



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



Adirson Jorge Júnior

**Interrelação de cimentos a base de silicato de cálcio com os procedimentos
em dentística restauradora**

Araraquara

2024



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



Adirson Jorge Júnior

**Interrelação de cimentos a base de silicato de cálcio com os procedimentos
em dentística restauradora**

Tese apresentada à Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara para obtenção do título de Doutor em Ciências Odontológicas, na Área de Dentística Restauradora

Orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

Araraquara

2024

J82i

Jorge Júnior, Adirson

Interrelação de cimentos a base de silicato de cálcio com os procedimentos em dentística restauradora / Adirson Jorge Júnior. -- Araraquara, 2024

59 p. : il., tabs.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Odontologia, Araraquara

Orientador: Milton Carlos Kuga

1. Adesivos dentinários. 2. Dentina. 3. Endodontia. 4. Cimento de silicato. 5. Obturação retrógrada. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Odontologia, Araraquara. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

Adirson Jorge Júnior

**Interrelação de cimentos a base de silicato de cálcio com os procedimentos
em dentística restauradora**

Comissão julgadora

Tese para obtenção do grau de Doutor em Ciências Odontológicas

Presidente e orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

2º Examinador: Profa. Dra. Andréa Abi Rached Dantas

3º Examinador: Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade

4º Examinador: Profa. Dra. Eliane Cristina Gulin de Oliveira

5º Examinador: Prof. Dr. Joatan Lucas de Sousa Gomes Costa

Araraquara, 29 de fevereiro de 2024.

DADOS CURRICULARES

Adirson Jorge Júnior

NASCIMENTO: 16 de março de 1975- Além Paraíba/MG

FILIAÇÃO: Adirson Jorge e Maria Célia Siqueira Jorge

1995-1999: Graduação em Odontologia

Centro Universitário Fluminense - UNIFLU

2001-2002: Especialização em Endodontia

Associação Paulista dos Cirurgiões Dentistas - APCD

Título: Materiais Obturadores em Endodontia

Orientador: Prof. Dr. José Carlos Yamashita

2006-2009: Especialização em Ortodontia

Faculdade Redentor - FACREDENTOR

Título: Reabsorção Radicular em Dentes Tratados Endodonticamente Submetidos a Movimentação Ortodôntico

Orientador: Prof. Alexandre Luiz Queiroz Ponce.

2009-2010: Mestrado Profissional em Endodontia

Universidade Estácio de Sá - UNISA

Título: Análise por Micro-CT da Obturação de Canais Curvos preparados pelos sistemas de instrumento único Reciproc e SAF

Orientador: Profa. Dra. Mônica Aparecida Schultz Neves

2020-2024: Doutorado em Ciências Odontológicas

Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"- Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP/ FOAr

Título: Interrelação de cimentos a base de silicato de cálcio com os procedimentos em dentística restauradora

Orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

À minha esposa Tani Linzmeyer, que me acompanhou nessa jornada com paciência e dedicação, o meu eterno reconhecimento e amor. À minha filha, Júlia Linzmeyer, que me trouxe alegria e esperança, o meu sincero carinho. Vocês foram a minha motivação e mesmo nos momentos de ausência, sempre me apoiaram em mais essa importante etapa de minha formação acadêmica.

AGRADECIMENTOS

À Deus,

Por me guiar em minha jornada de crescimento espiritual e por me conceder a força e a sabedoria necessárias para concluir este trabalho. Eu sou grato por todos os momentos de aprendizado e pelas lições que aprendi ao longo do caminho.

"Pois o Senhor é quem dá sabedoria; de sua boca procedem o conhecimento e o discernimento." Provérbios 2:6

Aos meus pais Adirson Jorge e Maria Célia Siqueira Jorge,

Que me deram a vida e o amor pela sabedoria, me propiciaram todas as oportunidades educacionais na busca dos meus sonhos. Vocês foram os meus primeiros mestres e os meus maiores exemplos. Obrigado por tudo.

Ao Prof. Dr. Milton Carlos Kuga,

Por ser o grande influenciador na minha carreira na Odontologia sendo mais que um professor e orientador, um grande amigo. Tantos anos de convivência, tantos quilômetros juntos, me ensinado dia a dia, com seu infinito conhecimento. Obrigado pela oportunidade de ser seu orientado, sempre me estimulando e mostrando que barreiras são para serem vencidas. Muito Obrigado!

Ao Prof. Jardel Camilo do Carmo Monteiro

Minha gratidão a meu grande amigo, irmão de vida e companheiro de jornada na Endodontia, que em mais essa etapa, o doutorado, enfrentamos juntos. Sua amizade e apoio foram inestimáveis durante todo o processo. Eu sou grato por todos os momentos de aprendizado e pelas lições que aprendi e aprendo ao longo do caminho.

A Profa. Mariana Bena Gelio

Querida Mariana, não existem palavras que possam expressar minha gratidão por sua colaboração neste trabalho. Você foi a extensão dos meus sentidos ao longo destes anos de trabalho. Muito obrigado por toda sua disposição, paciência e doação. Você é uma pessoa sensacional e tenho certeza de que terá um futuro brilhante. Saiba que pode sempre contar comigo!

À Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista e ao Departamento de Odontologia Restauradora pela oportunidade do curso de Doutorado.

A todos vocês, agradeço por este trabalho, fruto de muitos esforços e aprendizados. Vocês foram a minha força e o meu apoio.

Jorge Júnior A. Interrelação de cimentos a base de silicato de cálcio com os procedimentos em dentística restauradora [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

RESUMO

Objetivo: Avaliar os efeitos da aplicação do adesivo universal com escova manual (MB) ou escova rotatória (RB) em dentina impregnada com o cimento biocerâmico, e avaliar o pH e a liberação de íons de cálcio de cimentos a base de silicato de cálcio.

Materiais e Métodos: 88 coroas de incisivos bovinos foram selecionadas e metade foi impregnada com cimento biocerâmico, enquanto a outra, não. Foram divididas em quatro grupos (n=22): WB-MB, WB-RB, NB-MB, NB-RB. Em seguida, os espécimes foram restaurados. Quarenta espécimes foram submetidos à avaliação da espessura adesivo em microscópio confocal, 24 espécimes destinados a avaliação em 24h e outros 24, a avaliação de 1 ano de resistência de união avaliada por microtração, enquanto o padrão de falha em estereomicroscópio. Os dados foram analisados pelos testes de ANOVA one-way e Tukey ($\alpha=0,05$). 50 dentes acrílicos com retrocavidades preenchidas com os materiais avaliados (n=10) foram imersos em água ultrapura para medir o pH e liberação de íons cálcio, após 7 e 30 dias. No teste de solubilidade, os espécimes foram escaneados por Micro-CT. O MTA cinza e branco e o MTA Fillapex foram manipulados e inseridos em tubos de polietileno e imersos em água destilada. Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância, com nível de significância de 5%. **Resultados:** NB-MB apresentou menores valores de resistência de união em 24h e 1 ano. Após 1 ano, todos os grupos apresentaram redução da resistência de união. BD e BA apresentaram os maiores valores alcalinos na avaliação após 7 dias. Já aos 30 dias, MTAF 10-CH apresentou valores alcalinos. MTA apresentou a maior liberação de íons de cálcio nos dois períodos avaliados. BA e MTA apresentaram valores de solubilidade mais baixos. em 24 h os materiais apresentaram comportamentos semelhantes entre si. **Conclusão:** A presença de resíduos de biocerâmicos pode aumentar a resistência de união quando utiliza adesivos universais na estratégia autocondicionante. O MTA Fillapex com 10% e 20% de hidróxido de cálcio apresentou alta solubilidade, baixa resistência de união e menor liberação do íon cálcio.

Palavras-chave: Adesivos dentinários. Dentina. Endodontia. Cimento de silicato. Obturação retrógrada.

Jorge Júnior A. Interrelationship of calcium silicate-based cements with restorative dentistry procedures [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

ABSTRACT

Objective: To evaluate the effects of applying universal adhesive with a manual brush (MB) or rotating brush (RB) on dentin impregnated with bioceramic cement, and to evaluate the pH and release of calcium ions from calcium silicate-based cements.

Materials and Methods: 88 bovine incisor crowns were selected and half were impregnated with bioceramic cement, while the other was not. They were divided into four groups (n=22): WB-MB, WB-RB, NB-MB, NB-RB. Then the specimens were restored. Forty specimens were subjected to assessment of adhesive thickness under a confocal microscope, 24 specimens were intended for assessment in 24 hours and another 24, the assessment of 1 year of bond strength assessed by microtensile, while the failure pattern under stereomicroscope. Data were analyzed using one-way ANOVA and Tukey tests ($\alpha=0.05$). 50 acrylic teeth with back cavities filled with the evaluated materials (n=10) were immersed in ultrapure water to measure pH and release of calcium ions, after 7 and 30 days. In the solubility test, the specimens were scanned by Micro-CT. The gray and white MTA and Fillapex MTA were manipulated and inserted into polyethylene tubes and immersed in distilled water. The results obtained were subjected to analysis of variance, with a significance level of 5%.

Results: NB-MB showed lower bond strength values at 24h and 1 year. After 1 year, all groups showed a reduction in bond strength. BD and BA showed the highest alkaline values in the evaluation after 7 days. Already at 30 days, MTAF 10-CH showed alkaline values. MTA showed the highest release of calcium ions in the two periods evaluated. BA and MTA showed lower solubility values. within 24 hours the materials showed similar behavior to each other. **Conclusion:** The presence of bioceramic residues can increase bond strength when using universal adhesives in the self-etching strategy. MTA Fillapex with 10% and 20% calcium hydroxide showed high solubility, low bond strength and less calcium ion release.

Keywords: Dentin-bonding agents. Dentin. Endodontics. Silicate cement. Retrograde obturation.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	09
2 PROPOSIÇÃO	11
2.1 Publicação 1	11
2.2 Publicação 2	11
2.3 Publicação 3	11
3 PUBLICAÇÕES	12
3.1 Publicação 1	12
3.2 Publicação 2	29
3.3 Publicação 3.....	47
4 CONCLUSÃO	57
REFERÊNCIAS	58

1 INTRODUÇÃO

Diferentes materiais obturadores podem ser indicados para obturação de canais radiculares. Dependendo de cada caso, uma composição química diferente poderá trazer mais benefícios e sucesso ao tratamento endodôntico^{1,2}. Isso se torna mais crítico quando esses materiais obturadores entram em contato com fluidos teciduais, podendo exercer influência sobre os tecidos periapicais que circundam o elemento dentário¹.

O objetivo principal de uma obturação endodôntica, além de promover selamento radicular adequado, é induzir o reparo tecidual em tecidos perirradiculares². Existem algumas propriedades que podem ser consideradas importantes a fim de classificar o material obturador como reparador tecidual ou não, como por exemplo o pH e a liberação de cálcio que possui¹⁻³.

Quando se trata de retrobturação, o prognóstico fica ainda mais questionável, pois a adesão entre a dentina apical e o material obturador utilizado ainda é questionável, pois depende de diversos fatores, como por exemplo a umidade do local^{1,4}. Dentre os requisitos do material obturador, evitar a proliferação microbiana e adesão ao tecido subjacente são considerados essenciais para o sucesso do tratamento obturador¹.

Atualmente, tem sido sugerido cimentos a base de silicato de cálcio para obturação de canais com perfuração ou retrobturações, pois esses materiais possuem capacidade de dissociar-se íons cálcio e hidroxila, o que favorece a reparação tecidual, pela formação da hidroxiapatita⁴⁻⁶. No mercado, existem várias marcas comerciais disponíveis e com diferentes composições químicas e apresentações do produto, o que pode influenciar na sua capacidade de adesão ao tecido dentinário, bem como na indução da reparação tecidual^{4,5}.

Apesar da disponibilidade comercial de diferentes formas, os cimentos a base de silicato de cálcio possuem alguns problemas que dificultam o seu uso e, consequentemente, podem interferir sobre seus efeitos sobre o tecido adjacente. Um exemplo é a consistência granulosa, que interfere na manipulação e manuseio. Além disso, o longo tempo de presa, poderá acarretar deslocamento do local onde foi inserido⁷⁻¹⁰, inviabilizando seu uso em alguns casos de difícil acesso e visualização.

Sabe-se que esses materiais, em especial o MTA, possui capacidade de liberar íons cálcio após a manipulação e inserção no local¹¹⁻¹³, mas existem dúvidas sobre a

capacidade de manter a dissociação destes íons, o que seria desejável, a fim de proporcionar uma rápida reparação tecidual.

Outro ponto favorável em relação ao uso destes cimentos é em relação ao pH alcalino que o mesmo proporciona, também favorecendo a reparação tecidual¹³⁻¹⁶. Mas, com o acréscimo e mudança de alguns componentes químicos, essas propriedades benéficas podem ser inibidas ou alteradas após um certo período de tempo. Assim, a literatura ainda se mostra escassa em relacionar tais propriedades à diferentes marcas comerciais de cimentos a base de silicato de cálcio.

Outro problema ainda pouco visto na literatura é a influência que tais cimentos, utilizados em alta demanda, exercem sobre a adesão dentinária^{17,18}, especialmente quando se trata de adesivos universais utilizados na abordagem autocondicionante. O uso dessa estratégia adesiva tem demonstrado bons resultados, devido ao menor número de passos clínicos e, conseqüentemente, menores chances de ocorrer erros que podem prejudicar a adesão¹⁸.

No entanto, o modo de aplicação desse adesivo se torna tão importante quanto a sua composição química e estratégia de uso. Assim, é sugerido que se faça a aplicação ativa, a fim de proporcionar maior infiltração dos monômeros no substrato dentinário e, assim, formar uma camada híbrida mais estável diante do cenário crítico que é considerado um dente tratado endodonticamente^{3,4}. Para isso, dispositivos rotatórios têm sido utilizados e sugeridos para esse fim.

Mas, existem lacunas na literatura a respeito dessa forma de aplicação dos sistemas adesivos universais, especialmente em dentinas que tiveram contato com cimentos a base de silicato de cálcio, que podem influenciar sobre a adesão de maneira ainda questionável.

Diante desse cenário da alta utilização de novos cimentos a base de silicato de cálcio, com diferentes composições químicas, tempos de presa variáveis e formas de apresentação, associado a uma odontologia adesiva, que exerce papel fundamental na longevidade do tratamento restaurador, é necessário que se entenda a relação desses novos materiais com a adesão em dentes tratados endodonticamente.

2 PROPOSIÇÃO

A pesquisa realizada gerou a publicação de três artigos, os quais seguem as proposições abaixo.

2.1 Publicação 1

Avaliar a influência de resíduos de um cimento biocerâmico, sobre a interface entre a dentina da coroa dental de dentes bovinos e o adesivo Universal (Scotchbond Universal), aplicado com dispositivo manual ou escova rotatória, utilizado na estratégia autocondicionante, por meio da avaliação da espessura da camada adesiva, análise da resistência de união e padrão de falha adesiva, nos períodos de 24 horas e 1 ano.

2.2 Publicação 2

Avaliar o nível de pH, liberação de íons cálcio, solubilidade (análise volumétrica) e resistência de união à dentina radicular apical de Biodentine, Bioaggregate, MTA Fillapex associado a 10% e 20% em peso de pó de hidróxido de cálcio e MTA branco.

2.3 Publicação 3

Avaliar o potencial hidrogênioônico e liberação de cálcio do MTA Fillapex comparado às demais apresentações, MTA cinza e branco, ambos associados à água destilada, nos períodos de 24 horas, 7 e 14 dias.

3 PUBLICAÇÕES

Os resultados provenientes da realização da pesquisa resultaram os três artigos abaixo.

3.1 Publicação 1*

INFLUÊNCIA DE RESÍDUOS DO CIMENTO BIOCERÂMICO SOBRE A INTERFACE ADESIVA ENTRE O SUBSTRATO DENTINÁRIO E ADESIVO UNIVERSAL

Resumo

Objetivo: Avaliar os efeitos da aplicação do adesivo universal com escova manual (MB) ou escova rotatória (RB) sobre a extensão de *tags*, resistência de união e padrão de falha adesiva em dentina impregnada com o cimento biocerâmico, em 24 h e 1 ano.

Métodos: Oitenta e oito coroas de incisivos bovinos selecionadas e metade foi impregnada com cimento biocerâmico, enquanto a outra, não. Foram divididas em quatro grupos (n=22): WB-MB, WB-RB, NB-MB, NB-RB. Em seguida, os espécimes foram restaurados. Quarenta espécimes foram submetidos à avaliação da espessura adesivo em microscópio confocal, 24 espécimes destinados a avaliação em 24h e outros 24, a avaliação de 1 ano de resistência de união avaliada por microtração, enquanto o padrão de falha em estereomicroscópio. Os dados foram analisados pelos testes de ANOVA one-way e Tukey ($\alpha=0,05$).

Resultados: os grupos NB-RB e WB-RB apresentaram menores espessuras de camada que os demais. NB-MB apresentou menores valores de resistência de união em 24h e 1 ano. Após 1 ano, todos os grupos apresentaram redução da resistência de união.

Conclusão: Tanto em 24h como em 1 ano, NB-MB apresentou maior incidência de falha adesiva, enquanto nos outros grupos predominaram a falha mista.

Palavras chaves: Adesivos dentinários. Cimento de silicato. Endodontia. Dentina.

* Formatação de acordo com as normas do periódico *Journal of Endodontics* para o qual foi submetido.

1. Introdução

Dentes tratados endodonticamente muitas vezes necessitam de reconstrução coronária em que comumente são utilizados pinos de fibra associados com cimentos resinosos para reter a futura restauração que terá a finalidade de recuperar a estética e função do elemento dental¹. O sucesso desse tipo de restauração está diretamente relacionado à capacidade de adesão do sistema pino/ cimento com o substrato dental e, devido ao alto nível de sensibilidade das técnicas adesivas, é motivo de preocupação quanto a longevidade do tratamento restaurador^{2,3}.

Dentre as opções que podem influenciar em dentes tratados endodonticamente, os cimentos endodônticos que são utilizados para obturação do canal podem ficar impregnados tanto nas paredes do canal como na coroa dentária e prejudicar a interação do sistema adesivo/ cimento com a dentina^{4,5}. É visto na literatura que resíduos de cimento à base de eugenol pode prejudicar a presa dos cimentos resinosos, mas até mesmo os cimentos à base de resina epóxi, como o AH Plus Jet, que são considerados padrão ouro devido ao comportamento biológico adequado⁶, podem impregnar a estrutura dental e interferir na resistência adesiva⁷ e prejudicar o desempenho clínico da restauração.

Nos últimos anos tem se tornado popular o uso cimentos endodônticos biocerâmicos, que apresentam na composição materiais como silicatos de cálcio, óxido de zircônio e fosfato de cálcio monobásico, alumina, vidro bioativo, vitrocerâmica e hidroxiapatita^{8,9}. Esses materiais apresentam características interessantes de biocompatibilidade, capacidade de liberação de íons de cálcio, alto pH, boa estabilidade dimensional e radiopacidade¹⁰, além da capacidade de reagir com a estrutura dental e formar hidroxiapatita¹¹. Sendo assim, são materiais obturadores que podem interagir positivamente com procedimentos adesivos.

Dentre os cimentos biocerâmicos, o Sealer Plus BC é composto por dissilicato e trissilicato de cálcio nanoparticulado e óxido de zircônio¹². Este material, já foi avaliado quanto às suas propriedades físico-químicas e demonstra ser promissor diante das características bioativas que possui¹². No entanto, em virtude da presença de resíduos deste cimento nas paredes dentinárias, uma abordagem envolvendo seu uso e posteriores procedimentos adesivos, tais como, restaurações em dentes tratados endodonticamente e cimentação de pinos de fibra deve ser avaliada com maior profundidade.

Atualmente, dentre as opções mais recentes do mercado, protocolos adesivos universais são exaltados pela possibilidade de se adequar a inúmeras situações clínicas, dentre elas, o uso da abordagem autocondicionante que é mais simplificada e menos suscetíveis a erros cometidos pelo operador, pois, durante condicionamento de superfície, a camada de esfregaço é incorporada a camada híbrida^{13,14}.

Uma alternativa clínica para melhorar a formação de camada híbrida, que por muitas vezes é negligenciado pelos dentistas, é a aplicação ativa dos sistemas adesivos¹⁵. Ainda mais no que diz respeito à aplicação do sistema adesivo dentro do canal radicular, tendo em vista a difícil visibilidade e acesso ao mesmo. Uma opção de aplicação ativa do sistema adesivo dentro do canal radicular é a utilização de escova rotatória, que em comparação com a aplicação manual, apresenta uma maior profundidade dos monômeros resinosos na dentina e estabelece uma camada híbrida mais homogênea, o que favorece a resistência adesiva¹⁶. Todavia, embora a aplicação ativa do adesivo demonstre ser mais benéfica do que a passiva até o presente momento, o método de aplicação de adesivo não foi relatado sobre substrato dentinário com remanescentes de cimento biocerâmico.

Diante das lacunas na literatura mencionadas acerca da adesão em substrato dentinário tratado endodonticamente e impregnado com cimento biocerâmico, o objetivo do presente estudo foi avaliar a influência de resíduos do cimento biocerâmico (Sealer Plus BC), com a formulação pó-líquido, sobre a interface entre a dentina da coroa dental de dentes bovinos e o adesivo Universal (Scotchbond Universal), aplicado com dispositivo manual (MB) ou escova rotatória (RB), utilizado na estratégia autocondicionante, por meio da avaliação da espessura da camada de adesivo originada, análise da resistência de união e padrão de falha adesiva, nos períodos de 24 horas e 1 ano de controle. As hipóteses nulas são: H_{01} = resíduos do cimento biocerâmico na dentina coronária não interferem na interface de adesão, independentemente do período de análise (24h ou 1 ano) e H_{02} = os métodos de aplicação do adesivo no substrato dentinário não interferem na interface de adesão, independentemente do período de análise (24h ou 1 ano).

2. Materiais e Métodos

Oitenta e oito coroas de incisivos bovinos foram utilizadas no estudo. Os dentes foram obtidos de animais *ex vivo*, limpos e imediatamente imersos em água destilada, conservados na temperatura de 4°C, por 7 dias.

2.1 Preparo dos espécimes

As coroas dentais foram separadas da raiz na junção cimento-esmalte, transversalmente ao eixo radicular com auxílio de disco diamantado sob refrigeração, em máquina de corte para tecidos duros (Isomet 2000; Buehler Ltd., Lake Buff, IL, EUA). O esmalte da face vestibular da coroa dental foi removido com lixa de carbeto de silício #180 (Norton; Saint-Gobain, Guarulhos, SP, BR), em politriz (DP-10; Panambra, Struers, Ballerup, DI). Na sequência, a superfície exposta da dentina foi planificada e lixada com lixas de granulação # 320 e #600 (Norton; Saint-Gobain, Guarulhos, SP, BR), por 20s de atuação cada uma.

Os espécimes foram individualmente imersos solução de hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, BR), por 15 minutos, e em seguida em EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibioporã, PR, BR), por 3 minutos. A irrigação final foi realizada com 5mL de solução de hipoclorito de sódio a 2,5% e 5mL de água destilada. A superfície da dentina foi seca com pontas de papel absorvente e discreto jatos de ar por 10s.

2.2 Grupos avaliados

Os materiais utilizados no presente estudo estão expostos na tabela 1. Os espécimes foram submetidos a um dos seguintes tratamentos (n=22), em função da dentina tratada endodonticamente com o cimento biocerâmico e método de aplicação do adesivo universal, na estratégia autocondicionante:

NB-MB (Sem cimento biocerâmico e adesivo aplicado com dispositivo manual). O adesivo universal (Scotchbond Universal; 3M ESPE. St. Louis, Mn, EUA) foi aplicado ativamente sob a forma de duas camadas, durante 20s em cada aplicação, com a escova manual (Cavibrush extra-fine; FGM, Joinville, SC, BR). Em seguida, o excesso foi removido com papel absorvente, e um discreto jato de ar foi aplicado sobre a superfície dentinária, por 5s. Imediatamente após, o local foi submetido à fotoativação com dispositivo LED (Valo; South Jordan, UT, EUA), na potência de 1.200 mW/cm², por 40 s;

NB-RB (Sem cimento biocerâmico e adesivo aplicado com escova rotatória). O adesivo universal foi aplicado na dentina exposta, com auxílio de uma escova rotatória (Mini Brush; MKLife; Porto Alegre, RS, BR), mecanicamente acionada em motor elétrico (E-Connect PRO; MKLife, Porto Alegre, RS, BR), em 500 rpm. A fotoativação do adesivo foi similar ao descrito em NB-MB;

WB-MB (Com cimento biocerâmico e adesivo aplicado com dispositivo manual). O cimento biocerâmico (Sealer Plus BC; MKLife, Porto Alegre, RS, BR) foi manipulado, na proporção de 1g do pó:5 gotas de líquido, e homogeneamente distribuído sobre a superfície dentinária exposta, com uma escova manual (KG Sorensen, São Paulo, SP, BR). O cimento foi mantido por 15 minutos e removido com uma bolinha de algodão embebida em água destilada, até que visualmente não fosse perceptível a presença de resíduos do cimento endodôntico. Após a limpeza da superfície dentinária, uma bolinha de algodão seca foi friccionada no local, por 10s. Imediatamente após, o adesivo universal (Scotchbond Universal; 3M ESPE. St. Louis, Mn, EUA) foi ativamente aplicado com o manual brush (Cavibrush extra-fine; FGM, Joinville, SC, BR), similar ao descrito em NB-MB, durante 20s. Em seguida, o mesmo procedimento foi novamente repetido, totalizando duas aplicações do adesivo universal. O excesso foi removido com uma ponta de papel absorvente e um discreto jato de ar foi aplicado sobre a superfície dentinária, por 5s. A fotoativação do adesivo foi similar ao descrito em NB-MB;

WB-RB (Com cimento biocerâmico e adesivo aplicado com escova rotatória). Similar ao descrito em WB-MB, mas a aplicação do adesivo universal foi realizada com a escova rotatória (Mini Brush; MKLife; Porto Alegre, RS, BR).

Tabela 1. Nome e composição dos materiais utilizados

Nome do material	Composição
Scotchbond Universal	Dimethacrylate resins, methacrylate-modified, polyalkenoic acid copolymer, MDP Phosphate monomer, HEMA, filler, ethanol, water, initiators, silane
Sealer Plus BC	Calcium silicate, Zirconium oxide, Tri-calcium silicate, Calcium hydroxide
Filtek Z250	BisGMA, TEGDMA, Bisfenol A polietileno glicol diéter dimetacrilato, UDMA, Cerâmica silanizada tratada e sílica tratada de silano.

2.3 Procedimento restaurador

Após a aplicação do adesivo, de acordo com os protocolos descritos acima, os espécimes foram restaurados com 3 incrementos, de 1 mm de espessura com resina composta (Filtek Z-250; 3M, St. Paul, MN, EUA). A cada incremento colocada foi realizada a fotoativação com dispositivo LED (Valo; South Jordan, UT, EUA), na potência de 1.200 mW/cm², por 40 s.

Ao final, foi obtido um espécime com aproximadamente 3 mm de espessura de resina composta sobre superfície dentinária da face vestibular da coroa dental. Imediatamente após, 40 espécimes (n=10, de cada grupo) foram submetidos à avaliação da espessura da camada de adesivo e 48 espécimes (n=12, de cada grupo) foram imersos em água deionizada, sendo 24 espécimes (n=6, de cada grupo) por 24 horas e os demais (n=6, de cada grupo) permaneceram imersos em água destilada por 1 ano.

2.4 Extensão de tags formados

Quarenta espécimes restaurados foram utilizados neste estudo, sendo 10 espécimes de cada grupo em avaliação. As coroas foram seccionadas longitudinalmente, na direção vestibulo-lingual, utilizando uma máquina para corte de tecidos duros (Isomet; Buehler, Lake Buff, IL, USA) e disco diamantado de 3mm de espessura, sob refrigeração com água destilada.

A secção distal de cada espécime foi selecionada e a interface dentina-restauração foi gradativamente lixada com lixas de carbeto de silício #600 e #1,200 (Norton, Lorena SP, BR), sob refrigeração com água destilada, em politriz circular (Arotec, Cotia, SP, BR). Os espécimes foram então lavados com água destilada e a superfície lixada foi gradativamente polida com óxido de alumínio, nas granulações de 30µm, 10µm e 5µm, e disco de feltro, novamente na politriz circular.

Uma vez concluído o polimento da superfície, os espécimes foram imersos em água destilada e submetidos à agitação em câmara ultrassônica (Cristófoli, Campo Mourão, PR, BR), por 5 minutos. Após os espécimes serem secos com papel absorvente, a interface de adesão foi condicionada com ácido fosfórico a 37% (Condac; FGM, Joinville, SC, BR), por 60s. As superfícies condicionadas foram lavadas com água destilada por 60s, secas com jatos de ar e os espécimes foram fixados horizontalmente em uma lâmina de vidro, mantendo a face correspondente à interface de adesão exposta.

Cada espécime foi analisado em microscópio confocal a laser (LEXT OLS4100; Olympus, Shinjuku-ku, Tokyo, JP), com o software específico (Olympus Stream; Olympus, Shinjuku-ku, Tokyo, JP), na magnificação de 1024X. Uma imagem foi obtida no formato TIFF e a extensão da formação de *tags* foi mensurada utilizando o software Image J, calibrado em micrometers (µm).

A extensão da formação de *tags* foi analisada individualmente em cada imagem, em uma extensão de 100µm da interface de adesão. A mensuração foi realizada a cada 10µm da extensão, totalizando 10 medidas para cada espécime. A média aritmética destas mensurações foi determinada como o valor da extensão da formação de *tags* em cada espécime.

2.5 Resistência de união

2.5.1 Preparo dos espécimes

Quarenta e oito espécimes foram utilizados neste estudo, sendo 24 espécimes utilizados nas análises de 24h e os demais nas análises após 1 ano. Os espécimes descritos no item 2.1 foram submetidos a cortes em secções paralelas em aproximadamente, 1 mm, das faces mesial para a distal e da cervical para incisal, em máquina de corte para tecidos duros (Isomet 100; Buehler, Lake Bluff, IL). Ao final, foram obtidos de cada espécime corpos de prova de 1,0 x 1,0 x 6,0 mm, em forma de

palitos. Foram selecionados 5 corpos de prova de cada espécime, totalizando 30 corpos de prova para cada grupo em análise. Imediatamente após, os corpos de prova foram imersos em água destilada, por 24 horas.

Os espécimes analisados após 1 ano permaneceram imersos em água destilada, trocada a cada 48 horas, a 37°C. O preparo dos corpos de prova foi realizado também após 1 ano, imersos em 24 horas e somente após este período submetidos ao teste de resistência de união.

2.5.2 Teste de microtração

Cada espécime foi posicionado no dispositivo de microtração, de tal modo que a interface de adesão fosse posicionada no centro do dispositivo e perpendicular a direção de deslocamento proporcionado pela célula de carga¹⁷. Os espécimes foram fixados pelas extremidades com adesivo à base de cianoacrilato (Superbond Gel; Henkel, Itapevi, SP, BR).

Na sequência, os espécimes foram submetidos ao ensaio de microtração, em máquina de ensaio eletromecânica (DL; Emic, São José dos Pinhais, PR, BR), na velocidade de 0.5 mm/min, com célula de carga de 200N. A força (em N) necessária para a ruptura dos espécimes na interface de adesão foi determinada. O valor de resistência de união (em MPa) foi obtida pela razão entre a força requerida e a área (em mm²) na interface de adesão¹⁸.

2.5.3 Padrão de falha adesiva

Após o teste de microtração, a interface de adesão de cada um dos espécimes foi analisada em estereomicroscópio, com aumento de 50x, e a falha adesiva foi classificada em: a) adesiva, fratura entre o adesivo e a dentina; b) coesiva, fratura na restauração com resina composta; c) mista, combinação entre os tipos de fratura¹⁷.

A quantidade de falha adesiva obtida em cada um dos grupos, nos períodos de análise de 24 horas e 1 ano, foi obtida e transformada em incidência percentual.

2.6 Análise estatística

Os dados obtidos na análise da extensão de *tags* e na resistência de união foram inicialmente submetidos ao teste de Shapiro-Wilk. Uma vez confirmada a normalidade na distribuição da amostra, os dados foram analisados pelos testes de

ANOVA *one-way* e Tukey, com nível de significância de 5%. Os dados obtidos na análise do padrão de falha adesiva foram apenas descritivos.

3. Resultados

3.1 Extensão da formação de *tags*

A extensão da formação de *tags* proporcionadas pelo método de aplicação com dispositivo manual foram maiores que as proporcionadas pelo método de aplicação com escovas rotatórias, independentemente da presença da prévia impregnação da dentina com o cimento biocerâmico ($P < 0,05$). Não houve diferença entre NB-MB e WB-MB ou NB-RB e WB-RB ($P > 0,05$).

A figura 1 ilustra o padrão de extensão da formação de *tags* em função da impregnação prévia da dentina com o cimento biocerâmico e o método de aplicação, por meio de microscopia confocal a laser de superfície (Escala: 1024x).

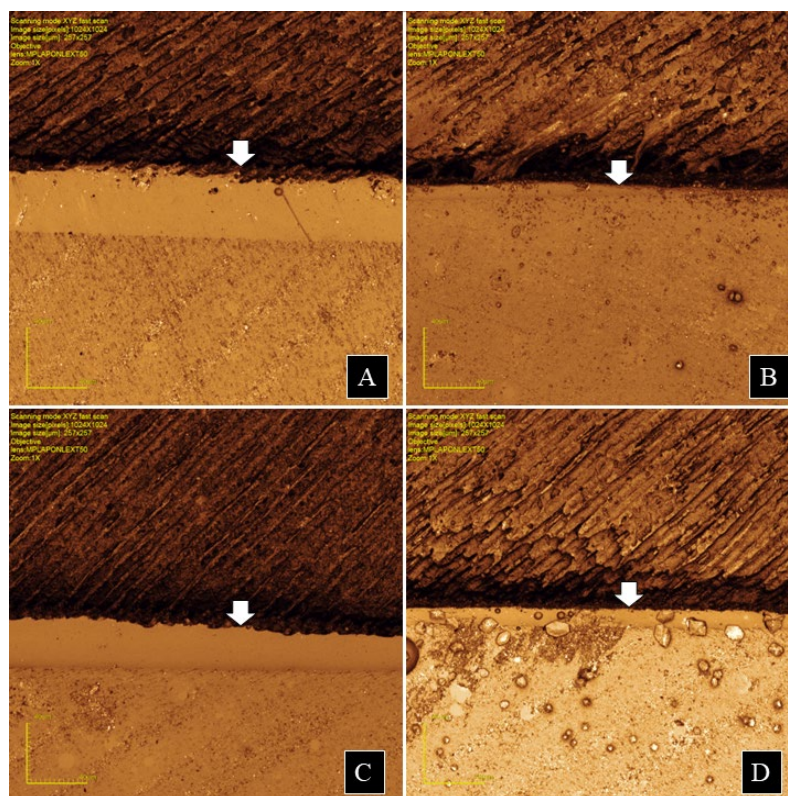
A tabela 2 demonstra a média aritmética, desvio padrão e intervalo de confiança da extensão da formação de *tags*, em função do protocolo de aplicação e estratégia de uso na interface de adesão com a dentina da coroa dental previamente impregnada com o cimento biocerâmico, avaliada por microscopia confocal a laser.

Tabela 2. Média aritmética, desvio padrão e intervalo de confiança da extensão da formação de *tags* (em μm), em função da prévia impregnação da dentina com o cimento biocerâmico e método de aplicação do adesivo universal (Scotchbond Universal).

	NB-MB	NB-RB	WB-MB	WB-RB
m	26,59 (3,83)	16,36 (1,89)	25,95 (2,42)	16,59 (1,51)
(sd)				
ci	24,22 $<\mu<$ 28,97	15,19 $<\mu<$ 17,54	24,44 $<\mu<$ 27,45	16,59 $<\mu<$ 17,52
	A	B	A	B

AB, diferentes letras indicam significância estatística ($P < 0,05$). NB-MB, sem cimento biocerâmico e escova manual; NB-RB, sem cimento biocerâmico e escova rotatória; WB-MB, com cimento biocerâmico e escova manual; WB-RB, com cimento biocerâmico e escova rotatória. (m), média aritmética; (sd), desvio padrão; (ci), intervalo de confiança.

Figura 1. Imagem representativa da extensão de *tags*.



(A), sem cimento biocerâmico e escova manual; (B) sem cimento biocerâmico e escova rotatória; (C) com cimento biocerâmico e escova manual; (D) com cimento biocerâmico e escova rotatória. Escala: 1024x.

3.2 Resistência de união

3.2.1 24 horas

A prévia impregnação da dentina com o cimento biocerâmico proporcionou os maiores valores de resistência de união, independentemente do método de aplicação do adesivo universal ($P < 0,05$). A dentina sem o cimento biocerâmico submetida a aplicação do adesivo universal com o dispositivo manual proporcionou o menor valor de resistência de união ($P < 0,05$).

3.2.2. 1 ano

Os espécimes previamente impregnados com o cimento biocerâmico demonstraram os maiores valores de resistência de união ($P < 0,05$), independentemente do método de aplicação do adesivo universal ($P > 0,05$). Não houve diferença nos valores de resistência de união demonstrados nos espécimes sem a prévia impregnação com o cimento biocerâmico ($P > 0,05$).

3.2.3 Comparação entre 24h e 1 ano

Os valores de resistência de união reduziram após 1 ano de controle, quando avaliados dentro do mesmo grupo, em relação a prévia impregnação com o cimento biocerâmico e método de aplicação do adesivo universal ($P < 0,05$).

A tabela 3 demonstra a média aritmética, desvio padrão e intervalo de confiança dos valores de resistência de união, em função da prévia impregnação da dentina com o cimento biocerâmico e método de aplicação do adesivo universal (Scotchbond Universal).

Tabela 3. Média aritmética, desvio padrão e intervalo de confiança dos valores de resistência de união (em MPa em função da prévia impregnação da dentina com o cimento biocerâmico e método de aplicação do adesivo universal (Scotchbond Universal), nos períodos de 24h e 1 ano de controle.

		NB-MB	NB-RB	WB-MB	WB-RB
24h	m	41,73 (2,36)	44,61	50,02	51,17
	(sd)	Ca	(2,25)Ba	(3,01)Aa	(3,26)Aa
	ci	40,89 $<\mu<$	43,79 $<\mu<$	48,94 $<\mu<$	50,01 $<\mu<$
		42,73	45,41	51,09	52,34
1 ano	m	40,45 (1,29)	41,48 (1,58)	47,14 (3,06)	47,81 (2,48)
	(sd)	Bb	Bb	Ab	Ab
	ci	39,98 $<\mu<$	40,92 $<\mu<$	46,04 $<\mu<$	46,92 $<\mu<$
		40,91	42,05	48,24	48,70

AB, diferentes letras indicam significância estatística ($P < 0,05$). NB-MB, sem cimento biocerâmico e escova manual; NB-RB, sem cimento biocerâmico e escova rotatória; WB-MB, com cimento biocerâmico e escova manual; WB-RB, com cimento biocerâmico e escova rotatória. (m), média aritmética; (sd), desvio padrão; (ci), intervalo de confiança.

3.3 Padrão de falha adesiva

3.3.1 24 horas

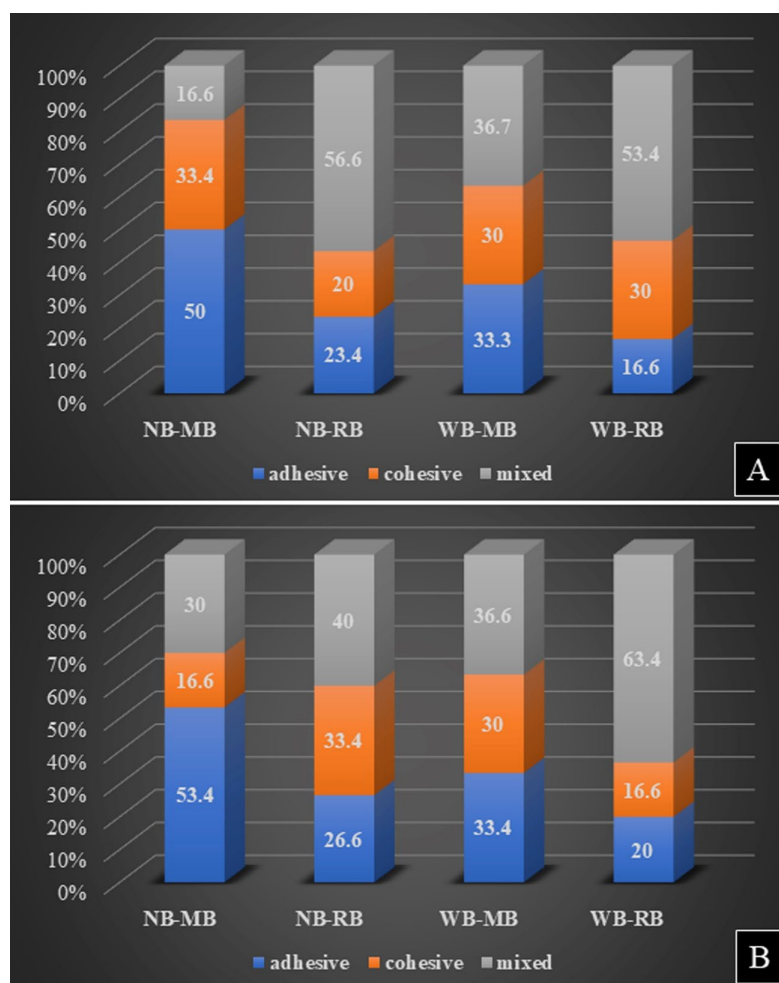
WB-MB, WB-RB e NB-RB demonstraram maior incidência de falha mista. Por outro lado, NB-MB demonstrou maior incidência de falha adesiva.

3.3.2 1 ano

Similar ao demonstrado em 24 horas, WB-MB, WB-RB e NB-RB demonstraram maior incidência de falha mista e NB-MB demonstrou maior incidência de falha adesiva

A figura 2 demonstra a incidência de falha na interface de adesão (em porcentagem), em função da impregnação prévia da dentina com o cimento biocerâmico e método de aplicação do adesivo universal., nos períodos de 24 horas (A) e 1 ano (B).

Figura 2. Incidência de falha na interface de adesão (em porcentagem), em função do protocolo de aplicação e estratégia de uso do adesivo na interface com a dentina previamente impregnada com cimento biocerâmico.



(A), 24H; (B), 1 ano; NB-MB, sem cimento biocerâmico e escova manual; NB-RB, sem cimento biocerâmico e escova rotatória; WB-MB, com cimento biocerâmico e escova manual; WB-RB, com cimento biocerâmico e escova rotatória.

4. Discussão

O presente estudo buscou avaliar diferentes métodos de aplicação de adesivo universal sobre a influência na adesão de substrato dentinário impregnado ou não com cimento biocerâmico. Foi possível verificar diferenças significativas entre a extensão de *tags*, sendo protocolos MB (escova manual) apresentando maiores espessuras, e resistência de união, onde aplicações com RB (escova rotatória) em substratos dentinários impregnados com cimento biocerâmico apresentaram maiores valores em 24h com redução significativa em 1 ano. Diante das diferenças estatísticas mencionadas, hipóteses H_{01} e H_{02} foram rejeitadas.

Diante da avaliação da espessura da camada de adesivo (Figura 1). É possível observar que a aplicação ativa promovida pela escova rotatória é capaz de aumentar a penetrabilidade do adesivo na dentina^{15,19}, fenômeno justificado pela menor extensão de *tags* formada por WB-RB e NB-RB.

Outro resultado interessante de se observar é que o substrato impregnado com resíduos de cimento biocerâmico aumentou significativamente os valores de resistência de união, independente do método de aplicação. Sabe-se que o Sealer Plus BC é um material à base de dissilicato e trissilicato de cálcio nanoparticulado, e óxido de zircônio, capaz de liberar íons cálcio que, quando entram em contato com a umidade da dentina, podem gerar formação de minerais sobre a superfície dentinária, sobretudo a hidroxiapatita^{8,11,12}. Embora houvesse preocupação de que os resíduos do cimento poderiam prejudicar a interação do adesivo com a superfície dentária, o efeito foi o contrário e a resistência adesiva aumentou. O aumento da resistência de união, possivelmente, é devido a composição do adesivo apresentar o monômero 10-MDP que atua quimicamente não só com a dentina, mas com a formação de mineral proveniente dos resíduos do cimento por meio da sua ligação ao cálcio da hidroxiapatita¹⁴.

O adesivo utilizado, Scotchbond Universal, apresenta poder de condicionamento de superfície, pois seu pH ácido é em torno de 2,7. Com o objetivo dos monômeros acídicos do adesivo permanecerem reativos é adicionado o monômero hidrofílico 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) em sua composição²⁰. A literatura destaca que, após a formação das ligações iônicas, a presença de água residual no adesivo universal desencadeia um processo de degradação hidrolítica tanto do polímero quanto do colágeno, sendo essa interação também influenciada pelo pH ácido dos monômeros envolvidos²¹. Vale salientar que, após um ano, os

valores de resistência de união diminuíram em relação a 24h (Tabelas 2 e 3), o que é justificável devido à degradação hidrolítica mencionada. Isto porque a interface adesiva formada pelos adesivos universais é altamente sensível a processos hidrolíticos e suscetível à proteólise enzimática endógena, que pode suceder logo após procedimentos restauradores²².

Corroborando com os resultados vistos de menor resistência de união, NB-RB também apresentou maiores níveis de falha adesiva (figura 2), enquanto os outros grupos predominaram falhas mistas. A falha adesiva normalmente indica uma má interação do sistema adesivo com o substrato dental²³, ou pelo menos uma interação inferior ao substrato hipermineralizado pelos subprodutos provenientes do cimento biocerâmico que, associada a hipótese de menor poder de penetração na superfície dentinária proveniente da aplicação manual do sistema adesivo e a possível menor evaporação do solvente, gerou uma relação mais instável da camada híbrida¹³.

O presente estudo está dentro de uma linha de pesquisa que busca trazer elucidação para a literatura acerca de procedimentos reabilitadores em dentes tratados endodonticamente. Os resultados do presente trabalho demonstraram ser promissores devido aos benefícios das propriedades do cimento biocerâmico, sua interação com substrato dentinário e interação do sistema adesivo universal aplicado na estratégia autocondicionante de forma manual e com aplicação ativa com escova rotatória. No entanto, deve-se ter em mente que os resultados presentes condizem com condições *in vitro*, logo, estudos mais aprofundados são necessários envolvendo outras estratégias de aplicação de adesivo universal, cimentos com diferentes formulações e, por fim, estudos clínicos para se obter respostas mais concisas diante do tema.

5. Conclusão

O uso de escova rotatória proporciona menor extensão de *tags*, utilizado na estratégia autocondicionante, e maior resistência de união com o substrato dentinário previamente impregnado com o cimento biocerâmico, tanto nos períodos de 24 horas como após 1 ano de controle.

Referências

1. Lima RO, Patricia A, Barros O, Alencar CDEM, Kuga MC. Influence of using different translucent composite resins for customizing fiber post on the bond strength

of self-adhesive cement to root dentin. *Dent Mater J.* 2024;1–7.

2. Ekambaram M, Yiu CKY, Matinlinna JP. Bonding of adhesive resin to intraradicular dentine: A review of the literature. *Int J Adhes Adhes.* 2015;60:92–103.
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. Mishra YK, editor. *PLoS One.* 2018 [cited 2018 Apr 12];13(4):e0195367.
4. Roberts S, Kim JR, Gu L sha, Kim YK, Mitchell QM, Pashley DH, et al. The Efficacy of Different Sealer Removal Protocols on Bonding of Self-etching Adhesives to AH Plus-contaminated Dentin. *J Endod.* 2009;35(4):563–7.
5. Tian F, Jett K, Flaugh R, Arora S, Bergeron B, Shen Y, et al. Effects of dentine surface cleaning on bonding of a self-etch adhesive to root canal sealer-contaminated dentine. *J Dent.* 2021;112(August):103766.
6. Cecchin D, Farina AP, Souza MA, Carlini-Júnior B, Ferraz CCR. Effect of root canal sealers on bond strength of fiberglass posts cemented with self-adhesive resin cements. *Int Endod J.* 2011;44(4):314–20.
7. Reyhani MF, Ghasemi N, Rahimi S, Milani AS, Omrani E. Effect of different endodontic sealers on the push-out bond strength of fiber posts. *Iran Endod J.* 2016;11(2):119–23.
8. Alves Silva EC, Tanomaru-Filho M, da Silva GF, Delfino MM, Cerri PS, Guerreiro-Tanomaru JM. Biocompatibility and Bioactive Potential of New Calcium Silicate-based Endodontic Sealers: Bio-C Sealer and Sealer Plus BC. *J Endod.* 2020;46(10):1470–7.
9. Al-Haddad A, Aziz ZACA. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. *Int J Biomater.* 2016;2016:1–10.
10. Zordan-Bronzel CL, Esteves Torres FF, Tanomaru-Filho M, Chávez-Andrade GM, Bosso-Martelo R, Guerreiro-Tanomaru JM. Evaluation of Physicochemical Properties of a New Calcium Silicate-based Sealer, Bio-C Sealer. *J Endod.* 2019;45(10):1248–52.

11. Nesello R, Silva IA, De Bem I de A, Bischoff K, Souza MA, Só MVR, et al. Effect of bioceramic root canal sealers on the bond strength of fiber posts cemented with resin cement. *Braz Dent J.* 2022;33(2):91–8.
12. Mendes AT, da Silva PB, Só BB, Hashizume LN, Vivan RR, Rosa RA da, et al. Evaluation of Physicochemical Properties of New Calcium Silicate-Based Sealer. *Braz Dent J.* 2018;29(6):536–40.
13. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J Adhes Dent.* 2020;22(1):7–34.
14. Muñoz M, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha N, et al. *In Vitro* Longevity of Bonding Properties of Universal Adhesives to Dentin. *Oper Dent.* 2015;40(3):282–92.
15. Loguercio AD, Muñoz MA, Luque-Martinez I, Hass V, Reis A, Perdigão J. Does active application of universal adhesives to enamel in self-etch mode improve their performance? *J Dent.* 2015;43(9):1060–70.
16. Barros APO, de Melo Alencar C, Zambon M, de Andrade MF, Fernández E, Kuga MC. Etch-and-rinse versus self-etch strategy of a universal adhesive in different application methods at the bonding interface of fiber post cementation. *J Esthet Restor Dent.* 2023;(May):1–8.
17. Girotto AC, Abuna G, Sanchez-Puetate C, Piccioni MA, Porto TS, Kuga MC. Effect of different adhesive strategies and storage time on bond strength of bi-functional monomers to simulated endodontically-treated dentin. *Dent Mater J.* 2021;40(6):1410–7.
18. Marcomini N, Albaricci MC da C, Costa JL de SG, Besegato JF, Godoy EF, Dantas AAR, et al. Effects of alpha-tocopherol antioxidant on fracture strength and adhesion of endodontically treated teeth restored after dental bleaching. *Eur J Oral Sci.* 2023;(July):1–10.

19. Ayar MK. Benefits of self-etch adhesives active application with rotary brush to enamel. *Vojnosanit Pregl*. 2020;77(12):1298–303.
20. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*. 2010;26(2):100–21.
21. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater*. 2001;17(4):296–308.
22. Frassetto A, Breschi L, Turco G, Marchesi G, Di Lenarda R, Tay FR, et al. Mechanisms of degradation of the hybrid layer in adhesive dentistry and therapeutic agents to improve bond durability - A literature review. *Dent Mater*. 2016;32(2):e41–53.
23. Kusumasari C, Margono A, Aditya DR, Abdou A. Effect of etch-and-rinse and self-etch modes in universal adhesives on push-out bond strength of fiber post. *J Clin Exp Dent*. 2022;14(8):e661–8.

3.2 Publicação 2*

ANÁLISE DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E MECÂNICAS DE MATERIAIS OBTURADORES EXPERIMENTAIS DE ÁPICES RADICULARES À BASE DE MTA E SILICATO

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o pH, a liberação de íons de cálcio, a solubilidade e a resistência de união do Biodentine (BD), Bioaggregate (BA), MTA Fillapex associado com hidróxido de cálcio 10% (MTAF 10-CH) ou hidróxido de cálcio 20% (MTAF 20-CH) e MTA branco Angelus (MTA). Cinquenta dentes acrílicos com retrocavidades preenchidas com os materiais avaliados (n = 10) foram imersos em água ultrapura para medir o pH e liberação de íons cálcio, após 7 e 30 dias. No teste de solubilidade, o mesmo tipo de amostras foram escaneados por Micro-CT antes e depois da imersão em água ultrapura por 7 e 30 dias. Cinquenta fatias de caninos humanos extraídos foram obtidas a partir do terço apical da raiz com retrobturação (n = 10). Após 7 dias, os espécimes foram submetidos ao teste de push-out. Tanto BD quanto BA apresentaram os maiores valores alcalinos na avaliação após 7 dias. Já aos 30 dias, MTAF 10-CH apresentou valores alcalinos. MTA apresentou a maior liberação de íons de cálcio nos dois períodos avaliados. BA e MTA apresentaram valores de solubilidade mais baixos. Aos 30 dias, esses valores foram superiores a solubilidade de 3% em relação aos outros grupos. BD apresentou a maior e MTAF 10-CH a menor resistência de união. O Bioaggregate e o MTA branco apresentaram menor solubilidade e propriedades químicas semelhantes. Apesar de o Biodentine ter apresentado o maior valor de resistência de união, este material apresentou solubilidade elevada. O MTA Fillapex com 10% e 20% de hidróxido de cálcio apresentou alta solubilidade e baixa resistência de união.

Palavras chaves: Cimento de silicato. Endodontia. Dentina. Alcalinização.

* Formatação de acordo com as normas do periódico *Journal of Endodontics* para o qual será submetido.

1. Introdução

Os materiais obturadores radiculares em contato com fluidos teciduais podem liberar elementos químicos e compostos que podem exercer influência sobre os tecidos periapicais circundantes. Portanto, o prognóstico do tratamento depende de propriedades físicas, químicas e biológicas adequadas dos materiais^{1,2}.

As propriedades biológicas dos materiais são importantes quando se considera a possibilidade de induzir reparo em tecidos perirradiculares². O pH e a liberação de íons cálcio são consideradas propriedades importantes de um cimento porque atuam em nível tecidual estimulando e acelerando o reparo, favorecendo a nucleação da hidroxiapatita^{1,3}.

A dinâmica que ocorre no ápice radicular na interface dentina-material de retrobturação é crítica para o prognóstico da cirurgia endodôntica. A união entre a dentina apical e o material de retrobturação evita proliferação microbiana e deslocamento do material de retrobturação da cavidade apical e/ou perfuração radicular¹. Consequentemente, as respostas biológicas aos cimentos biocerâmicos em relação aos tecidos apicais periodontais tendem a ser mais favoráveis.

Cimentos à base de silicato de cálcio têm sido sugeridos como materiais de retrobturação e selantes de perfuração devido à sua capacidade de se dissociar em íons cálcio e hidroxila. Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-Fosses, França) é um material constituído por um sistema pó e líquido, em que o pó é composto principalmente por silicato tricálcico, carbonato de cálcio, óxido de zircônio (radiopacificador), silicato dicálcico, óxido de cálcio e óxido de ferro. O líquido é uma solução aquosa de um polímero hidrossolúvel (agente redutor de água) com cloreto de cálcio (para diminuição do tempo de presa)⁵.

O cimento tem tempo de presa mais rápido (12 minutos) que outros materiais com o mesmo objetivo^{1,4} e apresenta pH alcalino⁵. Outro material, BioAggregate (Innovative BioCeramix, Vancouver, Canadá), consiste em partículas finas esbranquiçadas e o pó é misturado com água deionizada estéril. A composição em pó é composta por hidrato de silicato de cálcio, hidróxido de cálcio, hidroxiapatita (HA), pentóxido de tântalo e óxido de silício amorfo. A hidratação do BioAggregate resulta na formação de hidróxido de cálcio e calcita^{2,4}. Foi demonstrado que a adição de fosfatos de cálcio aos cimentos de silicato de cálcio melhora a formação de apatita e afeta as propriedades químico-físicas dos cimentos de silicato de cálcio^{1,6}.

MTA Fillapex é um obturador radicular que contém MTA, resina de salicilato, resina natural, óxido de bismuto e sílica. Um estudo recente mostrou que este cimento atendeu aos requisitos de fluidez, espessura de filme, solubilidade, alteração dimensional, boa radiopacidade e pH alcalino⁶. Esse cimento endodôntico não possui consistência para ser utilizado na retrobturação cavitária e o uso de substâncias como o hidróxido de cálcio poderia fornecer consistência adequada para retrobturação⁷.

Portanto, o objetivo deste estudo foi avaliar o nível de pH, liberação de íons cálcio, solubilidade (análise volumétrica) e resistência de união à dentina radicular apical de Biodentine, BioAggregate, MTA Fillapex associado a 10% e 20% em peso de pó de hidróxido de cálcio e MTA branco. A hipótese nula foi que todos os materiais testados apresentam propriedades físico-químicas e mecânicas semelhantes.

2. Materiais e Métodos

Os materiais utilizados foram divididos em 5 grupos:

G1 - Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-Fosses, França);

G2 - BioAggregate (Innovative BioCeramix, Vancouver, Canadá);

G3 - MTA Fillapex (Angelus Ind Prod Odontológicos S/A, Londrina, PR, Brasil) com 10% (m/m) de hidróxido de cálcio;

G4 - MTA Fillapex (Angelus Ind Prod Odontológicos S/A, Londrina, PR, Brasil) com 20% (m/m) de hidróxido de cálcio;

G5 - MTA Angelus Branco (Angelus Ind Prod Odontológicos S/A, Londrina, PR, Brasil).

Todos os cimentos foram preparados de acordo com as instruções do fabricante, exceto os dois grupos de MTA Fillapex, nos quais o volume total do cimento foi adicionado com 10% e 20% (em peso) de pó de hidróxido de cálcio.

2.1 pH e liberação do íon cálcio

Cinquenta dentes de acrílico (n=10) com cavidades radiculares padronizadas foram utilizados e obturados após os cimentos recém-preparados, usando um

dispositivo de entrega de MTA para evitar vazios ou bolhas na obturação. Os espécimes foram colocados em um frasco de vidro, um de cada vez, contendo 25 mL de água ultrapura (água Milli-Q; Purelab, Analítica, Brasil) e armazenados a 37°C durante todo o período experimental. Todos os frascos de vidro foram pré-tratados com ácido nítrico. O nível de pH e a liberação de íons cálcio foram avaliados aos 7 e 30 dias. Após cada período experimental, os dentes foram transferidos para um novo frasco com igual volume de água ultrapura nova.

Um medidor de pH (modelo 371; Micronal, São Paulo, SP, Brasil), previamente calibrado com controles com valores de pH 4, 7 e 14, foi utilizado para medir o pH da água ultrapura de imersão. Após a retirada dos corpos de prova, o recipiente foi colocado em um shaker (modelo 251; Farmem, São Paulo, SP, Brasil) por 5s antes da medição. A temperatura ambiente durante a leitura foi de 25°C. Água deionizada (pH = 6,90) foi o controle para medições de pH em todos os períodos analisados.

Um espectrofotômetro de absorção atômica (AA6800; Shimadzu, Tóquio, Japão) equipado com uma lâmpada catódica oca específica para íons de cálcio que liberava íons de cálcio. Vários testes preliminares determinaram o comprimento de onda e os parâmetros de fenda corretos. Para evitar possíveis interferências de metais alcalinos, foi preparada uma solução de lantânio diluindo 9,8 g de nitrato de lantânio em 250 mL de solução ácida. Uma solução estoque de cálcio foi preparada diluindo 2,4972 g de carbonato de cálcio em 50 mL de água ultrapura. Um total de 10 mL de ácido clorídrico concentrado foi adicionado a esta solução e depois diluído com 1000 mL de água ultrapura. Após o preparo, 1 mL desta solução correspondeu a 1 mg de cálcio. Com esta solução foram preparadas soluções padrão de cálcio nas seguintes concentrações: 20 mg L⁻¹, 10 mg L⁻¹, 5 mg L⁻¹, 2,5 mg L⁻¹, 1,25 mg L⁻¹. Em seguida, 2 mL de solução de nitrato de lantânio foram adicionados a 6 mL das soluções padrão de cálcio e teste. Para preparação da solução branco, a mesma quantidade de solução de nitrato de lantânio foi adicionada a 6 mL de água ultrapura. Um espectrofotômetro de absorção atômica foi utilizado para leitura dos padrões de cálcio, branco e soluções teste. Uma solução de ácido nítrico levou o dispositivo a zero absorvância. As leituras de liberação de íons cálcio foram comparadas com uma curva padrão obtida a partir de leituras das soluções padrão.

O nível de pH de todas as amostras foi analisado ao mesmo tempo.

2.2 Avaliação da Solubilidade

No estudo foram utilizados 50 dentes de acrílico com cavidade radicular padronizada e obturados com os cimentos experimentais ($n = 10$). Após a inserção dos cimentos, um tomógrafo computadorizado de microfoco de raios X de mesa (SkyScan 1174v2; SkyScan, Kontich, Bélgica) foi utilizado para escanear as amostras. Os parâmetros de varredura utilizados foram 50 kV, 800 mA, tamanho de voxel de 9,47 μm e tamanho de passo de 1,0 usando uma rotação de 360°. Quatro amostras foram digitalizadas por vez. O software de reconstrução (NReconv1.6.4.8, SkyScan) elaborou ainda mais os dados e o software CTan (CTan v1.11.10.0, SkyScan) foi utilizado para medir o volume total (mm^3). Após o procedimento de digitalização e decorrido o tempo de pega final, as amostras foram imersas individualmente em frascos de vidro contendo 15 mL de água ultrapura e armazenadas a 37°C, por 7 dias. Após esse tempo, as amostras foram retiradas dos frascos e, em seguida, digitalizadas novamente utilizando os mesmos parâmetros adotados na primeira varredura. Após isso, as amostras foram novamente imersas em água para completar o período de 30 dias para serem digitalizadas uma terceira vez. As análises volumétricas das amostras após cada período foram realizadas da mesma forma que o primeiro. A solubilidade volumétrica foi determinada pela seguinte equação matemática: volume inicial (IV) menos volume após imersão (V) dividido pelo volume inicial ($(IV-V)/IV$). Os resultados foram convertidos em porcentagens⁶.

2.3 Avaliação da Resistência de União

Setenta e cinco incisivos bovinos foram seccionados transversalmente na junção cimento-esmalte. As raízes foram ajustadas para 16 mm de comprimento e o comprimento de trabalho foi estabelecido 1 mm abaixo do ápice. Os canais radiculares foram irrigados e preparados segundo Aranda-Garcia, et al., 2013².

Os espécimes de raiz foram então centrados em anéis plásticos (16 mm de comprimento x 16,7 diâmetro interno) e incluídos em resina de poliéster (Maxi Rubber. Diadema, Brasil). Todas as amostras permaneceram intactas por 24 horas para permitir a polimerização da resina. Após a polimerização da resina, os ápices foram cortados 1 mm perpendicularmente à raiz com disco diamantado e foram obtidas fatias

de 2,0 mm de espessura do terço apical da raiz, obtendo-se assim 50 fatias de cada terço radicular.

Cada espaço do canal radicular foi ampliado usando uma peça de mão de baixa rotação e uma broca cônica de aço #703 (Vortex, Prod. Odontológicos, São Paulo, Brasil) fixada no braço do avaliador. O braço do dispositivo foi abaixado até uma profundidade previamente determinada por um batente de silicone para produzir um corpo de prova padronizado com as seguintes dimensões: maior diâmetro = 1,65 mm, menor diâmetro = 1,40 mm. Durante o preparo da amostra, os canais radiculares foram irrigados com água destilada. Posteriormente, os espécimes foram imersos em solução salina por 15 minutos e secos.

Os espécimes foram distribuídos em cinco grupos ($n = 15$, cada grupo) e o espaço do canal radicular foi preenchido com um dos materiais descritos anteriormente. Imediatamente após o enchimento, os corpos de prova foram armazenados a 37 °C e 95% de umidade por sete dias. Após esse período, as fatias foram lavadas, secas e fixadas em um aparato metálico, de forma que o lado com menor canal radicular avaliado ficasse voltado para cima. A ponta do êmbolo utilizado para aplicação de carga no teste push-out tinha diâmetro de 1,3 mm e estava alinhada perpendicularmente à superfície superior do corte.

O teste de push-out foi realizado em máquina de ensaios eletromecânicos (EMIC DL; Emic, São José dos Pinhais, Brasil), calibrada a uma velocidade constante de 0,5 mm/min. A obturação foi submetida a força axial até ser desalojada da seção do canal radicular. A força necessária para desalojar o material obturador (em KN) foi transformada em tensão (em MPa). A resistência de união de cada material (em MPa) foi calculada conforme descrito por Magro et al.²²

Após a realização do teste push-out, cada amostra foi examinada em estereomicroscópio (S8APO; Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha), com ampliação de 20X para determinar o modo de falha. Cada amostra foi classificada como adesiva (falha na interface do selante com a dentina), coesiva (falha no material obturador) ou mista (falha no material obturador e na dentina). As frequências dos modos de falha dentro de cada grupo foram tabuladas.

2.4 Análise Estatística

Todos os dados foram analisados com o software Graphpad prism V 5.0 (Graphpad, La Jolla, CA, EUA). As comparações estatísticas do nível de pH, liberação de íons cálcio e análise de solubilidade entre os diferentes grupos, no mesmo período, foram feitas pelos testes de Kruskal-Wallis e Dunn ($P = 0,05$). Porém, quando essas análises foram feitas apenas no mesmo grupo, em períodos diferentes, os dados foram comparados pelo teste de Mann-Whitney ($P = 0,05$). Os dados de resistência de união push-out foram comparados pelos testes de Kruskal-Wallis e Dunn ($P = 0,05$).

3. Resultados

A Tabela 1 apresenta os valores medianos, mínimos e máximos do nível de pH, liberação de íons cálcio (mg/L) e porcentagem dos valores de solubilidade volumétrica para os períodos de 7 e 30 dias. Com relação aos níveis de pH, todos os materiais proporcionaram alcalinização nos dois períodos ($P < 0,05$), exceto G3 e G4, em 7 e 30 dias, respectivamente ($P > 0,05$). As diferenças significativas entre os materiais, em cada período analisado são mostradas por letras diferentes na Tabela 1. Na comparação entre os períodos, o nível de pH caiu significativamente entre 7 e 30 dias para os Grupos G1, G2, G4 e G5 ($P < 0,05$). Porém, no G3 houve aumento significativo no nível de pH dos 7 aos 30 dias ($P < 0,05$).

Todos os materiais testados apresentaram liberação de íons cálcio. Para os períodos analisados, a maior liberação de íons ocorreu no G5, seguido do G1 na análise de 7 dias e do G2 na análise de 30 dias. Na comparação entre os períodos, houve aumento significativo na liberação de íons cálcio apenas para os Grupos G2 e G5 ($P < 0,05$), enquanto houve redução significativa para o Grupo G1 ($P < 0,05$).

Na análise de solubilidade volumétrica, para ambos os períodos, G2 e G5 apresentaram a menor solubilidade. Na comparação entre os períodos, houve aumento significativo ($P < 0,05$) na solubilidade para todos os materiais testados, exceto para G5. A Figura 1 apresenta as reconstruções tridimensionais Micro-CT de amostras representativas dos grupos avaliados na análise volumétrica de solubilidade.

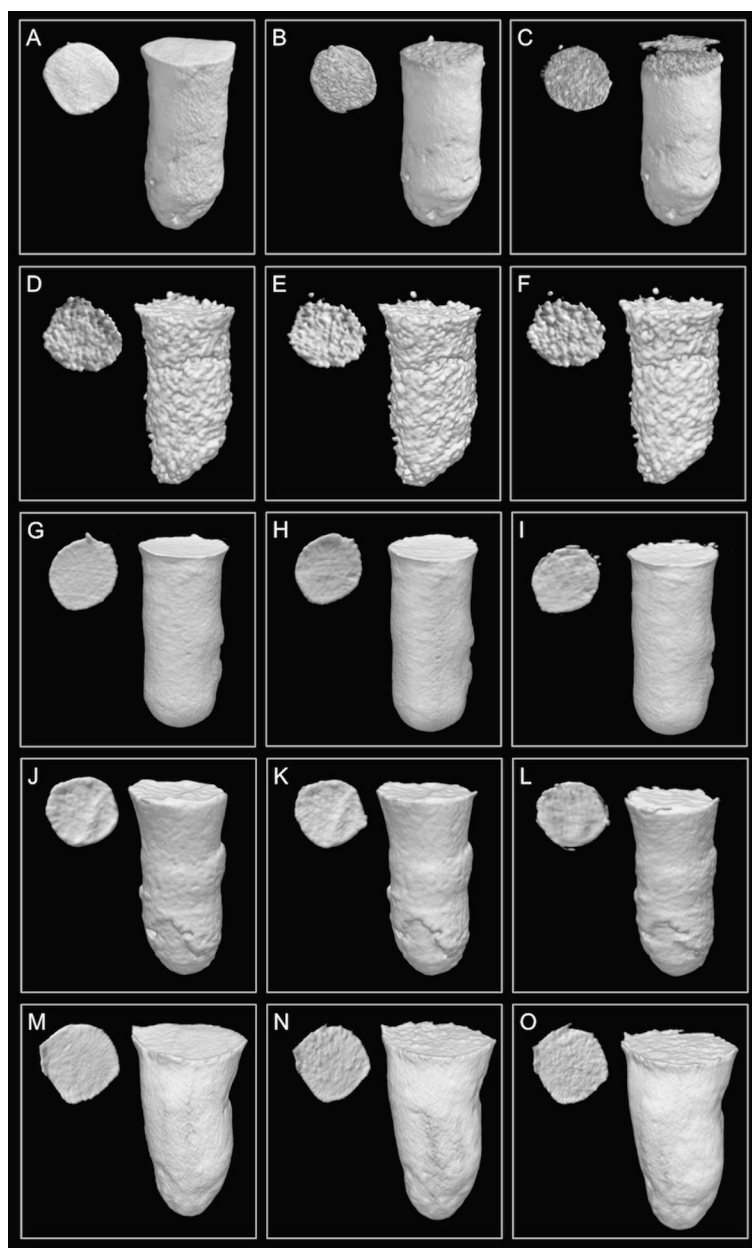
A Tabela 2 apresenta a mediana, os valores mínimo e máximo em MPa da resistência de união push-out de cada material analisado, a contagem de corpos de prova dos tipos de ruptura da resistência de união para cada grupo testado e as diferenças de resistência de união entre os grupos mostradas por letras diferentes. O G1 apresentou maior resistência de união push-out que os demais grupos. Já G2 e G5 apresentaram valores semelhantes, porém superiores aos de G3 e G4, que apresentaram valores semelhantes entre si.

Tabela 1. Mediana, nível mínimo e máximo de pH, liberação de íons cálcio (mg/L) e percentual (%) dos valores de solubilidade volumétrica nos períodos de 7 dias e 30 dias.

	pH		Liberação de cálcio (mg/L)		Solubilidade (%)	
	7 dias	30 dias	7 dias	30 dias	7 dias	30 dias
Biodentine	7,54 ^{a,1}	7,38 ^{ab,2}	6,27 ^{b,1}	3,95 ^{ac,2}	5,42 ^{cd,1}	16,46 ^{b,2}
	(7,43- 7,92)	(7,33- 7,57)	(5,39- 8,44)	(2,89- 5,64)	(0,98- 9,32)	(6,71- 34,2)
	7,5 ^{a,1}	7,3 ^{ac,2}	2,79 ^{a,1}	4,60 ^{ac,2}	1,63 ^{a,1}	4,68 ^{ac,2}
Bioaggregate	(7,4- 7,93)	(7,13- 7,54)	(1,81- 5,31)	(1,87- 5,81)	(0,57- 7,81)	(2,6- 16,34)
	6,86 ^{b,1}	7,78 ^{b,2}	1,69 ^{a,1}	0,95 ^{b,1}	12,72 ^{b,1}	18,54 ^{b,2}
	(6,0- 8,11)	(7,39- 8,54)	(0,67- 2,69)	(0,64- 2,3)	(8,89- 14,9)	(11,5- 22,6)
MTA F 10%	7,06 ^{b,1}	6,97 ^{c,1}	2,22 ^{a,1}	2,39 ^{ab,1}	9,38 ^{bc,1}	12,75 ^{ab,2}
	(6,0- 7,32)	(5,0- 7,58)	(1,88- 3,43)	(1,75- 2,92)	(6,66- 11,1)	(10,1- 14,8)
	7,27 ^{ab,1}	7,05 ^{c,2}	7,59 ^{b,2}	12,11 ^{c,3}	1,88 ^{ad,1}	4,09 ^{c,1}
WMTA	(7,16- 7,41)	(7,0- 7,17)	(5,86- 10,3)	(8,85- 14,1)	(0,08- 5,19)	(0,96- 8,75)

Letras diferentes mostram diferenças significativas entre os materiais em cada período analisado ($P < 0,05$). Números diferentes indicam diferenças entre os períodos para cada material analisado ($P < 0,05$).

Figura 1. Reconstruções tridimensionais micro-CT de amostras representativas dos grupos avaliados em solubilidade volumétrica.



G1- Biodentine – inicial (A), após 7 dias (B) e 30 dias (C). G2- BioAggregate – inicial (D), após 7 dias (E) e 30 dias (F). G3- MTA Fillapex com hidróxido de cálcio a 10% – inicial (G), após 7 dias (H) e 30 dias (I). G4- MTA Fillapex com hidróxido de cálcio 20% – inicial (J), após 7 dias (K) e 30 dias (L). G5- MTA branco – inicial (M), após 7 dias (N) e 30 dias (O).

Tabela 2. Valores medianos, mínimos e máximos de resistência de união (em MPa) e incidência de padrão de falha para cada material avaliado.

Materiais	Resistência de União (MPa)	Padrão de falha		
		Adesiva	Mista	Coesiva
Biodentine	3,734 (2,645- 7,460) ^b	3	8	4
Bioaggregate	0,468 (0,254- 0,660) ^a	7	6	2
10% MTA F	0,091 (0,036- 0,237) ^c	10	4	1
20% MTA F	0,145 (0,036- 0,384) ^c	9	4	2
WMTA	0,438 (0,300- 1,567) ^a	8	5	2

Letras diferentes mostram diferenças significativas entre os materiais em cada período analisado (P<0,05).

4. Discussão

A justificativa para utilizar um dente de acrílico com cavidade retrógrada no presente estudo foi simular uma condição o mais próxima possível da situação in vivo. Dentes naturais não foram utilizados porque poderiam liberar cálcio, conforme observado em estudo anterior^{1,7-9}, o que afetaria a confiabilidade da análise de liberação de cálcio. Dentes acrílicos foram utilizados em estudos anteriores que avaliaram a liberação de cálcio de diferentes pastas de hidróxido de cálcio⁸ ou cimentos MTA e Portland⁹ e a solubilidade volumétrica do MTA⁶.

Nos cimentos de silicato de cálcio, a reação química que ocorre durante a presa resulta na formação de hidróxido de cálcio¹⁰⁻¹³, que posteriormente se dissocia em

íons cálcio e hidroxila que influenciam a formação de tecido mineralizado. Todos os materiais testados, com exceção de 10% de MTA F em 7 dias e 20% de MTA F em 30 dias, alcalinizaram significativamente a água. Biodentine e Bioaggregate apresentaram maior capacidade de alcalinização em 7 dias. Em 30 dias, foi verificada maior alcalinização para o MTA 10% seguido pelo Biodentine. A alcalinização proporcionada pelos materiais favorece a ação antimicrobiana e a síntese de fosfatase alcalina pelas células que participam do processo de reparo¹⁰.

As partículas de silicato de cálcio do Biodentine reagem com a água para formar uma solução de alto pH contendo íons cálcio, hidroxila e silicato. O gel hidratado de silicato de cálcio precipita nas partículas de cimento, enquanto o hidróxido de cálcio nucleia¹³⁻¹⁵. O gel polimeriza ao longo do tempo para formar uma rede sólida, ao mesmo tempo que liberta hidróxido de cálcio e alcaliniza o meio circundante, o que envolve a lixiviação do cálcio dos hidratos de silicato da matriz do gel de hidrato de silicato de cálcio e da dissolução/lixiviação da portlandite¹³. Portland - $\text{Ca}(\text{OH})_2$ é um composto solúvel, móvel e reativo e é liberado ao longo do tempo pelo cimento e aumenta a alcalinidade do ambiente¹⁶.

Todos os materiais testados liberaram íons de cálcio. O WMTA teve a maior liberação, talvez devido à expansão do MTA durante o processo de hidratação e aumentando a resistência ao push out. O WMTA possui maior quantidade de composto contendo cálcio do que o Biodentine. Outra razão para a diferença nas liberações de íons cálcio poderia ser atribuída à formação de um gel hidratado de silicato de cálcio (gel CSH) envolvendo os grãos de silicato tricálcico não reagidos no Biodentine, após o tempo de presa de 12 minutos. Este gel CSH é relativamente impermeável à água, o que retarda a dissolução adicional dos íons⁹. A liberação do íon cálcio é importante para o processo de mineralização porque reage com o gás carbônico, formando carbonato de cálcio que favorece a diferenciação celular e a matriz fibronectina, importante no processo de reparo¹⁶.

Outra propriedade analisada foi a solubilidade, perda de massa do material que pode favorecer a ocorrência de vazios nas obturações. Para testes de solubilidade no presente estudo, foi utilizada a metodologia relatada anteriormente que testou a solubilidade volumétrica⁶. As diretrizes de solubilidade para cimentos endodônticos (ISO 6876 2012) estabelecem perda máxima de 3% da massa inicial. Materiais com maior solubilidade podem liberar substâncias como a resina salicilato e aumentar o risco de vazamento e colonização bacteriana nos vazios criados¹¹.

No presente estudo, o Bioaggregate e o WMTA apresentaram valores de solubilidade inferiores aos da recomendação da ISO 6876, apenas no período de 7 dias, ocorrendo ligeiro aumento dos valores aos 30 dias. A semelhança dos valores de solubilidade depende da composição semelhante dos materiais, que difere no agente radiopacificador utilizado e na ausência de alumínio na composição do Bioaggregate. O WMTA também é composto por uma matriz insolúvel de sílica cristalina que mantém sua integridade mesmo em contato com água¹², o que pode ter contribuído para sua solubilidade reduzida.

Foi relatado¹⁶ que após a mistura de um pó de CaSi/CaP com água, o componente fosfato de cálcio pode sofrer processos de dissolução (parcial) e reprecipitação dentro da massa de cimento hidratante, levando a diferentes proporções. (A) Os íons cálcio e fosfato liberados dentro do gel hidrato de silicato de cálcio (C-S-H) (sistema $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$) podem reprecipitar fosfato de cálcio, principalmente apatita devido ao alto pH na massa de cimento. Os grupos silanol CSH podem se ligar aos íons Ca^{2+} ou PO_4^{3-} e HPO_4^{2-} e desencadear a nucleação da apatita^{13,14}. (B) Um gel hidratado de silicato de cálcio-fosfato (sistema $\text{CaO-SiO}_2\text{-PO}_4\text{/HPO}_4\text{-H}_2\text{O}$) pode se formar dentro dos cimentos contendo fosfato de cálcio¹³ e, consequentemente, explicar a reduzida lixiviação de íons P do cimento. (C) O fosfato de cálcio na formulação do cimento também poderia potencialmente reagir dentro da massa de cimento hidratante consumindo hidróxido de cálcio com a formação de gel hidratado de silicato de cálcio e fosfato, com diminuição do teor de hidróxido de cálcio e da alcalinidade do cimento.

Ao contrário do que diz outro estudo¹⁷, o material Biodentine apresentou maiores valores de solubilidade nos dois períodos analisados. A diferença nos resultados pode ser atribuída às diferentes metodologias e períodos de avaliação utilizados. Por outro lado, o MTA Fillapex apresenta alta solubilidade em água^{18,19} superando os limites recomendados. A alta solubilidade provavelmente está relacionada aos aditivos que são incorporados na composição do cimento, desestabilizando sua matriz¹⁹. Apesar da incorporação do hidróxido de cálcio, para uso como material de preenchimento retrógrado, o material continuou apresentando alta solubilidade.

As propriedades adesivas dos cimentos endodônticos são importantes e a ligação química à dentina radicular melhora a resistência de união dos cimentos às paredes do canal radicular²⁰. No presente estudo, o material Biodentine apresentou

maior resistência de união (3,734 MPa) quando comparado aos demais materiais, corroborando com estudo anterior¹⁵. A formação de uma camada interfacial mineral entre a dentina e o material Biodentine é provavelmente responsável pela resistência ao deslocamento¹⁵. Essa camada interfacial mineral é formada por íons de cálcio e silício que penetram na dentina, levando à formação de mais estruturas semelhantes a tags no material Biodentine do que no material MTA¹⁶. Microestruturas semelhantes a tags foram detectáveis no material Biodentine³ e relatadas anteriormente com o uso de MTA na obturação radicular^{21,22}. A consistência fluida após a hidratação do cimento auxilia sua penetração através dos túbulos dentinários abertos para cristalizar ao longo do tempo dentro da estrutura^{3,23}, influenciando as propriedades da interface material-dentina²². Embora o material Biodentine tenha apresentado maior valor de resistência de união que o WMTA e o Bioaggregate, demonstrou maior solubilidade, favorecendo maior solubilidade volumétrica e, conseqüentemente, mais vazios no preenchimento retrógrado.

O material Bioaggregate (0,468 MPa) apresentou valores de resistência de união e modos de falha de união semelhantes aos do material WMTA (0,438 MPa), confirmando os achados de outros estudos^{24,25}. Em contrapartida, utilizando um modelo de perfuração ex vivo, o MTA Angelus apresentou valores de resistência de união mais elevados que o material BioAggregate. A bioatividade de um cimento é resultado da reação do íon cálcio liberado pelo material MTA com o íon fosfato do fluido tecidual e da dentina, resultando na formação de cristais de hidroxiapatita¹⁵. Essa condição favorece a interação físico-química do material MTA com as paredes do canal radicular, aumentando sua resistência de união⁵.

O hidróxido de cálcio a 10% e 20% ao MTA Fillapex apresentou a menor resistência de união, mesmo com MTA e hidróxido de cálcio em suas composições. Esses resultados corroboram os de outros autores²⁴ que testaram o MTA Fillapex em obturações de canais radiculares. O MTA Fillapex possui entre seus constituintes a resina salicilato, que pode sofrer contração de polimerização ao endurecer, reduzindo a resistência de união à parede do canal²⁶⁻²⁸. Outra razão para a baixa resistência de ligação pode ser a baixa liberação de íons cálcio.

5. Conclusão

Dentro das condições experimentais deste estudo, pode-se concluir que o Bioaggregate e o WMTA apresentaram a menor solubilidade e propriedades químicas

semelhantes. Embora o Biodentine tenha apresentado resistência de união satisfatória à dentina apical, sua solubilidade foi elevada. O hidróxido de cálcio a 10% e 20% do MTA Fillapex apresentou alta solubilidade e baixa resistência de união.

Referências

1. Amoroso-Silva PA, Marciano MA, Guimaraes BM, Duarte MA, Sanson AF, Moraes IG. Apical adaptation, sealing ability and push-out bond strength of five root-end filling materials. *Braz Oral Res.* 2014;28(1):1-6.
2. Aranda-Garcia AJ, Kuga MC, Vitorino KR, Chavez-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):533-7.
3. Atmeh AR, Chong EZ, Richard G, Festy F, Watson TF. Dentin-cement Interfacial Interaction: Calcium Silicates and Polyalkenoates. *J Dent Res.* 2012;91(5):454-9.
4. Camilleri J, Grech L, Galea K, Keir D, Fenech M, Formosa L, et al. Porosity and root dentine to material interface assessment of calcium silicate-based root-end filling materials. *Clin Oral Investig.* 2014;18(5):1437-46.
5. Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dent Mater.* 2013;29(5):580-93.
6. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, et al. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2014;47(2):120-6.
7. Chen I, Karabucak B, Wang C, Wang HG, Koyama E, Kohli MR, et al. Healing after root-end microsurgery by using mineral trioxide aggregate and a new calcium silicate-based bioceramic material as root-end filling materials in dogs. *J Endod.* 2015;41(3):389-99.

8. Duarte MAH, Midená RZ, Zeferino MA, Vivan RR, Weckwerth PH, dos Santos F, et al. Evaluation of pH and calcium ion release of calcium hydroxide pastes containing different substances. *J Endod*. 2009;35(9):1274-7.
9. Duarte MAH, Minotti PG, Rodrigues CT, Zapata RO, Bramante CM, Tanomaru M, et al. Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white portland cement and white mineral trioxide aggregate. *J Endod*. 2012;38(3):394-7.
10. Estrela C, Bammann LL, Estrela CR, Silva RS, Pecora JD. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. *Braz Dent J*. 2000;11(1):3-9.
11. Flores DS, Rached FJ, Versiani MA, Guedes DF, Sousa-Neto MD, Pecora JD. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. *Int Endod J*. 2011;44(2):126-35.
12. Fridland M, Rosado R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. *J Endod*. 2003;29(12):814-7.
13. Gandolfi MG, Taddei P, Tinti A, Prati C. Apatite-forming ability (bioactivity) of ProRoot MTA. *Int Endod J*. 2010;43(10):917-29.
14. Gandolfi MG, Van Landuyt K, Taddei P, Modena E, Van Meerbeek B, Prati C. ESEM-EDX and Raman techniques to study MTA calcium-silicate cements in wet conditions and in real-time. *J Endod*. 2010;36(5):851-7.
15. Gandolfi MG, Taddei P, Modena E, Siboni F, Prati C. Biointeractivity-related versus chemi/physisorption-related apatite precursor-forming ability of current root end filling materials. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2013;101(7):1107-23.
16. Gandolfi MG, Spagnuolo G, Siboni F, Procino A, Riveccio V, Pelliccioni CA, et al. Calcium silicate/calcium phosphate biphasic cements for vital pulp therapy: chemical-physical properties and human pulp cells response. *Clin Oral Invest*. 2015;19(8):2075-89.

17. Grech L, Mallia B, Camilleri J. Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials. *Dent Mater*. 2013;29(2):e20-8.
18. Guneser MB, Akbulut MB, Eldeniz AU. Effect of various endodontic irrigants on the push-out bond strength of biodentine and conventional root perforation repair materials. *J Endod*. 2013;39(3):380-4.
19. Han L, Okiji T. Uptake of calcium and silicon released from calcium silicate-based endodontic materials into root canal dentine. *Int Endod J*. 2011;44(12):1081-7.
20. Johnson BR. Considerations in the selection of a root-end filling material. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 1999;87(4):398-404.
21. Kuga MC, Duarte MA, Sant'Anna-Junior A, Keine KC, Faria G, Dantas AA, et al. Effects of calcium hydroxide addition on the physical and chemical properties of a calcium silicate-based sealer. *J Appl Oral Sci*. 2014;22(3):180-4.
22. Magro MG, Kuga MC, Aranda-Garcia AJ, Victorino KR, Chavez-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.
23. Onay EO, Ungor M, Unver S, Ari H, Belli S. An in vitro evaluation of the apical sealing ability of new polymeric endodontic filling systems. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2009;108(2):e49-54.
24. Park JW, Hong SH, Kim JH, Lee SJ, Shin SJ. X-Ray diffraction analysis of white ProRoot MTA and Diadent BioAggregate. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2010;109(1):155-8.
25. Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. Biomineralization ability and interaction of mineral trioxide aggregate and white portland cement with dentin in a phosphate-containing fluid. *J Endod*. 2009;35(5):731-6.
26. Rosa RA, Santini MF, Heiden K, So BB, Kuga MC, Pereira JR, et al. SEM evaluation of the interface between filling and root- end filling materials. *Scanning*. 2014;36(2):252-7.

27. Sagsen B, Ustun Y, Demirbuga S, Pala K. Push-out bond strength of two new calcium silicate-based endodontic sealers to root canal dentine. *Int Endod J*. 2011;44(12):1088-91.
28. Tasdemir T, Er K, Celik D, Tahan E, Serper A, Ceyhanli KT, et al. Bond strength of calcium silicate-based sealers to dentine dried with different techniques. *Med Princ Pract*. 2014;23(4):373-6.

3.3 Publicação 3*

A FORMULAÇÃO QUÍMICA INTERFERE NO POTENCIAL DE ALCALINIZAÇÃO E LIBERAÇÃO DE CÁLCIO DE COMPOSTOS CONTENDO SILICATO DE CÁLCIO

RESUMO

Introdução: O MTA é composto de diversos óxidos metálicos, óxido de cálcio e bismuto. Apresenta boas propriedades biológicas, sendo indicado para o tratamento de complicações endodônticas. Diversas formulações estão disponíveis, sendo necessárias pesquisas que avaliem suas propriedades físico-químicas. **Objetivo:** Avaliar o potencial hidrogeniônico e liberação de cálcio do MTA Fillapex em relação ao MTA cinza e branco. **Material e métodos:** O MTA cinza e branco (Angelus) e o MTA Fillapex (Angelus) foram manipulados e inseridos em tubos de polietileno e imersos em água destilada. O pH destas soluções foi avaliado nos períodos de 24h, 7 dias e 14 dias. Simultaneamente, nos mesmos períodos descritos, foi quantificada a liberação de cálcio pelos materiais nas soluções através da dosagem em espectrofotometria de absorção atômica. Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância, com nível de significância de 5%. **Resultados:** Em relação ao pH, em 24 h os materiais apresentaram comportamentos semelhantes entre si ($p>0,05$). Nos períodos de 7 e 14 dias, o MTA Fillapex apresentou significativamente menor pH que as demais apresentações ($p<0,05$). Em relação à liberação de cálcio, nos períodos de 24 h e 7 dias o MTA Fillapex apresentou menor liberação que os demais materiais ($p<0,05$) e em 14 dias diferenciou apenas do MTA cinza ($p<0,05$). **Conclusão:** Todos os materiais avaliados apresentaram pH alcalino e liberação de cálcio, sendo que o cimento obturador MTA Fillapex apresentou menores valores.

Palavras-chave: Cimento de silicato. Endodontia. Dentina. Alcalinização. Obturação Retrógrada.

* Formatação de acordo com as normas do periódico *Brazilian Dental Journal* para o qual será submetido.

1. Introdução

O Mineral Trioxide Aggregate (MTA) foi idealizado para ser utilizado nos acidentes endodônticos e em cirurgias perirradiculares [1,2], sendo constituído de um fino pó hidrofílico (SiO_2 , K_2O , Al_2O_3 , SO_3 , CaO e Bi_2O_3) que normalmente é adicionado à água destilada [2]. É comercializado nas apresentações cinza (GMTA) e branco (WMTA), diferindo principalmente na sua constituição química, pois o MTA cinza apresenta maior concentração do óxido de alumínio, óxido de magnésio e principalmente óxido de ferro [1,3]. Os resultados biológicos demonstram que o MTA proporciona resposta tecidual favorável, caracterizada pela ausência de inflamação severa, presença de cápsula fibrosa e indução de tecido mineralizado [2-4].

Ainda que o MTA tenha inúmeras propriedades favoráveis que suportem seu uso clínico, há diversos problemas que dificultam seu manuseio, em função da consistência granulosa [5], longo tempo de presa [6] e possível deslocamento da cavidade na qual foi inserido [7]. A maioria das complicações endodônticas está situada em locais de difícil acesso, dificultando o uso do MTA. Desta forma, propôs-se a avaliação da resposta biológica dos tecidos perirradiculares após o preenchimento dos canais radiculares com MTA e água destilada ou MTA e propilenoglicol. Os resultados demonstraram que as pastas tiveram comportamento biológico similar, principalmente quando mantidas exclusivamente no interior dos canais radiculares [8-10]. Muito embora os autores ressaltem que a combinação MTA/propilenoglicol seja de mais fácil manuseio intracanal, esta combinação não toma presa.

Por outro lado, as características físicas do MTA após a manipulação dificultam a introdução intracanal, além do que as associações do pó com água destilada resultam em uma mistura arenosa de difícil manuseio [7]. Entretanto, recentemente tem sido desenvolvidos cimentos endodônticos de uso intracanal contendo MTA como por exemplo Endo-CPM-Sealer (EGEO, Buenos Aires, Argentina), ProRoot Endo Sealer (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) e um cimento experimental, MTAS (associação de 80% de cimento Portland branco e 20% de óxido de bismuto) com a adição de polímeros solúveis em água [5]. Os cimentos que contém MTA são biocompatíveis e estimulam a mineralização [10], além de exibirem maior adesividade dentinária que os tradicionais cimentos à base de óxido de zinco e eugenol [11] e propriedades de vedamento similares aos cimentos à base de resina epóxi [12,13].

Recentemente foi desenvolvido um cimento endodôntico que contém em sua composição o MTA, sendo denominado MTA Fillapex (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, PR, Brasil). Segundo o fabricante, a composição após a espatulação do material é basicamente constituída de MTA, resina salicilato, resina natural, bismuto e sílica. Porém há carência de estudos que avaliem este material, seja no âmbito físico-químico como no biológico.

Para que ocorra o estímulo à mineralização tecidual, um material deve ter pH alcalino e proporcionar a liberação de cálcio [9,12]. Portanto, o objetivo deste estudo consiste em avaliar o potencial hidrogênio e liberação de cálcio do MTA Fillapex, comparado às demais apresentações, MTA cinza e branco, ambos associados à água destilada, nos períodos de 24 h, 7 e 14 dias.

2. Materiais e métodos

2.1 Preparo dos espécimes

Trinta tubos de polietileno, com dimensões de 0,5 cm de comprimento por 1,0 mm de diâmetro interno, foram preenchidos com os materiais avaliados, sendo divididos em 10 unidades para cada grupo experimental. No grupo I (GI), 1 g de MTA cinza (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, PR, Brasil) foi misturado com 0,30 mL de água destilada, sendo considerado como grupo controle. Idêntico procedimento foi realizado para o grupo II (GII), porém empregando o MTA branco (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, PR, Brasil). Para o grupo III (GIII), foi utilizado o material MTA Fillapex (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, PR, Brasil) proporcionado pelo próprio sistema de auto-mistura.

Os tubos de polietileno foram preenchidos com os materiais, com auxílio de uma espiral de Lentulo (Maillefer, Ballaigues, Suíça), imediatamente após a manipulação e pesados para a aferição da quantidade semelhante de material em cada amostra (+ 0,002g). Após o preenchimento, os tubos foram colocados em frascos de polipropileno (Injeplast, São Paulo, SP, Brasil), contendo 10 mL de água destilada, tampados e mantidos em estufa em temperatura constante de 37°C (Farmen, São Paulo, SP, BR), onde permaneceram durante todo o período de avaliação. Após 24h, 7 e 14 dias, o pH e a concentração de cálcio presente na água foram quantificados. Após cada avaliação, a água foi desprezada e os tubos imersos em outros frascos

contendo água destilada, em igual quantidade. A água destilada utilizada foi previamente certificada quanto à ausência de íons cálcio e pH próximo a neutro (6,8).

2.2 Análise do pH

O pH da água no qual os tubos de polietileno permaneceram imersos foi avaliado após 24 horas, 7 e 14 dias. As medidas foram realizadas empregando um pHmetro (modelo DM22, Digimed, São Paulo, SP, Brasil) calibrado com soluções padrão de pH 4,0 e 7,0, em temperatura ambiente constante de 25°C. Após 24h de imersão, os tubos foram cuidadosamente removidos dos frascos e colocados em outros frascos com igual quantidade de uma nova água destilada. Este procedimento foi repetido num total de 336h, com a solução substituída em 24h, 7 e 14 dias. Os valores obtidos do pH foram submetidos à análise de variância a um critério e ao teste de Tukey, com nível de significância de 5%.

2.3 Análise da liberação de cálcio

A liberação de cálcio foi mensurada empregando um espectrofotômetro de absorção atômica (AA6800, Shimadzu, Tóquio, Japão) equipado com uma lâmpada catodo específica para a leitura. As condições para uso do dispositivo foram determinadas de acordo com as instruções do fabricante: comprimento de onda de 422,70 nm, fenda de 2,0 L por minuto. A fim de prevenir uma possível interferência de outros metais alcalinos, uma solução de lantânio foi preparada, diluindo-se 9,8g de cloreto de lantânio em 250 mL de solução ácida, posteriormente incorporada à água no qual os tubos de polietileno permaneceram imersos. A partir da diluição de carbonato de cálcio em água destilada e ácido clorídrico, foram obtidas as soluções padrão de cálcio: 20 mg/l, 10 mg/l, 5mg/L, 2,5 mg/l, 1,25 mg/l.

Para a leitura no espectrofotômetro, 6mL das soluções padrão ou da água das amostras foram acrescidas de 2mL da solução de cloreto de lantânio. Para a obtenção da solução referência desprovida de cálcio, 6mL de água ultrapura foi associada também a 2mL de cloreto de lantânio.

Estando com as soluções padrão, de referência e as amostras preparadas, a leitura foi realizada no espectrofotômetro de absorção atômica. Os cálculos da

liberação foram efetuados por meio da equação da reta da curva-padrão. A leitura da liberação de cálcio foi efetuada nos mesmos períodos utilizados para a leitura do pH. Os dados foram submetidos ao teste de Anova a um critério e posteriormente ao teste de Tukey, ambos com significância de 5%.

3. Resultados

3.1 Análise do pH

A tabela 1 ilustra a média da liberação de íons hidrogênio (pH) proporcionada pelos grupos experimentais, em função do período de análise de 24 horas, 7 e 14 dias de imersão. No período de 24 horas os grupos experimentais assemelharam-se entre si ($p>0,05$). Nos períodos de 7 e 14 dias, o grupo III (MTA Fillapex) demonstrou significativamente menor pH que o MTA cinza e branco ($p<0,05$). Os MTAs cinza e branco não diferiram entre si ($p>0,05$).

Tabela 1. Média e desvio padrão do pH obtido pelos grupos experimentais em função do período de análise.

	MTA cinza Angelus	MTA branco Ângelus	MTA Fillapex
24 horas	9,65 (0,68) ^a	9,94 (0,27) ^a	9,39 (0,30) ^a
7 dias	9,80 (0,29) ^a	9,84 (0,73) ^a	7,68 (0,23) ^b
14 dias	10,09 (01,7) ^a	9,92 (0,34) ^a	8,89 (0,54) ^b

(letras idênticas indicam semelhança estatística; $p>0,05$)

3.2 Análise da liberação do cálcio

A tabela 2 demonstra a média da liberação de cálcio, em miligramas por litro (mg/L) observada nos grupos experimentais, em função do período de análise de 24 horas, 7 e 14 dias de imersão. Nos períodos de 24 horas e 7 dias o grupo III (MTA Fillapex) demonstrou significativamente menor liberação de cálcio que os grupos I (MTA cinza) e II (MTA branco) ($p<0,05$). Em 14 dias, o grupo III (MTA Fillapex) apresentou menor liberação de cálcio comparado ao grupo I (MTA cinza) ($p<0,05$).

Tabela 2. Concentração média e desvio-padrão de cálcio liberado, em mg/L, pelos grupos experimentais em função do período de análise.

	MTA cinza Angelus	MTA branco Angelus	MTA Fillapex®
24 horas	17,55 (2,37) ^a	17,65 (3,17) ^a	9,15 (4,03) ^b
7 dias	13,08 (0,86) ^a	18,46 (4,84) ^a	8,95 (2,43) ^b
14 dias	13,51 (2,09) ^a	11,24 (2,60) ^{a,b}	9,68 (3,00) ^b

(Letras idênticas indicam semelhança estatística - $p > 0,05$)

4. Discussão

A utilização de materiais que proporcionam alta alcalinidade favorece a mineralização tecidual, além de oferecer boa atividade antimicrobiana [8,9]. Por sua vez, o cálcio reage com o gás carbônico dando origem ao carbonato de cálcio que servirá como núcleo para o desencadeamento do processo de calcificação [10-13]. Portanto, ao analisar a capacidade de alcalinização e a liberação de cálcio, indiretamente se avalia o potencial de indução de mineralização proporcionado pelo material. Nesse sentido, os cimentos à base de MTA apresentam pH alcalino, alta liberação de íons cálcio [14,15] e adequada compatibilidade biológica [10].

A averiguação do pH utilizando phmetro [11] e da liberação de cálcio com uso de espectrofotometria de absorção atômica [8], empregando o método de imersão de tubos de polietileno devidamente padronizados em água destilada é consagrada na literatura [12-14]. A seleção das dimensões dos tubos de polietileno, bem como os períodos experimentais tiveram como parâmetros os estudos de biocompatibilidade, que previamente avaliaram materiais semelhantes [10]. A inserção de materiais no interior de canais radiculares ocasiona resultados imprecisos tanto em função da dificuldade de padronização da abertura foraminal bem como pela própria interferência da dentina radicular [15-19]. Uma vez realizada a leitura, os tubos foram novamente imersos em outro frasco com água destilada, evitando assim a saturação iônica, que poderia interferir nos resultados finais [8,20].

Em relação ao pH do MTA, tanto no cinza como no branco, houve uma elevação do índice em 24 horas, pois imediatamente após a manipulação os materiais foram imersos em água, circunstância em que está ainda ocorrendo o processo de presa dos materiais, resultando em substâncias alcalinas tais como o hidróxido de cálcio [11]. Esses resultados são concordantes com estudos que empregaram metodologia

semelhante [8,21,22]. Nos demais períodos o pH manteve-se alcalino, sem que as duas apresentações mostrassem diferenças entre si.

A composição química do MTA Fillapex é semelhante ao cimento Sealapex, inclusive nos valores de pH [8]. Após o período de 24 horas, houve diferença com o MTA, provavelmente em função da presa do MTA Fillapex, que por conter resina em sua composição, reduziu a alcalinização do meio, fato observado em relação ao cimento MTA foto-ativado [23-25] e cimentos endodônticos resinosos, tais como o Sealer 26 [9].

A redução gradual de liberação de cálcio pelo MTA é uma tendência também encontrada em outras pesquisas [3,8,26], muito embora seja ainda superior à proporcionada pelo MTA Fillapex. No período de 14 dias de avaliação, a liberação de cálcio proporcionada pelo MTA Fillapex foi semelhante ao MTA branco, porém inferior ao MTA cinza. É interessante ressaltar que a forma cinza apresenta a tendência de maior liberação de cálcio do que o MTA branco, em períodos mais longos de observação [3], devido possivelmente à maior concentração de óxidos [11]. Nos períodos iniciais, a maior concentração de cálcio liberado pode ser explicada pela própria reação química existente entre o MTA e a água destilada, que origina como produto final o hidróxido de cálcio [4,11].

O MTA Fillapex mostrou a tendência em manter relativamente constante a liberação de cálcio, até o período final analisado de 14 dias. Ressalta-se que o Sealapex possui a capacidade de apresentar alta liberação de cálcio após 25 a 30 dias da espatulação [8,24], o que torna importante a realização de estudos com períodos de observação mais prolongados.

Diante da metodologia empregada e respaldada na literatura apresentada, o MTA Fillapex deve ser utilizado exclusivamente como cimento obturador endodôntico, principalmente nos acidentes endodônticos de difícil acesso, visto que suas características físico-químicas diferem do MTA cinza e branco. Porém, apresenta pH alcalino semelhante a cimentos consagrados clínica e cientificamente [8,24] e adequada liberação de cálcio, necessitando de estudos que atestem a sua biocompatibilidade.

5. Conclusão

Pode-se concluir que o MTA cinza e branco e o MTA Fillapex apresentam pH alcalino e promoveram a liberação de cálcio em todos os períodos avaliados. O MTA

Fillapex, após 24 horas, possui menor pH que as demais apresentações do MTA. O MTA cinza e branco promoveu maior liberação de cálcio que o MTA Fillapex.

Referências

1. Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, et al. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. J Endod. 2005; 31(2):101-3.
2. Bernabé PFE, Holland R, Morandi R, et al. Comparative study of MTA and other materials in retrofilling of pulpless dogs' teeth. Braz Dent J. 2005; 16(2):149-55.
3. Bozeman TB, Lemon RR, Eleazer PD. Elemental analysis of crystal precipitate from gray and white MTA. J Endod. 2006; 32(5):425-8.
4. Camilleri J, Montesin FE, Brady K, et al. The constitution of mineral trioxide aggregate. Dent Mater. 2005; 21(4):297-303.
5. Camilleri J, Gandolfi MG, Siboni F, et al. Dynamic sealing ability of MTA root canal sealer. Int Endod J. 2011; 44(1):9-20.
6. Chng HK, Islam I, Yap AU, et al. Properties of a new root-end filling material. J Endod. 2005; 31(9):665-8.
7. Cintra LTA, Moraes IG, Estrada BPF, et al. Evaluation of the tissue response to MTA and MBPC: Microscopic analysis of implants in alveolar bone of rats. J Endod. 2006; 32(6):556-9.
8. Duarte MAH, Demarchi ACCO, Giaxa MH, et al. Evaluation of pH and calcium release of three root canal sealers. J Endod. 2000; 26(7):389-90.
9. Estrela C, Sydney GB, Bammann LL, et al. Mechanism of action of calcium and hydroxyl ions of calcium hydroxide on tissue and bacteria. Braz Dent J. 1995; 6(2):85-90.
10. Gomes-Filho JE, Watanabe S, Bernabé PFE, et al. A mineral trioxide aggregate sealer stimulated mineralization. J Endod. 2009; 35(2):256-60.

11. Han L, Okiji T, Okawa S. Morphological and chemical analysis of different precipitates on mineral trioxide aggregate immersed in different fluids. *Dent Mat J*. 2010; 29(5):512-7.
12. Holland R, Souza V, Murata SS, et al. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. *Braz Dent J*. 200; 12(2):109-13.
13. Holland R, Mazuqueli L, de Souza V, et al. Influence of the type of vehicle and limit of obturation on apical and periapical tissue response in dogs' teeth after root canal filling with mineral trioxide aggregate. *J Endod*. 2007; 33(6):693-7.
14. Huffman BP, Mai S, Pinna L, et al. Dislocation resistance of ProRoot Sealer, a calcium root canal sealer, from radicular dentine. *Int Endod J*. 2009; 41(1):34-46.
15. Islam I, Chng HK, Yap AUJ. Comparison of the physical properties of MTA and Portland cement. *J Endod*. 2006; 32(3):193-7.
16. Iunes AG, Kuga MC, Campos EA, et al. Avaliação da capacidade de vedamento e pH do tampão apical com cimento Portland branco acrescido de radiopacificadores convencionais. *RSBO*. 2010; 7(3):275-80.
17. Kogan P, He J, Glickman GN, et al. The effects of various additives on setting properties of MTA. *J Endod*. 2006; 32(6):569-72.
18. Kuga MC, Pirolla MO, Freitas PC, et al. Avaliação *in vitro* do pH do hidróxido de cálcio usado como medicação intracanal em associação com clorexidina e racealfatocoferol. *RFO*. 2010; 15(2):150-4.
19. Kuga MC, Campos EA, Resende T, et al. Influência da dentina na liberação de íons hidrogênio em pasta de hidróxido de cálcio associada à clorexidina. *Persp Oral Sc*. 2010; 2(2):27-30.
20. Lee SJ, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *J Endod*. 1993; 19(11):541-4.

21. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: A comprehensive literature review-Part I: Chemical, physical, and antibacterial properties. J Endod. 2010 ;36(1):16-27.
22. Santos AD, Moraes JCS, Araújo EB, et al. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. Int Endod J. 2005; 38(7):443-7.
23. Seux D, Couble ML, Hartmann DJ, et al. Odontoblast-like cytodifferentiation of human dental pulp *in vitro* in presence of a calcium hydroxide-containing cement. Arch Oral Biol. 1991; 36(2):117-28.
24. Silva LAB, Leonardo MR, Silva RS, et al. Calcium hydroxide root canal sealers: evaluation of pH, calcium ion concentration and conductivity. Int Endod J. 1997; 30(3):205-9.
25. Tanomaru-Filho M, Faleiros FBC, Saçaki JN, et al. Evaluation of pH and calcium ion release of root-end filling materials containing calcium hydroxide or mineral trioxide aggregate. J Endod. 2009; 35(10):1418-21.
26. Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR. Sealing ability of a Mineral Trioxide Aggregate when used as a root end filling material. J Endod. 1993; 19(12):591-5.

4 CONCLUSÃO

O uso de escova rotatória para aplicação do adesivo universal na estratégia autocondicionante promove maior resistência de união com o substrato dentinário impregnado com cimento biocerâmico.

O uso do Bioaggregate e o WMTA apresentaram a menor solubilidade e propriedades químicas semelhantes. O hidróxido de cálcio a 10% e 20% do MTA Fillapex apresentou alta solubilidade e baixa resistência de união.

O MTA cinza e branco e o MTA Fillapex apresentam pH alcalino e promoveram a liberação de cálcio em todos os períodos avaliados. O MTA cinza e branco promoveu maior liberação de cálcio que o MTA Fillapex.

REFERÊNCIAS*

1. Amoroso-Silva PA, Marciano MA, Guimaraes BM, Duarte MA, Sanson AF, Moraes IG. Apical adaptation, sealing ability and push-out bond strength of five root-end filling materials. *Braz Oral Res.* 2014; 28(1): 1-6.
2. Aranda-Garcia AJ, Kuga MC, Vitorino KR, Chavez-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): 533-7.
3. Atmeh AR, Chong EZ, Richard G, Festy F, Watson TF. Dentin-cement Interfacial Interaction: Calcium Silicates and Polyalkenoates. *J Dent Res.* 2012; 91(5): 454-9.
4. Camilleri J, Grech L, Galea K, Keir D, Fenech M, Formosa L, et al. Porosity and root dentine to material interface assessment of calcium silicate-based root-end filling materials. *Clin Oral Investig.* 2014; 18(5): 1437-46.
5. Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dent Mater.* 2013; 29(5): 580-93.
6. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM et al. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2014; 47(2): 120-6.
7. Chen I, Karabucak B, Wang C, Wang HG, Koyama E, Kohli MR et al. Healing after root-end microsurgery by using mineral trioxide aggregate and a new calcium silicate-based bioceramic material as root-end filling materials in dogs. *J Endod.* 2015; 41(3): 389-99.
8. Duarte MAH, Midena RZ, Zeferino MA, Vivan RR, Weckwerth PH, dos Santos F, et al. Evaluation of pH and calcium ion release of calcium hydroxide pastes containing different substances. *J Endod.* 2009; 35(9): 1274-7.
9. Duarte MAH, Minotti PG, Rodrigues CT, Zapata RO, Bramante CM, Tanomaru M et al. Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white portland cement and white mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2012; 38(3): 394-7.
10. Estrela C, Bammann LL, Estrela CR, Silva RS, Pecora JD. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. *Braz Dent J.* 2000; 11(1): 3-9.

* 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-normalizacao-atualizado.pdf>

11. Tanomaru-Filho M, Chaves Faleiros FB, Saçaki JN, Hungaro Duarte MA, Guerreiro-Tanomaru JM. Evaluation of pH and calcium ion release of root-end filling materials containing calcium hydroxide or mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2009; 35(10): 1418-21.
12. Gomes-Filho JE, Watanabe S, Bernabé PF, de Moraes Costa MT. A mineral trioxide aggregate sealer stimulated mineralization. *J Endod.* 2009; 35(2): 256-60.
13. Kuga MC, Duarte MA, Sant'Anna-Junior A, Keine KC, Faria G, Dantas AA et al. Effects of calcium hydroxide addition on the physical and chemical properties of a calcium silicate-based sealer. *J Appl Oral Sci.* 2014; 22(3): 180-4.
14. Tasdemir T, Er K, Celik D, Tahan E, Serper A, Ceyhanli KT et al. Bond strength of calcium silicate-based sealers to dentine dried with different techniques. *Med Princ Pract.* 2014; 23(4): 373-6.
15. Roberts S, Kim JR, Gu L, Kim YK, Mitchell QM, Pashley DH et al. The efficacy of different sealer removal protocols on bonding of self-etching adhesives to ah plus-contaminated dentin. *J Endod.* 2009; 35(4): 563–7.
16. Alves Silva EC, Tanomaru-Filho M, da Silva GF, Delfino MM, Cerri PS, Guerreiro-Tanomaru JM. Biocompatibility and bioactive potential of new calcium silicate–based endodontic sealers: Bio-C Sealer and Sealer Plus BC. *J Endod.* 2020; 46(10): 1470–7.
17. Muñoz M, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha N et al. In Vitro Longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Oper Dent.* 2015; 40(3): 282–92.
18. Barros APO, de Melo Alencar C, Zambon M, de Andrade MF, Fernández E, Kuga MC. Etch-and-rinse versus self-etch strategy of a universal adhesive in different application methods at the bonding interface of fiber post cementation. *J Esthet Restor Dent.* 2023; 35(8): 1249-56.

Não autorizo a publicação deste trabalho pelo prazo de 01/03/2026.

(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 29 de fevereiro de 2024.

Adirson Jorge Júnior