pino avaliado, o protocolo de irrigação com EX proporcionou menor incidência de *smear layer*, não interferiu na resistência de união e maior penetrabilidade ($p < 0.05$). Os achados sugerem que a solução EX proporcionou menor incidência de resíduos, não interferiu sobre a resistência de união e proporcionou maior penetrabilidade do sistema de cimentação entre a dentina e diferentes sistemas de cimentação com adesivos universais.

Palavras-chave: Pino de fibra de vidro. Dentina. Endodontia.

Belizário LG. Effects of acid cleaning solutions on the adhesion interface between root dentin and fiber post cementation system [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2020.

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the effect of space irrigation for fiber posts and the ability to clean with a solution containing 5% boric acid and 1% citric acid (EX) or 1% peracetic acid (PA) and the its effects on bond strength, dentin permeability and presence of *smear layer* in dentinal tubules. After filling root canals of bovine teeth, intraradicular preparation was performed for fiber posts with a rotary instrument. The teeth were divided into four groups (n = 10), according to the intraradicular space irrigation protocol: G1 (DW): distilled water, G2 (SH): 2.5% sodium hypochlorite and 17% EDTA, G3 (PA): peracetic acid and G4 (EX): 5% boric acid and 1% citric acid. In study 1, the Ambar Universal adhesive system was used and the posts were cemented with dual resin cement (Allcem Core). After 24h (WDI, SHI, PAD and EXD) or 6 months (WDD, SHD, PAD and EXD), the cervical, middle and apical thirds were submitted to *push-out* tests and dentin penetration of the cementation system. The teeth were subjected to SEM analysis (2000X). In study 2, the dentin detritus removal potential on the bond strength between dentin and cementation system with Universal adhesive (SU; Single Bond Universal) and resin cement (RU; Relyx Ultimate) was evaluated. The teeth were submitted to SEM analysis (500X), to assess the presence of the smear layer and *push-out* test in 24 hours (DWI, EXI, SHI and PAI) or 6 months (DWD, EXD, SHD and PAD) after cementation of the fiber post (WhitePost DC). In study 3, the teeth were subjected to SEM analysis (2000X) to assess the cleanliness and quantity of open dentinal tubules. Regardless of the third of the assessed post space, the EX irrigation protocol provided a lower incidence of smear layer, did not interfere with the bond strength and increased penetrability ($p < 0.05$). The findings suggest that the EX solution provided a lower incidence of residues, did not interfere with the bond strength and provided greater penetrability of the cementation system between dentin and different cementation systems with universal adhesives.

KEYWORDS: Fiber post. Dentin. Endodontics.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

cm	Centímetros
F	Força
Kg	Quilograma
kN	KiloNewton
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mm	Milímetros
mL	Mililitros
mm/min	Milímetro por minuto
MPa	MegaPascal
N	Newton
EDTA	Ácido Etilenodiamino-tetraacético
NaOCl	Hipoclorito de Sódio
BAI	Ácido Bórico Imediato
BAD	Ácido Bórico Delay (tardio)
CA	Ácido Cítrico
PA	Ácido Peracético
P	Nível de Significância
PA	Ácido Peracético
µm	Micrômetro
CLSM	Confocal Laser Scanning microscopy
SEM	Scanning electron microscopy
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
mW/cm²	Miliwatts por centímetro quadrado

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
2 PROPOSIÇÃO	19
2.1 Hipótese	19
2.2 Objetivo	19
3 PUBLICAÇÕES.....	20
3.1 Publicação 1	20
3.2 Publicação 2	45
3.3 Publicação 3	61
4 CONCLUSÕES	73
REFERÊNCIAS.....	74
APÊNDICE A - Descrição do Material e Método (Publicações 1 e 2)	75
ANEXO A - Parecer do Comitê de Ética em Experimentação Animal.....	90
ANEXO B – Documento Comprobatório (Submissão do artigo).....	91

1 INTRODUÇÃO

O tratamento endodôntico consiste na remoção do tecido pulpar inflamado ou infectado, bem como das bactérias patogênicas presentes no sistema radicular por meio de instrumentação mecânica associada à irrigação abundante com agentes desinfetantes.

A irrigação é uma etapa relevante durante o tratamento do canal radicular, pois cumpre várias funções mecânicas, químicas e biológicas importantes¹. Dentre as soluções irrigadoras, o hipoclorito de sódio (NaOCl) é o irrigante mais comumente utilizado no tratamento do canal radicular, devido à sua capacidade de dissolver matéria orgânica no interior do canal radicular e amplo espectro antimicrobiano². No entanto, essa solução não tem capacidade de remover *smear layer*. Com isso, o uso do ácido etilenodiamino tetracético (EDTA), uma substância quelante e tem potencial inibidor de metaloproteinasas (MMP), é preconizado após o uso do hipoclorito de sódio. Essa solução geralmente é usada na concentração entre 15% a 17%, em um tempo aproximado entre dois e três minutos¹.

Ribeiro et al.³ (2017) relataram que o NaOCl 2.5% associado ao EDTA 17% degrada a matriz orgânica da dentina radicular, enquanto o EDTA se liga aos íons cálcio e fosfato da estrutura da hidroxiapatita, o que leva à diminuição da força de escoamento e ao aumento da tendência à fratura e erosões. Sim et al.⁴ (2001) relataram que uma alta concentração de NaOCl 5.25% reduz a força física da dentina radicular. Devido a fatores como esses, nos últimos anos, outros ácidos orgânicos, como ácido cítrico⁵ e ácido peracético⁶, demonstraram atuar como bom removedor de tecido inorgânico, semelhante ao EDTA.

O ácido cítrico pode ser usado na irrigação do canal radicular no lugar do EDTA, como enxágue final para remover a camada de esfregaço após o uso do hipoclorito de sódio. Soluções de um a dez por cento foram usadas¹. No entanto, devido ao fato do ácido cítrico ser relativamente fraco, para melhor remoção da camada de esfregaço, Turk et al.⁷ sugeriram associar o ácido cítrico ao ácido bórico a fim de alcançar melhor efeito antimicrobiano e capacidade de remoção de *smear layer* simultaneamente.

O ácido bórico (BA) parece ser uma alternativa viável às soluções irrigadoras utilizadas durante a terapia endodôntica, pois apresenta características favoráveis na remoção de *smear layer*, apresenta efeitos antimicrobianos consideráveis⁸ e mostrou-se viável no tratamento de periodontites crônicas⁹.

Portanto, o objetivo do presente estudo foi avaliar os efeitos da irrigação do espaço preparado para pino de fibra de vidro, com diferentes soluções irrigadoras ácidas sobre a resistência de união, penetrabilidade intradentinária e presença de *smear layer* na parede

dentínaria. As hipótese nula foram que a solução de ácido peracético 1% e ácido bórico 5% associado ao ácido cítrico 1% não interferiram sobre a resistência de união, penetração do cimento resinoso dual nos túbulos dentinários e presença de *smear layer* na parede dentinária, nos diferentes terços do canal radicular.

2 PROPOSIÇÃO

2.1 Hipótese

Aventamos a hipótese que soluções irrigadoras podem interferir tanto na adesão como penetrabilidade do cimento resinoso nos túbulos dentinários, implicado tanto na degradação da camada híbrida a curto e médio prazo, quanto na qualidade da cimentação do retentor intrarradicular.

2.2 Objetivo

Avaliar os efeitos da irrigação do espaço preparado para pino de fibra de vidro, com diferentes soluções irrigadoras sobre a resistência de união, penetrabilidade intradentinária com diferentes sistemas adesivos e presença de *smear layer* na parede dentinária.

3 PUBLICAÇÕES

O trabalho foi dividido em três publicações para facilitar a interpretação dos dados.

3.1 Publicação 1*

Impacto da irrigação com diferentes formulações ácidas sobre a interface adesiva e a dentina do espaço para pino de fibra de vidro

RESUMO

O objetivo do trabalho foi avaliar a presença de resíduos na dentina após o protocolo de irrigação do espaço para pino de fibra com a solução contendo ácido bórico a 5% e ácido cítrico a 1% (EX) ou com o ácido peracético a 1% (PA), comparados com o hipoclorito de sódio a 2,5% e EDTA a 17% (SH) ou água destilada (DW) e os seus efeitos sobre a resistência de união e penetrabilidade dentinária do sistema de cimentação com o adesivo Universal (Ambar Universal) e cimento resinoso (Allcem Core). Quarenta raízes de dentes bovinos foram utilizados para a avaliação da presença de resíduos após a irrigação do espaço preparado para pino com o DW, SH, PA e EX. A superfície dentinária dos terços cervical, médio e apical foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura (2.000X). Outras oitenta raízes foram padronizadas, preparadas e submetidas aos mesmos protocolos de irrigação. Um pino de fibra de vidro cônico (White Post DC) foi cimentado em cada espécime com o sistema de cimentação. Após 24h (WDI, SHI, PAD e EXD) ou 6 meses (WDD, SHD, PAD e EXD), os terços cervical, médio e apical do espaço para pino de cada espécime foram submetidos aos testes de push-out e penetrabilidade dentinária do sistema de cimentação. Em relação à presença de resíduos, os resultados foram $EX < PA < DW = SH$, independentemente do terço avaliado. Os valores de resistência de união do sistema de cimentação com a dentina do espaço para pino, nos terços cervical e médio, foram: $EXI = EXD = SHI = SHD > DWI = DWD = PAI = PAD$, ao passo que, no terço apical os valores foram: $EXI = EXD > SHI > SHD = DWI = DWD = PAI = PAD$. A penetrabilidade dentinária do sistema de cimentação foi $EXI = EXD = PAI = PAD > SHI = SHD = DWI = DWD$, independentemente do terço avaliado. Os resultados obtidos na presença de resíduos foram analisados pelo teste de Kruskal Wallis e Dunn e os demais por ANOVA two-way e Tukey ($P=0.05$). A solução com os ácidos bórico a

* Artigo formatado de acordo com as normas do periódico Journal of Dentistry, para o qual pretende-se submeter.

5% e cítrico a 1% proporciona menor presença de resíduos e maior resistência de união e penetrabilidade do sistema de cimentação com adesivo Universal (Ambar) e cimento resinoso (Allcem Core) na dentina do espaço preparado para pino de fibra, independentemente do período de avaliação.

Implicações Clínicas: A irrigação com a solução contendo ácido bórico a 5% e ácido cítrico proporciona melhor limpeza e maior resistência de união e penetrabilidade do sistema de cimentação na dentina do espaço intrarradicular preparado para pino.

Palavras-chaves: Ácido peracético. Ácido Bórico. AllCem Core. Pino de fibra de vidro. Endodontia

INTRODUÇÃO

A retenção dos pinos de fibra no canal radicular é crucial para o sucesso das restauração dos dentes tratados endodonticamente^{1,2}. Para que ocorra uma adequada adesão entre o substrato dentinário e o sistema de cimentação que utilizam os adesivos Universal, na estratégia *self-etching*, é fundamental que a superfície dentinária esteja adequadamente condicionada e isenta de sujidade^{3,4}.

Durante o preparo intrarradicular do espaço para pino são utilizados instrumentos rotatórios que geram calor e plastificam os materiais obturadores dos canais radiculares, formando uma densa camada de resíduos que impregnam a dentina radicular^{5,6}. Esta camada pode atuar como uma barreira mecânica e/ou química e desencadeia efeitos negativos sobre a interface adesiva^{7,8}.

Diversas substâncias foram propostas para a irrigação final do espaço para pino^{9,10}. A solução de hipoclorito de sódio é o agente de irrigação mais utilizado durante o preparo químico-mecânico dos canais radiculares^{11,12}. Porém, durante o seu processo de degradação química forma-se o ácido hipocloroso, que se decompõe em radicais oxidativos¹². O oxigênio *singlet* liberado interfere sobre o processo de polimerização e adesão dos sistemas adesivos, comprometendo a longevidade da cimentação dos pinos de fibra^{13,14}.

O EDTA rotineiramente está associado ao protocolo de irrigação com o hipoclorito de sódio^{12,15}, com a finalidade de remover a fração inorgânica da *smear layer*^{11,15}. Como o seu mecanismo de ação envolve a desmineralização do substrato dentinário, também pode comprometer a adesão de alguns tipos de sistemas adesivos na hidroxiapatita da dentina, principalmente os adesivos *self-etching*^{3,4}. Por outro lado, a irrigação do espaço para pino utilizando o protocolo com NaOCl e EDTA é duvidoso, pois os resíduos formados sobre a superfície dentinária do espaço para pino, normalmente são constituídas por materiais utilizados na obturação dos canais radiculares, tais como a resina epóxi e a guta percha^{6,7}.

As substâncias ácidas tem sido preconizadas para a irrigação final do espaço para pino^{8,16}, pois possuem maior efetividade para remover resíduos químicos¹⁶, diferentes daqueles formados após o preparo químico-mecânico dos canais radiculares¹⁷. O ácido cítrico a 1% é frequentemente recomendado para uso em tratamentos periodontais, porém sua aplicabilidade nos canais radiculares é crítica, pois ele reage com resíduos do hipoclorito de sódio e desencadeia severa erosão da dentina¹⁸.

Com o propósito de obter um ácido eficaz, porém mais seguro clinicamente, surgiu a proposta de utilizar a solução de ácido peracético a 1%, que é composta por ácido acético e peróxido de hidrogênio^{8,16}. Esta solução possui satisfatório potencial de limpeza da superfície

dentínaria, porém libera oxigênio *singlet*, que pelo mesmo motivo como anteriormente descrito pode interferir negativamente na adesão dos sistemas adesivos¹⁶. Entretanto, ainda faltam informações que comprovem esta hipótese.

Porém, durante o preparo do espaço intrarradicular para a colocação do pino de fibra pode ocorrer contaminação do canal radicular¹³. Então, agora tem-se uma preocupação adicional, pois neste momento necessita-se de uma solução que tenha atividade antimicrobiana e satisfatório potencial de limpeza da dentina radicular^{8,13}.

O ácido bórico é uma interessante alternativa, pois possui atividade antimicrobiana e boa tolerância tecidual^{19,21}. Quando utilizado como solução de irrigação na concentração de 10% proporciona satisfatória remoção da *smear layer* produzida após o preparo do espaço para pino²¹. Com o propósito de promover um sinergismo de ação, há a proposta de associar os ácidos bórico e cítrico em uma solução única, a fim de minimizar o efeito erosivo e potencializar a atividade antimicrobiana¹⁸, mas esta solução ainda não foi avaliada como agente de irrigação no espaço para pino e quais são os seus efeitos sobre a interface adesiva com os sistemas de cimentação resinosos.

Portanto, o objetivo do presente estudo foi avaliar a presença de resíduos na dentina após o protocolo de irrigação do espaço para pino de fibra com a solução experimental contendo ácido bórico a 5% e ácido cítrico a 1% (EX) ou com o ácido peracético a 1% (PA), comparados com hipoclorito de sódio a 2,5% e EDTA a 17% (SH) ou água destilada (DW) e os efeitos destes protocolos de irrigação sobre a resistência de união e penetrabilidade do sistema de cimentação com o adesivo multi-modo (Ambar Universal) e cimento resinoso dual (AllCem Core) na dentina radicular, nos períodos de controle de 24h e 6 meses. A hipótese nula foi que os protocolos de irrigação possuem os mesmos potenciais de limpeza e efeitos sobre a resistência de união e penetrabilidade do sistema de cimentação de pino de fibra na dentina do espaço para pino.

MATERIAL E MÉTODO

O estudo foi aprovado pelo CEUA-FOAr-UNESP (protocolo 41/2017). Cento e vinte incisivos bovinos recém extraídos foram armazenados em solução de timol a 0.1%, a 4°C, até o momento de uso. Após a lavagem em água corrente, os dentes foram seccionados transversalmente ao longo eixo radicular com um disco diamantado (Isomet 2000; Buehler Ltd., Lake Buff, IL, USA), sob refrigeração e as raízes foram padronizadas com o comprimento de 17 mm.

Os canais radiculares foram instrumentados até o instrumento F5 (ProTaper; Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland), na extensão de 16mm, seguindo as recomendações do fabricante. A cada troca de instrumento foi realizada a irrigação com 5mL de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil). A abertura foraminal foi vedada com resina composta, com a finalidade de evitar que a solução irrigadora extravasasse apicalmente.

Os canais radiculares foram irrigados com 5mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, Brasil) após o término do preparo químico-mecânico, mantido por 3 minutos no local e novamente irrigados com 5mL de hipoclorito de sódio a 2.5%. Após estarem secos com ponta de papel absorvente, foram obturados pela técnica do cone único e cimento à base de resina epóxi (AH Plus; Dentsply De Trey, Konstanz, Germany), conforme descrito por Rodrigues et al.²²

As raízes foram vedadas com material restaurador provisório (Coltosol; Coltene, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e imersas em água destilada, por 7 dias, a 37°C. A remoção da obturação do canal radicular foi realizada utilizando instrumento rotatório (Post Preparation; Helse, Ribeirão Preto, SP, BR), em baixa rotação (8.000 rpm), sem refrigeração, na extensão de 11mm, a partir da face cervical radicular. As raízes foram incluídas imediatamente após em matrizes plásticas e a conformação final do espaço para pino foi realizado com o instrumento rotatório #2 (White Post DC; FGM, Joinville, SC, Brasil), sem refrigeração.

2.1 Presença de Resíduos

2.1.1 Protocolos avaliados

Quarenta espécimes foram utilizados no presente estudo, distribuídos aleatoriamente em quatro protocolos (n = 10), de acordo com os protocolos de irrigação:

- DW (água destilada): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de água destilada, mantido no local por 3 min;
- SH (hipoclorito de sódio e EDTA): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de solução de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, BR), por 5 min, seguido

de irrigação com 5 mL de EDTA a 17%, por 3 min;

- PA (ácido peracético): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de solução de ácido peracético a 1% (Peresal Profilática, Araucária, PR, BR), por 3 min;

- EX (solução experimental com ácidos bórico e cítrico): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL da solução experimental (EX) composta de ácido bórico a 5% (Quimidrol, Joinville, SC, BR) e solução de ácido cítrico a 1% (Synth, São Paulo, SP, BR), na proporção de 1:1 (v:v), por 3 min.

Em seguida, o conteúdo foi aspirado com cânula de aspiração de 0,48 mm de diâmetro (Capillary Tips; Ultradent, South Jordan, UT, USA) e o espaço intrarradicular foi seco com ponta de papel absorvente F5 (ProTaper; Dentsply Sirona, Petrópolis, RJ, BR).

2.1.2 Avaliação em MEV

Os espécimes foram clivados longitudinalmente, no sentido vestibulo-lingual, com auxílio de um cinzel. O espaço para pino foi dividido em terços, por meio de uma demarcação realizada na face vestibular de cada hemi-seção distal da raiz do espécime. Em seguida, foram mantidos em estufa a 37°C, por 24 horas.

Na sequência, foram montados em *stubs* metálicos, submetidos aos procedimentos de metalização com ouro (ciclo único de 120s), sob vácuo em câmara específica (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) e analisadas em microscopia eletrônica de varredura (JSM 6060; Jeol Co., Tokyo, Japan), operando em 20kV.

Quatro diferentes campos sobre a superfície dentinária foram inicialmente avaliados, em cada terço do espaço para pino, e uma imagem mais representativa foi obtida na magnificação de 2000X, conforme descrito por Escalante-Otárola et al.²³. Todas as imagens foram obtidas pelo mesmo operador. Dois examinadores independentes e devidamente calibrados ($k = 0.82$) atribuíram escores conforme a persistência de resíduos sobre a superfície dentinária de acordo com os parâmetros modificados, previamente descritos por Kuga et al.²⁴: Escore 0 - ausência de smear layer; Escore 1 - discreta incidência de smear layer e a maioria dos túbulos dentinários abertos; Escore 2 - mínima incidência de smear layer e >50% da superfície dentinária sem resíduos; Escore 3 - moderada incidência de smear layer e <50% da superfície dentinária sem resíduos e Escore 4 - intensa incidência de smear layer e aberturas dos túbulos dentinários obstruídos.

2.2 Resistência de União e Padrão de Falha Adesiva

2.2.1 Protocolos avaliados

Os protocolos de irrigação foram similares aos descritos no item 2.1.1. Entretanto, as avaliações de resistência de união e penetrabilidade dentinária do sistema de cimentação foram realizadas em 24h e 6 meses após a cimentação do pino de fibra. Oitenta espécimes foram utilizados nesta avaliação, distribuídos aleatoriamente de acordo como o período de avaliação e protocolo de irrigação (n = 10). Os protocolos avaliados após 24 horas constituíram os grupos (imediate): DWI, SHI, PAI e EXI e os protocolos avaliados após 6 meses constituíram os grupos (delay/tardio): DWD, SHD, PAD e EXD.

2.2.2 Preparo dos espécimes

Os espécimes foram incluídos em resina poliéster (Maxi Rubber, São Paulo, SP, BR) para facilitar o corte das raízes e adaptação na máquina de ensaio eletromecânica. A superfície dos pinos de fibra #2 (White Post DC; FGM, Joinville, SC, BR) de dupla conicidade foi inicialmente limpa com álcool 70% e, em seguida, aplicado duas camadas de silano (Prosil; FGM, Joinville, SC, Brasil) em toda a sua extensão e mantidos em repouso por 1 minuto. Na sequência, o sistema adesivo (Ambar Universal; FGM, Joinville, SC, BR) foi aplicado em toda a superfície do pino de fibra e fotoativado por 20s (Valo; Ultradent; South Jordan, UT, USA), com intensidade de 1.000 mW/cm².

Após o espaço preparado para pino estar devidamente lubrificado com um gel de glicerina hidrossolúvel (K-Y Gel; Reckitt Benckiser, Slough, UK), o pino de fibra foi envolto por um único incremento de resina composta (Filtek Z350 XT CT; 3M ESPE, Sumaré, SP, BR) e inserido no canal radicular. O conjunto foi fotoativado por 10s (Valo; Ultradent, South Jordan, UT, USA).

O pino de fibra de vidro anatomizado foi removido do canal radicular e novamente submetido à fotoativação por 40s, em cada uma de suas superfícies. O espaço para pino foi irrigado com 10mL de água destilada para remover o gel hidrossolúvel e seco com pontas de papel absorvente tamanho F2 (ProTaper; Dentsply Sirona).

O sistema adesivo Universal (Ambar; FGM, Joinville, SC, BR) foi utilizado juntamente com o cimento resinoso dual (AllCem Core; FGM, Joinville, SC, BR) para a cimentação dos pinos de fibra. Após a irrigação com um dos protocolos anteriormente descrito, o sistema adesivo foi aplicado ativamente por 20 segundos com microbrush e após o cimento resinoso dual (AllCem Core; FGM, Joinville, SC, BR) ser inserido no espaço para pino, com um dispositivo de inserção de cada fabricante, o pino de fibra de vidro, também com cimento em

sua superfície, foi posicionado no canal radicular. O conjunto foi submetido à fotoativação (Valo; Ultradent, South Jourdan, Utah, EUA), com intensidade de 1.000 mW/cm², por 40 segundos em cada face. Os espécimes foram mantidos em água destilada, por 24 horas e 6 meses, a 37°C.

A rhodamina B (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA) foi inicialmente incorporada no sistema adesivo (Ambar Universal; FGM, Joinville, SC, Brasil), na proporção de 0,01% em massa, como agente marcador para a avaliação da penetrabilidade dentinária por meio da microscopia a laser confocal (CLSM), conforme descrito por Bim et al.²⁵

No momento de análise, os espécimes foram seccionados transversamente ao longo eixo radicular, com disco diamantado em máquina para corte de tecidos duros (Isomet; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA), sob intensa refrigeração. Três secções foram obtidas, com espessura de 2.0 mm + 0.1 mm, dos terços apical, médio e cervical do espaço para pino. A secção cervical, média e apical foram obtidas respectivamente a partir de 1,0 mm, 5,0 mm e 8,0 mm da face cervical da raiz. As irregularidades das secções foram removidas com lixa de carvão de silício #1200 (Norton, São Paulo, SP, Brasil).

2.2.3 Push-Out

O teste de push-out foi realizado em cada uma das secções obtidas utilizando a máquina de ensaio eletromecânica (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil), com uma célula de carga de 5 kN, operando na velocidade de 0,5 mm/min, conforme descrito por Magro et al.¹¹. Os dados obtidos a partir da força de deslocamento (em N) do conjunto pino de fibra-sistema de cimentação do espaço para pino foram transformados em resistência de união (em MPa), considerando a superfície de adesão do espaço para pino.

2.2.4 Padrão de Falha Adesiva

Após a conclusão do teste de push-out, as secções foram analisadas em estereomicroscópio, com magnificação de 20x, e a incidência do padrão de falha adesiva foi classificado conforme descrito por Ramos et al.¹⁴: tipo 1 (adesiva 1), ocorre na interface entre pino de fibra e cimento resinoso; tipo 2 (adesiva 2), ocorre na interface entre sistema de cimentação e dentina; tipo 3 (coesiva), no sistema de cimentação; tipo 4 (mista), combinação de 2 ou mais tipos de falhas adesivas.

2.3 Penetrabilidade dentinária

Os espécimes foram analisados em microscópio confocal a laser (LSM5; Zeiss, Jena, GER). Em cada um dos *slices* utilizados no teste de *push-out* foi obtida uma imagem de cada quadrante do perímetro do espaço preparado para pino. Portanto, de cada *slice* foram obtidas 4 imagens por CLSM.

Em cada imagem do quadrante do *slice* foram obtidas 10 medidas da maior penetração do adesivo Universal na dentina, a partir do perímetro do canal radicular, tomando como referência a barra de medida (μm) já determinada durante a obtenção das imagens. A média aritmética das 40 mensurações obtidas nos 4 quadrantes do *slice* foi definida como a penetrabilidade média do adesivo Universal na dentina, para aquele *slice*. A mensuração da penetração do adesivo foi realizada com o programa Image J (National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA).

2.4 Análise Estatística

Os resultados obtidos na análise de presença de resíduos foram submetidos ao teste de Kruskal Wallis e Dunn e os obtidos nos testes de *push-out* e penetrabilidade foram avaliados por ANOVA two-way e Tukey ($P = 0.05$). Os dados obtidos referentes ao padrão de falhas adesivas foram descritos em frequência em cada um dos terços do espaço preparado para pino.

3. RESULTADOS

3.1 Presença de Resíduos

Independentemente do terço do espaço para pino avaliado, o protocolo de irrigação com a solução contendo os ácidos bórico a 5% e cítrico a 1% demonstrou a menor presença de resíduos sobre a superfície dentinária que as demais soluções de irrigação ($P < 0.05$) e o protocolo com o ácido peracético a 1% demonstrou menor presença de resíduos que o demonstrado após a irrigação com hipoclorito de sódio a 1% e EDTA a 17% ou água destilada ($P < 0.05$), que foram similares entre si ($P > 0.05$).

A tabela 1 demonstra a mediana, valores máximo e mínimo dos escores atribuídos à presença de resíduos, em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço para pino. A

figura 1 demonstra o padrão de persistência de resíduos sobre a superfície dentinária, em função dos protocolos de irrigação e terço do espaço intrarradicular preparado para pino.

3.2 Resistência de União

Nos terços cervical e médio do espaço para pino, EXI, EXD, SHI e SHD proporcionaram similar resistência de união do sistema de cimentação na dentina radicular ($P > 0.05$). Entretanto, os valores de resistência de união proporcionado pelos protocolos EXI, EXD, SHI e SHD foram maiores que os outros protocolos e não houve diferença nos valores de resistência de união entre DWI, DWD, PAI e PAD ($P > 0.05$). No terço apical, EXI e EXD demonstraram similares valores ($P > 0.05$), porém maiores que os demais protocolos ($P < 0.05$), que foram iguais entre si ($P > 0.05$).

A tabela 2 demonstra a média e desvio padrão (em MPa) dos valores de resistência de união do sistema de cimentação (Ambar Universal e Allcem Core), em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço preparado para pino.

3.3 Padrão de Falha Adesiva

EXI e EXD demonstraram maior incidência do tipo 3 de falha adesiva. PAI e PAD demonstraram maior incidência do tipo 2 de falha adesiva. A figura 2 demonstra a incidência do padrão de falha de adesão em função do protocolo de irrigação e terço do espaço intrarradicular preparado para pino.

3.4 Penetrabilidade Dentinária

Independentemente do terço, EXI, EXD, PAI e PAD proporcionaram a maior penetrabilidade do sistema de cimentação na dentina do espaço intrarradicular preparado para pino avaliado ($P < 0.05$). A penetrabilidade entre EXI, EXD, PAI e PAD ou SHI SHD, DWI e DWD foram similares entre si ($P > 0.05$), em todos os terços avaliados.

A tabela 3 demonstra a média e desvio padrão (em μm) dos valores da penetração do sistema de cimentação (Ambar Universal e AllCem Core) na dentina, em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço preparado para pino.

As figuras 3 e 4 demonstram a penetração do sistema de cimentação (Ambar e AllCem Core) na dentina, em função dos protocolos de irrigação e terço do espaço intrarradicular preparado para pino, após 24h e 6 meses de acompanhamento.

Tabela 1 - Mediana, valores máximo e mínimo dos escores atribuídos à presença de resíduos, em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço para pino

		DW	SH	PA	EX
C	mediana	3 ^c	3 ^c	2 ^b	1 ^a
	max-min	4-2	4-2	3-2	2-1
M	mediana	4 ^c	4 ^c	2 ^b	1 ^a
	max-min	4-3	4-3	4-2	2-1
A	mediana	4 ^c	4 ^c	3 ^b	1 ^a
	max-min	4-2	4-2	4-3	2-1

^{a,b,c} Diferentes letras na mesma linha indicam diferenças significativas em relação à presença de resíduos ($P < 0.05$). C, terço cervical; M, terço médio; A, terço apical; DW, água destilada; SH, hipoclorito de sódio + EDTA; PA, ácido peracético; EX, experimental

Tabela 2 - Média e desvio padrão (em MPa) dos valores de resistência de união da interface de adesão entre o sistema de cimentação (Ambar e AllCem Core) e a dentina, em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço preparado para pino

	DWI	SHI	PAI	EXI	DWD	SHD	PAD	EXD
C	5.28 ^b	8.13 ^a	4.85 ^b	8.39 ^a	5.02 ^b	7.76 ^a	4.51 ^b	8.19 ^a
	(0.73)	(0.94)	(0.56)	(0.71)	(0.51)	(0.67)	(0.52)	(0.51)
M	5.03 ^b	7.78 ^a	4.89 ^b	8.15 ^a	4.98 ^b	7.51 ^a	4.87 ^b	7.86 ^a
	(0.78)	(0.75)	(0.59)	(0.71)	(0.57)	(0.49)	(0.55)	(0.23)
A	4.96 ^b	5.57 ^b	4.12 ^b	7.75 ^a	4.89 ^b	5.38 ^b	4.05 ^b	7.51 ^a
	(0.59)	(0.98)	(0.51)	(0.52)	(0.56)	(0.91)	(0.66)	(0.39)

^{a,b} Letras diferentes na mesma linha indicam diferenças significativas entre os valores de resistência de união ($P < 0.05$). C, terço cervical; M, terço médio; A, terço apical; DWI, água destilada-24h; SHI, hipoclorito de sódio + EDTA-24h; PAI, ácido peracético -24h; EXI, experimental-24h; DWD, água destilada-6 meses; SHD, hipoclorito de sódio + EDTA-6 meses; PAD, ácido peracético-6 meses; EXD, experimental-6 meses

Tabela 3 - Média e desvio padrão (em μm) dos valores da penetração do sistema de cimentação (Ambar e AllCem Core) na dentina, em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço preparado para pino

	DWI	SHI	PAI	EXI	DWD	SHD	PAD	EXD
C	171.88 ^b	164.67 ^b	250.79 ^a	278.43 ^a	168.76 ^b	148.77 ^b	230.69 ^a	266.84 ^a
	(19.47)	(21.07)	(26.70)	(17.37)	(21.19)	(19.71)	(24.85)	(16.91)
M	140.08 ^b	117.18 ^b	225.65 ^a	254.70 ^a	129.76 ^b	114.38 ^b	212.72 ^a	240.83 ^a
	(11.47)	(10.61)	(22.18)	(21.55)	(12.94)	(8.37)	(19.91)	(16.07)
A	131.78 ^b	111.96 ^b	211.56 ^a	233.96 ^a	122.56 ^b	103.74 ^b	205.26 ^a	218.06 ^a
	(8.74)	(9.69)	(15.42)	(13.49)	(13.00)	(4.53)	(7.84)	(13.40)

^{a,b} Letras diferentes na mesma linha indicam diferenças significativas entre os valores de resistência de união ($P < 0.05$). C, terço cervical; M, terço médio; A, terço apical; DWI, água destilada-24h; SHI, hipoclorito de sódio + EDTA-24h; PAI, ácido peracético -24h; EXI, experimental-24h; DWD, água destilada-6 meses; SHD, hipoclorito de sódio + EDTA-6 meses; PAD, ácido peracético-6 meses; EXD, experimental-6 meses

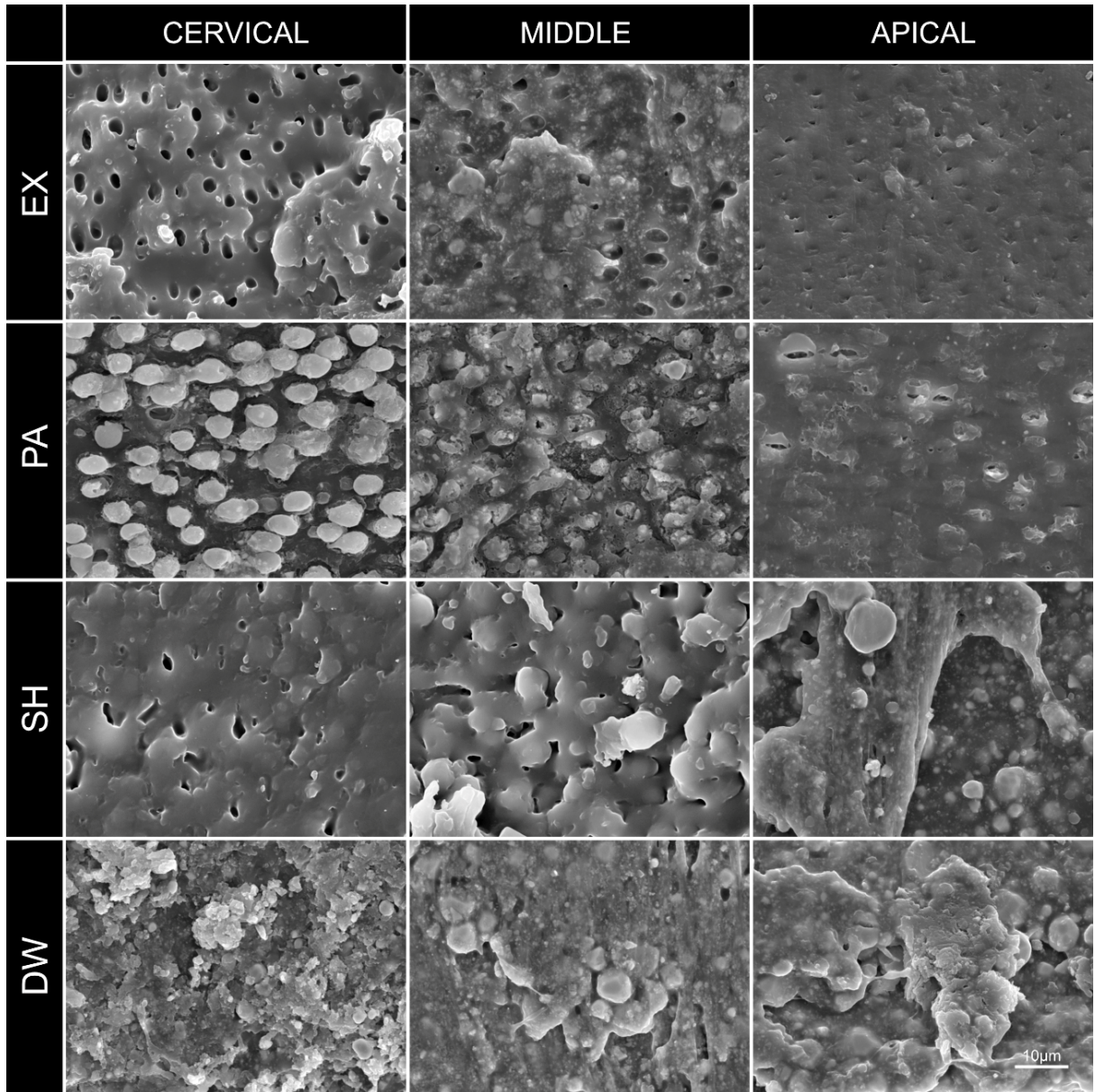
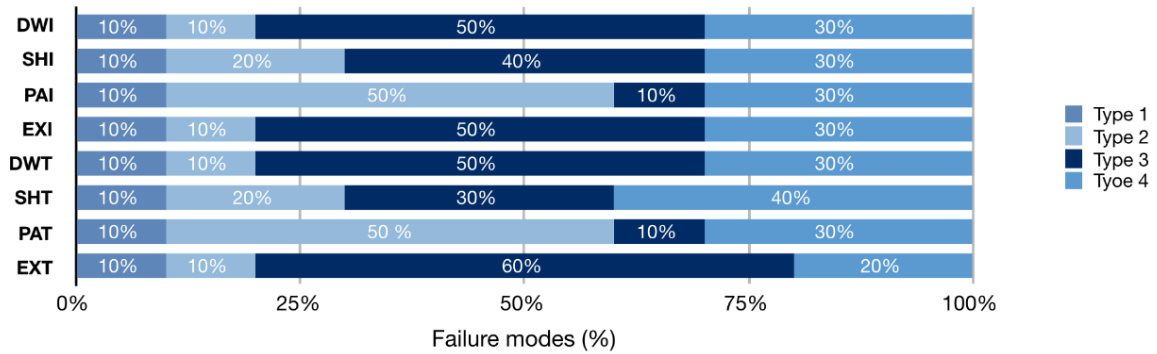
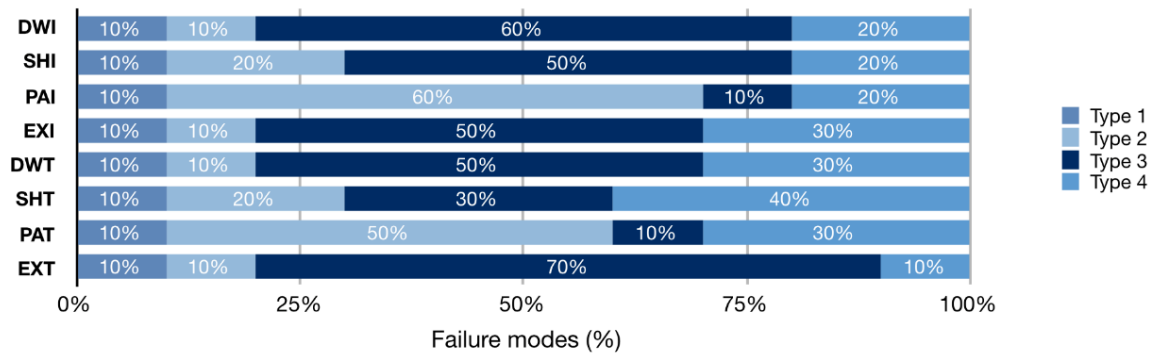


Figura 1 - Imagem representativa da persistência de resíduos sobre a superfície dentinária, em função dos protocolos de irrigação e terço do espaço para pino (Magnificação 2000X). Escala: 10µm

CERVICAL



MIDDLE



APICAL

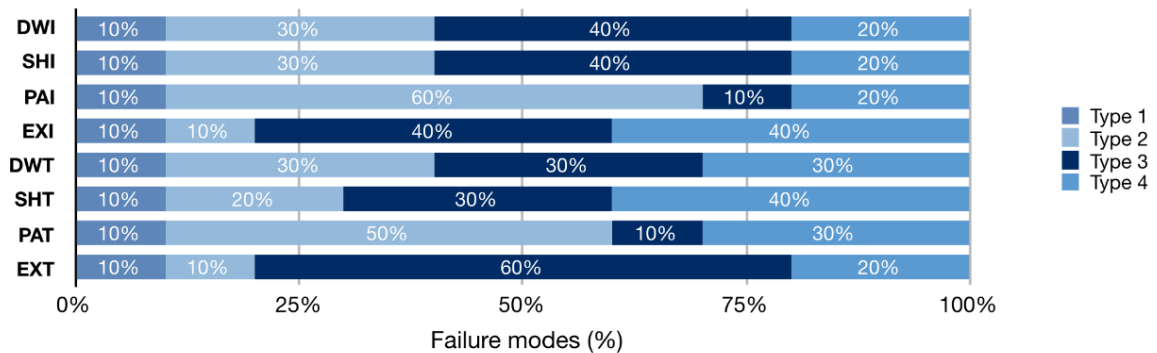


Figura 2 - Incidência do padrão de falha de adesão em função do protocolo de irrigação e terço do espaço intrarradicular preparado para pino

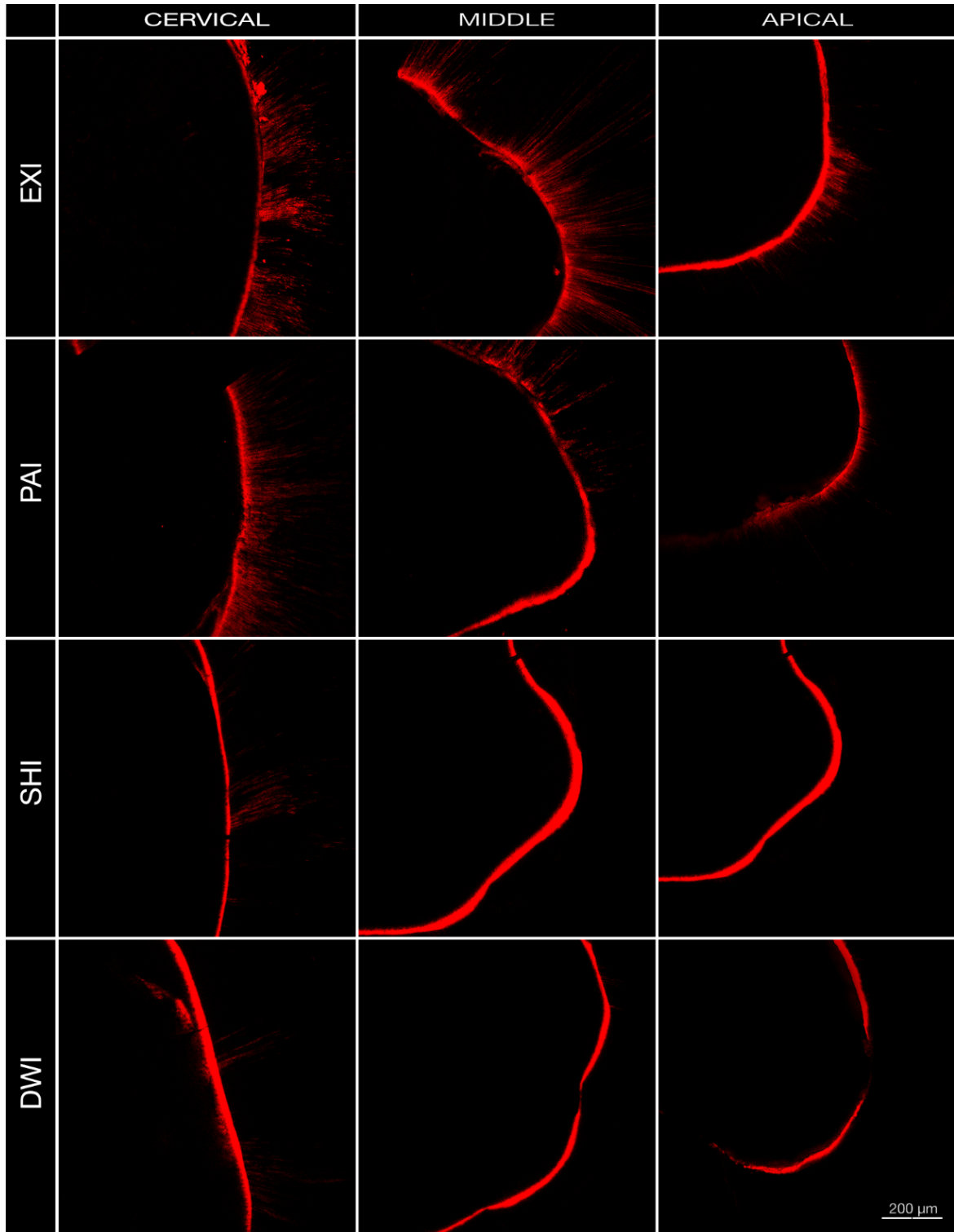


Figura 3 - Imagem representativa da penetração do sistema de cimentação (Ambar e AllCem Core) na dentina, em função dos protocolos de irrigação e terço do espaço intrarradicular preparado para pino, após 24 horas de acompanhamento

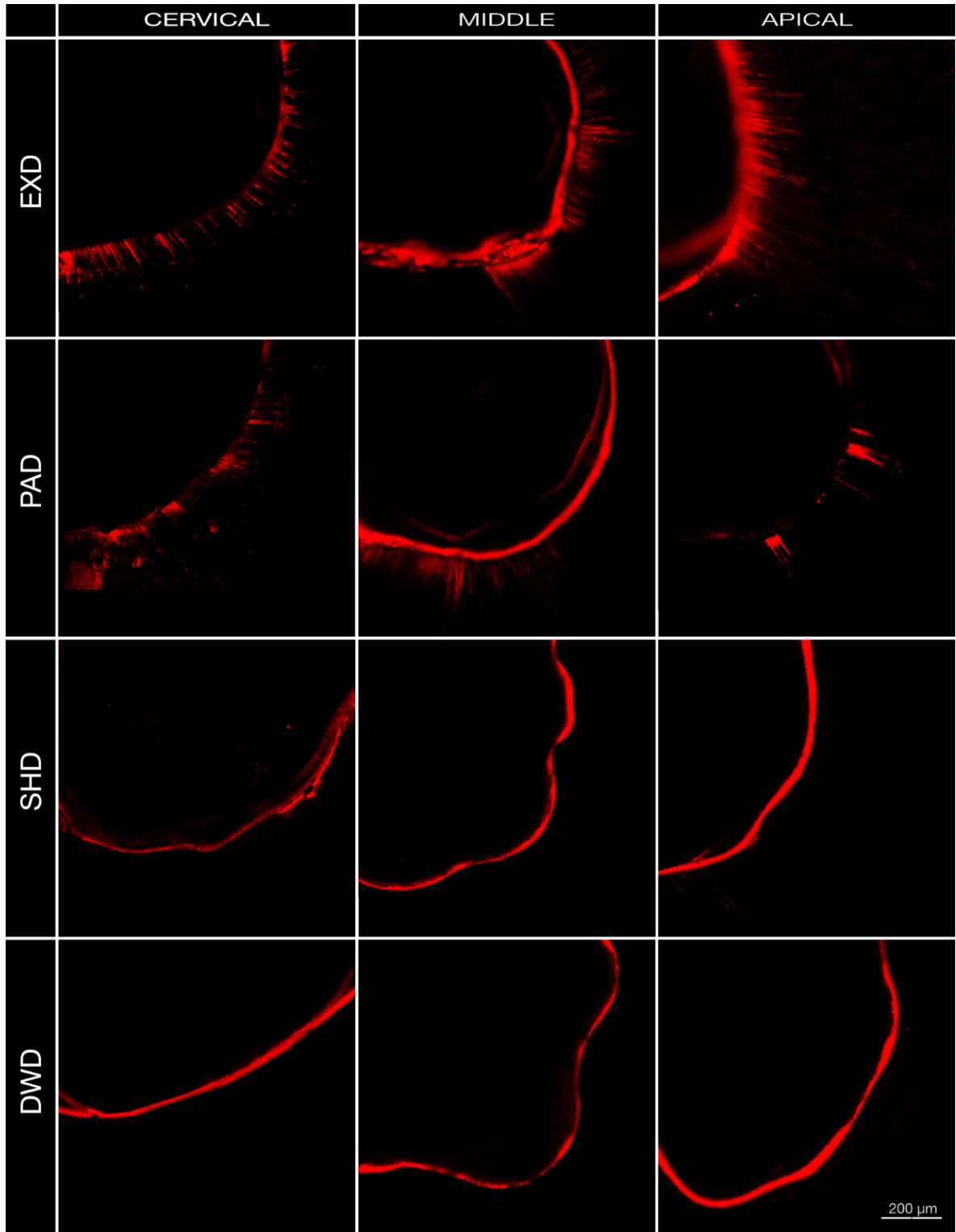


Figura 4 - Imagem representativa da penetração do sistema de cimentação (Ambar e AllCem Core) na dentina, em função dos protocolos de irrigação e terço do espaço intrarradicular preparado para pino, após 6 meses de acompanhamento

DISCUSSÃO

A irrigação do espaço para pino com a solução contendo os ácidos bórico a 5% e cítrico a 1% demonstrou menor presença de resíduos e proporcionou maior valor de resistência de união e penetrabilidade do sistema de cimentação (Ambar Universal e Allcem Core) na dentina radicular, tanto no período de avaliação de 24h como também em 6 meses, em relação ao demonstrado pelos protocolos com o hipoclorito de sódio a 2.5% e EDTA a 17% ou água destilada. Portanto, a hipótese nula foi rejeitada.

Como observado na figura 1, em todos os espécimes foi observado a presença de resíduos sobre a superfície dentinária, inclusive obstruindo a embocadura dos túbulos dentinários, principalmente constituído por materiais utilizados na obturação dos canais radiculares, plastificados durante o preparo do espaço para pino com instrumentos rotatórios^{5,6}.

A menor incidência de resíduos sobre a superfície dentinária foi observada após o uso da solução experimental contendo os ácidos bórico e cítrico (EX). No presente estudo, esta solução foi utilizada com o objetivo de minimizar os efeitos erosivos proporcionados pelo ácido cítrico e incrementar a atividade antimicrobiana por meio da associação com o ácido bórico^{18,21}. A escolha pelo uso do ácido cítrico na concentração de 1%, ao invés de 2.5% como proposto por Turk et al.¹⁸, foi para evitar o seu indesejável efeito erosivo sobre a dentina do canal radicular^{26,27}.

Por outro lado, a solução com ácido bórico a 10%, utilizado na temperatura de 55°C, por 60s, remove completamente os resíduos da dentina após o preparo mecânico do espaço para pino²¹. Mas, na concentração de 5% não é eficiente para a remoção da *smear layer* formada após o preparo químico-mecânico dos canais radiculares, quando utilizado como solução única de irrigação final¹⁸. Nesta situação, somente a associação do ácido bórico a 5% com o cítrico a 2.5% foi eficaz para a limpeza da superfície dentinária¹⁸.

Em função destas observações, achamos oportuna a associação do ácido bórico a 5% ao ácido cítrico a 1%, a fim de obter uma solução com menor potencial erosivo e com boa capacidade de limpeza, pois não foram observados significativos sinais de erosão da superfície dentinária e/ou aumento do diâmetro das embocaduras dos túbulos dentinários, além de proporcionar reduzida incidência de resíduos na dentina, independentemente do terço do espaço para pino avaliado, comparado aos demais protocolos de irrigação, conforme observado na figura 1.

A solução de ácido peracético a 1% é constituída de ácido acético, peróxido de hidrogênio e acetil hidroxiperóxido, aos quais liberam hidroxilas e radicais livres durante o

processo de degradação química, resultando em oxigênio e ácido acético^{8,16}. Como existe uma relação inversamente proporcional entre a precipitação de resíduos sobre a dentina e a concentração de peróxidos na solução, a maior incidência de resíduos após o uso do ácido peracético a 1% possivelmente foi em decorrência da solução utilizada conter alta concentração de peróxido de hidrogênio^{16,28,29}.

O protocolo com o NaOCl a 2.5% e EDTA a 17% não proporcionou adequada limpeza do espaço para pino, ao contrário do observado por Culhaoglu et al.²¹. Os resultados obtidos podem ser devido ao tipo de cimento endodôntico utilizado no presente estudo, pois a resina epóxi possui a tendência de plastificar após o preparo para pino e impregnar a dentina, não sendo facilmente removida pelos protocolos de irrigação final^{7,29}.

Os valores de resistência de união do sistema de cimentação (Ambar Universal e Allcem Core) após a irrigação com os protocolos com a solução experimental ou com o hipoclorito de sódio e EDTA foram os maiores em relação aos demais protocolos, com exceção do terço apical do espaço para pino, onde somente a solução experimental demonstrou o maior valor de resistência de união. Alguns fatores podem ter contribuído para que estes resultados tenham ocorridos: a. deterioração química da interface adesiva e b. presença de resíduos na dentina (Figura 1).

O adesivo Ambar Universal contém em sua formulação química, de acordo com o fabricante: 10-Metacrilóilxidecil dihidrogênio fosfato (10-MDP), monômeros metacrílicos, fotoiniciadores e co-iniciadores, estabilizantes, nanopartículas de sílica e etanol. A deterioração química da interface adesiva ocorre devido o adesivo Universal ser mais hidrofílico e praticamente desprovido de resina hidrofóbica³, conseqüentemente comportam como membranas semi-permeáveis após a polimerização^{30,31}. Isto permite que fluidos possam atravessar a camada de adesivo e comprometer a polimerização e adesão do cimento resinoso dual, que contém aminas terciárias (Allcem Core)^{31,32}.

A irrigação final com a solução de ácido peracético a 1% mantém resíduos químicos sobre a superfície dentinária, conforme observado por Belizário et al.¹⁶. Como é uma solução com baixo pH¹⁵, possivelmente íons hidrogênio não-reagidos possam ter permeado a camada do adesivo Universal e comprometido a adesão com o sistema de cimentação, justificando os baixos valores de resistência de união, uma vez que o padrão de falha adesiva tipo 2 foi a mais frequente após o uso deste protocolo, conforme observado na figura 2.

Em contrapartida, este fenômeno aparentemente não ocorreu após a irrigação com a solução experimental (EXI ou EXD), uma vez que o padrão de falha adesiva coesiva (tipo 3) foi a mais frequente após o uso deste protocolo. Portanto, é presumível que resíduos dos ácidos

bórico e/ou cítrico não são encontrados em elevadas concentrações no substrato dentinário após a irrigação do espaço para pino, principalmente se compararmos com os resultados obtidos em MEV, conforme os resultados previamente discutidos (figura 1).

O ácido cítrico é um composto orgânico também com baixo pH (1 a 2), mas que demonstra reduzida interação química com as substâncias rotineiramente utilizadas nos canais radiculares, pois ao sofrer a decomposição química por perda de prótons, é transformado na forma de citrato, que favorece a sua ligação iônica com o cálcio³³. Portanto, em decorrência da menor incidência de resíduos derivados da degradação dos ácidos cítrico e/ou bórico, os subprodutos da reação química praticamente não consumiram as aminas terciárias básicas do sistema de cimentação^{31,32} e, conseqüentemente, não interferiram na adesão com a dentina do espaço para pino, conforme os resultados descritos na tabela 2.

O mecanismo de adesão entre o substrato dentinário e o adesivo Universal é principalmente por meio da interação química entre a hidroxiapatita e os monômeros acídicos³. Para que ocorra a adequada formação da interface adesiva é importante que a superfície dentinária esteja o mais limpa possível, pois resíduos poderão interferir negativamente sobre a adesão com os materiais resinosos³⁴. Como observado na figura 1, os protocolos de irrigação com o ácido peracético a 1% ou água destilada foram aqueles que demonstraram maior incidência de sujidade na superfície dentinária e, conseqüentemente interferiam negativamente sobre a interface adesiva.

A penetração do sistema de cimentação na dentina foi maior após o uso dos protocolos com substâncias ácidas. Apesar da alta incidência de resíduos observado após o protocolo com o ácido peracético a 1%, houve similar extensão de penetração do sistema de cimentação na dentina ao demonstrado pelo protocolo com a solução experimental. Uma vez que, a penetração está diretamente relacionada com desobstrução das embocaduras dos túbulos dentinários e/ou com o método de inserção do sistema de cimentação e do pino de fibra^{7,35} é possível que o ácido peracético a 1%, ainda que mantenha resíduos sobre a dentina intertubular, proporcione uma satisfatória limpeza das embocaduras dos túbulos dentinários, favorecendo a penetração do sistema de cimentação na dentina¹⁵.

Para que ocorra uma adequada interface adesiva com o sistema de cimentação de pinos de fibra é fundamental que a superfície dentinária esteja adequadamente limpa e condicionada^{5,7,8}. As substâncias químicas para a irrigação final do espaço para pino devem remover tanto a *smear layer* formada por partículas da dentina e resíduos dos materiais endodônticos plastificados durante o preparo intrarradicular^{9,10,16,18}. O uso de substâncias ácidas demonstram ser um promissor caminho para a eliminação destes resíduos, porém dependendo

de suas características químicas podem interferir negativamente sobre a interface adesiva com os adesivos universal e sistema de cimentação dual¹⁶.

O presente estudo demonstrou a viabilidade de uso de uma substância experimental composta de ácidos bórico a 5% e cítrico a 1% para a irrigação final do espaço para pino. Ainda que seja um estudo *in vitro*, foi avaliado sob simulações clínicas imediata (24 horas) e tardia (6 meses), a fim de representar o possível comportamento longitudinal deste protocolo. Outros estudos são necessários, tais como a confirmação da composição dos resíduos após o uso dos protocolos de irrigação, por meio de EDS, a fim de confirmar os resultados e hipóteses obtidos nesta avaliação.

CONCLUSÃO

A solução contendo ácido bórico a 5% e cítrico a 1% pode ser um promissor agente de irrigação do espaço para pino com adequado potencial de limpeza da superfície dentinária, sem interferir sobre a interface adesiva entre a dentina e o sistema de cimentação com o adesivo universal, na estratégia multi-modo (Ambar Universal), e o cimento resinoso dual (Allcem Core).

REFERÊNCIAS

1. Atlas A, Grandini S, Martignoni M. Evidence-based treatment planning for the restoration of endodontically treated single teeth: importance of coronal seal, post vs no post, and indirect vs direct restoration. *Quintessence Int.* 2019; 50: 772-81.
2. Lorenzetti CC, Bortolatto JF, Ramos ATPR, Shinohara AL, Saad JRC, Kuga MC. The effectiveness of glass ionomer cement as a fiber post cementation system in endodontically treated teeth. *Microsc Res Tech.* 2019; 82: 1191-7.
3. Shafiei F, Mohammadparast P, Jowkar Z. Adhesion performance of a universal adhesive in the root canal: Effect of etch-and-rinse vs. self-etch mode. *PLoS One.* 2018; 13: e0195367.
4. Bitter K, Polster L, Askar H, von Stein-Lausnitz M, Sterzenbach G. Effect of final irrigation protocol and etching mode on bond strength of a multimode adhesive in the root canal. *J Adhes Dent.* 2017; 8: 245-252.
5. Serafino C, Gallina G, Cumbo E, Ferrari M. Surface debris of canal walls after post space preparation in endodontically treated teeth: a scanning electron microscopic study. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2004; 97: 381-7.
6. Serafino C, Gallina G, Cumbo E, Monticelli F, Goracci C, Ferrari M. Ultrasound effects after post space preparation: An SEM study. *J Endod.* 2006; 32: 549-52.
7. Pereira KF, Vencão AC, Magro MG, Belizário LG, Porto TS, Andrade MF, Duarte MAH, Kuga MC. Effect of endodontic retreatment on the bond strength of resin cements to root canal dentin. *Am J Dent.* 2019; 32: 147-51.
8. Belizário LG, Kuga MC, Hungaro Duarte MA, Só MVR, Keine KC, Pereira JR. Effect of fiber post space irrigation with different peracetic acid formulations on the bond strength and penetration into the dentinal tubules of self-etching resin cement. *J Prosthet Dent.* 2019; 122: 46.e1-46.e7
9. Seballos VG, Barreto MS, Rosa RAD, Machado E, Valandro LF, Kaizer OB. Effect of Post-Space Irrigation with NaOCl And CaOCl at different concentrations on the bond strength of posts cemented with a self-adhesive resin cement. *Braz Dent J.* 2018; 29: 446-451.
10. Barreto MS, Rosa RA, Seballos VG, Machado E, Valandro LF, Kaizer OB, et al. Effect of intracanal irrigants on bond strength of fiber posts cemented with a self-adhesive resin cement. *Oper Dent.* 2016; 41: e159-e167

11. Magro MG, Kuga MC, Aranda-Garcia AJ, Victorino KR, Chávez-Andrade GM, Faria G, et al. Effectiveness of several solutions to prevent the formation of precipitate due to the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine and its effect on bond strength of an epoxy-based sealer. *Int Endod J.* 2015; 48: 478-83.
12. Kuga MC, Gouveia-Jorge É, Tanomaru-Filho M, Guerreiro-Tanomaru JM, Bonetti-Filho I, Faria G. Penetration into dentin of sodium hypochlorite associated with acid solutions. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2011; 112: e155-9.
13. Ramos ATPR, Belizário LG, Venção AC, Fagundes Jordão-Basso, KC de Souza Rastelli, de Andrade AN, et al. Effects of photodynamic therapy on the adhesive interface of fiber posts cementation protocols. *J Endod.* 2018; 44: 173–78.
14. Ramos ATPR, Belizário LG, Jordão-Basso KCF, Shinohara AL, Kuga MC. Effects of photodynamic therapy on the adhesive interface using two fiber posts cementation systems. *Photodiagnosis Photodyn Ther.* 2018; 24: 136-41.
15. Keine KC, Kuga MC, Tormin FBC, Venção AC, Duarte MAH, Chávez-Andrade GM, et al. Effect of peracetic acid used as single irrigant on the smear layer, adhesion, and penetrability of AH Plus. *Braz Oral Res.* 2019; 33: e057.
16. Belizário LG, Kuga MC, Castro-Núñez GM, Escalante-Otárola WG, Só MVR, Pereira JR. Effects of different peracetic acid formulations on post space radicular dentin. *J Prosthet Dent.* 2018; 120: 92-8.
17. Aranda-Garcia AJ, Kuga MC, Vitorino KR, Chávez-Andrade GM, Duarte MA, Bonetti-Filho I, et al. 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.* 2013; 76: 533-7.
18. Turk T, Kaval ME, Sen BH. Evaluation of the smear layer removal and erosive capacity of EDTA, boric acid, citric acid and desy clean solutions: an in vitro study. *BMC Oral Health.* 2015; 15: 104.
19. Demirer S, Kara MI, Erciyas K, Ozdemir H, Ozer H, Ay S. Effects of boric acid on experimental periodontitis and alveolar bone loss in rats. *Arch Oral Biol.* 2012; 57: 60–5. doi: 10.1016/j.archoralbio.2011.07.012.
20. Schmidt M, Schaumberg JZ, Steen CM, Boyer MP. Boric acid disturbs cell wall synthesis in *saccharomyces cerevisiae*. *Int J Microbiol.* 2010; 2010: 930465. doi: 10.1155/2010/930465.

21. Culhaoglu AK, Özcan E, Kilicarslan MA, Seker E. Effect of boric acid versus conventional irrigation solutions on the bond strength between fiber post and root dentin. *J Adhes Dent.* 2017; 19(2): 137-146.
22. Rodrigues A, Bonetti-Filho I, Faria G, Andolfatto C, Camargo Vilella Berbert FL, Kuga MC. Percentage of gutta-percha in mesial canals of mandibular molars obturated by lateral compaction or single cone techniques. *Microsc Res Tech.* 2012; 75(9): 1229-1232.
23. Escalante-Otárola WG, Castro-Núñez GM, Jordão-Basso KCF, Guimarães BM, Palma-Dibb RG, Kuga MC. Evaluation of dentin desensitization protocols on the dentinal surface and their effects on the dentin bond interface. *J Dent.* 2018; 75: 98-104.
24. Kuga MC, Faria G, Rossi MA, Monteiro JCC, Bonetti-Filho I, Berbert FLC, et al. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols, Scanning. 2013; 35(1): 17-21.
25. Bim Júnior O, Cebim MA, Atta MT, Machado CM, Francisconi-Dos-Rios LF, Wang L. Determining optimal fluorescent agent concentrations in dental adhesive resins for imaging the tooth/restoration interface. *Microsc Microanal.* 2017; 23(1): 122-130.
26. Sen BH, Ertürk O, Pişkin B. The effect of different concentrations of EDTA on instrumented root canal walls. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009; 108(4): 622-7.
27. Reis C, De-Deus G, Leal F, Azevedo E, Coutinho-Filho T, Paciornik S. Strong effect on dentin after the use of high concentrations of citric acid: an assessment with co-site optical microscopy and ESEM. *Dent Mater.* 2008; 24(12): 1608-15.
28. Scelza MF, Antoniazzi JH, Scelza P. Efficacy of final irrigation--a scanning electron microscopic evaluation. *J Endod.* 2000; 26(6): 355-8.
29. Ulusoy Öİ, Zeyrek S, Çelik B. Evaluation of smear layer removal and marginal adaptation of root canal sealer after final irrigation using ethylenediaminetetraacetic, peracetic, and etidronic acids with different concentrations. *Microsc Res Tech.* 2017;80:687-92.
30. Tay FR, Pashley DH. Water treeing--a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent.* 2003; 16(1): 6-12.
31. Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent.* 2003; 5(1): 27-40.

32. Sanares AM1, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater.* 2001; 17(6): 542-56.
33. Rossi-Fedele G, Dođramaci EJ, Guastalli AR, Steier L, de Figueiredo JA. Antagonistic interactions between sodium hypochlorite, chlorhexidine, EDTA, and citric acid. *J Endod.* 2012; 38(4): 426-31.
34. Jordão-Basso KC, Kuga MC, Bandéca MC, Duarte MA, Guiotti FA. Effect of the time-point of acid etching on the persistence of sealer residues after using different dental cleaning protocols. *Braz Oral Res.* 2016; 30(1): e133.
35. Souza AC, Gonçalves Fde C, Anami LC, Melo RM, Bottino MA, Valandro LF. Influence of insertion techniques for resin cement and mechanical cycling on the bond strength between fiber posts and root dentin. *J Adhes Dent.* 2015; 17(2): 175-80.

3.2 Publicação 2*

Efeito da irrigação com a formulação química contendo os ácidos bórico e cítrico sobre a interface adesiva entre o sistema de cimentação e a dentina do espaço para pino de fibra

RESUMO

O objetivo do trabalho foi avaliar o potencial de limpeza da dentina e o efeito longitudinal sobre a resistência de união entre a dentina e o sistema de cimentação com o adesivo Universal (SU; Single Bond Universal) e cimento resinoso dual (RU; Relyx Ultimate) após a irrigação do espaço para pino com soluções ácidas à base de ácido bórico a 5% e cítrico a 1% (EX) ou peracético a 1% (PA), comparados com o protocolo com o hipoclorito de sódio a 2.5% e EDTA a 17% (SH) ou água destilada (DW). Cento e vinte raízes de incisivos bovinos foram submetidas ao preparo do espaço para pino e distribuídas de acordo com as análises: 1. Presença de resíduos: Quarenta raízes foram alocadas (n=10), de acordo com o protocolo de irrigação (DW, EX, SH ou PA) e os segmentos cervical, médio e apical do foram analisadas em microscopia eletrônica de varredura; 2. Resistência de união: Oitenta raízes foram submetidas aos mesmos protocolos de irrigação e pinos de fibra foram cimentados com o sistema autocondicionante SU e RU. A resistência de união foi determinada usando o teste de push-out, nos três segmentos, em 24h (DWI, EXI, SHI e PAI) ou 6 meses (DWD, EXD, SHD e PAD) após a cimentação do pino de fibra. EX demonstrou a menor presença de resíduos sobre a superfície dentinária, independentemente do segmento avaliado ($p<0.05$). EX e SH, independentemente do período de avaliação, proporcionaram os maiores valores de resistência de união ($p<0.05$), em todos os segmentos do espaço para pino. A solução contendo os ácidos bórico 5% e cítrico 1% proporciona menor incidência de resíduos e não interfere, a curto ou longo prazo, sobre a resistência de união do sistema de cimentação (SU+RU) na dentina do espaço para pino.

Palavras-chaves: Adesão. Pino de fibra de vidro. Dentina. Endodontia

* Artigo formatado de acordo com as normas do periódico Journal of Operative Dentistry, para o qual pretende-se submeter.

INTRODUÇÃO

Após o preparo intrarradicular para pino de fibra com brocas mecanicamente acionadas, ocorre a formação de uma *smear layer* sobre a superfície dentinária, constituída por partículas de dentina e resíduos de material plastificado utilizado na obturação dos canais radiculares^{1,2}. Estes resíduos podem atuar como barreira física e interferir negativamente sobre a interface de adesão com o sistema de cimentação de pinos de fibra³.

Diversas substâncias e métodos de agitação mecânica são propostos para minimizar a formação e/ou remover os resíduos após o preparo do espaço para pino^{4,5}. O protocolo de irrigação com o hipoclorito de sódio e EDTA é o mais recomendado no durante o tratamento endodôntico^{6,7}. Entretanto, existem diferenças cruciais entre a composição da *smear layer* formada após o preparo químico-mecânico dos canais radiculares daquela originada após o preparo intrarradicular para pino de fibra^{1,2,7}. Portanto, a escolha por um protocolo de limpeza da dentina do espaço para pino também deverá ser eficaz para remover resíduos derivados da obturação endodôntica, tais como guta percha e/ou cimento endodôntico à base de resina epóxi³.

As soluções ácidas são as mais propostas como agente de irrigação final dos canais radiculares e são uma interessante opção para a irrigação do espaço para pino, pois são eficazes na remoção inclusive da *smear layer* química^{8,9}. Por outro lado, como durante o preparo intrarradicular para a colocação de um pino de fibra pode ocorrer a contaminação do canal radicular, sendo assim interessante que a solução irrigante também possua atividade antimicrobiana¹⁰.

O EDTA é um ácido fraco e útil para a remoção de resíduos inorgânicos das embocaduras dos túbulos dentinários e da superfície dentinária, porém não é eficaz para remover resíduos de materiais utilizados na obturação endodôntica¹¹⁻¹³. A solução de ácido peracético a 1% é uma alternativa de agente de irrigação para o espaço para pino, pois possui satisfatória atividade antimicrobiana e ação de remoção da *smear layer*^{14,15}. Esta solução é composta por ácido acético, peróxido de hidrogênio e acetil peróxido, que após a degradação química liberam hidroxilas e radicais livres, resultando em oxigênio *singlet*^{15,16}.

O ácido cítrico, em concentrações que variam de 1% a 10%, é outra opção de solução irrigadora. É um ácido orgânico também com baixo pH (1 a 2) que após a degradação química transforma-se em citrato, que rapidamente tende a combinar com o cálcio do substrato dentinário¹⁷. Dependendo da concentração utilizada apresenta elevado potencial erosivo da dentina, sendo recomendado a sua utilização associado a outros agentes de irrigação, para minimizar estes efeitos deletérios^{5,18}.

O ácido bórico, especialmente na concentração de 5 a 10%, é sugerido como alternativa aos agentes de irrigação anteriormente descritos, pois remove a *smear layer* da dentina do espaço para pino e não interfere negativamente sobre a interface de adesão com o sistema de cimentação¹⁹. Entretanto, para que seja eficaz, é necessário aquecer a solução a uma temperatura acima de 55°C, o que pode inviabilizar o seu uso clínico¹⁸.

Buscando um sinergismo de ação, ou seja, com a finalidade de reduzir o efeito erosivo proporcionado pelo ácido cítrico e evitar o aquecimento do ácido bórico, a associação entre estas duas soluções foi proposta para a irrigação dos canais radiculares, demonstrando resultados animadores em relação ao potencial de limpeza e efeitos sobre o substrato dentinário¹⁸.

Apesar da busca por uma substância ácida ideal para a irrigação do espaço para pino, a maioria delas mantém subprodutos da sua degradação química no substrato dentinário^{15,16}. Os resíduos ácidos interferem na polimerização de alguns compostos resinosos pois podem combinar com as aminas terciárias básicas e comprometer a integridade da interface adesiva^{20,21}. Entretanto, há dúvidas se esta interferência também ocorre com os cimentos resinosos duais desprovidos de aminas terciárias em sua composição química.

O adesivo Universal foi idealizado para simplificar e minimizar os possíveis erros comuns com os adesivos etch-and-rinse²². Essas soluções são ácidas e praticamente desprovidas de resina hidrofóbica fazendo com que funcionem como uma barreira semi-permeável, permitindo a passagem de fluidos e potencialmente podem formar interfaces adesivas hipertônicas em relação à dentina²³. Consequentemente, poderá ocorrer acúmulo de fluidos no local por diferença do gradiente osmótico e comprometer a longevidade da adesão com os materiais resinosos^{21,23,24}.

Por outro lado, inexistem estudos que avaliem se estes fenômenos ocorrem após o uso dos protocolos de irrigação do espaço para pino com soluções ácidas e seus efeitos longitudinais sobre a interface adesiva entre o sistema de cimentação com o adesivo Universal e o cimento resinoso dual sem aminas terciárias e a dentina radicular.

O objetivo do presente estudo foi avaliar o potencial de limpeza da superfície dentinária e o efeito longitudinal sobre a resistência de união entre os segmentos cervical, médio e apical da dentina do espaço para pino e o sistema de cimentação com o adesivo Universal (Single Bond Universal) e cimento resinoso (Relyx Ultimate), após a irrigação com os protocolos utilizando soluções ácidas com os ácidos bórico a 5% e cítrico a 1% (EX) ou ácido peracético a 1% (PA), comparados com o hipoclorito de sódio a 2.5% e EDTA a 17% (SH) ou água destilada (DW), avaliados em 24 horas ou 6 meses após a cimentação do pino de fibra de

vidro. A inexistência de diferenças no potencial de limpeza e efeitos sobre a interface adesiva entre os protocolos e os períodos avaliados foi considerado como hipótese nula.

MATERIAL E MÉTODO

O estudo foi aprovado pelo CEUA-FOAr-UNESP (protocolo 41/2017). Cento e vinte incisivos conóides bovinos recém extraídos foram armazenados em solução de timol a 0.1%, a 4°C. Após a lavagem em água corrente, os dentes foram seccionados transversalmente ao longo eixo radicular utilizando disco diamantado (Isomet 2000; Buehler Ltd., Lake Buff, IL, USA), sob refrigeração. As raízes foram padronizadas no comprimento de 17 mm.

1. Preparo dos Espécimes

Os canais radiculares foram instrumentados até o instrumento F5 (ProTaper; Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland), na extensão de 16mm, seguindo as recomendações do fabricante. A cada troca de instrumento foi realizada a irrigação com 5mL de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil). A abertura foraminal foi vedada com resina composta com a finalidade de evitar que a solução irrigadora extravasasse apicalmente.

Após o preparo químico-mecânico, os canais radiculares foram irrigados com 5mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, Brasil), mantidos por 3 minutos no local e novamente irrigados com 5mL de hipoclorito de sódio a 2.5%. Após serem secos com ponta de papel absorvente, foram obturados pela técnica do cone único e cimento à base de resina epóxi (AH Plus; Dentsply De Trey, Konstanz, Germany), conforme descrito por Rodrigues et al.²⁵

Após a restauração provisória da abertura cervical do canal radicular com material restaurador provisório (Coltosol; Coltene, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), as raízes permaneceram imersas em água destilada, a 37°C, por 7 dias. Na sequência, as raízes foram incluídas em matrizes plásticas, conforme descrito por Victorino et al.²⁶

O preparo do espaço para pino de fibra foi realizado com instrumento rotatório #2 (White Post DC; FGM, Joinville, SC, Brasil), no comprimento de 11mm a partir da face cervical radicular.

2. Presença de Resíduos

2.1 Protocolos de irrigação

Quarenta espécimes, dos 120 espécimes previamente preparados, foram utilizados no presente estudo e distribuídos aleatoriamente em quatro protocolos (n = 10), de acordo com as soluções de irrigação utilizadas no espaço para pino:

- DW (água destilada): irrigação com 10 mL de água destilada, por 3 min;

- SH (hipoclorito de sódio e EDTA): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de solução de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, BR), por 5 min, seguido de irrigação com 5 mL de EDTA a 17%, por 3 min;

- PA (ácido peracético): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de ácido peracético a 1% (Peresal; Profilática, Araucária, PR, BR);

- EX (solução experimental): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL da solução experimental (EX) composta de ácido bórico a 5% (Quimidrol, Joinville, SC, BR) e solução de ácido cítrico a 1% (Synth, São Paulo, SP, BR), na proporção de 1:1 (v:v), por 3 min

As soluções foram mantidas no espaço para pino por 3 minutos após a conclusão da irrigação, exceto no protocolo SH em que somente o EDTA foi mantido por este tempo. Em seguida, o conteúdo foi aspirado com cânula de aspiração de 0,48 mm de diâmetro (Capillary Tips; Ultradent, South Jordan, UT, USA) e o espaço preparado para pino foi secado com ponta de papel absorvente F5 (Protaper; Dentsply Sirona, Petrópolis, RJ, BR).

2.1.2 Avaliação em MEV

Os espécimes foram clivados longitudinalmente, no sentido vestibulo-lingual, com auxílio de um cinzel. O espaço para pino foi dividido em segmentos cervical, médio e apical, por meio de uma demarcação realizada na face vestibular da hemi-seção distal da raiz do espécime e, em seguida, foram mantidos em estufa a 37°C, por 24 horas.

Os espécimes foram montados em *stubs* metálicos, submetidos aos procedimentos de metalização com ouro (ciclo único de 120s), sob vácuo em câmara específica (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) e analisadas em microscopia eletrônica de varredura (JSM 6060; Jeol Co., Tokyo, Japan), operando em 20kV. Quatro diferentes campos sobre a superfície dentinária foram inicialmente avaliados, em cada segmento do espaço para pino, e uma imagem mais representativa foi obtida na magnificação de 500X, conforme descrito por Escalante-Otárola et al.²⁷

Todas as imagens foram obtidas pelo mesmo operador. Dois examinadores independentes e devidamente calibrados ($k = 0.82$) classificaram a persistência de resíduos sobre a superfície dentinária de acordo com os parâmetros modificados, fundamentados por Kuga et al.²⁸: Escore 0 - ausência de *smear layer*; Escore 1- discreta incidência de *smear layer* e a maioria dos túbulos dentinários abertos; Escore 2- mínima incidência de *smear layer* e >50% da superfície dentinária sem resíduos; Escore 3- moderada incidência de *smear layer* e <50% da superfície dentinária sem resíduos e Escore 4- intensa incidência de *smear layer* e aberturas dos túbulos dentinários obstruídos.

2.2 Resistência de União

2.2.1 Grupos avaliados

Os protocolos de irrigação foram similares aos descritos para a análise da presença de resíduos. Nesta avaliação, imediatamente após a cimentação dos pinos de fibra de vidro, a resistência de união e o padrão de falha adesiva foram avaliados após 24 horas ou 6 meses de controle.

Oitenta espécimes, dos 120 previamente preparados, foram utilizados nesta avaliação, distribuídos aleatoriamente de acordo como o período de avaliação e protocolo de irrigação ($n = 10$). Os protocolos avaliados em 24 horas constituíram os grupos: DWI, SHI, PAI e EXI. Os protocolos avaliados após 6 meses constituíram os grupos: DWD, SHD, PAD e EXD.

2.2.2 Análise da resistência de união

A superfície dos pinos de fibra #2 (White Post DC; FGM, Joinville, SC, BR) foram inicialmente limpas com álcool 70% e, em seguida, aplicado duas camadas do sistema adesivo Universal (Single Bond Universal; 3M ESPE, St Paul, MN, USA) em toda a sua extensão e submetida a fotopolimerização com dispositivo LED (Valo; Ultradent, South Jordan, UT, USA), na potência de 1.000 mW/cm^2 por 15s.

Após o espaço preparado para pino estar devidamente lubrificado com um gel de glicerina hidrossolúvel (K-Y Gel; Reckitt Benckiser, Slough, UK), o pino de fibra foi envolto por um único incremento de resina composta (Z350 XT CT; 3M ESPE, Sumaré, SP, BR) e inserido no canal radicular. O conjunto foi fotoativado por 10s, com dispositivo LED (Valo; Ultradent, South Jordan, UT, USA).

O pino de fibra customizado foi removido do canal radicular e novamente submetido à fotoativação por 40s, em cada uma de suas superfícies. O espaço preparado para pino foi irrigado com 10mL de água destilada para remover o gel hidrossolúvel e seco com pontas de papel absorvente.

Duas camadas do sistema adesivo Universal (Single Bond Universal; 3M ESPE, St. Louis, Mn, USA) foram ativamente aplicadas na dentina, por 20s cada, com um microbrush. Em seguida, o excesso foi removido com uma ponta de papel absorvente, seguido por 5 segundos de jato de ar.

Imediatamente após, o cimento Relyx Ultimate (3M ESPE, St. Louis, Mn, USA) foi inserido no canal radicular com um dispositivo de inserção (Precision; Maquira, Maringá, PR, BR), o pino de fibra posicionado no canal radicular e o conjunto submetido à fotopolimerização (Valo; Ultradent, South Jourdan, Utah, EUA), com intensidade de 1.000 mW/cm^2 , por 40

segundos em cada face. Os espécimes foram mantidos em água destilada por 24 horas ou 6 meses, trocadas a cada 2 dias, a 37°C.

No momento de análise, os espécimes foram seccionados transversalmente ao longo eixo radicular, com disco diamantado em máquina para corte de tecidos duros (Isomet; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA), sob intensa refrigeração. Três secções foram obtidas, com espessura de $2.0 \text{ mm} \pm 0.1$, dos terços apical, médio e cervical do espaço para pino. A secção cervical, média e apical foram obtidas respectivamente a partir de 1,0 mm, 5,0 mm e 8,0 mm da face cervical da raiz. As irregularidades das secções foram removidas com lixa d'água de granulação 1200 (Norton, São Paulo, SP, Brasil).

O teste de *push-out* foi realizado em cada uma das secções obtidas utilizando a máquina de ensaio eletromecânica (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil), com uma célula de carga de 5 kN, operando na velocidade de 0,5 mm/min. Os dados obtidos a partir da força de deslocamento (em N) do conjunto pino de fibra-sistema de cimentação do espaço para pino foram transformados em resistência de união (em MPa), considerando a superfície de adesão do espaço para pino, conforme descrito por Magro et al.⁶

2.2.3 Análise do padrão de falha adesiva

As secções foram analisadas em estereomicroscópio, com magnificação de 5x, e o padrão de falha adesiva classificado conforme descrito por Ramos et al.²⁹: tipo 1 (adesiva 1), ocorre na interface entre pino de fibra e cimento resinoso; tipo 2 (adesiva 2), ocorre na interface entre sistema de cimentação e dentina; tipo 3 (coesiva), no sistema de cimentação; tipo 4 (mista), combinação de 2 ou mais tipos de falhas adesivas.

2.4 Análise Estatística

Os resultados obtidos na análise de presença de resíduos foram submetidos ao teste de Kruskal Wallis e Dunn e os obtidos nos testes de push out avaliados por ANOVA two-way e Tukey ($\alpha = .05$). Os dados obtidos referentes ao padrão de falhas adesivas foram descritos em frequência da incidência do tipo de falha adesiva em cada um dos segmentos do espaço preparado para pino.

3. RESULTADOS

3.1 Presença de Resíduos

EX demonstrou a menor incidência de resíduos em todos os segmentos do espaço para pino ($p < 0.05$). DW e SH demonstraram a maior incidência de resíduos sobre a superfície

dentinária, independentemente do segmento analisado ($p < 0.05$), mas foram similares entre si ($p > 0.05$).

A tabela 1 demonstra a mediana, valor máximo e mínimo, primeiro e terceiro quartil dos escores atribuídos à presença de resíduos na superfície dentinária do espaço para pino. A figura 1 demonstra imagem representativa, em microscopia eletrônica de varredura (em 500X) da presença de resíduos sobre a superfície dentinária, em função dos protocolos de irrigação e segmentos do espaço para pino.

3.2 Resistência de União

EXI, EXD, SHI e SHD demonstraram similar valor de resistência de união entre si ($p > 0.05$) e maior que o demonstrado pelos grupos DWI, DWD, PAI e PAD ($p < 0.05$), que foram similares entre si ($p > 0.05$), independentemente do segmento do espaço para pino avaliado.

A tabela 2 demonstra a média e desvio padrão dos valores de resistência de união (em MPa) do sistema de cimentação com o adesivo Universal (Single Bond Universal) e cimento resinoso dual (Relyx Ultimate), em função dos protocolos de irrigação e segmentos do espaço para pino.

3.3 Padrão de Falha Adesiva

A figura 2 demonstra a incidência do tipo de falha adesiva em função do protocolo de irrigação e momento de avaliação, nos segmentos do espaço para pino.

Tabela 1 - Mediana, valores máximo e mínimo dos escores atribuídos à presença de resíduos, em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço para pino

		DW	SH	PA	EX
C	mediana	3 ^c	3 ^c	2 ^b	1 ^a
	max-min	4-3	4-3	3-2	2-1
M	mediana	3 ^c	3 ^c	2 ^b	1 ^a
	max-min	4-3	4-3	3-2	2-1
A	mediana	4 ^c	4 ^c	3 ^b	2 ^a
	max-min	4-2	4-2	4-3	2-1

^{a,b} Diferentes letras na mesma linha indicam diferenças significativas em relação à presença de resíduos ($P < 0.05$). C, terço cervical; M, terço médio; A, terço apical; DW, água destilada; SH, hipoclorito de sódio + EDTA; PA, ácido peracético; EX, experimental.

Tabela 2 - Média e desvio padrão (em MPa) dos valores de resistência de união (em MPa) do sistema de cimentação com adesivo Universal e cimento resinoso dual convencional, em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço para pino

	DWI	SHI	PAI	EXI	DWD	SHD	PAD	EXD
C	5.62 ^b	10.08 ^a	5.4b ^b	9.53 ^a	5.51 ^b	8.87 ^a	4.82 ^b	8.35 ^a
	(1.12)	(1.18)	(1.04)	(0.75)	(1.07)	(0.79)	(1.03)	(0.78)
M	6.62 ^b	10.14 ^a	5.87 ^b	10.11 ^a	6.52 ^b	9.64 ^a	6.12 ^b	9.16 ^a
	(1.01)	(1.36)	(0.86)	(1.29)	(1.03)	(0.99)	(1.41)	(0.79)
A	4.77 ^b	8.52 ^a	3.97 ^b	7.89 ^a	4.06 ^b	7.75 ^a	4.13 ^b	7.98 ^a
	(0.81)	(0.76)	(0.46)	(0.78)	(0.43)	(0.74)	(0.52)	(0.94)

^{a,b} Diferentes letras na mesma linha indicam diferenças significativas no padrão de resistência ($P < 0.05$). C, terço cervical; M, terço médio; A, terço apical; DWI, água destilada-24hs; SHI, hipoclorito de sódio + EDTA-24hs; PAI, ácido peracético-24hs; EXI, experimental-24hs; DWD, água destilada-6 meses; SHD, hipoclorito de sódio + EDTA -6 meses; PAD, ácido peracético-6 meses; EXD, experimental-6 meses

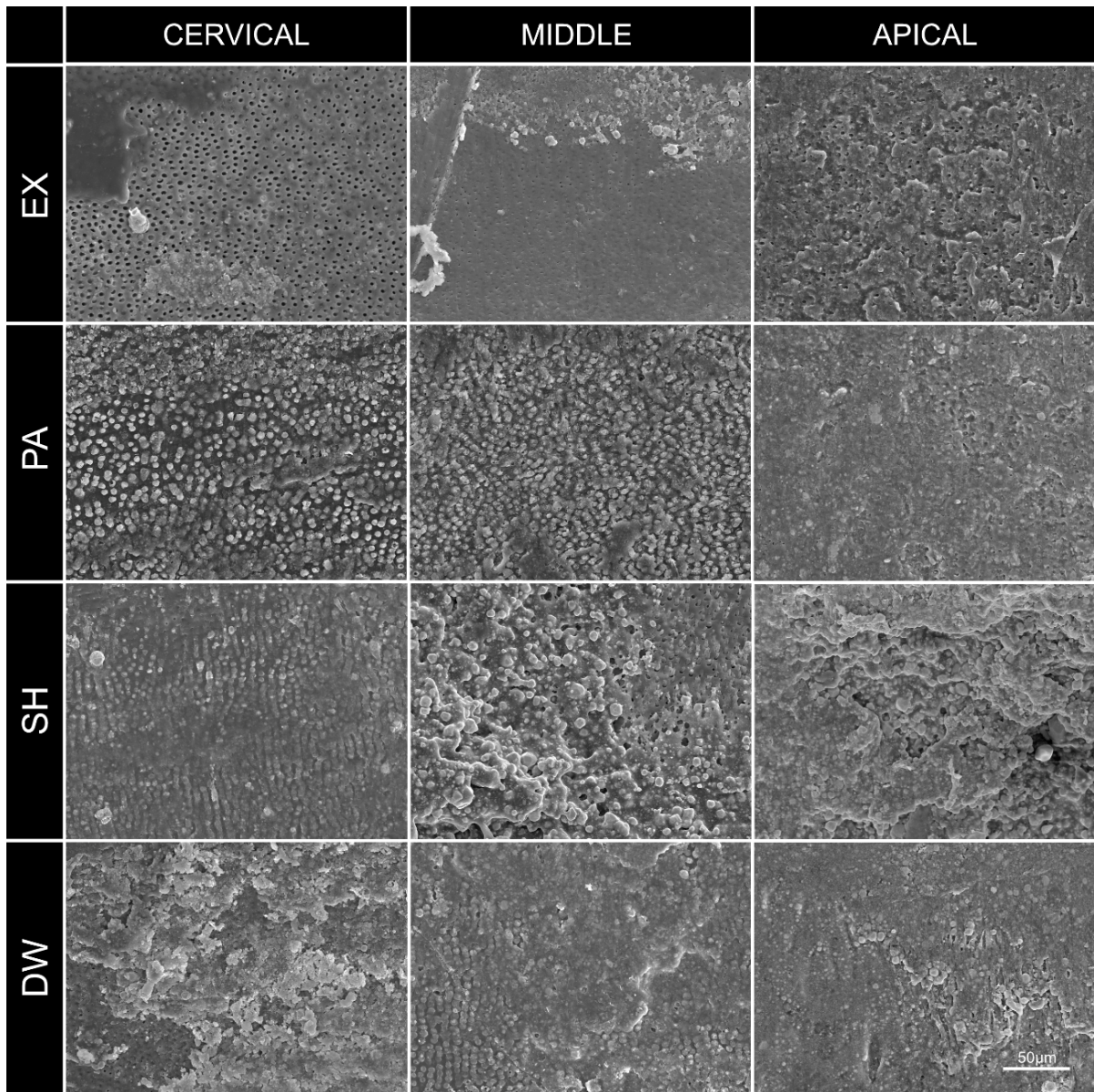
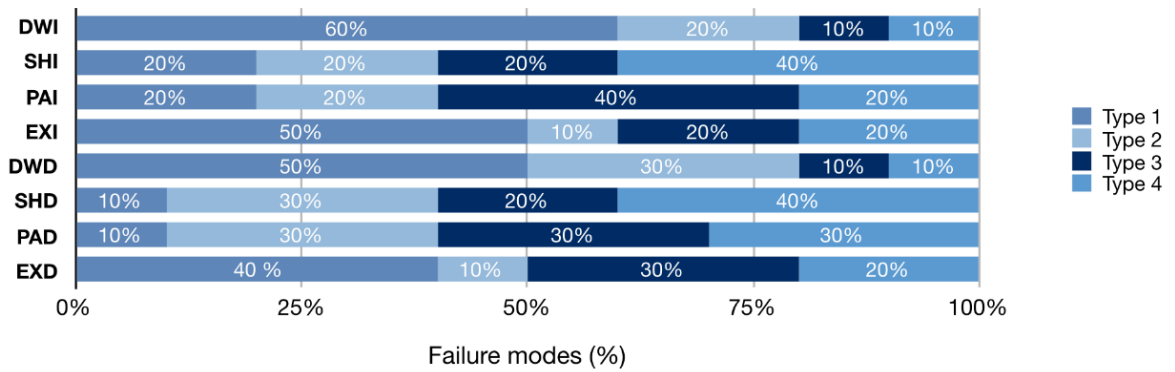
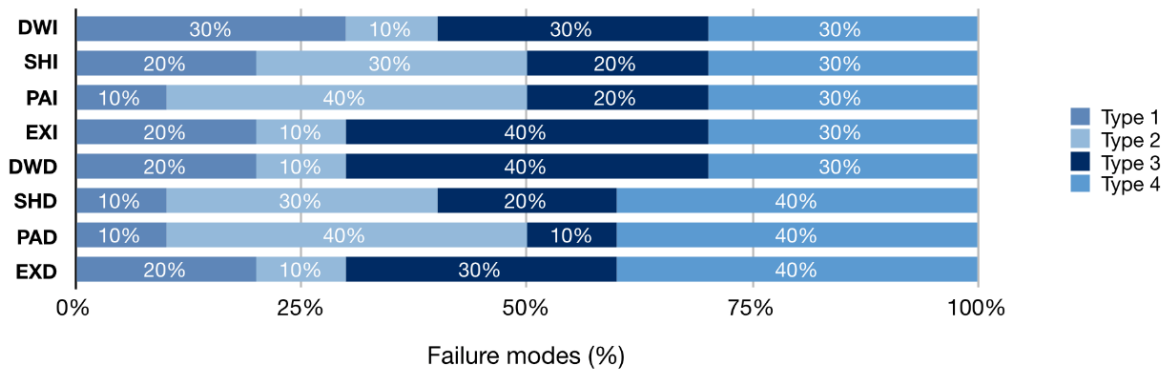


Figura 1. Imagem representativa da presença de resíduos na superfície dentinária do espaço para pino, em função dos protocolos de irrigação e terço do espaço para pino (a) água destilada, cervical; (b) água destilada, médio; (c) água destilada, apical; (d) hipoclorito de sódio + EDTA, cervical; (e) hipoclorito de sódio + EDTA, médio; (f) hipoclorito de sódio + EDTA, apical; (g) ácido peracético, cervical; (h) ácido peracético, médio; (i) ácido peracético, apical. (i) experimental, cervical; (j) experimental, médio; (k) experimental, apical. Escala: 50µm. (Magnificação 500X)

CERVICAL



MIDDLE



APICAL

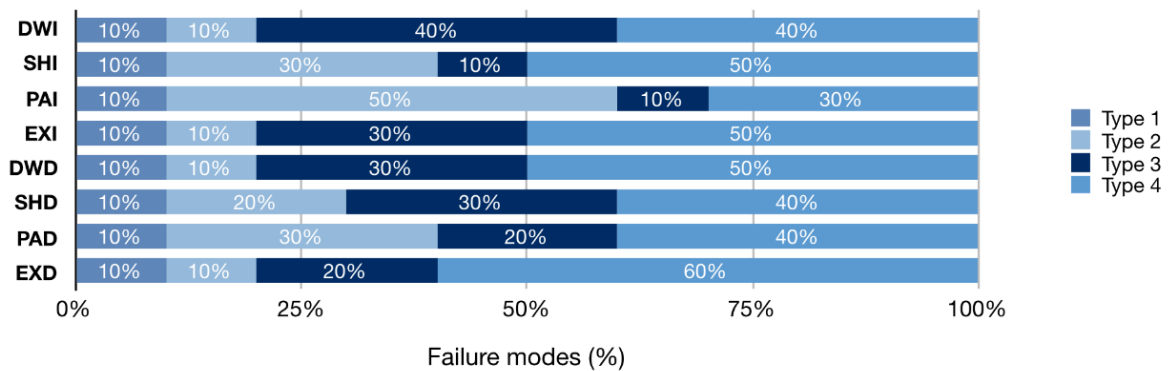


Figura 2. Incidência do padrão de falha adesiva em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço para pino

DISCUSSÃO

A irrigação do espaço para pino com a solução experimental contendo os ácidos bórico a 5% e cítrico a 1% demonstrou a menor presença de resíduos em relação aos demais protocolos de irrigação. Os valores de resistência de união, tanto em 24 horas ou após 6 meses da cimentação do pino de fibra, foram maiores que o demonstrado pelos grupos que foram utilizados o ácido peracético a 1%. Adicionalmente, a solução experimental não demonstrou efeitos sobre a resistência de união do sistema de cimentação com o adesivo Universal (Single Bond Universal) e cimento resinoso dual (Relyx Ultimate). Portanto, a hipótese nula foi rejeitada, devido a apenas pelos resultados do potencial de limpeza.

Nos espécimes foi observado a presença de resíduos sobre a superfície dentinária, inclusive obstruindo a embocadura dos túbulos dentinários, principalmente constituído por materiais utilizados na obturação dos canais radiculares, plastificados durante o preparo do espaço para pino com instrumentos rotatórios^{1,2}.

O maior potencial de limpeza da superfície dentinária foi observada após o uso do protocolo contendo os ácidos bórico a 5% e cítrico a 1% (EX). Esta solução foi utilizada com o objetivo de minimizar os efeitos erosivos proporcionados pelo ácido cítrico e incrementar a atividade antimicrobiana por meio da associação com o ácido bórico^{18,19}. Com a finalidade de minimizar o efeito erosivo proporcionado pelo ácido cítrico a 2.5%, conforme utilizado por Turk et al.¹⁸, a concentração utilizada foi de 1%.

A solução com ácido bórico a 10%, utilizado na temperatura de 55°C, por 60s, remove completamente os resíduos da dentina após o preparo mecânico do espaço para pino¹⁹. Porém o uso da solução nesta temperatura pode ser inviável clinicamente³⁰. Devido à estas condições, achou-se interessante avaliar o possível sinergismo por meio da associação do ácido bórico a 5% com o ácido cítrico a 1%, a fim de obter uma solução com menor potencial erosivo e com boa capacidade de limpeza.

A solução de ácido peracético a 1% liberam hidroxilas e radicais livres durante o processo de degradação química, resultando em oxigênio *singlet* e ácido acético^{15,16}. Como existe uma relação inversamente proporcional entre a precipitação de resíduos sobre a dentina e a concentração de peróxidos na solução, a maior incidência de resíduos após o uso do ácido peracético a 1% possivelmente foi em decorrência da solução utilizada conter alta concentração de peróxido de hidrogênio³¹.

Os valores de resistência de união do sistema de cimentação (Single Bond Universal e Relyx Ultimate) na dentina do espaço para pino, independentemente do segmento avaliado, não sofreram efeitos deletérios após a irrigação com os protocolos com a solução experimental (EX)

ou com o hipoclorito de sódio e EDTA. Muito embora o adesivo Universal contenha em sua composição monômeros ácidos e sejam desprovidos de resina hidrofóbica, além de permitirem a passagem de fluídos da dentina para a interface com o cimento resinoso, a interface de adesão não sofreu efeitos deletérios após o uso da solução com os ácidos bórico e cítrico^{32,33}.

A irrigação final com a solução de ácido peracético a 1% mantém resíduos químicos sobre a superfície dentinária, conforme observado por Belizário et al.¹⁵ Como é uma solução com baixo pH, possivelmente íons hidrogênio não-reagidos possam ter permeado a camada do adesivo Universal e comprometido a adesão com o sistema de cimentação^{14,16}.

Para que ocorra uma adequada interface adesiva com o sistema de cimentação de pinos de fibra é fundamental que a superfície dentinária esteja adequadamente limpa e condicionada^{2,3}. As substâncias químicas para a irrigação final do espaço para pino devem remover tanto a *smear layer* formada por partículas da dentina e resíduos dos materiais endodônticos plastificados durante o preparo intrarradicular³⁻⁵.

As substâncias ácidas demonstram ser um promissor caminho para a eliminação destes resíduos, porém dependendo de suas características químicas elas podem interferir negativamente sobre a interface adesiva com os adesivos e sistema de cimentação dual^{16,19}.

O presente estudo demonstrou a viabilidade de uso de uma substância experimental composta de ácidos bórico a 5% e cítrico a 1% para a irrigação final do espaço para pino, pois proporciona satisfatória limpeza da superfície dentinária e não desencadeia efeitos sobre a interface adesiva com o sistema de cimentação, mesmo após 6 meses e controle. Outros estudos ainda são necessários a fim de confirmar os resultados e hipóteses obtidos nesta avaliação.

CONCLUSÃO

A solução contendo ácido bórico a 5% e ácido cítrico a 1% é um agente de irrigação viável para a irrigação do espaço para pino, pois proporcionou uma satisfatória limpeza da superfície dentinária e não interferiu longitudinalmente sobre a resistência de união do sistema de cimentação com o adesivo Universal (Single Bond Universal) e cimento resinoso dual (Relyx Ultimate).

REFERÊNCIAS

1. Serafino C, Gallina G, Cumbo E, Ferrari M. Surface debris of canal walls after post space preparation in endodontically treated teeth: a scanning electron microscopic study. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2004; 97: 381-387.
2. Serafino C, Gallina G, Cumbo E, Monticelli F, Goracci C, Ferrari M. Ultrasound effects after post space preparation: An SEM study. *J Endod.* 2006; 32(6): 549-552.
3. Pereira KF, Vencão AC, Magro MG, Belizário LG, Porto TS, Andrade MF, et al. Effect of endodontic retreatment on the bond strength of resin cements to root canal dentin. *Am J Dent.* 2019; 32(3): 147-151.
4. Seballos VG, Barreto MS, Rosa RAD, Machado E, Valandro LF, Kaizer OB. Effect of Post-Space Irrigation with NaOCl and CaOCl at different concentrations on the bond strength of posts cemented with a self-adhesive resin cement. *Braz Dent J.* 2018; 29(5): 446-451.
5. Barreto MS, Rosa RA, Seballos VG, Machado E, Valandro LF, Kaizer OB, et al. Effect of intracanal irrigants on bond strength of fiber posts cemented with a self-adhesive resin cement. *Oper Dent.* 2016; 41(6): e159-e167.
6. Magro MG, Kuga MC, Aranda-Garcia AJ, Victorino KR, Chávez-Andrade GM, Faria G, et al. Effectiveness of several solutions to prevent the formation of precipitate due to the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine and its effect on bond strength of an epoxy-based sealer. *Int Endod J.* 2015; 48(5): 478-83.
7. Aranda-Garcia AJ, Kuga MC, Vitorino KR, Chávez-Andrade GM, Duarte MA, Bonetti-Filho I, et al. 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.* 2013; 76(5): 533-537.
8. Neelakantan P, Sriraman P, Gutmann JL. Removal of calcium hydroxide intracanal medicament by different irrigants and irrigating techniques: a cone beam computed tomography analysis. *Gen Dent.* 2017; 65(6): 45-49.
9. 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.
10. Atlas A, Grandini S, Martignoni M. Evidence-based treatment planning for the restoration of endodontically treated single teeth: importance of coronal seal, post vs no post, and indirect vs direct restoration. *Quintessence Int.* 2019; 50(10): 772-81.

11. Keleş A, Köseoğlu M. Dissolution of root canal sealers in EDTA and NaOCl solutions. *J Am Dent Assoc.* 2009; 140(1): 74–113.
12. Kuga MC, Gouveia-Jorge É, Tanomaru-Filho M, Guerreiro-Tanomaru JM, Bonetti-Filho I, Faria G. Penetration into dentin of sodium hypochlorite associated with acid solutions. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2011; 112(6): e155-9.
13. Kok D, Rosa RA, Barreto MS, Busanello FH, Santini MF, Pereira JR, et al. Penetrability of AH plus and MTA fillapex after endodontic treatment and retreatment: a confocal laser scanning microscopy study. *Microsc Res Tech.* 2014; 77(6): 467-471.
14. Keine KC, Kuga MC, Tormin FBC, Venção AC, Duarte MAH, Chávez-Andrade GM, et al. Effect of peracetic acid used as single irrigant on the smear layer, adhesion, and penetrability of AH Plus. *Braz Oral Res.* 2019; 33: e057.
15. Belizário LG, Kuga MC, Castro-Núñez GM, Escalante-Otárola WG, Só MVR, Pereira JR. Effects of different peracetic acid formulations on post space radicular dentin. *J Prosthet Dent.* 2018; 120(1): 92-98.
16. Belizário LG, Kuga MC, Hungaro Duarte MA, Só MVR, Keine KC, Pereira JR. Effect of fiber post space irrigation with different peracetic acid formulations on the bond strength and penetration into the dentinal tubules of self-etching resin cement. *J Prosthet Dent.* 2019; 122(1): 46.e1-46.e7
17. Rossi-Fedele G, Dođramaci EJ, Guastalli AR, Steier L, de Figueiredo JA. Antagonistic interactions between sodium hypochlorite, chlorhexidine, EDTA, and citric acid. *J Endod.* 2012; 38(4): 426-31.
18. Turk T, Kaval ME, Sen BH. Evaluation of the smear layer removal and erosive capacity of EDTA, boric acid, citric acid and desy clean solutions: an in vitro study. *BMC Oral Health.* 2015; 15: 104.
19. Culhaoglu AK, Özcan E, Kilicarslan MA, Seker E. Effect of boric acid versus conventional irrigation solutions on the bond strength between fiber post and root dentin. *J Adhes Dent.* 2017; 19(2): 137-146.
20. Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent.* 2003; 5(1): 27-40.
21. Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater.* 2001; 17(6): 542-56.

22. Shafiei F, Mohammadparast P, Jowkar Z. Adhesion performance of a universal adhesive in the root canal: Effect of etch-and-rinse vs. self-etch mode. *PLoS One*. 2018; 13(4): e0195367.
23. Cheong C, King NM, Pashley DH, Ferrari M, Toledano M, Tay FR. Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/dual-cured composites: two-step vs one-step systems. *Oper Dent*. 2003; 28(6): 747-755.
24. Tay FR, Pashley DH. Water treeing--a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent*. 2003; 16(1): 6-12.
25. Rodrigues A, Bonetti-Filho I, Faria G, Andolfatto C, Camargo Vilella Berbert FL, Kuga MC. Percentage of gutta-percha in mesial canals of mandibular molars obturated by lateral compaction or single cone techniques. *Microsc Res Tech*. 2012; 75(9): 1229-1232.
26. Victorino KR, Kuga MC, Duarte MA, Cavenago BC, Só MV, Pereira JR. The effects of chlorhexidine and ethanol on push-out bond strength of fiber posts. *J Conserv Dent*. 2016; 19(1): 96-100.
27. Escalante-Otárola WG, Castro-Núñez GM, Jordão-Basso KCF, Guimarães BM, Palma-Dibb RG, Kuga MC. Evaluation of dentin desensitization protocols on the dentinal surface and their effects on the dentin bond interface. *J Dent*. 2018; 75: 98-104.
28. Kuga MC, Faria G, Rossi MA, Monteiro JCC, Bonetti-Filho I, Berbert FLC, et al. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Scanning*. 2013; 35(1): 17-21.
29. Ramos ATPR, Belizário LG, Venção AC, Fagundes Jordão-Basso KC, de Souza Rastelli AN, de Andrade MF, et al. Effects of photodynamic therapy on the adhesive interface of fiber posts cementation protocols. *J Endod*. 2018; 44(1): 173–78.
30. Kwon SJ, Park YJ, Jun SH, Ahn JS, Lee IB, Cho BH, et al. Thermal irritation of teeth during dental treatment procedures. *Restor Dent Endod*. 2013; 38(3): 105-12.
31. Scelza MF, Antoniazzi JH, Scelza P. Efficacy of final irrigation--a scanning electron microscopic evaluation. *J Endod*. 2000; 26(6): 355-8.
32. Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosà M, Cadenaro M, et al. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *J Dent*. 2014; 42(5): 603-612.
33. Bitter K, Polster L, Askar H, von Stein-Lausnitz M, Sterzenbach G. Effect of final irrigation protocol and etching mode on bond strength of a multimode adhesive in the root canal. *J Adhes Dent*. 2017; 8: 245-252.

3.3 Publicação 3*

Efeito do ácido peracético e ácido bórico usados como solução irrigadora sobre a limpeza da dentina radicular do espaço para pinos de fibra

O objetivo do trabalho foi avaliar a limpeza da superfície dentinária, através da análise da presença de *smear layer* e quantidade de túbulos dentinários abertos após a irrigação do espaço intrarradicular preparado para pino de fibra com a solução de ácido peracético a 1% (PA) e ácido bórico 5% associado ao ácido cítrico 1% (BA). Após obturação dos canais radiculares de quarenta dentes bovinos, foi realizado o preparo intrarradicular para pino de fibra com instrumento rotatório. Os dentes foram divididos em quatro grupos ($n=10$), de acordo com o protocolo de irrigação do espaço intrarradicular: G1 (controle): água destilada, G2 (NaOCl): hipoclorito de sódio a 2.5% associado ao EDTA 17% , G3 (PA): Ácido peracético 1% com alta concentração de peróxido de hidrogênio e G4 (BA): Ácido bórico 5% associado ao ácido cítrico 1%. Após a irrigação, os dentes foram clivados e a superfície dentinária intrarradicular foi submetida à análise em MEV (2000X), para avaliar a limpeza e quantidade de túbulos dentinários abertos utilizando o programa Image J. Os dados obtidos foram avaliados através dos testes de ANOVA e Tukey ($P=0.05$). Em relação à presença de *smear layer*, G2, G3, G4 apresentaram menor incidência de *smear layer* sobre a dentina do espaço protético no terço cervical em comparação ao G1. Em relação à quantidade de túbulos dentinários abertos, G4 proporcionou a maior quantidade de túbulos dentinários abertos em todos os terços do que os demais grupos ($P < 0,05$). A solução de ácido bórico 5% associado ao ácido cítrico 1% parece ser uma alternativa viável para irrigação do canal radicular, pois foi capazes de remover *smear layer* em todos os terços da dentina radicular.

* Artigo submetido para publicação na revista *Brazilian Oral Research* em 11/02/2020.

INTRODUÇÃO

Dentes tratados endodonticamente necessitam, em sua grande maioria, de retentores intrarradiculares para reforçar estruturas fragilizadas¹. Os pinos de fibra de vidro têm sido amplamente utilizados, pois formam um complexo estruturalmente homogêneo reduzindo assim o risco de fratura radicular devido à absorção de estresse gerada pelas forças mastigatórias^{2,3}.

O preparo do espaço protético para receber um pino de fibra requer a remoção parcial do material obturador do canal radicular⁴. A guta-percha remanescente deixada no interior do canal radicular⁵ e a presença de *smear layer* proveniente do preparo do conduto realizado com instrumentos rotatórios obstrui a entrada dos túbulos dentinários podendo comprometer a adesão do sistema de cimentação do pino de fibra⁶.

Para evitar tal situação, essa camada de *smear layer* deve ser removida com o auxílio de soluções irrigadoras. O hipoclorito de sódio é a solução mais utilizada no preparo-químico mecânico do canal radicular, com ação antimicrobiana e limpeza da dentina radicular. No entanto, não remove totalmente a *smear layer* e interfere negativamente na adesão do pino de fibra de vidro⁷⁻¹⁰.

Uma associação comum e eficiente para remoção de *smear layer* é o ácido etilenodiaminotetracético (EDTA) associado com hipoclorito de sódio (NaOCl)^{11,12}. No entanto, essa associação causa erosões na dentina peritubular e intertubular, além de diminuir a dureza da dentina^{13,14}.

Outra substância que apresenta caráter ácido e favorável na remoção da *smear layer* é o ácido peracético com suas diferentes concentrações¹⁵⁻¹⁷, boa atividade antimicrobiana, satisfatória capacidade de limpeza da superfície e penetrabilidade dentinária¹⁸⁻²¹. Esse ácido apresenta em sua composição o ácido acético, sendo esse um ácido fraco, com características satisfatórias na ação de limpeza dos resíduos da superfície dentinária^{15,16}. Quando comparado ao hipoclorito de sódio, o ácido peracético apresenta boa citotoxicidade²², menor presença de *smear layer* e maior quantidade de túbulos dentinários abertos²³.

A solução de ácido bórico pode ser uma alternativa viável como irrigante usado durante o tratamento endodôntico, com propriedades antisséptica, antibacterianas e anti-fúngicas²⁴. O boro apresenta efeitos anti-inflamatórios, regulando os níveis de oxidante-antioxidante do tecido^{25,26} e tem efeitos antimicrobianos consideráveis^{27,28} observaram sucesso na remoção de *smear layer* utilizando apenas o ácido bórico.

No entanto, Turk et al. (2015) relataram que a capacidade de remoção da *smear layer* utilizando apenas o ácido bórico mostrou-se insuficiente, sendo pertinente uma combinação de soluções de ácido bórico 5% e ácido cítrico 1% para uso clínico, a fim de alcançar melhor efeito antimicrobiano e capacidade de remoção de *smear layer* simultaneamente. A solução de ácido cítrico tem sido relatada como uma opção de solução para remoção de *smear layer*³⁰.

Entretanto, inexitem estudos que avaliem o uso do ácido bórico 5% associado ao ácido cítrico 1% para avaliar a remoção de *smear layer* quando seguido da utilização de cimentos resinosos duais para cimentação de pino de fibra de vidro. Desta forma, torna-se pertinente a investigação destes processos. Portanto, o objetivo do presente estudo foi avaliar os efeitos da irrigação do espaço preparado para pino de fibra de vidro, com diferentes soluções irrigadoras sobre a limpeza nos túbulos dentinários. As hipóteses nulas foram que a solução de ácido bórico 5% associado ao ácido cítrico não interferiram sobre a presença de *smear layer* nos túbulos dentinários, nos diferentes terços do canal radicular.

MATERIAL E MÉTODO

Este trabalho foi aprovado pelo Comitê de Ética em animais da Faculdade de Odontologia de Araraquara (registro número 41/2017). Quarenta dentes bovinos foram obtidos e mantidos em solução de timol a 1%, a 4°C. Todos os dentes foram radiografados, no sentido vestibulo-lingual e no mesio-distal, a fim de constatar a presença de apenas um canal radicular e similar anatomia endodôntica. Os dentes que não preencheram estes requisitos foram descartados e substituídos.

Os dentes foram seccionados transversalmente em relação ao longo eixo radicular com disco diamantado dupla face (KG Sorensen, Cotia, SP, BR), mantendo o comprimento de 17mm a partir do ápice radicular. O canal radicular de cada dente foi preparado com instrumentos rotatórios (ProTaper; Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland), até o instrumento F5, na extensão de instrumentação de 16 mm, de acordo com as recomendações do fabricante.

A cada troca de instrumento foi realizada a irrigação do canal radicular com 5 mL de solução de hipoclorito de sódio a 2,5% (Asfer, São Bernardo dos Campos, SP, BR). Ao término do preparo químico-mecânico, o canal radicular foi irrigado com 5 mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, BR), mantido intra-canal por 3 minutos, e realizada a irrigação final com 10 mL de solução de hipoclorito de sódio a 2,5%. O canal radicular foi devidamente aspirado e seco com pontas de papel absorvente F5 (ProTaper; Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland).

Na sequência, a obturação endodôntica foi realizada com ponta de guta percha F5 (ProTaper; Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) e cimento à base de resina epóxi (AH Plus; DeTrey Dentsply GmbH, Konstanz, Germany), pela técnica do cone único e seccionada com ponta aquecida (Touch'n Heat; Sybron Endo; Orange, CA, USA) 1 mm aquém da face cervical radicular. A abertura cervical do canal radicular foi restaurada com cimento de ionômero de vidro (Vitreon; SS White, Rio de Janeiro, RJ, BR). Imediatamente após, as raízes foram imersas em água destilada e mantidas a 37°C, por 7 dias.

Após o período determinado de imersão, a restauração com cimento de ionômero de vidro foi removida com a ponta diamantada 1012 (KG Sorensen, Cotia, SP, BR). A remoção da obturação do canal radicular foi realizada utilizando instrumento rotatório (Post Preparation; Helse, Ribeirão Preto, SP, BR), em baixa rotação (8.000 rpm), sem refrigeração, na extensão de 12 mm de cervical para o ápice radicular.

As raízes foram divididas em 4 grupos ($n = 10$ raízes, cada grupo), de acordo com o protocolo de irrigação do espaço protético preparado: G1 (controle, DW), água destilada; G2 (NaOCl), solução de hipoclorito de sódio a 2,5% (Asfer, São Bernardo do Campo, SP, BR); G3 (PA), solução de ácido peracético 1% (Peresal; Profilática) com alta concentração de peróxido de hidrogênio (4% ácido peracético e 26% peróxido de hidrogênio) e G4 (BA) Ácido bórico a 5% (Quimidrol, Joinville, SC, BR) e ácido cítrico a 1% (Synth, São Paulo, SP, BR), na proporção de 1:1 (v/v).

O espaço do canal radicular preparado foi irrigado com 5 mL da solução selecionada, durante 1 minuto e mantida no local por 3 minutos, sem agitação. Após a irrigação, o canal radicular foi irrigado com 5 ml de água destilada, aspirado com cânula de aspiração de 0,48 mm de diâmetro (Capillary Tips; Ultradent, South Jordan, UT, USA) e seco com ponta de papel absorvente F5 (ProTaper). Em seguida, as raízes foram clivadas longitudinalmente, no sentido vestibulo-lingual, com auxílio de um cinzel.

Avaliação em MEV

Os espécimes foram clivados longitudinalmente, no sentido vestibulo-lingual, com auxílio de um cinzel. O espaço para pino foi dividido em terços, por meio de uma demarcação realizada na face vestibular de cada hemi-seção distal da raiz do espécime. Em seguida, foram mantidos em estufa a 37°C, por 24 horas.

Na sequência, foram montados em *stubs* metálicos, submetidos aos procedimentos de metalização com ouro (ciclo único de 120s), sob vácuo em câmara específica (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) e analisadas em microscopia eletrônica de varredura

(JSM 6060; Jeol Co., Tokyo, Japan), operando em 20kV.

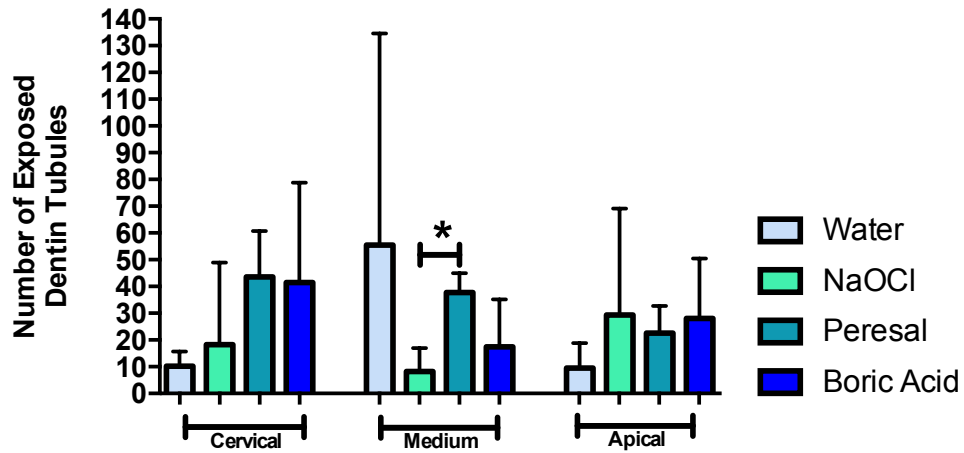
Quatro diferentes campos sobre a superfície dentinária foram inicialmente avaliados, em cada terço do espaço para pino, e uma imagem mais representativa foi obtida na magnificação de 2000X, conforme descrito por Escalante-Otárola et al.³⁹ Todas as imagens foram obtidas pelo mesmo operador. Dois examinadores independentes e devidamente calibrados ($k = 0.82$) atribuíram escores conforme a persistência de resíduos sobre a superfície dentinária de acordo com os parâmetros modificados, previamente descritos por Kuga et al.⁴⁰: Escore 0 - ausência de smear layer; Escore 1 - discreta incidência de smear layer e a maioria dos túbulos dentinários abertos; Escore 2 - mínima incidência de smear layer e >50% da superfície dentinária sem resíduos; Escore 3 - moderada incidência de smear layer e <50% da superfície dentinária sem resíduos e Escore 4 - intensa incidência de smear layer e aberturas dos túbulos dentinários obstruídos.

RESULTADOS

A Figura 1 mostra os resultados da análise da camada de esfregaço em todos os terços da dentina do canal radicular usando diferentes irrigantes endodônticos. Nos terços cervical e apical, não houve diferença estatística entre os grupos PAA 1% e BA 5% ($p > 0,05$) e ambos os grupos apresentaram valores de *smear layer* inferiores aos dos grupos NaOCl a 2,5% e água ($p < 0,05$).

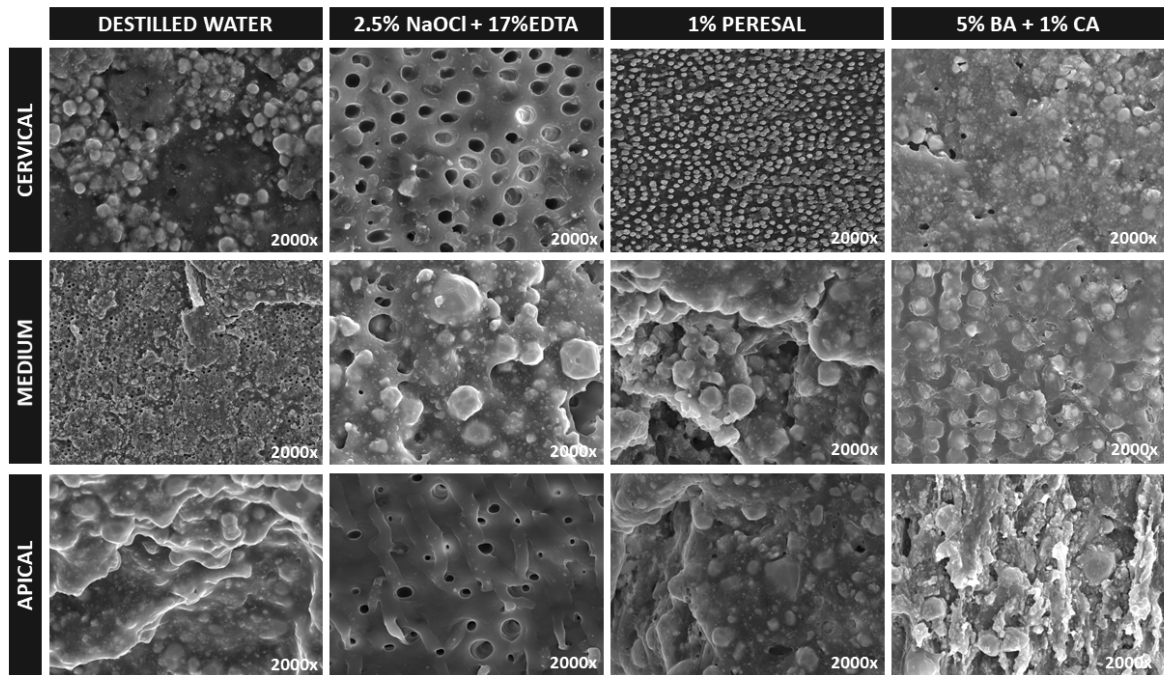
BA de 5% apresentou menor incidência de *smear layer* na superfície da dentina do pós-espaço do que os outros grupos ($P < 0,05$), que não diferiram entre si ($P > 0,05$). Nos terços cervical e apical, o BA de 5% apresentou um número maior de túbulos de dentina abertos do que os outros grupos ($P < 0,05$).

Figure 1 – Média da presença de resíduos, em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço para pino.



*Em relação ao grupo NaOCl2.5%

Figura 2- Imagem representativa da presença de túbulos dentinários abertos. G1 Água destilada (Controle, DW). G2 NaOCl 2,5% associado com EDTA 17%. G3 Ácido peracético 1%. G4 Ácido bórico 5% associado com ácido cítrico 1% (Magnificação original 2.000X)



DISCUSSÃO

No presente estudo, avaliou-se o efeito do ácido peracético 1% e do ácido bórico 5% associado a 1% de ácido cítrico na *smear layer*, em comparação com o uso combinado de NaOCl 2,5% com 17% de EDTA. A hipótese nula foi rejeitada em relação à *smear layer*. O preparo do espaço para pino intrarradicular pode deixar resíduos na superfície do espaço por causa da ação mecânica de instrumentos rotatórios²³. A irrigação tem várias funções principais, das quais as mais importantes são dissolver tecidos e ter um efeito antimicrobiano. A escolha e o uso do agente irrigador apropriado e mais eficiente, no entanto, requerem um melhor entendimento de suas ações e aplicações durante a instrumentação endodôntica³¹. Idealmente, propriedades mecânicas como resistência, composição e dureza da dentina não devem ser afetadas em nenhum aspecto negativo após os procedimentos de irrigação ou esse efeito deve ser minimizado²⁹. A combinação de NaOCl e EDTA é considerada como irrigação eficaz para remoção do esfregaço, mas a *smear layer* não pode ser completamente removida³⁸. No entanto, quando ambos são utilizados juntos, ocorre erosão da dentina e pode ocorrer redução na microdureza¹⁷.

Neste estudo *ex vivo*, o ácido peracético a 1% demonstrou bons resultados nos terços cervical e médio, devido à sua capacidade satisfatória de limpeza da superfície dentinária, atividade antimicrobiana^{14,15,16,18,20,23} e ação desmineralizante devido à sua composição¹². Essa solução é composta por ácido acético e hidróperóxido de acetila, que libera íons hidroxila e radicais livres durante o processo de decomposição química, resultando em oxigênio e ácido acético^{15,20}. Os achados desse estudo foram semelhantes a outros estudos^{23,36} no qual a irrigação endodôntica associada ao ácido peracético é capaz de remover a camada de *smear layer*, devido ao ácido acético em sua composição, que por sua vez, é um ácido fraco porém capaz de dissolver a *smear layer*.

O ácido cítrico é um ácido orgânico e tem um longo histórico de uso na irrigação do canal radicular e pode ser usado ao invés do EDTA como enxágue final para remover a camada de esfregaço após o uso de NaOCl³³. As concentrações máximas de uso relatadas na literatura foram de um a dez por cento³². Em concordância com outros trabalhos^{29,33}, esse estudo mostrou que concentrações diferentes e até menores de ácido cítrico foram eficazes na remoção da *smear layer*. Por outro lado, altas concentrações de ácido cítrico resultam em erosão indesejável da dentina do canal radicular³⁴. Um estudo³⁵ concluiu que as soluções de ácido cítrico removeram a *smear layer* após 60 s de aplicação, limpando os túbulos dentinários, mas também ampliando

e desmineralizando a dentina inter e peritubular. No presente estudo, a concentração de ácido cítrico a 1% foi utilizada para prevenir a erosão da dentina, no qual também pode ocorrer dependendo o tempo de contato com a superfície.

O ácido bórico tem propriedades anti-sépticas, antibacterianas, antifúngicas²⁴ e efeitos antimicrobianos²⁷. Como a capacidade de remoção da *smear layer* desta solução é insuficiente, uma combinação de soluções de ácido bórico e cítrico pode ser misturada para uso clínico, a fim de obter efeito antimicrobiano e capacidade de remoção da *smear layer* ao mesmo tempo²⁹. A análise em MEV mostrou que os túbulos dentinários estavam abertos e a camada de esfregaço foi parcialmente removida quando PA 1% e BA 5% associado a 1% de ácido cítrico foram utilizados nos terços cervicais e médios. No terço apical, 2,5% de NaOCl associado a 17% de EDTA apresentaram bons resultados. Esses achados apresentam boas perspectivas sobre o uso da associação do ácido bórico 5% com 1% de ácido cítrico na irrigação do canal radicular.

Até o momento, não havia estudos na literatura que avaliassem o grau de limpeza da dentina radicular proporcionado pelo uso de 1% de BA associado a 1% de CA, como irrigante do canal radicular. Embora o ácido bórico a 5% associado à solução de ácido cítrico a 1% tenha demonstrado limpeza e remoção adequada da camada de *smear layer* na dentina radicular, mais estudos são necessários para avaliar o impacto dessa solução. Finalmente, deve-se enfatizar que, como na maioria dos estudos *in vitro*, os resultados desta investigação ainda precisam ser confirmados clinicamente.

CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo *in vitro*, a seguinte conclusão foi tirada:

- 1) O ácido bórico a 5% associado à solução de ácido cítrico a 1% produziu menos resíduos na dentina radicular e maior incidência de túbulos de dentina abertos quando comparado com outras soluções ($P < 0,05$).
- 2) O ácido bórico a 5% associado à solução de ácido cítrico a 1% tem o potencial de ser usado como irrigante em canais radiculares com capacidade de remoção da *smear layer*.

REFERÊNCIAS

1. Figueiredo FE, Martins-Filho PR, Faria-E-Silva AL. Do metal post-retained restorations result in more root fractures than fiber post-retained restorations? A systematic review and meta-analysis. *J Endod.* 2015; 41: 309-16.
2. Boschian Pest L, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. *Dent Mater.* 2002; 18(8): 596–602.
3. Tay FR, Pashley DH. Monoblocks in root canals: a hypothetical or a tangible goal. *J Endod.* 2007; 33(4): 391–8.
4. Ramos ATPR, Garcia Belizário L, Venção AC, Fagundes Jordão-Basso KC, de Souza Rastelli AN, de Andrade MF, Kuga MC. Effects of Photodynamic Therapy on the Adhesive Interface of Fiber Posts Cementation Protocols. *J Endod.* 2018; 44(1): 173–178.
5. Perdigão J, Gomes G, & Augusto V. The effect of dowel space on the bond strengths of fiber posts. *Journal of Prosthodont.* 2007; 16(3): 154-164.
6. Akyuz Ekim SN, Erdemir A. Effect of different irrigant activation protocols on push-out bond strength. *Lasers Med Sci.* 2015; 30: 2143-9.
7. da Cunha LF, Furuse AY, Mondelli RF, Mondelli J. Compromised bond strength after root dentin deproteinization reversed with ascorbic acid. *J Endod.* 2010; 36: 130-4.
8. do Nascimento AL, Busanello FH, Só MV, Kuga MC, Pereira JR, Grecca FS. Residues of different gel formulations on dentinal walls: A SEM/EDS analysis. *Microsc Res Tech.* 2015; 78: 495-9.
9. Jardine AP, Rosa RA, Santini MF, Wagner M, Só MV, Kuga MC, et al. The effect of final irrigation on the penetrability of an epoxy resin-based sealer into dentinal tubules: a confocal microscopy study. *Clin Oral Investig.* 2016; 20: 117-23.
10. Seballos VG, Barreto MS, Rosa RAD, Machado E, Valandro LF, Kaizer OB. Effect of Post-Space Irrigation with NaOCl And CaOCl at Different Concentrations on the Bond Strength of Posts Cemented with a Self-Adhesive Resin Cement. *Braz Dent J.* 2018; 29(5): 446-451.
11. Abbott PV, Heijkoop PS, Cardaci SC, Hume WR, Heithersay GS. An SEM study of the effects of different irrigation sequences and ultrasonics. *Int Endod J.* 1991; 24: 308–16.
12. 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: 358–62.
13. Niu W, Yoshioka T, Kobayashi C, Suda H. A scanning electron microscopic study of dentinal erosion by final irrigation with EDTA and NaOCl solutions. *Int Endod J.* 2002; 35: 934–9.
 14. Qian W, Shen Y, Haapasalo M. Quantitative analysis of the effect of irrigant solution sequences on dentin erosion. *J Endod.* 2011; 37: 1437–41.
 15. De-Deus G, Souza EM, Marins JR, Reis C, Paciornik S, Zehnder M. Smear layer dissolution by peracetic acid of low concentration. *Int Endod J.* 2011; 44(6): 485-90. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2010.01847.x>
 16. Lottanti S, Gautschi H, Sener B, Zehnder M. Effects of ethylenediaminetetraacetic, etidronic and peracetic acid irrigation on human root dentine and the smear layer. *Int Endod J.* 2009; 42(4): 335-43. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2008.01514.x>
 17. Zehnder M. Root canal irrigants. *J Endod.* 2006; 32: 389-98.
 18. Kuga MC, Gouveia-Jorge É, Tanomaru-Filho M, Guerreiro-Tanomaru JM, Bonetti-Filho I, Faria G. Penetration into dentin of sodium hypochlorite associated with acid solutions. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2011; 112: 396-400.
 19. Ordinola-Zapata R, Bramante CM, Garcia RB, de Andrade FB, Bernardineli N, de Moraes IG, et al. The antimicrobial effect of new and conventional endodontic irrigants on intra-orally infected dentin. *Acta Odontol Scand.* 2013; 71(3-4): 424-31. <https://doi.org/10.3109/00016357.2012.690531>
 20. Arias-Moliz MT, Ordinola-Zapata R, Baca P, Ruiz-Linares M, García García E, Hungaro Duarte MA, et al. Antimicrobial activity of Chlorhexidine, Peracetic acid and sodium hypochlorite/etidronate irrigant solutions against *Enterococcus faecalis* biofilms. *Int Endod J.* 2015; 48: 1188-93.
 21. Gaddala N, Veeramachineni C, Tummala M. Effect of Peracetic Acid as a Final Rinse on Push out Bond Strength of Root Canal Sealers to Root Dentin. *J Clin Diagn Res.* 2015; 9: ZC75-7.
 22. Viola KS, Rodrigues EM, Tanomaru-Filho M, Carlos IZ, Ramos SG, Guerreiro-Tanomaru JM, et al. Cytotoxicity of peracetic acid: evaluation of effects on metabolism, structure and cell death. *Int Endod J.* 2018;51 Suppl 4: e264-77. <https://doi.org/10.1111/iej.12750>

23. Belizário LG, Kuga MC, Castro-Núñez GM, Escalante-Otárola WG, Só MV, Pereira JR. Effects of different peracetic acid formulations on post space radicular dentin. *J Prosthet Dent.* 2018; 120(1): 92-8. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2017.08.002>
24. Meers PD, Chow CK. Bacteriostatic and bactericidal actions of boric acid against bacteria and fungi commonly found in urine. *J Clin Pathol.* 1990; 43: 484–7.
25. Ince S, Kucukkurt I, Cigerci IH, Fatih Fidan A, Eryavuz A. The effects of dietary boric acid and borax supplementation on lipid peroxidation, antioxidant activity, and DNA damage in rats. *J Trace Elem Med Biol.* 2010; 24: 161–4. doi: 10.1016/j.jtemb.2010.01.003.
26. Demirer S, Kara MI, Erciyas K, Ozdemir H, Ozer H, Ay S. Effects of boric acid on experimental periodontitis and alveolar bone loss in rats. *Arch Oral Biol.* 2012; 57: 60–5. doi:10.1016/j.archoralbio.2011.07.012.
27. Schmidt M, Schaumberg JZ, Steen CM, Boyer MP. Boric acid disturbs cell wall synthesis in *saccharomyces cerevisiae*. *Int J Microbiol.* 2010; 2010: 930465. doi: 10.1155/2010/930465.
28. Culhaoglu AK, Özcan E, Kilicarslan MA, Seker E. Effect of Boric Acid Versus Conventional Irrigation Solutions on the Bond Strength Between Fiber Post and Root Dentin. *Journal of Adhesive Dentistry.* 2017; 19(2): 137-146.
29. Turk T, Kaval ME, Sen BH. Evaluation of the smear layer removal and erosive capacity of EDTA, boric acid, citric acid and desy clean solutions: an in vitro study. *BMC Oral Health* 2015; 15: 104.
30. Pérez-Heredia M, Ferrer-Luque CM, González-Rodríguez MP. The effectiveness of different acid irrigating solutions in root canal cleaning after hand and rotary instrumentation. *J Endod.* 2006; 32: 993–7.
31. Arslan H, Ayrançı LB, Karatas E, Topçuoğlu HS, Yavuz MS, Kesim B. Effect of agitation of EDTA with 808-nanometer diode laser on removal of smear layer. *J Endod.* 2013; 39: 1589-92.
32. Haapasalo M, Shen Y, Qian W, Gao Y. Irrigation in endodontics. *Dent Clin North Am.* 2010; 54(2): 291–312. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2009.12.001>

33. Ahir B, Parekh V, Katyayan MK, Katyayan PA. Smear layer removal efficacy of different irrigating solution: A comparative scanning electron microscope evaluation. *Indian J Dent Res.* 2014; 25: 617-22.
34. Poggio C, Dagna A, Colombo M, Rizzardi F, Chiesa M, Scribante A, et al. Decalcifying effect of different ethylenediaminetetraacetic acid irrigating solutions and tetraclean on root canal dentin. *J Endod.* 2012; 38: 1239–43. doi: 10.1016/j.joen.2012.06.010.
35. Reis C, De-Deus G, Leal F, Azevedo E, Coutinho-Filho T, Paciornik S. Strong effect on dentin after the use of high concentrations of citric acid: An assessment with co-site optical microscopy and ESEM. *Dent Mater.* 2008; 24: 1608-1615.
36. Keine KC, Kuga MC, Tormin FBC, Venção AC, Duarte MAH, Chávez-Andrade GM, et al. Effect of peracetic acid used as single irrigant on the smear layer, adhesion, and penetrability of AH Plus. *Braz Oral Res.* 2019; 33:e057. <https://dx.doi.org/10.1590/1807-3107bor-2019.vol33.0057>
37. Culhaoglu AK, Özcan E, Kilicarslan MA, Seker E. Effect of Boric Acid Versus Conventional Irrigation Solutions on the Bond Strength Between Fiber Post and Root Dentin. *J Adhes Dent.* 2017; 19(2): 137–146.
38. Violich DR, Chandler NP. The smear layer in endodontics - a review. *Int Endod J.* 2010; 43(1): 2–15. doi:10.1111/j.1365-2591.2009.01627.
39. Escalante-Otárola WG, Castro-Núñez GM, Jordão-Basso KCF, Guimarães BM, Palma-Dibb RG, Kuga MC. Evaluation of dentin desensitization protocols on the dentinal surface and their effects on the dentin bond interface. *J Dent.* 2018; 75: 98-104.
40. Kuga MC, Faria G, Rossi MA, Monteiro JCC, Bonetti-Filho I, Berbert FLC, et al. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols, *Scanning.* 2013; 35(1): 17-21.

4 CONCLUSÕES

Com base nos resultados deste trabalho, conclui-se que:

Presença de resíduos: Os achados sugerem que, para ambos os sistemas de cimentação, a solução contendo os ácidos bórico 5% e cítrico 1% proporciona menor incidência de resíduos do sistema de cimentação na dentina do espaço para pino.

Sobre a resistência de união: A solução contendo ácido bórico a 5% e cítrico a 1% parece ser um promissor agente de limpeza da superfície dentinária, sem interferir sobre a resistência de união entre a dentina e diferentes sistemas de cimentação com adesivos universais, na estratégia *self-etch* (Ambar Universal e Single Bond Universal), e seus respectivos cimentos resinosos duais (Allcem Core e Relyx Ultimate).

Sobre a penetrabilidade: O grupo experimental (EX) e o ácido peracético 1% proporcionaram maior penetrabilidade do sistema de cimentação na dentina do espaço intrarradicular preparado para pino do sistema de cimentação (Ambar Universal e AllCem Core) na dentina, em função dos protocolos de irrigação e terços do espaço preparado para pino.

REFERÊNCIAS*

1. Haapasalo M, Shen Y, Wang Z, Gao Y. Irrigation in endodontics. *Br Dent J.* 2014; 216(6): 299-303.
2. Zehnder M. Root canal irrigants. *J Endod.* 2006; 32(5): 389-98.
3. Ribeiro MRG, Thomaz ÉBAF, Lima DM, Leitão TJ, Bauer J, Souza SFC. Chlorhexidine prevents root dentine mineral loss and fracture caused by calcium hydroxide over time. *Int J Dent.* 2017; 2017: 1579652. Epub 2017 Apr 30.
4. Sim TP, Knowles JC, Ng YL, Shelton J, Gulabivala K. Effect of sodium hypochlorite on mechanical properties of dentine and tooth surface strain. *Int Endod J.* 2001; 34(2): 120-32.
5. Khedmat S, Shokouhinejad N. Comparison of the efficacy of three chelating agents in smear layer removal. *J Endod.* 2008; 34(5): 599-602.
6. Lottanti S, Gautschi H, Sener B, Zehnder M. Effects of ethylenediaminetetraacetic, etidronic and peracetic acid irrigation on human root dentine and the smear layer. *Int Endod J.* 2009; 42(4): 335-43.
7. Turk T, Kaval ME, Sen BH. Evaluation of the smear layer removal and erosive capacity of EDTA, boric acid, citric acid and desy clean solutions: an in vitro study. *BMC Oral Health.* 2015; 15: 104.
8. Ince S, Kucukkurt I, Cigerci IH, Fatih Fidan A, Eryavuz A. The effects of dietary boric acid and borax supplementation on lipid peroxidation, antioxidant activity, and DNA damage in rats. *J Trace Elem Med Biol.* 2010; 24(3): 161-4.
9. Sağlam M, Arslan U, Buket Bozkurt Ş, Hakki SS. Boric acid irrigation as an adjunct to mechanical periodontal therapy in patients with chronic periodontitis: a randomized clinical trial. *J Periodontol.* 2013; 84(9): 1297-308.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacaoatualizado.pdf>

APÊNDICE A - Descrição do Material e Método (Publicações 1 a 3)

1 MATERIAL E MÉTODO: ARTIGO 1 e 3

O estudo foi aprovado pelo CEUA-FOAr-UNESP (protocolo 41/2017). Cento e vinte incisivos bovinos recém extraídos foram armazenados em solução de timol a 0.1%, a 4°C, até o momento de uso. Após a lavagem em água corrente, os dentes foram seccionados transversalmente ao longo eixo radicular com um o disco diamantado (Isomet 2000; Buehler Ltd., Lake Buff, IL, USA), sob refrigeração e as raízes foram padronizadas com o comprimento de 17 mm (Figura A1).

Figura A1- Dentes bovinos recém extraídos após a lavagem em água corrente



Fonte: Arquivo pessoal da autora.

Os canais radiculares foram instrumentados até o instrumento F5 (ProTaper; Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland), na extensão de 16mm, seguindo as recomendações do fabricante. A cada troca de instrumento foi realizada a irrigação com 5mL de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil). A abertura foraminal foi vedada com resina composta, com a finalidade de evitar que a solução irrigadora extravasasse apicalmente.

Os canais radiculares foram irrigados com 5mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, Brasil) após o término do preparo químico-mecânico, mantido por 3 minutos no local e novamente irrigados com 5mL de hipoclorito de sódio a 2.5% (Figura A2). Após estarem secos

com ponta de papel absorvente, foram obturados pela técnica do cone único e cimento à base de resina epóxi (AH Plus; Dentsply De Trey, Konstanz, Germany), conforme descrito por Rodrigues et al.²²

Figura A2 - Canais radiculares instrumentados até o instrumento F5 (ProTaper) na extensão de 16mm acompanhado de irrigação com 5mL de hipoclorito de sódio a 2.5% entre cada lima e irrigação final com EDTA a 17%



Fonte: Arquivo pessoal da autora.

As raízes foram vedadas com material restaurador provisório (Coltosol; Coltene, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) e imersas em água destilada, por 7 dias, a 37°C. A remoção da obturação do canal radicular foi realizada utilizando instrumento rotatório (Post Preparation; Helse, Ribeirão Preto, SP, BR), em baixa rotação (8.000 rpm), sem refrigeração, na extensão de 11mm, a partir da face cervical radicular. As raízes foram incluídas imediatamente após em matrizes plásticas e a conformação final do espaço para pino foi realizado com o instrumento rotatório #2 (White Post DC; FGM, Joinville, SC, Brasil), sem refrigeração (Figura A3).

Figura A3- Conformação final do espaço para pino foi realizado com o instrumento rotatório #2 (White Post DC)



Fonte: Arquivo pessoal da autora.

1.1 Presença de Resíduos

1.1.1 Protocolos avaliados

Quarenta espécimes foram utilizados no presente estudo, distribuídos aleatoriamente em quatro protocolos ($n = 10$), de acordo com os protocolos de irrigação:

- DW (água destilada): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de água destilada, mantido no local por 5 min;

- SH (hipoclorito de sódio e EDTA): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de solução de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, BR), por 5 min, seguido de irrigação com 10 mL de EDTA a 17%, por 3 min;

- PA (ácido peracético): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de solução de ácido peracético a 1% (Peresal Profilática, Araucária, PR, BR), por 1 min;

- EX (solução experimental com ácidos bórico e cítrico): O espaço para pino foi irrigado com a solução experimental (EX) composta de ácido bórico a 5% (Faculdade de Ciências Farmacêuticas-UNESP, Araraquara, SP, BR) e solução de ácido cítrico a 1% (Synth, São Paulo, SP, BR), na proporção de 1:1 (v:v), por 1 min.

Em seguida, o conteúdo foi aspirado com cânula de aspiração de 0,48 mm de diâmetro

(Capillary Tips; Ultradent, South Jordan, UT, USA) e o espaço intrarradicular foi seco com ponta de papel absorvente F5 (ProTaper; Dentsply Sirona, Petrópolis, RJ, BR).

1.1.2. Avaliação em MEV

Os espécimes foram clivados longitudinalmente, no sentido vestibulo-lingual, com auxílio de um cinzel (Figura A4). O espaço para pino foi dividido em terços, por meio de uma demarcação realizada na face vestibular de cada hemi-secção distal da raiz do espécime. Em seguida, foram mantidos em estufa a 37°C, por 24 horas.

Na sequência, foram montados em *stubs* metálicos, submetidos aos procedimentos de metalização com ouro (ciclo único de 120s), sob vácuo em câmara específica (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) e analisadas em microscopia eletrônica de varredura (JSM 6060; Jeol Co., Tokyo, Japan), operando em 20kV.

Figura A4- Espécimes clivados longitudinalmente, no sentido vestibulo-lingual, com auxílio de um cinzel



Fonte: Arquivo pessoal da autora.

Quatro diferentes campos sobre a superfície dentinária foram inicialmente avaliados, em cada terço do espaço para pino, e uma imagem mais representativa foi obtida na magnificação de 500X, conforme descrito por Escalante-Otárola et al.²³. Todas as imagens foram obtidas pelo mesmo operador. Dois examinadores independentes e devidamente calibrados ($k = 0.82$) atribuíram escores conforme a persistência de resíduos sobre a superfície dentinária de acordo com os parâmetros modificados, previamente descritos por Kuga et al.²⁴: Escore 0 - ausência de smear layer; Escore 1 - discreta incidência de smear layer e a maioria

dos túbulos dentinários abertos; Escore 2 - mínima incidência de smear layer e >50% da superfície dentinária sem resíduos; Escore 3 - moderada incidência de smear layer e <50% da superfície dentinária sem resíduos e Escore 4 - intensa incidência de smear layer e aberturas dos túbulos dentinários obstruídos.

1.2 Resistência de União e Padrão de Falha Adesiva

1.2.1. Protocolos avaliados

Quarenta espécimes foram utilizados no presente estudo, distribuídos aleatoriamente em quatro protocolos (n = 10), de acordo com os protocolos de irrigação:

- DW (água destilada): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de água destilada, mantido no local por 5 min;

- SH (hipoclorito de sódio e EDTA): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de solução de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, BR), por 5 min, seguido de irrigação com 10 mL de EDTA a 17%, por 3 min;

- PA (ácido peracético): O espaço para pino foi irrigado com 10 mL de solução de ácido peracético a 1% (Peresal Profilática, Araucária, PR, BR), por 1 min;

- EX (solução experimental com ácidos bórico e cítrico): O espaço para pino foi irrigado com a solução experimental (EX) composta de ácido bórico a 5% (Faculdade de Ciências Farmacêuticas-UNESP, Araraquara, SP, BR) e solução de ácido cítrico a 1% (Synth, São Paulo, SP, BR), na proporção de 1:1 (v:v), por 1 min.

Em seguida, o conteúdo foi aspirado com cânula de aspiração de 0,48 mm de diâmetro (Capillary Tips; Ultradent, South Jordan, UT, USA) e o espaço intrarradicular foi seco com ponta de papel absorvente F5 (ProTaper; Dentsply Sirona, Petrópolis, RJ, BR).

Entretanto, as avaliações de resistência de união e penetrabilidade dentinária do sistema de cimentação foram realizadas em 24h e 6 meses após a cimentação do pino de fibra. Oitenta espécimes foram utilizados nesta avaliação, distribuídos aleatoriamente de acordo como o

período de avaliação e protocolo de irrigação (n = 10). Os protocolos avaliados após 24 horas constituíram os grupos: DWI, SHI, PAI e EXI e os protocolos avaliados após 6 meses constituíram os grupos: DWD, SHD, PAD e EXD.

1.2.2 Preparo dos espécimes

Os espécimes foram incluídos em resina poliéster (Maxi Rubber, São Paulo, SP, BR) para facilitar o corte das raízes e adaptação na máquina de ensaio eletromecânica. A superfície dos pinos de fibra #2 (White Post DC; FGM, Joinville, SC, BR) foi inicialmente limpa com álcool 70% e, em seguida, aplicado duas camadas de silano (Prosil; FGM, Joinville, SC, Brasil) em toda a sua extensão e mantidos em repouso por 1 minuto. Na sequência, o sistema adesivo (Ambar; FGM, Joinville, SC, BR) foi aplicado em toda a superfície do pino de fibra e fotoativado por 20s (Valo; Ultradent; South Jordan, UT, USA), com intensidade de 1.000 mW/cm².

Após o espaço preparado para pino estar devidamente lubrificado com um gel de glicerina hidrossolúvel (K-Y Gel; Reckitt Benckiser, Slough, UK), o pino de fibra foi envolto por um único incremento de resina composta (Filtek Z350 XT CT; 3M ESPE, Sumaré, SP, BR) e inserido no canal radicular. O conjunto foi fotoativado por 10s (Valo; Ultradent, South Jordan, UT, USA).

O pino de fibra customizado foi removido do canal radicular e novamente submetido à fotoativação por 40s, em cada uma de suas superfícies. O espaço para pino foi irrigado com 10mL de água destilada para remover o gel hidrossolúvel e seco com pontas de papel absorvente tamanho F2 (ProTaper; Dentsply Sirona).

O sistema adesivo Universal (Ambar; FGM, Joinville, SC, BR) foi utilizado juntamente com o cimento resinoso dual (AllCem Core; FGM, Joinville, SC, BR) para a cimentação dos pinos de fibra. Após a irrigação com um dos protocolos anteriormente descrito, o sistema adesivo foi aplicado ativamente com microbrush e após o cimento resinoso dual (AllCem Core;

FGM, Joinville, SC, BR) ser inserido no espaço para pino, com um dispositivo de inserção de acordo com fabricante, o pino de fibra foi posicionado no canal radicular. O conjunto foi submetido à fotoativação (Valo; Ultradent, South Jourdan, Utah, EUA), com intensidade de 1.000 mW/cm^2 , por 40 segundos em cada face. Os espécimes foram mantidos em água destilada, por 24 horas e 6 meses, a 37°C .

A rhodamina B (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA) foi inicialmente incorporada no sistema adesivo (Ambar Universal; FGM, Joinville, SC, Brasil), na proporção de 0,01% em massa, como agente marcador para a avaliação da penetrabilidade dentinária por meio da microscopia a laser confocal (CLSM), conforme descrito por Bim et al.²⁵

No momento de análise, os espécimes foram seccionados transversamente ao longo eixo radicular, com disco diamantado em máquina para corte de tecidos duros (Isomet; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA), sob intensa refrigeração. Três secções foram obtidas, com espessura de $2.0 \text{ mm} + 0.1 \text{ mm}$, dos terços apical, médio e cervical do espaço para pino. A secção cervical, média e apical foram obtidas respectivamente a partir de 1,0 mm, 5,0 mm e 8,0 mm da face cervical da raiz. As irregularidades das secções foram removidas com lixa de carbeto de silício #1200 (Norton, São Paulo, SP, Brasil) (Figura A5).

Figura A5- Espécimes seccionados transversamente ao longo eixo radicular e irregularidades das secções removidas com lixa de carbeto de silício #1200



Fonte: Arquivo pessoal da autora.

2.2.3 Push out

O teste de push-out foi realizado em cada uma das secções obtidas utilizando a máquina de ensaio eletromecânica (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil), com uma célula de carga de 5 KN, operando na velocidade de 0,5 mm/min, conforme descrito por Magro et al.¹¹ Os dados obtidos a partir da força de deslocamento (em N) do conjunto pino de fibra-sistema de cimentação do espaço para pino foram transformados em resistência de união (em MPa), considerando a superfície de adesão do espaço para pino.

2.2.4 Padrão de falha adesiva

Após a conclusão do teste de push-out, as secções foram analisadas em estereomicroscópio, com magnificação de 20x, e a incidência do padrão de falha adesiva foi classificado conforme descrito por Ramos et al.¹⁴: tipo 1 (adesiva 1), ocorre na interface entre pino de fibra e cimento resinoso; tipo 2 (adesiva 2), ocorre na interface entre sistema de cimentação e dentina; tipo 3 (coesiva), no sistema de cimentação; tipo 4 (mista), combinação de 2 ou mais tipos de falhas adesivas.

2.3 Penetrabilidade Dentinária

Os espécimes foram analisados em microscópio confocal a laser (LSM5; Zeiss, Jena, GER). Em cada um dos *slices* utilizados no teste de *push-out* foi obtida uma imagem de cada quadrante do perímetro do espaço preparado para pino. Portanto, de cada *slice* foram obtidas 4 imagens por CLSM.

Em cada imagem do quadrante do *slice* foram obtidas 10 medidas da maior penetração do adesivo Universal na dentina, a partir do perímetro do canal radicular, tomando como referência a barra de medida (μm) já determinada durante a obtenção das imagens. A média aritmética das 40 mensurações obtidas nos 4 quadrantes do *slice* foi definida como a penetrabilidade média do adesivo Universal na dentina, para aquele *slice*. A mensuração da

penetração do adesivo foi realizada com o programa Image J (National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA) (Figura A5).

2 MATERIAL E MÉTODO: ARTIGO 2

O estudo foi aprovado pelo CEUA-FOAr-UNESP (protocolo 41/2017). Cento e vinte incisivos conóides bovinos recém extraídos foram armazenados em solução de timol a 0.1%, a 4°C. Após a lavagem em água corrente, os dentes foram seccionados transversalmente ao longo eixo radicular utilizando disco diamantado (Isomet 2000; Buehler Ltd., Lake Buff, IL, USA), sob refrigeração. As raízes foram padronizadas no comprimento de 17 mm.

2.1 Preparo dos Espécimes

Os canais radiculares foram instrumentados até o instrumento F5 (ProTaper; Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland), na extensão de 16mm, seguindo as recomendações do fabricante. A cada troca de instrumento foi realizada a irrigação com 5mL de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil). A abertura foraminal foi vedada com resina composta com a finalidade de evitar que a solução irrigadora extravasasse apicalmente.

Após o preparo químico-mecânico, os canais radiculares foram irrigados com 5mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibioporã, PR, Brasil), mantidos por 3 minutos no local e novamente irrigados com 5mL de hipoclorito de sódio a 2.5%. Após serem secos com ponta de papel absorvente, foram obturados pela técnica do cone único e cimento à base de resina epóxi (AH Plus; Dentsply De Trey, Konstanz, Germany), conforme descrito por Rodrigues et al.²⁵

Após a restauração provisória da abertura cervical do canal radicular com material restaurador provisório (Coltosol; Coltene, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), as raízes permaneceram imersas em água destilada, a 37°C, por 7 dias. Na sequência, as raízes foram incluídas em matrizes plásticas, conforme descrito por Victorino et al.²⁶

O preparo do espaço para pino de fibra foi realizado com instrumento rotatório #2 (White Post DC; FGM, Joinville, SC, Brasil), no comprimento de 11 mm a partir da face cervical radicular.

2.2 Presença de Resíduos

2.2.1 Protocolos de irrigação

Quarenta espécimes, dos 120 espécimes previamente preparados, foram utilizados no presente estudo e distribuídos aleatoriamente em quatro protocolos (n = 10), de acordo com as soluções de irrigação utilizadas no espaço para pino:

- DW (água destilada): irrigação com 5 mL de água destilada;
- SH (hipoclorito de sódio e EDTA): Inicialmente a irrigação foi realizada com 5 mL de solução de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, BR) e, em seguida, irrigado com 2.5 mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, BR);
- PA (ácido peracético): irrigação com 5 mL da solução de ácido peracético a 1% (Peresal; Profilática, Araucária, PR, BR);
- EX (solução experimental): irrigação com 5 mL da solução composta de ácido bórico a 5% (Quimidrol, Joinville, SC, BR) e ácido cítrico a 1% (Synth, São Paulo, SP, BR), na proporção de 1:1 (v/v).

As soluções foram mantidas no espaço para pino por 3 minutos após a conclusão da irrigação, exceto no protocolo SH em que somente o EDTA foi mantido por este tempo. Em seguida, o conteúdo foi aspirado com cânula de aspiração de 0,48 mm de diâmetro (Capillary Tips; Ultradent, South Jordan, UT, USA) e o espaço preparado para pino foi secado com ponta de papel absorvente F5 (Protaper; Dentsply Sirona, Petrópolis, RJ, BR).

2.3 Avaliação em MEV

Os espécimes foram clivados longitudinalmente, no sentido vestibulo-lingual, com auxílio de um cinzel. O espaço para pino foi dividido em segmentos cervical, médio e apical,

por meio de uma demarcação realizada na face vestibular da hemi-seção distal da raiz do espécime e, em seguida, foram mantidos em estufa a 37°C, por 24 horas.

Os espécimes foram montados em *stubs* metálicos, submetidos aos procedimentos de metalização com ouro (ciclo único de 120s), sob vácuo em câmara específica (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) e analisadas em microscopia eletrônica de varredura (JSM 6060; Jeol Co., Tokyo, Japan), operando em 20kV (Figura A6). Quatro diferentes campos sobre a superfície dentinária foram inicialmente avaliados, em cada segmento do espaço para pino, e uma imagem mais representativa foi obtida na magnificação de 500X, conforme descrito por Escalante-Otárola et al.²⁷

Figura A6- Espécimes montados em *stubs* metálicos e submetidos aos procedimentos de metalização com ouro (ciclo único de 120s), sob vácuo em câmara específica



Fonte: Arquivo pessoal da autora.

Todas as imagens foram obtidas pelo mesmo operador. Dois examinadores independentes e devidamente calibrados ($k = 0.82$) classificou a persistência de resíduos sobre a superfície dentinária de acordo com os parâmetros modificados, fundamentados por Kuga et al.²⁸: Escore 0 - ausência de *smear layer*; Escore 1- discreta incidência de *smear layer* e a maioria dos túbulos dentinários abertos; Escore 2- mínima incidência de *smear layer* e >50% da superfície dentinária sem resíduos; Escore 3- moderada incidência de *smear layer* e <50% da superfície dentinária sem resíduos e Escore 4- intensa incidência de *smear layer* e aberturas dos túbulos dentinários obstruídos.

2.4 Resistência de União

2.4.1 Grupos avaliados

Quarenta espécimes, dos 120 espécimes previamente preparados, foram utilizados no presente estudo e distribuídos aleatoriamente em quatro protocolos ($n = 10$), de acordo com as soluções de irrigação utilizadas no espaço para pino:

- DW (água destilada): irrigação com 10 mL de água destilada, por 3 min;
- SH (hipoclorito de sódio e EDTA): Inicialmente a irrigação foi realizada com 10 mL de solução de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, BR) e, em seguida, irrigado com 2.5 mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, BR), por 3 min;
- PA (ácido peracético): irrigação com 10 mL da solução de ácido peracético a 1% (Peresal; Profilática, Araucária, PR, BR) por 3 min;
- EX (solução experimental): irrigação com 10 mL da solução composta de ácido bórico a 5% (Quimidrol, Joinville, SC, BR) e ácido cítrico a 1% (Synth, São Paulo, SP, BR), na proporção de 1:1 (v/v), por 3 min.

As soluções foram mantidas no espaço para pino por 3 minutos após a conclusão da irrigação, exceto no protocolo SH em que somente o EDTA foi mantido por este tempo. Em seguida, o conteúdo foi aspirado com cânula de aspiração de 0,48 mm de diâmetro (Capillary Tips; Ultradent, South Jordan, UT, USA) e o espaço preparado para pino foi secado com ponta de papel absorvente F5 (Protaper; Dentsply Sirona, Petrópolis, RJ, BR). Nesta avaliação, imediatamente após a cimentação dos pinos de fibra de vidro, a resistência de união e o padrão de falha adesiva foram avaliados após 24 horas e 6 meses de controle.

Oitenta espécimes, dos 120 previamente preparados, foram utilizados nesta avaliação, distribuídos aleatoriamente de acordo como o período de avaliação e protocolo de irrigação ($n = 10$). Os protocolos avaliados em 24 horas constituíram os grupos (imediate): DWI, SHI, PAI

e EXI. Os protocolos avaliados após 6 meses constituíram os grupos tardios (delay): DWD, SHD, PAD e EXD.

2.5 Análise da Resistência de União

A superfície dos pinos de fibra #2 (White Post DC; FGM, Joinville, SC, BR) foram inicialmente limpas com álcool 70% e, em seguida, aplicado duas camadas do sistema adesivo Universal (Single Bond Universal; 3M ESPE, St Paul, MN, USA) em toda a sua extensão e submetida a fotopolimerização com dispositivo LED (Valo; Ultradent, South Jordan, UT, USA), na potência de 1.000 mW/cm^2 por 15s.

Após o espaço preparado para pino estar devidamente lubrificado com um gel de glicerina hidrossolúvel (K-Y Gel; Reckitt Benckiser, Slough, UK), o pino de fibra foi envolto por um único incremento de resina composta (Z350 XT CT; 3M ESPE, Sumaré, SP, BR) e inserido no canal radicular. O conjunto foi fotoativado por 10s, com dispositivo LED (Valo; Ultradent, South Jordan, UT, USA).

O pino de fibra customizado foi removido do canal radicular e novamente submetido à fotoativação por 40s, em cada uma de suas superfícies. O espaço preparado para pino foi irrigado com 10mL de água destilada para remover o gel hidrossolúvel e seco com pontas de papel absorvente.

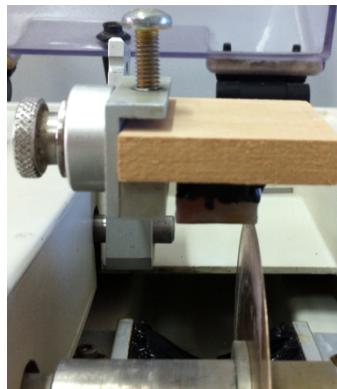
Duas camadas do sistema adesivo Universal (Single Bond Universal; 3M ESPE, St. Louis, Mn, USA) foram ativamente aplicadas na dentina, por 20s cada, com microbrush. Em seguida, o excesso foi removido com uma ponta de papel absorvente, seguido por discreto jato de ar.

Imediatamente após, o cimento Relyx Ultimate (3M ESPE, St. Louis, Mn, USA) foi inserido no canal radicular com um dispositivo de inserção de acordo com o fabricante, o pino de fibra posicionado no canal radicular e o conjunto submetido à fotopolimerização (Valo; Ultradent, South Jourdan, Utah, EUA), com intensidade de 1.000 mW/cm^2 , por 40 segundos

em cada face. Os espécimes foram mantidos em água destilada por 24 horas e 6 meses, trocadas a cada 2 dias, a 37°C.

No momento de análise, os espécimes foram seccionados transversalmente ao longo eixo radicular, com disco diamantado em máquina para corte de tecidos duros (Isomet; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA), sob intensa refrigeração (Figura A7). Três secções foram obtidas, com espessura de $2.0 \text{ mm} \pm 0.1$, dos terços apical, médio e cervical do espaço para pino. A secção cervical, média e apical foram obtidas respectivamente a partir de 1,0 mm, 5,0 mm e 8,0 mm da face cervical da raiz. As irregularidades das secções foram removidas com lixa d'água de granulação 1200 (Norton, São Paulo, SP, Brasil).

Figura A7 – Espécime sendo seccionado transversalmente na máquina de corte de tecidos duros, sob intensa refrigeração



Fonte: Arquivo pessoal da autora.

O teste de *push-out* foi realizado em cada uma das secções obtidas utilizando a máquina de ensaio eletromecânica (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil), com uma célula de carga de 5 kN, operando na velocidade de 0,5 mm/min. Os dados obtidos a partir da força de deslocamento (em N) do conjunto pino de fibra-sistema de cimentação do espaço para pino foram transformados em resistência de união (em MPa), considerando a superfície de adesão do espaço para pino., conforme descrito por Magro et al.⁶

2.7 Análise do Padrão de Falha Adesiva

As secções foram analisadas em estereomicroscópio, com magnificação de 5x, e o padrão de falha adesiva classificado conforme descrito por Ramos et al.²⁹: tipo 1 (adesiva 1), ocorre na interface entre pino de fibra e cimento resinoso; tipo 2 (adesiva 2), ocorre na interface entre sistema de cimentação e dentina; tipo 3 (coesiva), no sistema de cimentação; tipo 4 (mista), combinação de 2 ou mais tipos de falhas adesivas.

ANEXO A - Parecer do Comitê de Ética em Experimentação Animal



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Câmpus de Araraquara



FACULDADE DE ODONTOLOGIA

Proc. CEUA nº 41/2017

Araraquara, 20 de setembro de 2019.

Senhor Pesquisador:

A Comissão de Ética no Uso de Animal - CEUA desta Faculdade, procedeu a análise do Relatório Parcial do projeto de pesquisa de sua responsabilidade intitulado *"EFEITOS DA IRRIGAÇÃO DO ESPAÇO PARA PINO DE FIBRA COM FORMULAÇÕES DO ÁCIDO PERACÉTICO EM DIFERENTES INTERVALOS DE TEMPO SOBRE A ADESÃO E PENETRAÇÃO DO CIMENTO RESINOSO NOS TÚBULOS DENTINÁRIOS"* (Proc. CEUA nº 41/2017), e considerou-o APROVADO, bem como sua solicitação de alteração da metodologia, prorrogação do prazo, número de animais (+40 dentes bovinos) e alteração do título da pesquisa, que passou a ser *"EFEITOS DA IRRIGAÇÃO DO ESPAÇO PARA PINO DE FIBRA DE VIDRO EM DIFERENTES ESPAÇOS DE TEMPO, SOBRE A ADESÃO E PENETRAÇÃO DO CIMENTO RESINOSO NOS TÚBULOS DENTINÁRIOS"*.

Lembramos que o Relatório Final deste projeto deverá ser entregue em JUNHO/2020.

Atenciosamente.


Prof.ª. Dra. CARINA APARECIDA FABRÍCIO DE ANDRADE
Coordenadora da CEUA

Ao
Prof. Dr. MILTON CARLOS KUGA
DD. Pesquisador Responsável
Departamento de Odontologia Restauradora

Comissão de Ética no Uso de Animais - CEUA
Rua Humaitá nº 1.650 - Centro - CEP 14801-903 - Caixa Postal nº 331 - ARARAQUARA - SP
5º andar - fone (16) 3301-6459 / fax (16) 3301-6433 / e-mail: ceua.foar@unesp.br - home page: <http://www.foar.unesp.br>

ANEXO B - Documento Comprobatório (Submissão do artigo)

ScholarOne Manuscripts™ Laurié Belizário | Instructions & Forms | Help

SciELO Brazilian Oral Research

Home Author

Author Dashboard / Submission Confirmation

Submission Confirmation

Thank you for your submission

Submitted to	Brazilian Oral Research
Manuscript ID	BOR-2020-0116
Title	Effect of peracetic acid and boric acid used as irrigant solutions on post space radicular dentin
Authors	Belizário, Laurié Piragine Leandrin, Thais Giroto, Aline Gelio, Mariana Kuga, Milton
Date Submitted	11-Feb-2020

Brazilian Oral Research



Effect of peracetic acid and boric acid used as irrigant solutions on post space radicular dentin

Journal:	<i>Brazilian Oral Research</i>
Manuscript ID	Draft
Manuscript Type:	Original Research Report
Specialties:	Endodontic Therapy
Category--Select your categories from the MeSH or DeCS lists.:	Peracetic acid, Boric acid, Smear layer, Scanning electron microscope, Endodontics

SCHOLARONE™
Manuscripts

Não autorizo a reprodução deste trabalho até 16/03/2022.

(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 16 de Março de 2020

LAURIÊ GARCIA BELIZÁRIO