

RESSALVA

Atendendo solicitação do autor, o
texto completo desta tese será
disponibilizado somente a partir de
21/02/2026.



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



Jardel Camilo do Carmo Monteiro

**Efeitos de derivados do silicato de cálcio sobre a adesão com o substrato
dentinário**

Araraquara

2024



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



Jardel Camilo do Carmo Monteiro

Efeitos de derivados do silicato de cálcio sobre a adesão com o substrato dentinário

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

M775e

Monteiro, Jardel Camilo do Carmo

Efeitos de derivados do silicato de cálcio sobre a adesão
com o substrato dentinário / Jardel Camilo do Carmo Monteiro.

-- Araraquara, 2024

62 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. Produtos com ação antimicrobiana. 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.

Jardel Camilo do Carmo Monteiro

Efeitos de derivados do silicato de cálcio sobre a adesão com o substrato dentinário

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, 21 de fevereiro de 2024.

DADOS CURRICULARES

Jardel Camilo do Carmo Monteiro

NASCIMENTO: 03 de outubro de 1974 – Tombos - MG

FILIAÇÃO: Maria Paulina das Graças do Carmo Monteiro e Genaro Oswaldo Monteiro

1994-1998: Graduação em Odontologia

Centro Universitário Fluminense - UNIFLU

2004-2005: Especialização em Endodontia

Universidade Sagrado Coração – UNISAGRADO

Título: Avaliação clínica do desempenho do sistema rotatório Profile

Orientador: Prof. Dr. José Carlos Yamashita

2009-2010: Mestrado Profissional em Endodontia

Universidade Estácio de Sá - UNISA

Título: Avaliação da adaptação marginal, ph e liberação de cálcio de materiais utilizados em retro-obturações

Orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga e Prof. Dr. José Freitas Siqueira Júnior

2020-2024: Doutorado em Ciências Odontológicas

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

Título: Efeitos de derivados do silicato de cálcio sobre na adesão com o substrato dentinário

Orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

Dedico esse trabalho aos meus pais Genaro Monteiro (*in memoriam*) e Maria das
Graças por abrirem mão dos próprios sonhos em função dos sonhos dos filhos. Esse
título é mais de vocês do que meu.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por me permitir estar chegando até aqui.

Agradeço à minha família:

Meu pai e minha mãe, pela formação dos meus valores e princípios, aos meus irmãos pela amizade verdadeira, minha esposa pelo apoio e parceria de sempre, meus filhos Davi e Isadora por serem minha motivação diária. À família da minha esposa, que hoje é a minha também.

Agradeço ao Cristiano Laumonier, pela eficiência e disponibilidade.

Ao meu amigo e colega de doutorado Adirson, pela parceria nas dificuldades dessa etapa.

Agradeço a colega Mariana Gelio por me ajudar muito nessa trajetória, sem essa ajuda não seria possível.

Um agradecimento especial ao meu amigo, professor e orientador Kuga, muito obrigado por tudo.

Monteiro JCC. Efeitos de derivados do silicato de cálcio sobre na adesão com o substrato dentinário [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

RESUMO

Objetivo: Avaliar a influência de resíduos de cimentos biocerâmicos utilizados para obturação do canal radicular sobre a interface adesiva com o uso de adesivos universais na estratégia autocondicionante. **Materiais e Métodos:** 88 coroas de incisivos bovinos foram impregnadas com cimento biocerâmico e limpas com algodão embebido em água destilada. Os espécimes foram então divididos em quatro grupos (n=22): ER-MB, ER-RB, SE-MB, SE-RB. Posteriormente, os espécimes foram restaurados com resina Filtek Z-250. Quarenta espécimes foram submetidos à avaliação da espessura do adesivo utilizando microscópio confocal e 48 espécimes foram imersos em água deionizada, por 24 h e 1 ano. A resistência de união foi avaliada através de testes de microtração e o padrão de falha foi examinado usando um estereomicroscópio. 88 coroas bovinas foram selecionadas e metade foi impregnada com cimento biocerâmico, enquanto a outra, não. Foram divididas em quatro grupos: WB-MB, WB-RB, NB-MB, NB-RB. Os espécimes foram restaurados. 40 espécimes foram submetidos à avaliação da espessura adesivo, 24 espécimes destinados a avaliação em 24h e outros 24, a avaliação de 1 ano de resistência de união. O pó de MTA cinza foi misturado com água, CHX a 2% ou CHX a 2% com CaCl₂ 5%. A atividade antimicrobiana foi determinada contra cepas de *E. faecalis* (ATCC 29212) pelo teste de difusão em ágar. Os dados obtidos foram submetidos aos testes de Kruskal Wallis. As análises de pH e liberação de cálcio foram avaliadas, em 24h, 7, 14 e 28 dias, utilizando equipamento pHmetro e espectrofotômetro de absorção atômica, respectivamente. Os dados foram analisados pelos testes de ANOVA one-way e Tukey ($\alpha=0,05$). **Resultados:** ER-MB apresentou menor resistência de união no período de 24 h ($P<0,05$). No período de 1 ano, SE-MB e SE-RB exibiram os maiores valores de resistência de união ($P<0,05$). NB-RB e WB-RB apresentaram menores espessuras de camada adesiva. NB-MB apresentou menores valores de resistência de união. Diferenças significativas foram observadas ($p<0,01$) entre as zonas de inibição do crescimento bacteriano produzidas pela combinação 5% CaCl₂ + 2% CHX contra *E. faecalis* quando comparada à água ($p<0,05$). Em relação ao tempo de pega, essa combinação apresentou o menor tempo de pega ($p<0,05$). Todas as associações eram alcalinas e liberavam cálcio. Não foi observada diferença estatística entre os grupos experimentais nos diferentes períodos de análise ($p > 0,05$). **Conclusão:** O uso do adesivo Universal na estratégia condiciona-e-lava aplicado com escova manual afeta negativamente a resistência de união. A presença de resíduos de biocerâmicos pode aumentar a resistência de união quando utiliza adesivos universais na estratégia autocondicionante. A combinação de Cloreto de Cálcio a5% associado a Clorexidina a 2% reduziu o tempo de presa e aumentou a atividade antimicrobiana do MTA cinza sem alterar o pH e a liberação de cálcio.

Palavras-chave: Adesivos dentinários. Dentina. Endodontia. Cimento de silicato. Produtos com ação antimicrobiana.

Monteiro JCC. Effects of calcium silicate derivatives on adhesion to the dentin substrate [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2024.

ABSTRACT

Objective: To evaluate the influence of residues of bioceramic cements used for root canal filling on the adhesive interface with the use of universal adhesives in the self-etching strategy. **Materials and Methods:** 88 bovine incisor crowns were impregnated with bioceramic cement and cleaned with cotton wool soaked in distilled water. The specimens were then divided into four groups (n=22): ER-MB, ER-RB, SE-MB, SE-RB. Subsequently, the specimens were restored with Filtek Z-250 resin. 40 specimens were subjected to evaluation of adhesive thickness using a confocal microscope and 48 specimens were immersed in deionized water for 24 hours and 1 year. Bond strength was evaluated using microtensile tests and the failure pattern was examined using a stereomicroscope. 88 bovine crowns were selected and half were impregnated with bioceramic cement, while the other was not. They were divided into four groups: WB-MB, WB-RB, NB-MB, NB-RB. The specimens have been restored. 40 specimens were subjected to evaluation of adhesive thickness, 24 specimens were intended for evaluation in 24 hours and another 24 for evaluation of 1 year of bond strength. Gray MTA powder was mixed with water, 2% CHX or 2% CHX with 5% CaCl₂. Antimicrobial activity was determined against strains of *E. faecalis* (ATCC 29212) by the agar diffusion test. The data obtained were subjected to Kruskal Wallis tests. pH and calcium release analyzes were evaluated at 24h, 7, 14 and 28 days, using pH meter and atomic absorption spectrophotometer equipment, respectively. Data were analyzed using one-way ANOVA and Tukey tests ($\alpha=0.05$). **Results:** ER-MB showed lower bond strength within 24 h ($P<0.05$). In the 1-year period, SE-MB and SE-RB exhibited the highest bond strength values ($P<0.05$). NB-RB and WB-RB had lower adhesive layer thicknesses. NB-MB showed lower bond strength values. Significant differences were observed ($p<0.01$) between the zones of bacterial growth inhibition produced by the combination of 5% CaCl₂ + 2% CHX against *E. faecalis* when compared to water ($p<0.05$). Regarding setting time, this combination had the shortest setting time ($p<0.05$). All associations were alkaline and released calcium. No statistical difference was observed between the experimental groups in the different periods of analysis ($p > 0.05$). **Conclusion:** The use of Universal lava adhesive applied with a manual brush negatively affects the bond strength. The presence of bioceramic residues can increase bond strength when using universal adhesives in the self-etching strategy. The combination of 5% CaCl₂ + 2% CHX reduced the setting time and increased the antimicrobial activity of gray MTA without changing the pH and calcium release.

Keywords: Dentin-bonding agents. Dentin. Endodontics. Silicate cement. Products with antimicrobial action.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	09
2 PROPOSIÇÃO	11
3 PUBLICAÇÕES	12
3.1 Publicação 1	12
3.2 Publicação 2	30
3.3 Publicação 3.....	47
4 CONCLUSÃO	60
REFERÊNCIAS.....	61

1 INTRODUÇÃO

Cimentos endodônticos biocerâmicos para tratamento do canal radicular, estão cada vez mais sendo utilizados nos consultórios odontológicos¹. Esses cimentos são compostos por alumina, zircônia, vidro bioativo, vitrocerâmica, hidroxiapatita e fosfato de cálcio². Parte dos materiais são classificados como bioativos, o que pode favorecer a interação com a hidroxiapatita do dente e, conseqüentemente, favorecer a união destes cimentos com o substrato. No entanto, parte desses materiais, possuem zircônia e alumina, o que pode não favorecer a adesão ao dente, porque esses íons se depositam no interior dos túbulos dentinários³.

Os cimentos biocerâmicos estão disponíveis no mercado na forma pó-líquido ou seringa pré-carregada^{1,4,5}. Dependendo da apresentação, a forma de uso, presa e suas propriedades biológicas podem ser alteradas. No entanto, a literatura é escassa quanto a esse assunto, especialmente quando se trata da associação desse material com os materiais restauradores adesivos⁶.

A principal preocupação é a influência desses compósitos sobre a interface adesiva, se influenciaria ou não sobre a resistência de união de sistemas adesivos no substrato dentinário¹. Resíduos de cimento endodôntico podem comprometer a interação do adesivo com o substrato dentinário, especialmente cimentos a base de eugenol^{7,8}. Além disso, a estratégia adesiva utilizada se torna tão importante quanto a limpeza da dentina previamente a utilização do adesivo.

A substituição de cimentos endodônticos a base de eugenol pelos biocerâmicos parece ser uma alternativa interessante pois além de possuírem biocompatibilidade com os tecidos dentários, possui alta liberação do íon cálcio, o que poderá interagir positivamente sobre a união com os sistemas adesivos, pois quanto maior a presença de cálcio, maior será a interação química com esse sistema adesivo⁶⁻⁸.

A evolução dos sistemas adesivos permitiu que adesivos Universais seja uma escolha interessante permitindo sua utilização em diversas abordagens clínicas, pela sua técnica simplificada e possibilidade de usar nas estratégias condiciona-e-lava e autocondicionante^{9,10}.

A estratégia adesiva autocondicionante parece ser mais interessante pela simplicidade técnica tornando-a menos susceptível a erros clínicos e, assim,

possibilitando uma interface adesiva duradoura e sucesso no tratamento restaurador¹⁰. Além da formação da camada híbrida, que ocorre pela infiltração do sistema adesivo no substrato dentinário, esse tipo de adesivo possui interação química com o cálcio da hidroxiapatita, permitindo que a interface adesiva fique estável¹¹.

Uma maneira de possibilitar que os monômeros do adesivo utilizado na estratégia autocondicionante seria a aplicação ativa desse adesivo utilizando dispositivos acionados mecanicamente, que parece favorecer a infiltração do adesivo de maneira mais homogênea e alcançando maior profundidade^{12,13}. No entanto, não existem estudos que demonstrem se a aplicação ativa do adesivo pode influenciar sobre a resistência de união de sistemas adesivos universais, especialmente, quando a dentina foi exposta a adesivos biocerâmicos.

Assim, esse trabalho buscou avaliar a influência de resíduos de cimentos biocerâmicos utilizados para obturação do canal radicular sobre a interface adesiva com o uso de adesivos universais na estratégia autocondicionante.

4 CONCLUSÃO

O uso do adesivo Universal aplicado com escova manual tem influência negativa na resistência de união à dentina coronal impregnada com cimento endodôntico biocerâmico.

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.

A adição de clorexidina a 2% não influencia sobre o pH, liberação de cálcio e atividade antimicrobiana do cimento MTA cinza, mas aumentou o tempo de presa. Já a associação de clorexidina 2% com CaCl₂ 5% reduziram o tempo de presa do cimento e aumentou a atividade antimicrobiana do MTA cinza, sem alterar os valores de pH e liberação de cálcio.

REFERÊNCIAS*

1. Zang HL, Ai SN, Liang YH. Microtensile bond strength to sealer-contaminated dentin after using different cleaning protocols. *J Dent Sci.* 2022; 17(1): 122-7.
2. Silva 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.
3. Al-Haddad A, Che Ab Aziz ZA. Bioceramic-based root canal sealers: a review. *Int J Biomater.* 2016: 2016; 9753210.
4. Manzoli TM, Zaniboni JF, Besegato JF, Guiotti FA, Dantas AAR, Kuga MC. Bonding effects of cleaning protocols and time-point of acid etching on dentin impregnated with endodontic sealer. *Restor Dent Endod.* 2022. 47(2): e:21.
5. Zaniboni JF, de Souza V, Escalante-Otárola WG, Porto TS, Godoy EF, Kuga, MC. Impact of cleansing protocols to remove endodontic sealer residues on the adhesive interface: bonding with universal adhesive systems. *J Esthet Restor Dent.* 2022; 34(7): 1077-84.
6. Ayar MK. Effects of rotary brush active application on enamel etching patterns of self-etch adhesive systems. *Folia Med.* 2022; 64(3): 501-6.
7. Roberts S, Kim JR, Gu LS, 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.
8. 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: 103766.
9. 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.
10. 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.
11. 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.

* 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>

12. 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.
13. Giroto 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.