



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



Vítor de Souza

**Efeitos dos protocolos de remoção de resíduos de cimento epóxi sobre o
substrato dentinário**

Araraquara
2020



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



Vítor de Souza

Efeitos dos protocolos de remoção de resíduos de cimento epóxi sobre o substrato dentinário

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

Orientador: Milton Carlos Kuga

Araraquara
2020

Souza, Vítor

Efeitos dos protocolos de remoção de resíduos de cimento epóxi sobre o substrato dentinário / Vítor de Souza. -- Araraquara: [s.n.], 2020

57 f. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado em Ciências Odontológicas) –
Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia
Orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

1. Dentina. 2. Cavidade pulpar 3. Dentística operatória.
I. Título

Vítor de Souza

Efeitos dos protocolos de remoção de resíduos de cimento epóxi sobre o substrato dentinário

Comissão julgadora

Dissertação para obtenção do grau de Mestre em Ciências Odontológica.

Presidente e orientador: Milton Carlos Kuga

2º Examinador: José Roberto Cury Saad

3º Examinador: Eliane Cristina Gulin de Oliveira

Araraquara, 16 de março de 2020

DADOS CURRICULARES

Vítor de Souza

NASCIMENTO: 05/05/1995 – Marília – SP

FILIAÇÃO: Benedito de Souza Neto e Gislaíne Cássia Cordeiro Souza

2013 – 2016

Graduação em Odontologia – UNIMAR, Universidade de Marília, Marília-SP

2017 – 2019

Especialização em Dentística Restauradora - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Faculdade de Odontologia de Araraquara.

2018 - 2019

Especialização em Endodontia – Faculdade Redentor-RJ, unidade: Marília-SP

2018 – 2020

Mestrado em Ciências Odontológicas, área de Dentística Restauradora - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Faculdade de Odontologia de Araraquara.

2019 – atual

Especialização em Implantodontia – ABO, regional de Araçatuba-SP

Dedico esse trabalho aos meus pais, Benedito e Cássia, à minha irmã, Vívian, à minha namorada, Andressa Antoniassi, e ao meu amigo e orientador, Milton Carlos Kuga.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, **Benedito e Cássia**, minha eterna gratidão por todo apoio, carinho e incentivo. Obrigado por sempre acreditarem em mim, por me apoiar em todas as minhas decisões, e, nunca medirem esforços para que eu concluísse mais essa etapa.

À minha irmã, **Vívian**, que sempre me incentivou.

À minha namorada, **Andressa Antoniassi**, obrigado por todo apoio, incentivo, carinho e paciência.

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Milton Carlos Kuga**, minha eterna gratidão, obrigado por acreditar em mim, e, em nosso trabalho. Ter a oportunidade de tê-lo como meu orientador foi uma experiência incrível.

Aos professores **Edson Alves de Campos e Marcelo Ferrarezi**, obrigado pela amizade e oportunidade de trabalhar com vocês.

Aos meus amigos: **Reinaldo, Wilo, Gabi, Joissi, Thaís, Jessica Katarine, Jéssika M., Júlia Martins, Júlia Pazos, Priscila, Lucas Galvani, Giovanna Righeti** obrigado pela parceria de vocês, obrigado por tudo.

Agradeço a todos, de forma indireta ou direta, ajudaram-me a conquistar esse título.

À CAPES:

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

“Cada segundo é tempo para mudar tudo para sempre.”
Charles Chaplin

Souza V. Efeitos dos protocolos de remoção de resíduos de cimento epóxi sobre o substrato dentinário [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2020.

RESUMO

Os objetivos do presente estudo foram avaliar os efeitos dos solventes para remoção de resíduos de cimento endodôntico à base de resina epóxi (Sealer Plus) da dentina da câmara pulpar e a repercussão sobre a interface adesiva, com o sistema adesivo Universal (Single Bond Universal e Ambar Universal). Foram selecionados 90 incisivos bovinos com coroa dental similar, os quais foram seccionados, obtendo-se fragmentos da câmara pulpar, na proporção de 5x5x5mm para avaliação da microscopia eletrônica de varredura (MEV), e seus efeitos sobre a dentina da câmara pulpar, por meio de microscopia EDX e mensuração da microdureza dentinária, após o uso dos protocolos de limpeza contendo acetato de amila (AA), acetona pura (AC) ou etanol a 95% (ET) e combinações entre cada um destes protocolos (soluções experimentais AA-AC, AA-ET, AC-ET e AA-AC-ET), além dos controles positivo (PC) e negativo (NC). Além disso, quarenta fragmentos de dentina foram impregnados com cimento endodôntico e removidos com os protocolos de limpeza: etanol a 95% (ET), xilol (XI), acetato de amila (AA) ou ação mecânica (PC) e dez espécimes não receberam tratamento (NC) para avaliação também da persistência de resíduos e a repercussão sobre a interface adesiva. A avaliação da persistência de resíduos foi realizada em MEV (500x) e após, foram obtidos 100 espécimes, onde 80 foram impregnados e submetidos aos protocolos de limpeza e 20, não. Em cada protocolo, os espécimes foram divididos em 2 subgrupos (n=10), de acordo com o sistema adesivo utilizado (Single Bond Universal (SU) ou Ambar Universal (AU)) e em seguida foram submetidos ao teste de microcisalhamento. Os dados obtidos na avaliação de persistência de resíduos, foram submetidos aos testes Kruskal Wallis e Dunn. A quantidade de túbulos dentinários abertos e a porcentagem de redução de microdureza dentinária após os protocolos de limpeza foram submetidos ao teste de ANOVA one-way e Mann-Whitney e os dados de resistência de união por ANOVA two-way ($\alpha=0.05$). A persistência de resíduos do cimento endodôntico sobre a superfície dentinária foi similar após o uso do protocolo de limpeza com o etanol a 95%, acetona pura e protocolos experimentais, porém o AA e a solução experimental AA-AC-ET proporcionaram a menor presença de resíduos em relação aos demais protocolos ($P < 0.05$). Na análise em EDX, observamos que nos grupos AA, AC, ET, AA-AC, AA-ET

e AA-AC-ET, ocorreu uma redução de fósforo em relação ao NC. Em todos os protocolos em que a superfície dentinária foi impregnada com cimento à base de resina epóxi, foram observados a presença de tungstênio e itérbio, com exceção no grupo AA-AC-ET. O grupo AA-AC teve a maior redução da microdureza da dentina ($P < 0.05$). AA e XI demonstraram a menor presença de resíduos sobre a superfície dentinária ($P < 0.05$), mas similares entre si ($P > 0.05$). A resistência de união dos sistemas adesivos AU e SU foram similares entre si, independentemente do protocolo utilizado ($P > 0.05$), mas menores que NC ($P < 0.05$). O protocolo com a formulação química AA-AC-ET, na proporção de 1:1:1, é o mais eficaz para a remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi e os protocolos de limpeza não influenciam sobre os valores da resistência de união dos sistemas adesivos universais.

Palavras chave: Dentina. Cavidade Pulpar. Endodontia.

Souza V. Effects of epoxy resin-based sealer residue removal protocols on dentin substrate [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2020.

ABSTRACT

The aims of the present study were to evaluate the effects of solvents for the removal of endodontic sealer residues on epoxy resin-based (Sealer Plus) from the pulp chamber dentin and repercussion on an adhesive interface, with the Universal adhesive system (SingleBond Universal and Ambar Universal). Ninety bovine incisive were selected, which were sectioned, obtaining fragments of the pulp chamber, in the proportion of 5x5x5mm for evaluation of scanning electron microscopy (SEM), and its effects on the dentin of the pulp chamber, by means of EDX microscopy and measurement dental microhardness, after using cleaning protocols that include amyl acetate (AA), pure acetone (AC) or 95% ethanol (ET) and combinations between each of these protocols (experimental solutions AA-AC, AA-ET, AC-ET and AA-AC-ET), in addition to the positive (PC) and negative (NC) controls. In addition, forty fragments of dentin were impregnated with endodontic sealer and removed with the cleaning protocols: 95% ethanol (ET), xylol (XI), amyl acetate (AA) or mechanical action (PC) and ten cases not allowed treatment (NC) to also evaluate the persistence of residues and repercussions on an adhesive interface. The residue persistence assessment was performed in SEM (500x) and afterwards, 100 specimens were obtained, where 80 were impregnated and submitted to cleaning protocols and 20, not. In each protocol, the specimens were divided into 2 subgroups (n=10), according to the adhesive system used (Single Bond Universal (SU) or Ambar Universal (AU)) and then they were subjected to the microshear test. The data obtained in the assessment of persistence of residues were subjected to Kruskal Wallis and Dunn tests. The number of open dentinal tubules and the percentage of reduction in dentinal microhardness after cleaning protocols were submitted to the one-way ANOVA and Mann-Whitney test and the bond strength data by two-way ANOVA ($\alpha = 0.05$). The persistence of endodontic sealer residues on the dentin surface was similar after using the cleaning protocol with 95% ethanol, pure acetone and experimental protocols, however AA and the experimental solution AA-AC-ET provided the least presence of residues compared to other protocols ($P < 0.05$). In the EDX analysis, we observed that in groups AA, AC, ET, AA-AC, AA-ET and AA-AC-ET, there was a reduction in phosphorus in relation to the NC. In all protocols in which the dentin surface was impregnated with

epoxy resin-based sealer, the presence of tungsten and ytterbium was observed, except in the AA-AC-ET group. The AA-AC group had the greatest reduction in dentin microhardness ($P < 0.05$). AA and XI demonstrated the lowest presence of residues on the dentin surface ($P < 0.05$), but similar to each other ($P > 0.05$). The bond strength of the AU and SU adhesive systems were similar to each other, regardless of the protocol used ($P > 0.05$), but less than NC ($P < 0.05$). The protocol with the chemical formulation AA-AC-ET, in the proportion of 1: 1: 1, is the most effective for removing residues epoxy resin-based sealer and the cleaning protocols do not influence the bond strength values of universal adhesive systems.

Keywords: Dentin. Dental Pulp Cavity. Endodontics.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	9
2 PROPOSIÇÃO	11
3 PUBLICAÇÃO	12
3.1 Publicação 1	12
3.2 Publicação 2	32
4 DISCUSSÃO	52
5 CONCLUSÃO	54
REFERÊNCIAS	55
ANEXO	57

1 INTRODUÇÃO

A persistência de resíduos do cimento endodôntico sobre a superfície dentinária após a obturação dos canais radiculares pode ocasionar a descoloração da coroa dental e/ou interferir negativamente sobre a interface adesiva entre o substrato dentinário e o sistema adesivo, comprometendo a longevidade das restaurações estéticas¹⁻³.

Entretanto, o protocolo ideal de remoção destes resíduos ainda não está bem definido na literatura, uma vez que todos os são recomendados e utilizados são ineficazes¹⁻⁶. Além dos protocolos químicos utilizados, a sujidade sobre a dentina também está relacionada com o momento do condicionamento ácido e o método mecânico de limpeza⁵⁻⁷.

Peculiarmente, a interação entre o produto químico utilizado e a natureza química do cimento endodôntico também exerce influência sobre a persistência de resíduos^{2-4,6}. Atualmente, o cimento endodôntico contendo resina epóxi é o mais utilizado para a obturação dos canais radiculares porém, ainda não há um método que permita a sua completa remoção da superfície dentinária, comprometendo a adesão dos sistemas adesivos^{7,8}.

O etanol a 95% é a solução mais comumente utilizada para remoção de resíduos da dentina da câmara pulpar^{1,2}. Entretanto, como é extremamente volátil é apresentado sob a forma de solução aquosa, em diversas concentrações^{2,8,9}. Por outro lado, como a resina epóxi é um composto apolar, insolúvel em água, a utilização da solução de etanol hidratada é contraindicada, ainda que o próprio etanol tenha algum potencial de solubilização de compostos apolares, devido à presença de -OH em sua molécula^{6,9}.

A acetona é normalmente utilizada como solvente de monômeros do sistema adesivo, consequentemente com boa propriedade solvente de compostos apolares⁵. Peculiarmente, também devido ao seu elevado potencial de volatilização é impraticável o seu uso isolado, devendo ser acondicionado em forma de solução aquosa, caindo na mesma problemática do etanol.

O acetato de amila é um solvente apolar, utilizado para solubilizar compostos apolares, seguindo o princípio de que compostos apolares são solubilizados em solventes apolares^{3,6,8}. Mas, estudos prévios demonstram que sua efetividade ainda não é completamente efetiva, carecendo de associações que permitam incrementar a sua eficiência³.

O xilol é um solvente orgânico com capacidade para solubilizar cimentos endodônticos, incluindo cimento à base de resina epóxi¹⁵.

Dessa forma, pensou-se em avaliar soluções experimentais que combinem as propriedades destas soluções, a fim de criarmos um protocolo eficaz que evite a desintegração da interface adesiva, principalmente dos sistemas adesivos Universal, proporcionando maior longevidade das restaurações estéticas de dentes tratados endodonticamente.

2 PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente estudo será avaliar soluções experimentais para a limpeza da câmara pulpar após a obturação dos canais radiculares, contendo acetato de amila e/ou etanol, sobre a superfície dentinária e a interface adesiva entre a dentina previamente impregnada com cimento à base de resina epóxi (Sealer Plus) e o sistema adesivo Universal (Single Bond Universal), por meio:

1. Avaliação da persistência de resíduos, por análise em microscopia eletrônica de varredura;
2. Avaliação da resistência de união da interface adesiva, por análise de microtração;
3. Avaliação em EDX.
4. Avaliação da microdureza da dentina

3 PUBLICAÇÕES

3.1 Publicação 1*

Avaliação de formulações químicas com acetato de amila para a remoção de resíduos do cimento endodôntico e seus efeitos sobre a superfície dentinária

Vitor de Souza^a, Keren Cristina Fagundes Jordão-Basso^a, Wilfredo Gustavo Escalante-Otárola^a,
Kátia Cristina Keine^a, Thaís Piragine Leandrin^a, Milton Carlos Kuga^a

^a Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Univ Estadual Paulista (UNESP), 14801-903, Araraquara, São Paulo, Brazil.

1. Introdução

A persistência de resíduos do cimento endodôntico na interface de adesão entre a dentina e os sistemas adesivos pode comprometer a longevidade clínica das restaurações estéticas, além de favorecer a alteração cromática das coroas dentais [1,2]. O etanol é a substância mais utilizada para a limpeza da câmara pulpar após a obturação dos canais radiculares, mas como é uma substância com alta volatilidade, sempre é utilizada sob a forma hidratada, em diversas concentrações [3,4].

Por outro lado, a diversidade de composição química dos cimentos endodônticos é muito grande, com propriedades físico-química e biológica diferente entre si [5-7]. Os mais recomendados e utilizados atualmente durante o tratamento endodôntico são os que contêm resina epóxi em sua formulação [5]. Entretanto, para que um soluto seja adequadamente solubilizado e conseqüentemente removido do local por um solvente, é importante que ambos tenham similar polaridade e atração molecular entre si [1,8,9].

A resina de bisphenol A e B estão presentes na composição química do cimento à base de resina epóxi e são solutos apolares [1,3,10]. Em contrapartida, o etanol a 95% (ET) é um

* Artigo formatado conforme as normas do periódico científico *Journal of Dentistry* para o qual pretende-se submeter

solvente polar hidratado, com forte ligação molecular com a água [1,3,8]. Portanto, uma vez que a miscibilidade entre ambos é baixa, a persistência de resíduos do cimento endodôntico à base de resina epóxi após a limpeza da superfície dentinária com o etanol a 95% não é a mais efetiva [3,11].

O acetato de amila (AA) é um solvente apolar e é uma alternativa para a remoção de resíduos do cimento endodôntico da superfície dentinária. [3,11]. Mas seu uso como protocolo de limpeza ainda é controverso, havendo a necessidade de estudos a respeito de sua efetividade e seus efeitos sobre o substrato dentinário [3]. Apesar de ser ineficaz para a remoção de resíduos do cimento à base de óxido de zinco e eugenol da dentina do canal radicular, proporciona satisfatória remoção

dos resíduos do cimento à base de resina epóxi da dentina intertubular [3,12]. Entretanto, inexistem estudos a respeito da efetividade de ação na remoção de resíduos das embocaduras dos túbulos dentinários.

A acetona pura (AC) é uma substância polar e indicada pelos fabricantes para a remoção do cimento à base de resina epóxi dos instrumentos endodônticos [3,8]. Apesar desta recomendação, ainda é desconhecido o seu potencial para a remoção de resíduos dos cimentos endodônticos da dentina da câmara pulpar. Outro fator a ser considerado, é que a acetona é comercializada sob a formulação química hidratada, com o objetivo de reduzir a sua alta volatilidade [3]. Entretanto, a formulação com água origina um composto com forte ligação molecular de hidrogênio [8,9].

Os efeitos que os protocolos de remoção de resíduos do cimento endodôntico que utilizam o acetato de amila, acetona e/ou etanol a 95% possuem sobre a composição química e estrutura morfológica do substrato dentinário também são desconhecidos. A longevidade das restaurações estéticas poderá ser comprometida após o uso dos protocolos de limpeza, se houver qualquer interferência sobre a matriz de colágeno e/ou no equilíbrio de cálcio e fósforo na interface adesiva [1,3,13-15].

Sendo assim, ainda que estes protocolos de limpeza tenham sido recomendados por meio de estudos prévios [1,3,16,17], ainda são necessárias avaliações complementares sobre a eficiência dos protocolos de limpeza com soluções com diferentes polaridade e seus efeitos sobre a dentina da câmara pulpar, além de buscar um protocolo com composição química mais eficiente e adequado para a remoção de resíduos do cimento endodôntico à base de resina epóxi.

O objetivo do presente estudo foi avaliar o potencial de remoção de resíduos de um novo cimento endodôntico à base de resina epóxi (Sealer Plus), da superfície dentinária (dentina intertubular) e das embocaduras dos túbulos dentinários, por meio de microscopia eletrônica de

varredura (SEM), e seus efeitos sobre a dentina da câmara pulpar, por meio de microscopia EDX e mensuração da microdureza dentinária, após o uso dos protocolos de limpeza contendo acetato de amila (AA), acetona pura (AC) ou etanol a 95% (ET) e combinações entre cada um destes protocolos (soluções experimentais AA-AC, AA-ET, AC-ET e AA-AC-ET). A hipótese nula foi considerada que todos os protocolos de remoção de resíduos foram similares entre si, tanto em relação à limpeza de superfície como efeitos na dentina.

2. Materiais e métodos

O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética no Uso de Animais da Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual Paulista (Proc. CEUA nº 39/2018). Noventa incisivos bovinos com anatomia da coroa dental similar foram obtidos e armazenados em solução de timol a 0.1%, a 4°C, até o momento do uso.

2.1. Protocolos de limpeza avaliados

Os espécimes foram aleatoriamente divididos em 7 grupos experimentais, de acordo com a solução experimental avaliada e 2 grupos controle:

No protocolo NC (controle negativo), o cimento endodôntico não foi mantido sobre a superfície dentinária. Em contrapartida, no protocolo PC (controle positivo), o cimento endodôntico foi removido da superfície dentinária apenas com bolinha de algodão seca, fazendo movimento de fricção.

Nos protocolos com o acetato de amila pura (AA) (Synth, Diadema, SP, Brazil), acetona pura (AC) (Synth, Diadema, SP, Brazil) e etanol a 95% (ET) (Synth, Diadema, SP, Brazil), os agentes de limpeza foram utilizados isoladamente para a remoção dos resíduos do cimento endodôntico.

No protocolo experimental 1 (E1), o composto foi constituído pela associação do acetato de amila (Synth, Diadema, SP, Brazil) e acetona (Synth, Diadema, SP, Brazil), na proporção de 1:1 (v/v). No protocolo experimental 2 (E2), o composto foi constituído pela associação do acetato de amila (Synth, Diadema, SP, Brazil) e etanol a 95% (Synth, Diadema, SP, Brazil), na proporção de 1:1 (v/v).

No protocolo experimental 3 (E3), o composto foi constituído pela associação da acetona pura (Synth, Diadema, SP, Brazil) com o etanol a 95% (Synth, Diadema, SP, Brazil), na proporção de 1:1 (v/v). No protocolo experimental 4 (E4), o composto foi constituído pela associação do acetato de amila puro (Synth, Diadema, SP, Brazil), acetona pura (Synth, Diadema, SP, Brazil) e etanol a 95% (Synth, Diadema, SP, Brazil), na proporção de 1:1:1 (v/v).

Com exceção dos protocolos NC e PC, os resíduos do cimento endodôntico foi removido por meio da fricção ativa, por 15 segundos, de uma bolinha de algodão embebida com a substância em avaliação, em toda a superfície dentinária.

2.2. Preparo dos espécimes para microscopia

Inicialmente as coroas dentais foram separadas das raízes com discos diamantados dupla face (1802 7020; KG Sorensen, Cotia, SP, Brazil), em baixa rotação. Fragmentos do segmento vestibular da câmara pulpar (5 mm de largura x 5 mm de comprimento x 5 mm de espessura) foram obtido do terço médio da coroa dental, utilizando máquina para corte de tecidos duros (Isomet 100, Buehler, Lake Buff, IL, USA), sob refrigeração com água deionizada.

Em seguida, os espécimes foram imersos em hipoclorito de sódio a 2.5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brazil), por 15 minutos, irrigados com 5 mL de água destilada, imersos em EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, Brazil) por 3 minutos e concluído com a irrigação com 5 mL de água destilada. Após a secagem da dentina com pontas de papel absorvente, a superfície dentinária foi impregnada como cimento à base de resina epóxi ((Sealer Plus; MK Life, Porto Alegre, RS, BR), mantido intacta por 15 minutos e posteriormente submetidos a um dos protocolos de remoção de resíduos do cimento endodôntico.

2.3. Avaliação da persistência de resíduos e túbulos dentinários abertos

Noventa espécimes foram divididos de acordo com os protocolos controle e experimentais conforme anteriormente descritos (n = 10). Após a realização dos protocolos descritos no item 2.2., os espécimes foram mantidos em estufa a 37°C, por 24 horas. Em seguida, a superfície dentinária foi moldada com silicone adição de média viscosidade (Express XT; 3M, Sumaré, SP, Brazil) e obtidos réplicas individuais em resina epóxi (Epofix; Struers Inc., Cleveland, OH, USA).

Os espécimes foram montados em stubs metálicos, submetidos aos procedimentos de metalização com ouro (ciclo único de 120s), sob vácuo em câmara específica (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) e analisadas em microscopia eletrônica de varredura (JSM 6060; Jeol Co., Tokyo, Japan), operando em 20kV. Quatro diferentes campos foram inicialmente avaliados e a imagem mais representativa foi obtida na magnificação de 500X, conforme descrito por Escalante-Otárola et al. [18].

Outra imagem foi obtida do mesmo local, com magnificação de 2,000X, para a contagem de túbulos dentinários abertos. Todas as imagens foram obtidas pelo mesmo operador. Dois examinadores independentes e devidamente calibrados (k = 0.82) classificaram a persistência de resíduos do cimento endodôntico sobre a superfície dentinária de acordo com

os parâmetros descritos por Kuga et al. [19]: Escore 0 - ausência de *smear layer*; Escore 1 - ou discreta incidência de *smear layer* e a maioria dos túbulos dentinários abertos; Escore 2 - mínima incidência de *smear layer* e >50% da superfície dentinária sem resíduos; Escore 3 - moderada incidência de *smear layer* e <50% da superfície dentinária sem resíduos e Escore 4 - intensa incidência de *smear layer* e aberturas dos túbulos dentinários obstruídos.

Os mesmos avaliadores quantificaram a incidência de túbulos dentinários abertos, utilizando um photo-editing software (Adobe Photoshop CS, Adobe Systems), conforme descrito por Belizário et al. [20].

2.4 *Análise em EDX (Energy-dispersive X-ray)*

Cinco espécimes dos fragmentos da coroa dentária foram submetidos à cobertura com carbono (BalTec SCD 004 Sputter Coater; Balzers, Vaduz, LI), em 15 kV, por 180 s. Em seguida, foram analisados em SEM e análise em EDX EDX (JEOL 6060; JEOL Cia., Tokyo, Japan) para avaliar os principais componentes químicos presentes sobre a superfície dentinária após a realização dos protocolos de limpeza avaliados.

2.5. *Preparo dos espécimes para análise da microdureza da dentina*

Noventa espécimes foram individualmente montados em um dispositivo de PVC (12.7 mm de diâmetro e 5 mm de altura) com da face correspondente à dentina vestibular da câmara pulpar exposta e preenchidos com resina acrílica (Clássico, São Paulo, SP, Brazil), similar ao descrito por Aranda-Garcia et al. [21]. As superfícies foram regularizadas e polidas com lixas de carbetto de silício, com granulação decrescente (#320 a #1500), e finalizadas com suspensão de óxido de alumínio (0.3µm a 0.05 µm), em politriz (DP-10; Panambra, Struers, Ballerup, DI). Todos os espécimes foram lavados com água destilada por 10 min em um dispositivo ultrassônico e submetidos aos procedimentos de irrigação similar aos descritos no preparo das amostras para microscopia.

Metade da superfície dentinária de cada espécime foi recoberta com plástico autoadesivo transparente (Com-Tact; Plavitec, São Paulo, SP, Brazil) e a outra metade exposta foi impregnada com o cimento à base de resina epóxi (Sealer Plus; MK Life, Porto Alegre, RS, BR), por 15 minutos, exceto o NC (controle negativo). Imediatamente após, um dos protocolos de remoção de resíduos do cimento endodôntico foi realizado (n=10) e os espécimes submetidos ao teste de microdureza. Nenhum tratamento foi realizado no grupo de controle negativo (NC).

2.6. *Avaliação da microdureza da dentina*

Após a remoção do plástico autoadesivo, a microdureza inicial da dentina foi mensurada na área previamente protegida, usando um indentador de dureza Knoop (HMV2; Shimadzu, Tokyo, Japan). A carga aplicada foi de 25g por 10s [22]. Três medições foram realizadas a 200

µm equidistantes entre si. A média destes três mensurações foi considerada como a média inicial da microdureza de cada espécime.

Similar procedimento foi realizado na dentina que foi submetida aos protocolos previamente descrito. A diferença entre a microdureza da dentina (em Knoop) inicial e final foi considerada como o efeito do protocolo de limpeza sobre a dentina da câmara pulpar, em porcentagem de redução.

2.6. *Análise estatística*

Os dados obtidos na avaliação de persistência de resíduos foram submetidos aos testes de Kruskal Wallis e Dunn. A quantidade de túbulos dentinários abertos e a porcentagem de redução da microdureza dentinária após a utilização dos protocolos de limpeza foram submetidos ao teste de ANOVA one-way e Mann Whitney. Todas as avaliações foram realizadas com nível de significância de 5%.

3. Resultados

3.1. *Avaliação da persistência de resíduos e túbulos dentinários abertos*

A persistência de resíduos do cimento endodôntico sobre a superfície dentinária foi similar após o uso do protocolo de limpeza com o etanol a 95%, acetona pura e protocolos experimentais 1, 2 e 3 ($P > 0.05$). Por outro lado, o acetato de amila e a solução experimental 4 proporcionaram a menor presença de resíduos em relação aos demais protocolos ($P < 0.05$), mas foram similares entre si ($P > 0.05$).

O controle positivo demonstrou a superfície dentinária totalmente recoberta por *smear layer*, ao passo que, o controle negativo demonstrou a superfície dentinária sem resíduos de cimento endodôntico. A tabela 1 demonstra a mediana, valores máximo e mínimo e dos primeiro e terceiro quartil dos escores atribuídos após o uso dos protocolos para a remoção dos resíduos do cimento endodôntico.

A figura 1 demonstra a imagem representativa por meio de microscopia eletrônica de varredura, com magnificação de 500X, da persistência de resíduos do cimento endodôntico após o uso dos protocolos de limpeza.

O protocolo experimental 4 proporcionou a maior incidência de túbulos dentinários abertos que os demais protocolos de limpeza ($P < 0.05$). Por outro lado, a menor incidência de túbulos dentinários abertos foi observado após o uso do protocolo com o etanol ($P < 0.05$). Não houve diferença entre os protocolos com a acetona, experimental 2 e 3 ($P > 0.05$), porém demonstraram menor incidência de túbulos dentinários abertos em comparação ao proporcionado pelo acetato de amila ($P < 0.05$).

A tabela 2 demonstra a média aritmética e desvio padrão da incidência de túbulos dentinários abertos na superfície dentinária após o uso dos protocolos para a remoção dos resíduos do cimento endodôntico.

A figura 2 demonstra a imagem representativa por meio de microscopia eletrônica de varredura, com magnificação de 2000X, incidência de túbulos dentinários abertos sobre a superfície dentinária após o uso dos protocolos de limpeza.

3.2. *Análise em EDX (Energy-dispersive X-ray)*

A relação média de Ca/P na dentina não impregnada com o cimento endodôntico foi de 1.84. Por outro lado, em AA (Ca/P = 2.21), AC (Ca/P = 2.16), ET (Ca/P = 2.02), AA/AC (Ca/P = 2.17), AC/ET (Ca/P = 2.72) foram observados uma redução de P em relação ao NC. Nos protocolos AA/ET (Ca/P = 1.83) e AA/AC/ET (Ca/P = 1.85) não foi perceptível alterações na relação atômica entre Ca e P. O Mg (magnésio) foi detectado em todas as superfícies dentinária, com exceção em PC.

Em todos os protocolos em que a superfície dentinária foi impregnada com o cimento à base de resina epóxi foram observados a presença de W (tungstênio) e Yb (itérbio), com exceção no E4, em que a presença de W praticamente foi imperceptível. A figura 3 demonstra a imagem representativa da análise em microscopia de dispersão de raios x (EDX) após o uso dos protocolos de remoção de resíduos do cimento epóxi da superfície dentinária e dos grupos controle (NC e PC).

3.3. *Avaliação da microdureza da dentina*

O protocolo E1 proporcionou a maior redução da microdureza da dentina ($P < 0.05$). Em contrapartida, os protocolos ET e E4 demonstraram a menor redução de microdureza da dentina ($P < 0.05$), mas NC e PC ocasionaram os menores efeitos sobre a microdureza dentinária, em relação aos demais protocolos ($P < 0.05$).

Os protocolos AC e E2 demonstraram similares valores entre si ($P > 0.05$), porém com maior redução da microdureza da dentina em relação aos protocolos AA e E3 ($P < 0.05$), que por sua vez, foram similares um ao outro ($P > 0.05$).

A tabela 3 demonstra a média aritmética e desvio padrão da redução da microdureza da dentina após o uso dos protocolos de limpeza.

4. **Discussão**

Os resíduos do cimento endodôntico à base de resina epóxi não são completamente removidos pela simples ação mecânica com uma bolinha de algodão seca/ou com etanol. Por outro lado, nestas situações os protocolos com o acetato de amila e/ou acetona foram mais

efetivos na limpeza da superfície da dentina da câmara pulpar mas dependendo da composição química da solução utilizada, ocasiona efeitos deletérios sobre o substrato dentinário. Portanto, a hipótese nula foi rejeitada.

A persistência de resíduos do cimento endodôntico e os efeitos dos métodos de limpeza sobre a dentina podem ser avaliadas por microscopia eletrônica de varredura e/ou confocal a laser, micro-ct e por meio de testes mecânicos [2,3,,9,16,17,19]. Cada método possui as suas particularidades, porém a análise por meio de MEV permite a avaliação tanto da incidência de debris e smear layer na dentina intratubular, como também na embocadura dos túbulos dentinários. Por estas análises é possível avaliar a eficiência dos protocolos de remoção dos resíduos e limpeza da dentina coronária e antever as possíveis interferências que estes resíduos poderiam exercer sobre os mecanismos de adesão dos sistemas adesivos no substrato dentinário [16,18].

As substâncias químicas utilizadas na câmara pulpar podem ocasionar danos na dentina, tanto na sua composição inorgânica, tais como na relação entre o cálcio e fósforo, como também na constituição e composição orgânica da matriz de colágeno [1,23,24]. No presente estudo, a microscopia EDX e a análise da microdureza dentinária foram utilizadas para avaliar os efeitos dos protocolos de remoção de resíduos do cimento endodôntico sobre a dentina da câmara pulpar [18,25].

O processo de solubilização de uma substância química é a interação entre a composto químico que se deseja solubilizar (soluto) e a substância que o dissolve (solvente), ou seja, é a quantidade de soluto que dissolve em uma determinada quantidade de solvente [1,3,8]. Portanto, as substâncias utilizadas nos protocolos de remoção de resíduos do cimento endodôntico demonstram diferente potencial de limpeza em função da sua capacidade de solubilização da resina epóxi sobre a superfície dentinária.

Por sua vez, o potencial de solubilização de uma substância orgânica está diretamente relacionado com a sua estrutura molecular, especialmente com a polaridade das ligações de hidrogênio [1,3,8]. Compostos apolares ou fracamente polares são solúveis em solventes apolares ou de baixa polaridade, enquanto que compostos de alta polaridade são solúveis em solventes polares, caracterizando a regra “polar dissolve polar, apolar dissolve apolar” ou “o semelhante dissolve o semelhante” [1,3,9].

Por outro lado, para que o processo de solubilização ocorra adequadamente, as forças de atração entre as moléculas do soluto e do solvente devem ser suficientemente intensas para compensar o rompimento das forças de atração entre as moléculas do soluto e entre as moléculas do solvente [8,26]. Uma vez que as ligações moleculares no soluto apolar são

relativamente fracas, as interações com o solvente polar tendem também a serem fracas, não resultando em energia suficiente para separar as próprias moléculas do solvente, as quais serão mantidas associadas, consequentemente não desencadeando o processo de solubilização [3,8,10,26]. Como o acetato de amila e a resina epóxi são substâncias apolares, a equivalência das forças de atração moleculares entre ambos tendem a ser próximas, fator que favoreceu a solubilização e remoção dos resíduos do cimento endodôntico da superfície dentinária, conforme observado nas figuras 1 e 2.

O protocolo de limpeza com a acetona pura, quimicamente conhecida como propanoma e de característica polar, apresentou maior persistência de resíduos que o proporcionado pelo protocolo com o acetato de amila. A formulação química da acetona com o etanol a 95%, na proporção de 2:1, promove um sinergismo de ação entre os solventes, melhorando o potencial de remoção de resíduos, pois o etanol possui uma fração apolar em sua molécula ($\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_2-$), que diminui a volatilidade do composto e incrementa a solubilização na resina epóxi [3,8,27].

Entretanto, quando o etanol a 95% foi utilizado isoladamente, foi observado severa persistência de resíduos na superfície dentinária. Como a formulação pura é altamente volátil, fato que a inviabiliza para o uso clínico, rotineiramente está associada com água. Porém, nestas formulações ocorre uma forte ligação de hidrogênio entre o etanol, que é uma substância polar, e a água, consequentemente reduzindo a sua miscibilidade em compostos apolares [1,2,28].

Apesar do satisfatório potencial de limpeza proporcionado pelo acetato de amila, durante a análise das imagens obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura foi observado que cada uma das substâncias apresentou algum efeito sobre a morfologia da superfície dentinária. A mensuração da microdureza dentinária antes e após o uso dos protocolos de remoção de resíduos foi utilizada para avaliar a magnitude dos efeitos sobre o substrato dentinário [25].

O acetato de amila e a acetona demonstraram maior redução da microdureza dentinária que o etanol a 95%, demonstrando que estes protocolos possuem algum efeito sobre o conteúdo orgânico e/ou inorgânico da dentina. Isto foi visível, por meio das análises obtidas em EDX, pois a relação entre Ca e P foi mais comprometida exatamente após o uso dos protocolos com o acetato de amila ou com a acetona, conforme demonstrado nos gráficos da figura 3.

A superfície dentinária demonstrou maior irregularidade após o uso do acetato de amila, em relação aos demais protocolos de limpeza, conforme observado nas figuras 1 (AA) e 2 (AA). As aberturas dos túbulos dentinários demonstraram estar relativamente preservadas, mas a dentina intertubular demonstrou áreas de erosão. Estas características são diferentes daquelas

demonstradas após o uso de soluções irrigadoras desmineralizantes, tais como o EDTA, porém similares às ocasionadas pelo hipoclorito de sódio em altas concentrações [21,22].

Ainda que exista a necessidade de estudos complementares para explicar estes achados microscópicos, é deduzível que a formulação química pura do acetato de amila exerce efeito destrutivo principalmente sobre a parte orgânica da dentina, ocasionando a redução da microdureza dentinária. É possível que estes efeitos possam relacionados ao seu efeito cáustico e/ou pH, pois durante a síntese química do composto são utilizados os ácidos acético e sulfúrico e o álcool amílico [8,29,30].

O protocolo com a acetona (propanoma) também proporcionou redução da microdureza dentinária, porém em menor magnitude que o demonstrado pelo acetato de amila. Este efeito pode ser devido à desidratação do substrato dentinário, uma vez que a acetona é utilizada exatamente para este fim, durante o preparo de peças para análise microscópica [11]. O etanol a 95% foi o que menos efeitos deletérios demonstrou sobre a dentina [30].

Se, por um lado o acetato de amila proporcionou uma satisfatória remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi, tanto da dentina intertubular como também da embocadura dos túbulos dentinários, e o etanol a 95% foi o que menos efeitos destrutivos exerceu sobre a microdureza dentinária e do equilíbrio de Ca e P, hipoteticamente seria ideal a associação de ambos. Entretanto, quando associados na proporção de 1:1, houve ainda significativa persistência de resíduos, conforme observado nas figuras 1 (E2) e 2 (E2), possivelmente em função do etanol a 95% ser hidratado e com maior característica polar e o bisfenol A e B serem hidrofóbico e apolar [1,3,12].

Uma alternativa para a resolução deste problema, seria a elaboração de uma substância que tivesse potencial de solubilização de compostos resinosos apolar, sem efeito destrutivo sobre a dentina da câmara pulpar. A associação do acetato de amila, acetona e etanol a 95%, na proporção de 1:1:1, reduziu os efeitos deletérios sobre a dentina sem interferir no potencial de remoção dos resíduos do cimento endodôntico à base de resina epóxi, dando origem ao protocolo experimental E4.

Desta forma, o sinergismo proporcionado entre as soluções com diferentes características de polaridade permitiu a obtenção de resultados promissores para a remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi do substrato dentinário. Estudos complementares são necessários para avaliar os efeitos deste protocolo sobre a adesão e longevidade clínica dos materiais utilizados nas restaurações estéticas.

Conclusões

Dentro das limitações e fundamentados nas avaliações realizadas no presente estudo, os autores concluem que o protocolo com a formulação química contendo acetato de amila, acetona e etanol a 95%, na proporção de 1:1:1, é o mais eficaz para a remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi e com menores efeitos deletérios sobre a dentina da câmara pulpar.

Declaração de interesses

Os autores declaram que não há conflitos de interesses.

Agradecimentos

À CAPES pelo apoio financeiro para a realização da pesquisa.

Referências

1. S. Roberts, J.R. Kim, L.S. Gu, Y.K. Kim, Q.M. Mitchell, D.H. Pashley, F.R. Tay. The efficacy of different sealer removal protocols on bonding of self-etching adhesives to AH plus-contaminated dentin. *J Endod.* 35 (2009) 563-567.
2. M.C. Bandeca, M.C. Kuga, A.C. Diniz, K.C. Jordão-Basso, M.R. Tonetto. Effects of the Residues from the Endodontic Sealers on the Longevity of Esthetic Restorations. *J Contemp Dent Pract.* 17 (2016) 615-617.
3. M.C. Kuga MC, G. Faria, M.A. Rossi, J.C. do Carmo Monteiro, I. Bonetti-Filho, F.L. Berbert, K.C. Keine, M.V. Só. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Scanning.* 35 (2013) 17-21.
4. M.F. Gomes, S.B. Botta, A.B. Matos, N.G. Netto. The interference of the cleaning procedure of root walls with two different solvents on the adhesion of fiberglass intraradicular posts. *J Contemp Dent Pract.* 13 (2012) 275-9.
5. M.C. Kuga, M.A. Duarte, A. Sant'anna-Júnior, K.C. Keine, G. Faria, A.A. Dantas, F.A. Guiotti. Effects of calcium hydroxide addition on the physical and chemical properties of a calcium silicate-based sealer. *J Appl Oral Sci.* 22 (2014) 180-184.
6. M.C. Kuga, G. Faria, M.V. Só, K.C. Keine, A.D. Santos, M.A. Duarte, P.M. Kopper. The impact of the addition of iodoform on the physicochemical properties of an epoxy-based endodontic sealer. *J Appl Oral Sci.* 22 (2014) 125-130.
7. D. Donnermeyer, S. Bürklein, T. Dammaschke, E. Schäfer E. Endodontic sealers based on calcium silicates: a systematic review. *Odontology.* 107 (2019) 421-436.

8. A.R, Katritzky, M. Kuanar, S. Slavov, C.D. Hall, M. Karelson, I. Kahn, D.A. Dobchev. Quantitative correlation of physical and chemical properties with chemical structure: utility for prediction. *Chem Rev.* 110 (2010) 5714-5789.
9. M.O Gonçalves Galoza, K.C. Fagundes Jordão-Basso, W.G. Escalante-Otárola, K.R. Victorino, A.A. Rached Dantas, M.C. Kuga. Effect of cleaning protocols on bond strength of etch-and-rinse adhesive system to dentin. *J Conserv Dent.* 21 (2018) 602-606.
10. K.C. Jordão-Basso, M.C. Kuga, M.C. Bandéca, M.A. Duarte , F.A. Guiotti FA. Effect of the time-point of acid etching on the persistence of sealer residues after using different. *Braz Oral Res.* 30 (2016) e 133.
11. E. de Oliveira, D. Cecchin, D.C. Miyagaki, A.L.C. de Moura, A. Disarz, M.A. Souza, A.P. Farina. Effect of different protocols of eugenol removal on the bond strength between the fibre post and root dentin. *Aust Endod J.* 45 (2019) 177-183.
12. A.P. Farina, E. de Oliveira, A. Disarz, A.L. de Moura, M. Durigon, M.A. Souza, D. Cecchin. Assessment of the ability of different cleaning protocols to remove eugenol-based endodontic sealer from the root dentin. *J Contemp Dent Pract.* 20 (2019) 657-663.
13. D. Saraç, B. Bulucu, Y.S. Saraç, S. Kulunk. The effect of dentin-cleaning agents on resin cement bond strength to dentin. *J Am Dent Assoc.* 139 (2008) 751-758.
14. R.S. Schwartz, R. Fransman. Adhesive dentistry and endodontics: materials, clinical strategies and procedures for restoration of access cavities: a review. *J Endod.* 31 (2005) 151-165.
15. R.S. Schwartz. Adhesive dentistry and endodontics. Part 2: bonding in the root canal system-the promise and the problems: a review. *J Endod.* 32 (2006) 1125-1134.
16. J.M.P. Morais, K.R. Victorino, W.G. Escalante-Otárola, K.C.F. Jordão-Basso, R.G. Palma-Dibb RG, M.C. Kuga. Effect of the calcium silicate-based sealer removal protocols and time-point of acid etching on the dentin adhesive interface. *Microsc Res Tech.* 18 (2018) 914-920.
17. M.C. Kuga MC, M.V. Só, E.A. De Campos, G. Faria, K.C. Keine, A.A. Dantas, N.B. Faria Jr. Persistence of endodontic methacrylate-based cement residues on dentin adhesive surface treated with different chemical removal protocols. *Microsc Res Tech.* 75 (2012) 1432-1436.
18. W.G. Escalante-Otárola, G.M. Castro-Núñez, K.C.F Jordão-Basso, B.M. Guimarães, R.G. Palma-Dibb, M.C. Kuga, Evaluation of dentin desensitization protocols on the

- dentinal surface and their effects on the dentin bond interface. *J. Dent.* 75 (2018) 98-104.
19. M.C. Kuga, M.V. Só , N.B. De Faria-júnior, K.C. Keine, G. Faria, S. Fabricio, M.A. Matsumoto, Persistence of resinous cement residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Microsc. Res. Tech.* 75 (2012) 982-985.
 20. L.G. Belizário, M.C. Kuga MC, G.M. Castro-Núñez, W.G. Escalante-Otárola,, M.V.R. Só, J.R. Pereira JR, Effects of different peracetic acid formulations on post space radicular dentin. *J Prosthet Dent.* 120 (2018) 92-98.
 21. A.J. Aranda-Garcia, M.C. Kuga, G.M., Chavéz-Andrade, N.G. Kalatzis-Sousa, M.A. Hungaro Duarte, G. Faria, M.V.Reis Só, N.B. Faria NB Jr, Effect of final irrigation protocols on microhardness and erosion of root canal dentin. *Microsc Res Tech.* 76 (2013) 1079-1083.
 22. A.J. Garcia, M.C. Kuga, R.G. Palma-Dibb, M.V.Só, M.A. Matsumoto, G. Faria G, K.C. Keine. Effect of sodium hypochlorite under several formulations on root canal dentin microhardness. *J Investig Clin Dent.* 4 (2013) 229-232..
 23. M. Toledano, R. Osorio, E. Osorio, A.L. Medina-Castillo, M. Toledano-Osorio, F.S. Aguilera. Ions-modified nanoparticles affect functional remineralization and energy dissipation through the resin-dentin interface. *J Mech Behav Biomed Mater.* 68 (2017) 62-79.
 24. L.G. Belizário, M.C. Kuga, M.A. Hungaro Duarte, M.V.R. Só, K.C. Keine, J.R. Pereira. Effect of fiber post space irrigation with different peracetic acid formulations on the bond strength and penetration into the dentinal tubules of self-etching resin cement. *J Prosthet Dent.* 122 (2019) 46.e1-46.e7.
 25. A.J. Garcia, M.C. Kuga, R.G. Palma-Dibb, M.V.Só, M.A. Matsumoto, G. Faria, K.C. Keine. Effect of sodium hypochlorite under several formulations on root canal dentin microhardness. *J Investig Clin Dent.* 4 (2013) 229-232.
 26. H.S. Topçuoğlu, S. Demirbuga, K. Pala, M Cayabatmaz, G. Topçuoğlu The bond strength of adhesive resins to AH plus contaminated dentin cleaned by various gutta-percha solvents. *Scanning.* 37 (2015) 138-44.
 27. M. Demirci, S. Tuncer, H.S. Sancaklı, N. Tekçe, C. Baydemir. Clinical performance of different solvent-based dentin adhesives with nanofill or nanohybrid composites in class III restorations: five year results. *Oper Dent.* 42 (2017) E111-E120.

28. A. Donnelly, J. Sword, Y. Nishitani, M. Yoshiyama, K. Agee, F.R. Tay, ,D.H. Pashley. Water sorption and solubility of methacrylate resin-based root canal sealers. J Endod. 33 (2007) 990-994.
29. H. Li, C. Xiao, X. Li, X. Gao. Synthesis of n-amyl acetate in a pilot plant catalytic distillation column with seepage catalytic packing internal. Ind. Eng. Chem. Res. 44 (2017) 12726-12737.
30. X. Huang, L. Li, C. Huang, X. Du X. Effect of ethanol-wet bonding with hydrophobic adhesive on caries-affected dentine. Eur J Oral Sci. 119 (2011) 310-315.

Tabelas

Tabela 1 Mediana, valor máximo e mínimo, primeiro (1Q) e terceiro quartil (3Q) da persistência de resíduos sobre a superfície dentinária, de acordo com o protocolo de limpeza.

Protocolo	Mediana	Máximo	Mínimo	1Q-3Q
NC ^d	0	0	0	0-0
PC ^a	4	4	4	4-4

AA ^c	1	1	1	1-1
AC ^b	2.5	3	2	2-3
ET ^b	3	4	2	2.25-4
E1 ^b	2	3	2	2-2
E2 ^b	2.5	3	2	2-3
E3 ^b	2.5	3	2	2-3
E4 ^c	1	1	1	1-1

^{abcd} Diferentes letras indicam diferenças estatisticamente significante ($P < 0.05$). NC, controle negativo; PC, controle positivo; AA, acetato de amila; AC, acetona; ET, etanol; E1, experimental 1; E2, experimental 2; E3, experimental 3; E4, experimental 4.

Tabela 2 Média aritmética e desvio padrão da incidência de túbulos dentinários abertos na superfície dentinária, de acordo com o protocolo de limpeza.

	NC	PC	AA	AC	ET	E1	E2	E3	E4
média	88.10 ^a	2.10 ^f	78.50 ^b	35.90 ^d	26.70 ^e	59.40 ^c	39.40 ^d	35.60 ^d	89.90 ^a
dv	9.96	0.12	4.45	3.72	4.11	4.71	5.54	6.68	5.74

^{abcdef} Diferentes letras indicam diferenças estatisticamente significante ($P < 0.05$). NC, controle negativo; PC, controle positivo; AA, acetato de amila; AC, acetona; ET, etanol; E1, experimental 1; E2, experimental 2; E3, experimental 3; E4, experimental 4; dv, desvio padrão.

Tabela 3 Média aritmética e desvio padrão da redução da microdureza da dentina (em Knoop), de acordo com o protocolo de limpeza.

	NC	PC	AA	AC	ET	E1	E2	E3	E4
média	0.15 ^e	0.17 ^e	22.48 ^b	18.45 ^c	11.43 ^d	27.34 ^a	17.16 ^c	22.30 ^b	11.06 ^d
dv	0.01	0.01	3.94	3.39	1.29	2.59	1.96	2.46	1.90

^{abcdef} Diferentes letras indicam diferenças estatisticamente significante ($P < 0.05$). NC, controle negativo; PC, controle positivo; AA, acetato de amila; AC, acetona; ET, etanol; E1, experimental 1; E2, experimental 2; E3, experimental 3; E4, experimental 4; dv, desvio padrão.

Legendas da Figuras

Fig 1. Imagem representativa da superfície dentinária após os protocolos de remoção de resíduos do cimento endodôntico e grupos controle. (NC) Controle negativo; (PC) Controle positivo; (AA) Acetato de amila; (AC) Acetona; (ET) Etanol a 95%; (E1) Experimental 1; (E2) Experimental 2; (E3) Experimental 3; e (E4) Experimental 4. Escala 50 μ m.

Fig 2. Imagem representativa da incidência de túbulos dentinários abertos após os protocolos de remoção de resíduos do cimento endodôntico e grupos controle. (NC) Controle negativo; (PC) Controle positivo; (AA) Acetato de amila; (AC) Acetona; (ET) Etanol a 95%; (E1) Experimental 1; (E2) Experimental 2; (E3) Experimental 3; e (E4) Experimental 4. Escala 50µm.

Fig 3. Imagem representativa da *Energy-dispersive X-ray analysis (EDX)* da superfície dentinária após os protocolos de remoção de resíduos do cimento endodôntico e grupos controle. (NC) Controle negativo; (PC) Controle positivo; (AA) Acetato de amila; (AC) Acetona; (ET) Etanol a 95%; (E1) Experimental 1; (E2) Experimental 2; (E3) Experimental 3; e (E4) Experimental 4. Escala 500µm.

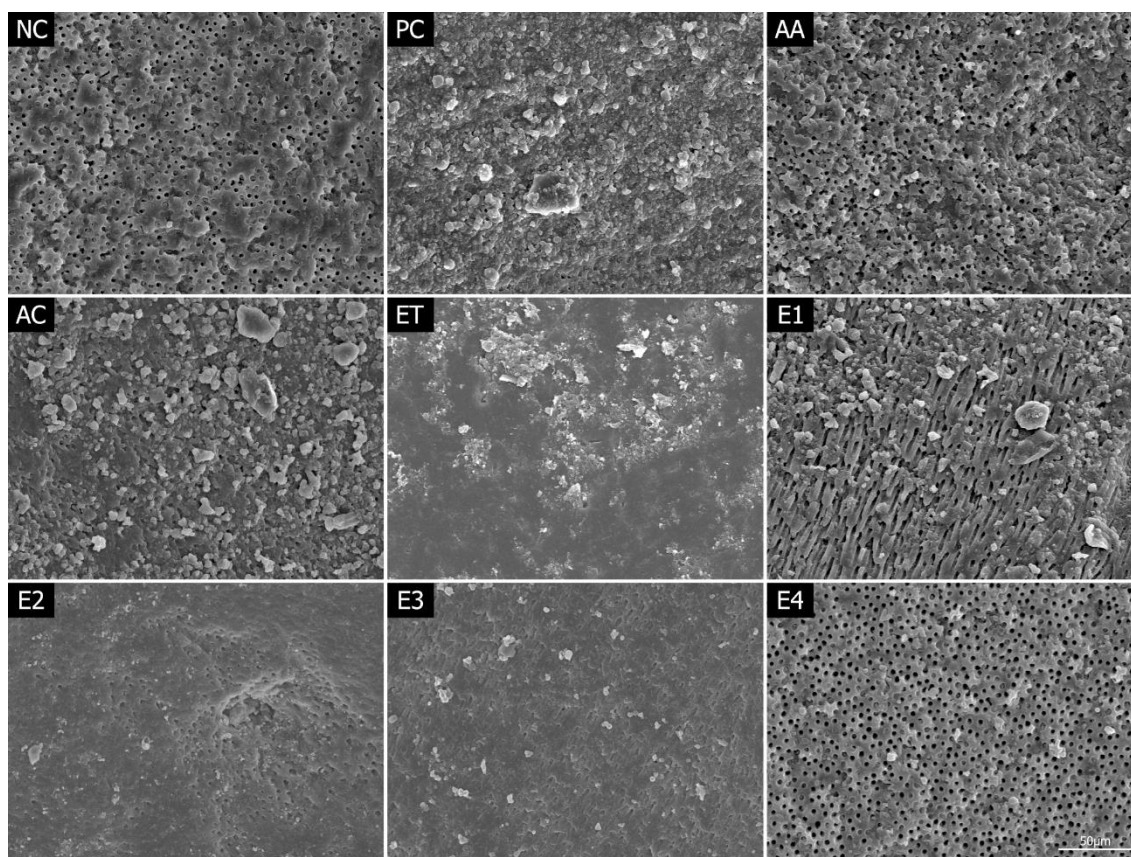


Figura 1.

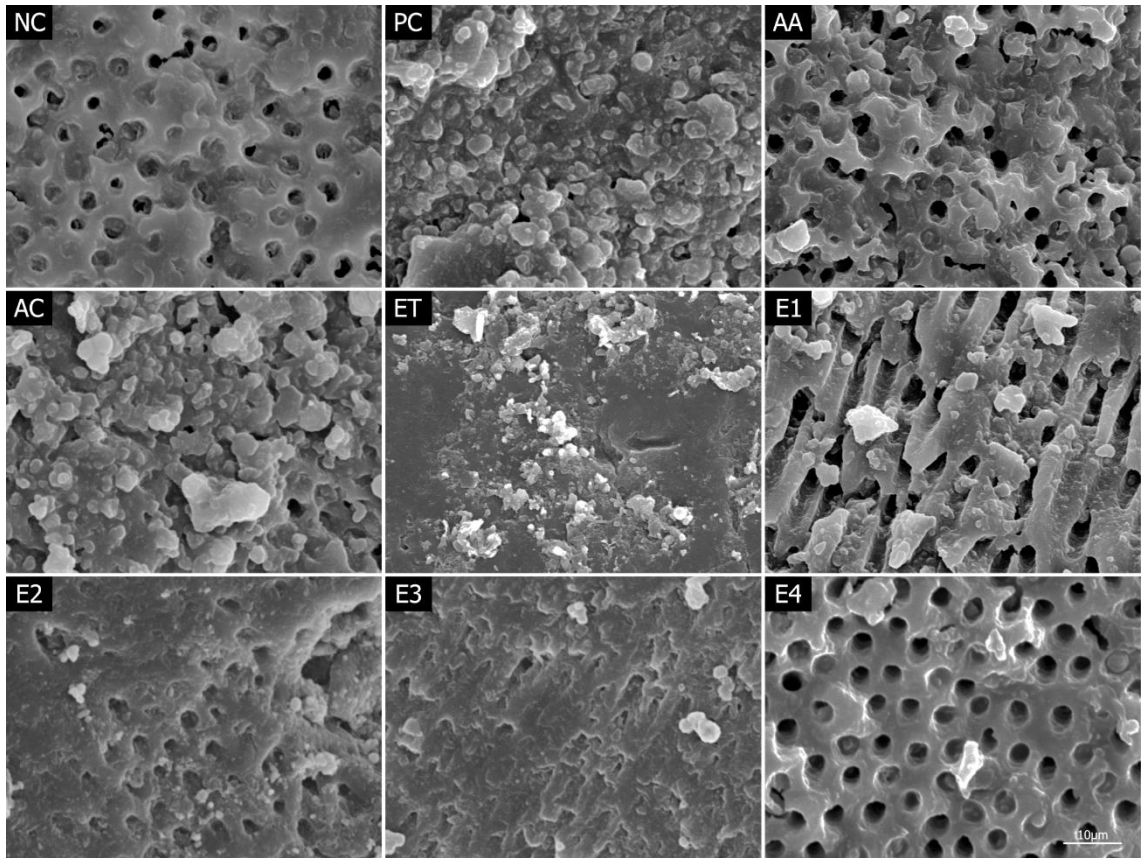


Figura 2.

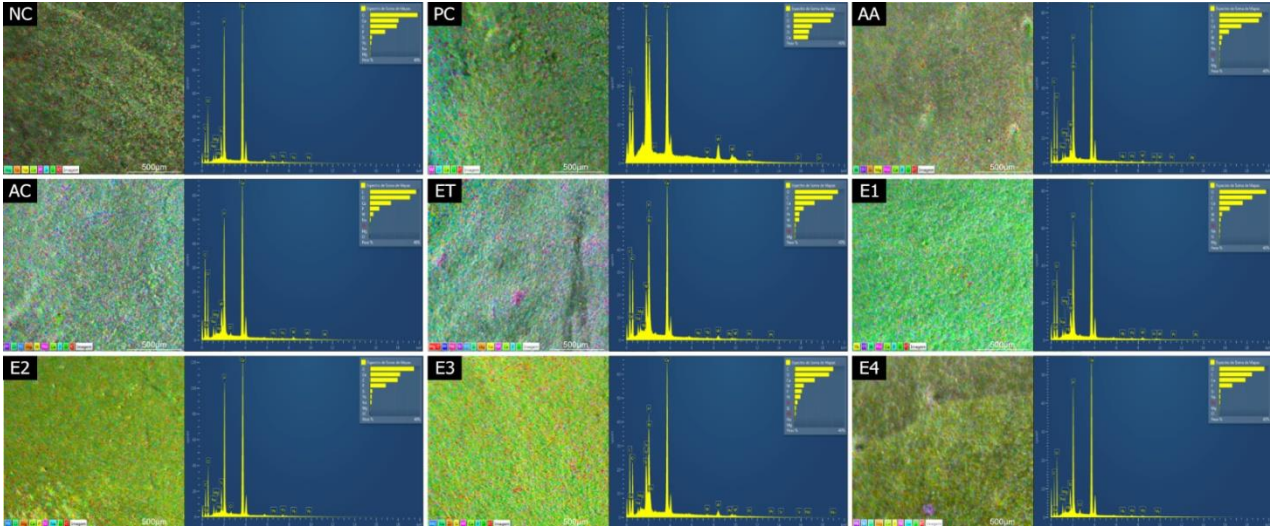


Figura 3

3.2 Publicação 2*

Impacto dos protocolos de remoção de resíduos do cimento endodôntico sobre a interface de adesão com sistemas adesivos Universal, na estratégia self-etching.

Declaração de interesses: Os autores certificam que eles não possuem interesse comercial ou associativo que representem conflito de interesse em conexão com este manuscrito.

Autor correspondente: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga, Restorative Dentistry Department, Araraquara Dental School, UNESP – Univ Estadual Paulista, Humaitá Street 1680, 14801-903, Araraquara, São Paulo, Brazil. Phone: +5516 3301-6396.

E-mail: miltoncarloskuga@hotmail.com

Phone: +5516 3301-6396.

Resumo: O objetivo foi avaliar a efetividade na remoção de resíduos do cimento endodôntico (Sealer Plus) com o etanol a 95% (ET), xilol (XI), acetato de amila (AA) ou ação mecânica (PC) e o impacto sobre a resistência de união dos sistemas adesivos Scotchbond Universal (SU) ou Ambar Universal (AU) na dentina. Quarenta fragmentos de dentina foram impregnados com cimento endodôntico e removidos com os protocolos (n=10): (ET), (AA), (XI) e (PC). Dez espécimes não receberam tratamento (NC). A avaliação da persistência de resíduos foi realizada em MEV (500x). Cem espécimes foram obtidos da dentina da face vestibular da coroa dental e 80 foram impregnados e submetidos aos mesmos protocolos (n=20, cada protocolo). Em cada protocolo, os espécimes foram divididos em 2 subgrupos (n=10), de acordo com o sistema adesivo utilizado (SU ou AU) para fixar corpos de prova de resina composta. Em seguida, os espécimes foram submetidos ao teste de microcisalhamento.

* Artigo formatado conforme as normas do periódico científico *Journal of Applied Oral Science* para o qual foi submetido

Os dados de persistência de resíduos foram analisados pelo teste de Kruskal Wallis e Dunn e os de resistência de união por ANOVA two-way ($\alpha=0.05$). AA e XI demonstraram a menor presença de resíduos sobre a superfície dentinária ($P<0.05$), mas similares entre si ($P>0.05$). A resistência de união dos sistemas adesivos AU e SU foram similares entre si, independentemente do protocolo utilizado ($P>0.05$), mas menores que NC ($P<0.05$). Os protocolos AA e XI proporcionam a menor incidência de resíduos do cimento endodôntico na superfície dentinária, mas não possuem influência sobre os valores da resistência de união dos sistemas adesivos universais.

Palavras-chave: Dentina, endodontia, solventes.

Introdução

A persistência de resíduos do cimento endodôntico na dentina da câmara pulpar após o uso de substâncias de limpeza pode ocasionar a descoloração da coroa dental, interferir negativamente sobre a resistência de união do sistema adesivo e, conseqüentemente comprometer o tratamento endodôntico, pois a desintegração da interface adesiva permite a infiltração microbiana levando à contaminação da região perirradicular^{1,2,3}.

Diversos recursos são propostos para realizar a limpeza da dentina impregnada com o cimento endodôntico, tais como métodos mecânicos e/ou químicos^{1,5,6}. A utilização de substâncias químicas ainda é o método mais usual, sendo o etanol a 95% a substância mais frequentemente utilizada^{4,7}. Por outro lado, para que um solvente tenha boa eficácia sobre um determinado soluto, é interessante que ambos tenham a mesma polaridade, ou seja, “polar atua em polar”^{1,4}. Os cimentos endodônticos à base de resina epóxi são os mais utilizados nas obturações de canais radiculares, devido às suas satisfatórias propriedades físico-químicas e biológicas^{8,9}. A resina epóxi é constituída de éter de bisfenol A, que é uma substância apolar, e pouco solúvel em etano, principalmente sob a formulação química hidratada, pois a água é um composto polar, ainda que possua uma fração molecular apolar^{3,4, 9, 10}.

O xilol e a formamida são compostos apolares e tem sido recomendadas como alternativa para a limpeza da superfície dentinária após a obturação dos canais radiculares, porém são substâncias de alta toxicidade^{3,4,7,8}. Devido à esta problemática, o acetato de amila é outra opção de escolha, pois é uma solução apolar e de baixa toxicidade.⁴ Entretanto, ainda há carência de estudo que avaliem seu potencial de limpeza e efeitos sobre o substrato dentinário.

Por outro lado, também existe dúvida do quanto estes resíduos de cimento endodôntico podem interferir sobre a interface adesiva entre o sistema adesivo e a dentina da câmara pulpar⁷. O uso dos sistemas adesivos etch-and-rinse imediatamente após a limpeza da dentina previamente

impregnada com o cimento endodôntico está contraindicado, pois a toalete final com água, após o condicionamento ácido poder incrementar a impregnação da superfície dentinária e/ou obstruir as embocaduras dos túbulos dentinários⁸.

Por outro lado, os sistemas adesivos self-etching podem ser uma interessante opção, pois durante o seu processo de adesão ocorre a interação com os resíduos presentes na superfície dentinária e, como nesta estratégia não é utilizado o condicionamento ácido, a toalete com água não interferirá sobre a interface de adesão^{12,13}. Entretanto, ainda há dúvidas a respeito desta hipótese.

Existem diversas apresentações comerciais dos sistemas adesivos universal, mas com formulação química diferentes, apesar do mecanismo de adesão na dentina serem similares e conterem água^{14,15}. O decametileno dimetacrilato (10-MDP) praticamente está presente na maioria das apresentações comerciais, mas alguns produtos também contém o silano, copolímero de ácido acrílico e itacônico (copolímero do VitrebondTM) que pode contribuir na adesão quando utilizados imediatamente após a remoção de resíduos do cimento endodôntico na dentina.

Portanto, o objetivo do presente estudo foi avaliar o potencial de remoção de resíduos do cimento epóxi (Sealer Plus) com os protocolos com o etanol a 95%, xilol e acetato de amila, avaliados por meio de microscopia eletrônica de varredura, e seus efeitos sobre a resistência de união dos sistemas adesivos universal, com duas composições químicas diferentes (Scotchbond Universal e Ambar Universal), na dentina da coroa dental previamente impregnada com o cimento endodôntico. A inexistência de diferenças entre os protocolos de remoção de resíduos e seus efeitos sobre a interface adesiva foi considerada como hipótese nula.

Materiais e Métodos

O estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética de Uso de Animais, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista ((Proc. CEUA n o 39/2018).

1. Protocolos avaliados

1.1. Persistência de resíduos

ET (etanol a 96%): Uma bolinha de algodão embebida com o etanol a 95% (Rinse-N-Dry; Vista Dental, Racine, WI, USA) foi vigorosamente friccionada, por 10 s, em toda a extensão da dentina previamente impregnada com o cimento endodôntico. Em seguida, uma bolinha de algodão seca foi friccionada sobre a mesma superfície, por 10s.

Os protocolos XI e AA foram similares ao ET, porém utilizando respectivamente o xilol (Synth, São Paulo, SP, BR) e o acetato de amila (Synth, São Paulo, SP, BR). O protocolo PC

(controle positivo) consistiu da limpeza apenas com a bolinha de algodão friccionada ativamente sobre a superfície dentinária, por 10 s. Em NC (controle negativo) nenhuma impregnação ou limpeza com formulações químicas foi realizada.

1.2.. Resistência de união

Os protocolos de remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi foram similares ao descrito na análise de persistência de resíduos. Entretanto, imediatamente após a limpeza da superfície dentinária, o espécime com resina composta (Z350; ESPE 3M, Sumaré São Paulo, BR) foi fixado na dentina com o sistema adesivo universal (Scotchbond Universal; 3M ESPE< St Louis, MA, USA), constituindo os grupos ET-SU (etanol a 95% e Scotchbond Universal), XI-SU (xilol e Scotchbond Unievrsl), AA-SU (acetato de amila e Scotchbond Univeersal), PO-SU (controle positivo e Scotchbond Universal) e NC-SU (controle negativo e Scotchbond Unievrsl).

Outros espécimes foram submetidos a similares procedimento ao descrito anteriormente. Entretanto, o sistema adesivo universal foi com composição química diferente (Ambar Universal; Joinville, SC, BR). Em todos os protocolos, os sistemas adesivos foram aplicados ativamente, por 20s, com um microaplicador descartável (Cavibrush; FGM, Joinville, SC, BR), uniformizados por discretos jatos de ar por 5s e submetidos a fotoativação por 20s (Valo; Ultradent, South Jordan, UT, USA).

2. Avaliação dos espécimes

A figura 1 demonstra o delineamento do estudo.

2.1. Avaliação da persistência de resíduos

Cinquenta espécimes de dentina (5mm x 5mm x 3mm) foram obtidos do terço médio da coroa de dentes bovinos com máquina de corte de tecidos duros (Isomet; Buehler, Lake Bluff, IL), sob refrigeração à água. Em seguida, foram ndividualmente imersos em 1mL de hipoclorito de sódio a 2,5% (Rioquímica, São José do Rio Preto, SP, Brasil), por 15 minutos, e depois em 1mL de EDTA a 17% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil), por 3 minutos. O hipoclorito de sódio a 2,5% foi novamente utilizado como solução de irrigação final e os espécimes foram secos em papel absorvente. Dez espécimes foram separados aleatoriamente servindo como controle negativo (NC).Nos demais espécimes, o cimento à base de resina epóxi (Sealer Plus; MK Life, Porto Alegre, RS, BR), na proporção de 1:1 da pasta base e catalisadora (sistema automix), foi homogeneamente distribuído sobre toda a superfície dentinária, com um microbrush (KG Sorensen, São Paulo, SP, BR). O cimento foi mantido sobre a superfície dentinária por 15 minutos. Após esse o tempo, os espécimes foram aleatoriamente divididos

em quatro grupos ($n = 10$), de acordo com a protocolo de remoção de resíduos, conforme descrito anteriormente.

Para a remoção dos resíduos do cimento endodôntico da superfície dentinária com os protocolos de remoção (etanol, xilol ou acetato de amila), uma bolinha de algodão foi embebida com uma das substâncias e friccionada por 10 s sobre a dentina até que visualmente todo o cimento endodôntico tivesse sido removido. Após a limpeza, uma bolinha de algodão seco foi novamente friccionada por 5min no local.

Na sequência, os fragmentos de dentina foram secos à temperatura ambiente durante 7 dias e desidratados em câmara fechada, com gel de sílica durante 24 h. Todas as amostras foram montadas em stubs metálicos e em seguida, analisada por microscopia eletrônica de varredura (JEOL 6060; JEOL Ltda, Tokyo, Japan) operating em 20 kV. Quatro diferentes campos foram avaliados em cada espécime e uma imagem representativa do perfil demonstrado no espécime foi obtida, na magnificação de 500X. A obtenção das imagens foi realizada por um único operador. As análises e a persistência de resíduos foram realizadas de acordo com os parâmetros descritos por Kuga et al.⁴(2013).

2.2.Avaliação da resistência de união

Cem coroas de incisivos bovinos foram cortadas no sentido méso-distal, obtendo um espécime de 10mm de extensão por 5 mm de largura, na máquina de corte de tecidos duros (Isomet 100; Buehler, Lake Bluff, IL). A superfície vestibular dos fragmentos foi desgastada em politriz (DP-10; Panambra, Struers, Ballerup, DI), utilizando lixas de carbeto de silício de granulação #180, a fim de obter a exposição e planificação da dentina da coroa dental.

A superfície exposta da dentina foi lixada com lixas de granulação #320 e #600 (Norton, Lorena, SP, BR), ambas por 20 s cada uma. Após o preparo, cada um dos espécimes foi incluído com a face vestibular voltada para uma placa de cera, ajustada em uma matriz cilíndrica plástica (16,5 mm x 25,0 mm). Após a polimerização da resina acrílica, os espécimes foram aleatoriamente distribuídos em 10 grupos ($n=10$), como descrito no item 1.2.

Após a realização dos protocolos de tratamento, em cada um dos espécimes foram preparados sobre a superfície vestibular exposta quatro corpos de prova, sendo dois na mesial e dois na distal de cada espécime, que foram fixados de acordo com o sistema adesivo selecionado. Para tanto, foi utilizada uma matriz transparente de tygon (Tygon tubing, R-3603; Saint-Gobain Performance Plastics, Maime Lakes, FL, EUA) com diâmetro interno de 0,7 mm e 1,0mm de altura para preenchimento com resina composta (Filtek Z-350; 3M, Sumaré, SP, BR).

Após a confecção dos corpos de prova, os espécimes foram armazenados em ambiente úmido e o teste de microcisalhamento realizado 24h após. Todos os espécimes foram posicionados no interior de uma matriz metálica, de tal forma que os cilindros de resina composta ficaram alinhados perpendicularmente a célula de carga 500 kgf.

Um fio metálico ortodôntico (0,2 mm diâmetro) foi enlaçado na base de cada cilindro resinoso e todos os cilindros de cada espécime foram submetidos à carga, com velocidade perpendicular de 0,5 mm/ min, em uma máquina de ensaio eletromecânico EMIC DL2000 (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil) até o momento da ruptura. A resistência de união foi obtida a partir da divisão da força máxima registrada durante o ensaio (N) pela área de união (mm²), expressa em MPa. Para cada um dos espécimes foi obtida a média aritmética apresentada pelos quatro corpos de prova.

O padrão de falha adesiva ocorrido nos espécimes foi classificado, por meio de visualização em microscópio óptico (Alliance, São Carlos, SP < BR), em: adesiva, quando a falha ocorreu entre a dentina e o sistema adesivo; coesiva, quando a falha ocorreu entre a resina e o sistema adesivo e mista, quando houve a ocorrência de ambas as falhas de adesão.

Análise estatística

Os dados obtidos na análise da persistência de resíduos e resistência de união foram analisados pelo teste de Kruskal Wallis e Dunn ($P = 0,05$) e, após constatada a homocidasticidade pelo testes de Shapiro-Wilk, os dados da resistência de união foram avaliados pelo teste de ANOVA two-way e Tukey ($P = 0,05$).

Resultados

Avaliação da persistência de resíduos

ET demonstrou maior persistência de resíduos que AA e XI ($P < 0.05$). A superfície dentinária apresentou recoberta por uma *smear layer* em algumas áreas pontuais e frequentemente foi observado esferas de material amorfo, com característica compatível com resina aglutinada, inclusive obstruindo diversas embocaduras dos túbulos dentinários, conforme demonstrado na figura 2C.

AA e XI demonstraram similar persistência de resíduos ($P > 0.05$). Esporadicamente após o uso destes protocolos foi observado material amorfo aglutinado, similar ao observado em ET, porém em menor intensidade e frequência. Os túbulos dentinários praticamente apresentaram abertos na maior extensão da superfície dentinária. Nas imagens microscópicas do AA frequentemente foi observado uma superfície dentinária irregular, conforme demonstrado na figura 2E.

PC demonstrou a maior persistência de resíduos sobre a superfície dentinária ($P < 0.05$), com severa presença de *smear layer* recobrindo toda a sua extensão, conforme demonstrado na figura 2B. NC, utilizado como controle negativo, não demonstrou resíduos sobre a dentina (figura 2A).

A tabela 1 demonstra a mediana, valor máximo e mínimo, primeiro e terceiro quartil dos escores atribuídos à persistência de resíduos, em função dos protocolos de limpeza utilizados na superfície dentinária. As figuras 2A, 2B, 2C, 2D e 2E demonstram imagens representativas da superfície dentinária, respectivamente: (NC), controle negativo; (PC), controle positivo; (ET), protocolo com etanol a 95%; (XI), protocolo como xilol e (AA), acetato de amila.

Análise da resistência de união

OS valores de resistência de união dos sistemas adesivos avaliados (Scotchbond Universal e Ambar Universal) foram similares entre si, independentemente do protocolo de limpeza com as substâncias químicas ET, XI ou AA ($P > 0.05$). PC-SU e PC-AU demonstraram valores de resistência de união similares entre si ($P > 0.05$) e inferiores aos dos demais grupos ($P < 0.05$). NC-SU demonstrou o maior valor de resistência de união entre os grupos avaliados ($P < 0.05$), seguido pelo valor demonstrado por NC-SU que foi diferente dos demonstrados nos protocolos de remoção de resíduos ($P < 0.05$).

A fratura adesiva foi a mais frequente em PC-SU e PC-AU. A fratura mista e adesiva foram as mais frequentes nos espécimes em que foi realizada a remoção de resíduos com o ET, XI e AA, independentemente do sistema adesivo utilizado.

Discussão

Os protocolos com o xilol ou acetato de amila proporcionaram menor incidência de resíduos do cimento à base de resina epóxi (Sealer Plus) que o etanol a 95%. Entretanto, independentemente do sistema adesivo universal ou do protocolo de limpeza, os valores de resistência de união foram similares entre si, mas menores que o demonstrado se nenhum protocolo foi utilizado na dentina. Portanto, a hipótese nula foi rejeitada.

A longevidade das restaurações estética é uma preocupação da Odontologia restauradora atual, visando preservar a estrutura dental com ações minimamente invasivas⁷. A desintegração da interface adesiva compromete esta longevidade, não raras às vezes tendo a necessidade de reintervenção e comprometendo ainda mais a integridade do esmalte e/ou dentina da coroa dental¹⁶. Os resíduos do cimento endodôntico podem interferir negativamente

sobre esta interface de adesão, seja mecanicamente e/ou quimicamente sobre o mecanismo de adesão dos sistemas adesivos^{6,17}.

Diversos métodos são propostos para avaliar a persistência de resíduos do cimento endodôntico na superfície dentinária após a obturação dos canais radiculares, mas as análises por meio de microscopia eletrônica de varredura, mensurando a incidência de *debris* e *smear layer* e quantificando a presença de abertura de túbulos dentinário abertos, complementado por testes mecânicos, com o propósito de quantificar a magnitude dos efeitos destes achados sobre a interface adesiva são recursos consagrados e que predizem as possíveis interferências sobre a tão almejada longevidade das restaurações estéticas^{1,3,4,6,17,18}.

Os solventes e solutos são classificados em polar ou apolar, de acordo com a sua configuração molecular^{3,4}. Há o clássico conceito de que “solvente polar é eficiente sobre soluto polar e apolar é eficiente sobre apolar”, ou seja, uma vez que o processo de solubilização compreende na quantidade que um soluto é solubilizado em um solvente, o agente de remoção dos resíduos e o cimento endodôntico deverão preferencialmente ter a mesma polaridade^{3,4}.

O etanol a 95% é uma formulação química polar, ainda que possua em sua molécula uma fração apolar ($\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_2-$). Portanto, a capacidade do etanol em remover efetivamente os resíduos do cimento endodôntico (Sealer Plus) é prejudicada devido a resina epóxi ser um composto apolar^{3,4}. Isto faz com que após o uso deste protocolo, há a permanência de resíduos sobre a superfície dentinária, conforme observado no presente estudo e ilustrado na figura 2C.

Como o etanol é uma solução volátil, rotineiramente é comercializado sob a forma hidratada⁴. Com isto a solução se torna menos volátil, mas em contrapartida mais hidrófobo, contribuindo ainda para reduzir a solubilidade de compostos apolares, tais como o cimento endodôntico. Portanto, as principais causas da persistência de resíduos do cimento contendo resina epóxi após o uso do protocolo com etanol são devido às diferenças de polaridade e às propriedades hidrófobas do solvente^{3,4,19}.

O xilol e o acetato de amila são compostos apolares e possuem satisfatória ação solvente dos cimentos resinosos^{4,5,8,17}. Como consequência desta propriedade, as melhores ações de remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi (Sealer Plus) foram exatamente com estas soluções, reafirmando o conceito de polaridade entre os compostos, conforme demonstrado nas figuras 2D e 2E^{3,4,6}.

As condições do substrato dentinário e a formulação química dos sistemas adesivos são fatores que influenciam no mecanismo de adesão dos materiais restauradores estéticos.¹⁶ O sistema adesivo Universal, utilizados na estratégia self-etching, é interessante para ser utilizado na dentina tratada endodonticamente, pois evita o passo de aplicar o ácido e manter a dentina

úmida, que são fatores que propiciam a difusão dos resíduos do cimento sobre a superfície dentinária⁸.

O mecanismo de adesão destes sistemas adesivos estão relacionados com a presença de monômeros ácidos dissolvidos em água e solventes orgânicos, que infiltram na smear layer e interagem com a hidroxiapatita, originando uma camada híbrida com resíduos da própria smear layer e componentes inorgânicos²⁰. Uma vez que a smear layer formada sobre a dentina da câmara pulpar após o tratamento endodôntico é química e estruturalmente diferente das formadas após o preparo químico e mecânico dos canais radiculares, a difusão dos monômeros ácidos dos sistemas adesivos possivelmente ficaram prejudicadas, favorecendo para a similaridade dos valores de resistência de união dos sistemas adesivos Scotchbond Universal e Ambar Universal, conforme e a dentina, independentemente do protocolo de remoção de resíduos do cimento endodôntico^{21,22}.

Esta hipótese pode ser confirmada devido ao fato de que nos protocolos aonde foi realizada apenas a remoção mecânica do cimento endodôntico (NC), os valores de resistência de união (em MPa) foram significativamente menores que os demais protocolos, independentemente do sistema adesivo utilizado. Em adição, o inverso também ocorreu, pois nos espécimes em que não foi realizada impregnação da dentina (NC), os valores de resistência foram os maiores da análise, conforme os valores demonstrados na tabela 2. Portanto, o tipo de smear layer formada pode interferir negativamente sobre a adesão dos sistemas adesivos^{6,17,23}.

O padrão de falha adesiva foi a mais frequente nos protocolos PC, independentemente do sistema adesivo, devido a intensa persistência de resíduos sobre a superfície dentinária, conforme demonstrado na figura 2B. A smear layer formada demonstrou uma camada amorfa recobrando a dentina intertubular e praticamente obstruindo todas as aberturas dos túbulos dentinária, compatível com imagens de resíduos do cimento endodôntico^{4,8,24,25}.

Nos protocolos ET, XI e AA, independentemente do sistema adesivo (SU ou AU), ocorreu um equilíbrio na incidência do padrão de falha adesiva, sendo a falha adesiva e a mista as mais frequentes¹⁴. Ainda que a persistência de resíduos tenha sido maior após o uso do etanol a 95%, tanto o padrão de falha de adesão como os valores de resistência de união foram similares aos demais protocolos.

Por outro lado, quando os sistemas adesivos foram aplicados diretamente sobre a dentina sem nenhuma impregnação prévia, o SU demonstrou o maior valor de resistência de união, ainda que o padrão de falha de adesão tenha sido similar ao do AU. De acordo com o fabricante, SU apresenta em sua composição química alguns compostos, tais como o silano e o

copolímero de ácido acrílico e itacônico (copolímero do Vitrebond™), que melhoram o grau de umidade da dentina no momento da aplicação do sistema adesivo, e permite uma maior penetrabilidade nas fibras colágenas^{26,27}.

Em contrapartida, o sistema adesivo AU apresenta em sua composição química o MDP (10-metacriloiloxidecidil dihidrogênio fosfato, monômeros metacrílicos, fotoiniciadores, nanopartículas de sílica, etanol e água^{14,15}. As diferenças entre as composições químicas de SU e AU exerceram efeitos sobre a resistência de união nas situações em que a dentina não foi previamente impregnada com o cimento endodôntico.

O presente estudo esclareceu as dúvidas sobre qual sistema adesivo está recomendado após a limpeza da câmara pulpar e se existe alguma correlação com o tipo de protocolo de remoção de resíduos do cimento contendo resina epóxi, em uma situação em que necessitamos realizar a restauração estética imediatamente após a obturação dos canais radiculares⁷. Entretanto, como neste estudo as avaliações foram realizadas em nível laboratorial, as limitações referentes a ciclagem térmica e envelhecimento da amostra foram desconsiderados, há a necessidade de estudos futuros, tanto laboratorial como clínico, para complementar os resultados demonstrados²⁸.

Conclusões

O protocolo de remoção de resíduos contendo o xilol ou acetato de amila são mais eficientes que o etanol a 95% para a remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi da superfície dentinária, mas os valores de resistência de união proporcionados pelos sistemas adesivos (SU ou AU) são similares entre si.

Referências

1. Plotino G, Buono L, Grande N, Pameijer CH, Somma F. Non vital bleaching: A review of the literature and clinical procedures. *J Endod.* 2008;34(4):394-407.
2. Davis MC, Walton RE, Rivera EM. Sealer distribution in coronal dentin. *J Endod.* 2002;28(6):464-6.
3. Roberts S, Kim JR, Gu LS, Kim YK, Mitchell QM, Pashley DH, Tay FR. 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.
4. Kuga MC, Faria G, Rossi MA, do Carmo Monteiro JC, Bonetti-Filho I, Berbert FL et al. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Scanning* 2013;35(1):17-21.

5. Kuga MC, Só MVR, De Faria-júnior NB, Keine KC, Faria G, Fabricio S, et al. Persistence of resinous cement residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Microsc. Res. Tech.* 2012;75: 982-5.
6. Gonçalves Galoza MO, Fagundes Jordão-Basso KC, Escalante-Otárola WG, Victorino KR, Rached Dantas AA, Kuga MC. Effect of cleaning protocols on bond strength of etch-and-rinse adhesive system to dentin. *J Conserv Dent.* 2018;21(6): 602-6.
7. Bandeca MC, Kuga MC, Diniz AC, Jordão-Basso KC, Tonetto MR. Effects of the Residues from the Endodontic Sealers on the Longevity of Esthetic Restorations. *J Contemp Dent Pract.* 2016;17(8):615-7.
8. Jordão-Basso KC, Kuga MC, Bandéca MC, Duarte MA, Guiotti FA. Effect of the time-point of acid etching on the persistence of sealer residues after using different dental cleaning protocols. *Braz Oral Res.* 2016;30(1):e133.
9. Jardine AP, Rosa RA, Santini MF, Wagner M, Só MV, Kuga MC, et al. The effect of final irrigation on the penetrability of an epoxy resin-based sealer into dentinal tubules: a confocal microscopy study. *Clin Oral Investig.* 2016;20(1):117-23.
10. Kuga MC, Faria G, Só MV, Keine KC, Santos AD, Duarte MAH, et al. The impact of the addition of iodoform on the physicochemical properties of an epoxy-based endodontic sealer. *J Appl Oral Sci.* 2014;22(2):125-30.
11. Sofan E, Sofan A, Palaia G, Tenore G, Romeo U, Migliau G. Classification review of dental adhesive systems: from the IV generation to the universal type. *Ann Stomatol (Roma).* 2017;8(1):1-17.
12. Rocha AC, Da Rosa W, Cocco AR, Da Silva AF, Piva E, Lund RG. Influence of surface treatment on composite adhesion in noncarious cervical lesions: systematic review and meta-analysis. *Oper Dent.* 2018;43(5):508-19.
13. Caldas IP, Alves GG, Barbosa IB, Scelza P, de Noronha F, Scelza MZ. In vitro cytotoxicity of dental adhesives: A systematic review. *Dent Mater.* 2019;35(2):195-205.
14. Cardoso GC, Nakanishi L, Isolan CP, Jardim PDS, Moraes RR. Bond stability of universal adhesives applied to dentin using etch-and-rinse or self-etch strategies. *Braz Dent J.* 2019;30(5):467-75.
15. Siqueira FSF, Cardenas AM, Ocampo JB, Hass V, Bandeca MC, Gomes JC, et al. Bonding Performance of Universal Adhesives to Eroded Dentin. *J Adhes Dent.* 2018;20(2):121-32.
16. Demarco FF, Collares K, Correa MB, Cenci MS, Moraes RR, Opdam NJ. Should my composite restorations last forever? Why are they failing? *Braz Oral Res.* 2017;31(1):e56.

17. Morais JMP, Victorino KR, Escalante-Otárola WG, Jordão-Basso KCF, Palma-Dibb RG, Kuga MC. Effect of the calcium silicate-based sealer removal protocols and time-point of acid etching on the dentin adhesive interface. *Microsc Res Tech*. 2018;81(8):914-20.
18. Escalante-Otárola WG, Castro-Núñez GM, Jordão-Basso KCF, Guimarães BM, Palma-Dibb RG, Kuga MC. Evaluation of dentin desensitization protocols on the dentinal surface and their effects on the dentin bond interface. *J Dent*. 2018;75:98-104.
19. Demirci M, Tuncer S, Sancakli HS, Tekçe N, Baydemir C. Clinical performance of different solvent-based dentin adhesives with nanofill or nanohybrid composites in class III restorations: Five year results. *Oper Dent*. 2017;42(4):e111-e120.
20. Carrilho E, Cardoso M, Marques Ferreira M, Marto CM, Paula A, Coelho AS. 10-MDP based dental adhesives: adhesive interface characterization and adhesive stability-A systematic review. *Materials*. 2019; 12 (5):790.
21. Takamizawa T, Imai A, Hirokane E, Tsujimoto A, Barkmeier WW, Erickson RL, et al. SEM observation of novel characteristic of the dentin bond interfaces of universal adhesives. *Dent Mater*. 2019;35(12):1791-804.
22. Chaves P, Giannini M, Ambrosano GM. Influence of smear layer pretreatments on bond strength to dentin. *J Adhes Dent*. 2002;4(3):191-6.
23. Chowdhury AFMA, Islam R, Alam A, Matsumoto M, Yamauti M, Carvalho RM, et al. Variable smear layer and adhesive application: The pursuit of clinical relevance in bond strength testing. *Int J Mol Sci*. 2019;20(21):5381.
24. Farina AP, de Oliveira E, Disarz A, de Moura AL, Durigon M, Souza MA, et al. Assessment of the ability of different cleaning protocols to remove eugenol-based endodontic sealer from the root dentin. *J Contemp Dent Pract*. 2019;20(6):657-63.
25. Kuga, MC, Só MVR, De Campos EA, Faria G, Keine KC, Dantas AAR, et al. Persistence of endodontic methacrylate-based cement residues on dentin adhesive surface treated with different chemical removal protocols. *Microsc Res Tech*. 2012;75:1432-6.
26. Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How "Universal" is adhesion? Shear bond strength of multi-mode adhesives to enamel and dentin. *J Adhes Dent*. 2019;21(1):87-95.
27. Zanatta RF, Silva TM, Esper M, Bresciani E, Gonçalves S, Caneppele T. Bonding performance of simplified adhesive systems in noncarious cervical lesions at 2-year follow-up: A Double-blind randomized clinical trial. *Oper Dent*. 2019;44(5):476-87.

28. Oz FD, Ergin E, Canatan S. Twenty-four-month clinical performance of different universal adhesives in etch-and-rinse, selective etching and self-etch application modes in NCCL - a randomized controlled clinical trial. J Appl Oral Sci. 2019;27:e20180358.

Tabelas

Tabela 1. Mediana, valores máximo e mínimo e primeiro e terceiro quartil dos escores atribuídos à persistência de resíduos na superfície dentinária (em MEV), após o uso dos protocolos de limpeza.

	NC	PC	ET	XI	AA
mediana	0 ^a	4 ^d	2.5 ^c	1 ^b	1 ^b
max - min	0 - 0	4 - 4	3 - 2	2 - 1	2 - 1
1Q - 2 Q	0 - 0	4 - 4	2 - 3	1 - 1	1 - 1

^{a,b,c} Diferentes letras indicam diferença significativa ($P < 0,05$). NC, controle negativo; PC, controle positivo; ET, protocolo com o etanol a 95%; XI, protocolo com o xilol; e AA, protocolo com o acetato de amila. 1Q e 3Q (primeiro e terceiro quartil). mx: valor máximo e min: valor mínimo.

Tabela 2. Valores da média aritmética e desvio (em MPa) da resistência de união dos protocolos de remoção de resíduos e controle obtidos através do teste de microcisalhamento.

	SU					AU				
	NC	PC	ET	XI	AA	NC	PC	ET	XI	AA
media	15.01 ^a	3.01 ^d	7.08 ^c	8.14 ^c	8.68 ^c	11.01 ^b	2.99 ^d	6.96 ^c	7.99 ^c	8.01 ^c
sd	2.08	1.48	2.09	2.11	1.96	1.32	1.72	1.46	2.04	2.09

^{a,b,c,d} Diferentes letras indicam diferença significativa ($P < 0,05$). SU, Scotchbond Universal; AU, Ambar Universal, NC, controle negativo; PC, controle positivo; ET, protocolo com o etanol a 95%; XI, protocolo com o xilol; e AA, protocolo com o acetato de amila. 1Q e 3Q (primeiro e terceiro quartil). mx: valor máximo e min: valor mínimo, SD, desvio padrão.

Legendas das Figuras

Figura 1. Esquema de distribuição dos experimentos realizados e distribuição dos grupos avaliados.

Figura 2A. Imagem representativa de (NC), controle negativo

Figura 2B. Imagem representativa de (PC), controle positivo.

Figura 2C. Imagem representativa de (ET), protocolo com etanol a 95%.

Figura 2D. Imagem representativa de (XI), protocolo com xilol.

Figura 2E. Imagem representativa de (AA), protocolo com acetato de amila.

Figura 3. Distribuição da frequência do tipo de padrão de falha de adesão, em função dos protocolos de remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi.

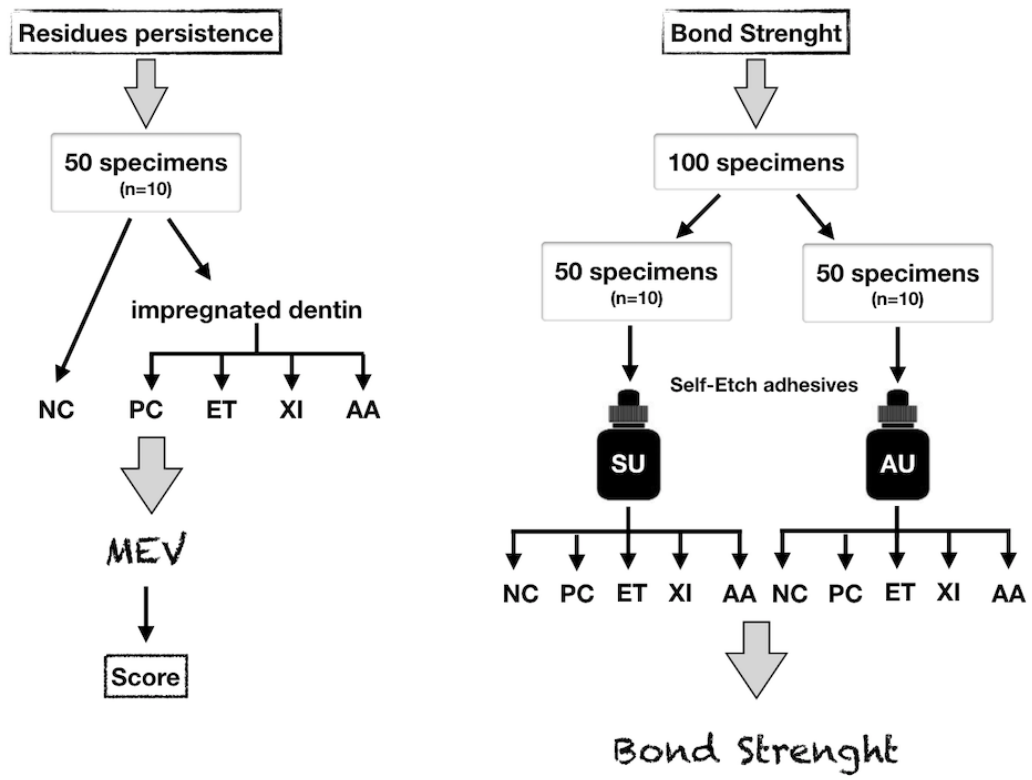


Figura 1

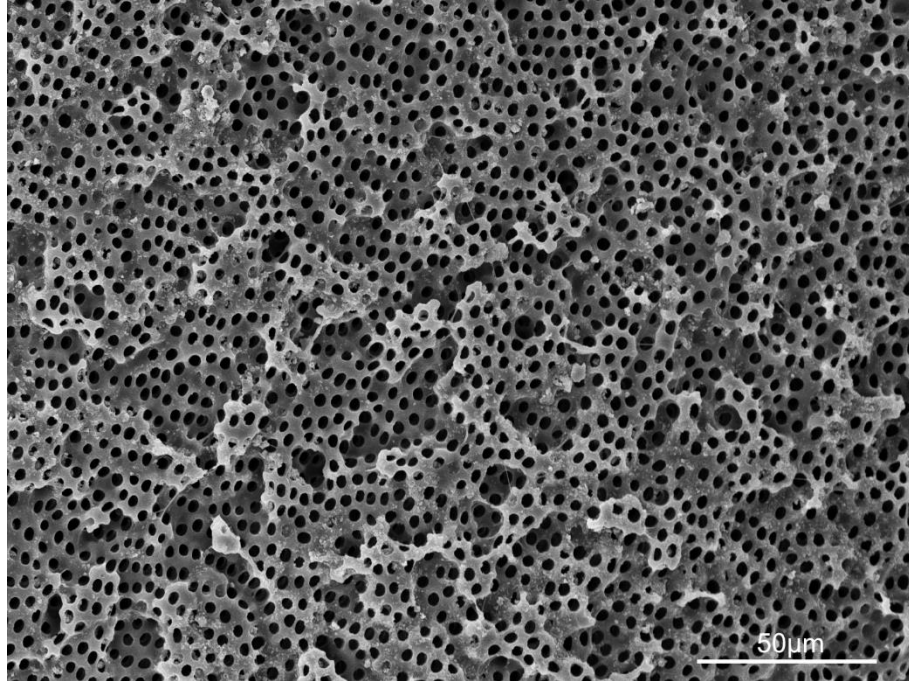


Figura 2A

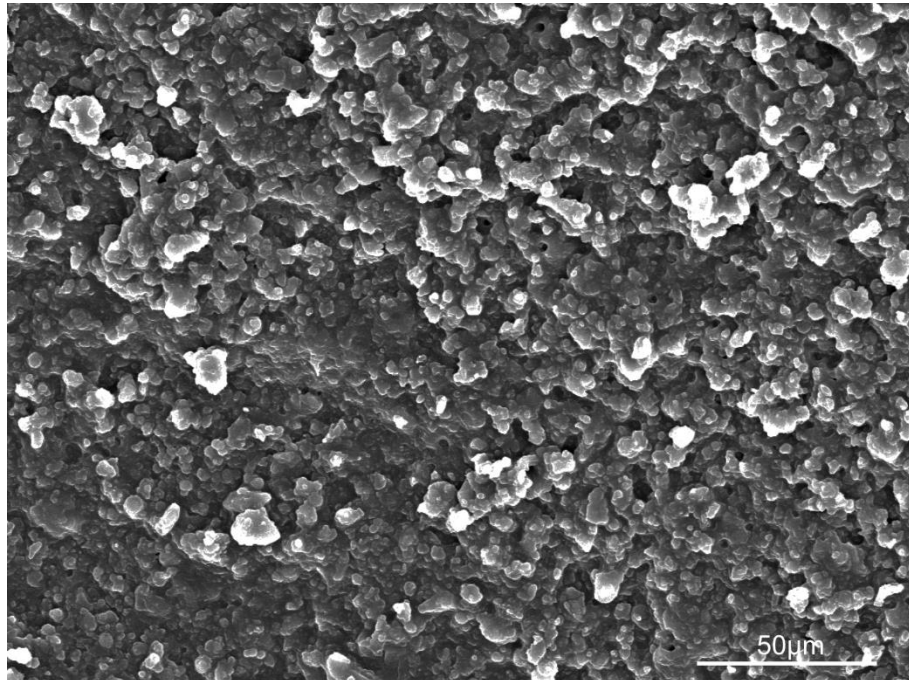


Figura 2B

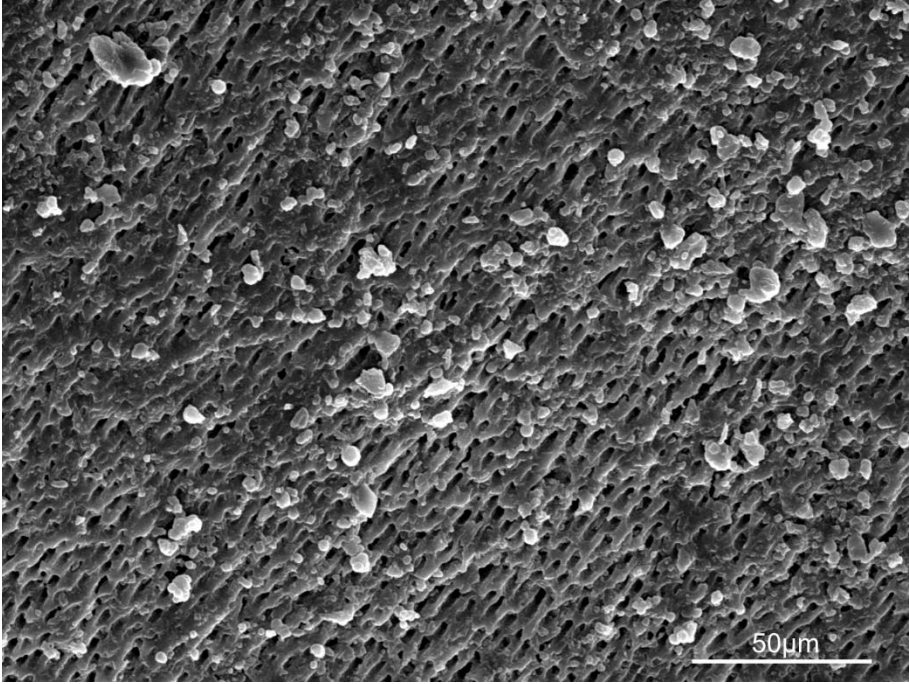


Figura 2C

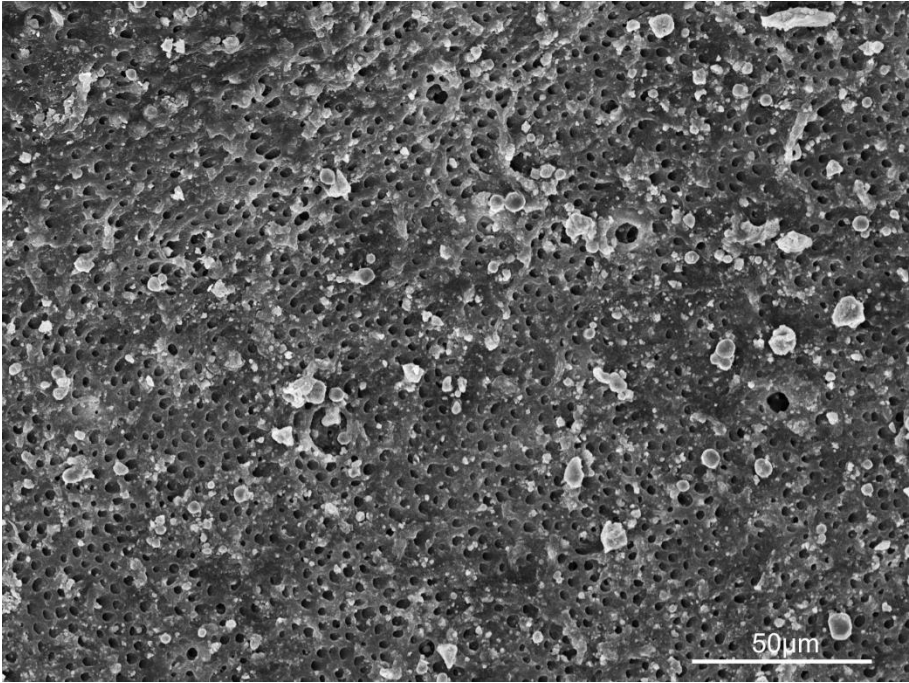


Figura 2D

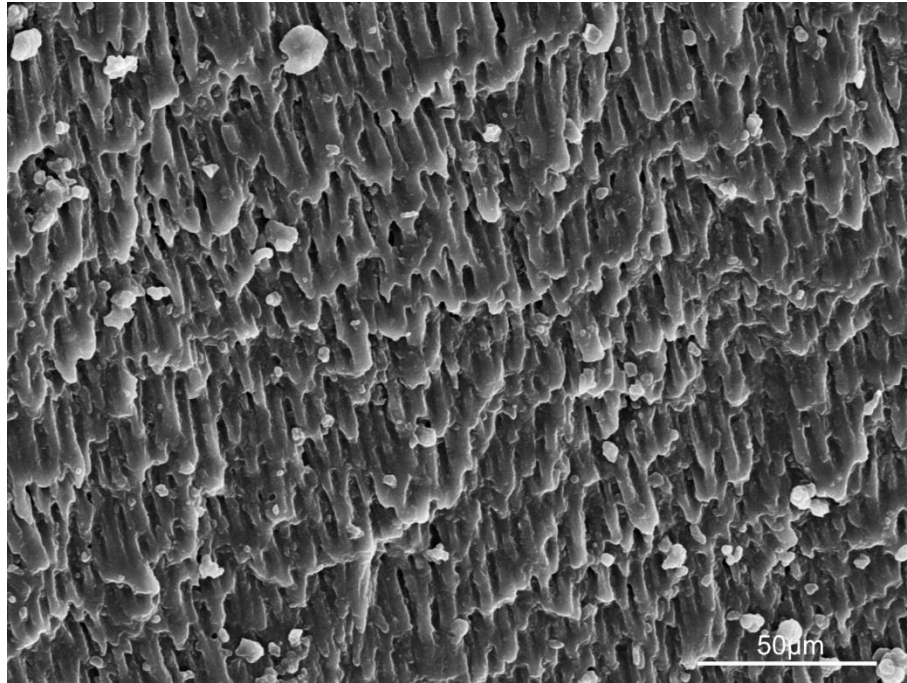


Figura 2E

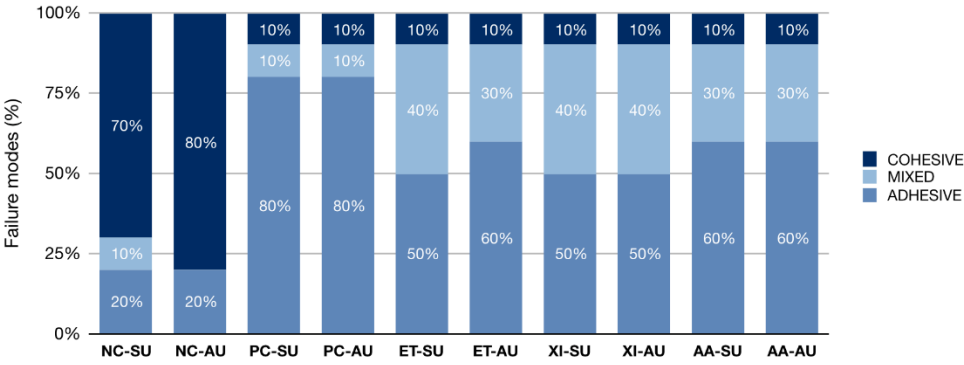


Figura 3

4 DISCUSSÃO

Os resíduos de cimento endodôntico, à base de resina epóxi, não são completamente removidos pela simples ação mecânica utilizando uma bola de algodão seca e/ou embebida com etanol. O protocolo mais eficaz, foi a substância experimental 4, AA-AC-ET, na proporção 1:1:1.

O processo de solubilização é a interação entre o composto químico que será solubilizado, o soluto, e a substância química que o dissolve, o solvente. As substâncias que serão dissolvidas devem ser compatíveis com os respectivos solventes^{11,12,13}, uma vez que solventes apolares tem capacidade de dissolver substâncias apolares, sendo o inverso também verdadeiro. Para que ocorra o processo de solubilização, as forças de atração entre as moléculas do soluto e as moléculas do solvente, devem ser suficientemente intensas para compensar o rompimento das forças de atração molecular.^{11,12,13}

Para a longevidade das restaurações em dentes tratados endodonticamente, é imprescindível o entendimento das ações das substâncias utilizadas¹⁴, desde hipoclorito de sódio a 2,5%, como os agentes removedores de resíduos de cimentos endodônticos. O hipoclorito de sódio a 2,5% tem a capacidade de dissolver matéria orgânica, podendo promover injúria ao substrato dentinário. Os solventes utilizados na remoção dos resíduos, podem interferir negativamente na formação da camada híbrida. As soluções acetato de amila e xilol, são compostos químicos apolares e apresentam boas propriedades para limpeza da câmara pulpar após o tratamento endodôntico. Entretanto, segundo as análises em microscopia eletrônica de varredura, foi possível observar que essas substâncias tem um potencial de causar injúrias ao substrato dentinário.

O etanol na concentração de 95%, não demonstrou eficácia na remoção de resíduos, uma vez que nas imagens observados em microscopia, segundo o escore de sujidade descrito por Kuga et al.³ (2013), foi definido em grau 4, demonstrando grande quantidade de resíduos, cujas aberturas dos túbulos dentinários estavam praticamente ou totalmente obstruídas. Baseado em nossos achados, pode-se considerar grande chance de falhas adesivas.

O protocolo com a acetona proporcionou resultados satisfatórios para a remoção de resíduos, além de proporcionar redução da microdureza dentinária, porém, em menor magnitude em relação ao acetato de amila.

As condições do substrato dentinário logo após os tratamentos químicos para remoção dos resíduos podem interferir negativamente na adesão, portanto, uma estratégia para minimizar a ação do condicionamento ácido prévio, seria a utilização de adesivo autocondicionante, como por exemplo, o universal.

Uma alternativa para que essas injúrias sejam minimizadas seria a associação das três substâncias, AA-AC-ET, na proporção 1:1:1. Podemos observar que, nessa concentração, foi proporcionada a melhor remoção de resíduos, sem comprometer a integridade dos túbulos dentinários, favorecendo ao substrato melhores condições para o processo de adesão futura.

5 CONCLUSÃO

Dentro das limitações e fundamentados nas avaliações realizadas no presente estudo, os autores concluem que o protocolo com a formulação química contendo acetato de amila, acetona e etanol a 95%, na proporção de 1:1:1, é o mais eficaz para a remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi e com menores efeitos deletérios sobre a dentina da câmara pulpar.

O protocolo de remoção de resíduos contendo o xilol ou acetato de amila são mais eficientes que o etanol a 95% para a remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi da superfície dentinária, mas os valores de resistência de união proporcionados pelos sistemas adesivos (SU ou AU) são similares entre si.

REFERÊNCIAS*

01. Bronzato JD, Cecchin D, Miyagaki DC, de Almeida JF, Ferraz CC. Effect of cleaning methods on bond strength of self-etching adhesive to dentin. *J Conserv Dent*. 2016; 19(1): 26-30.
02. Kuga MC, Só MV, De Faria-júnior NB, Keine KC, Faria G, Fabricio S et al. Persistence of resinous cement residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Microsc Res Tech*. 2012; 75(7):982-5.
03. Kuga MC, Faria G, Rossi MA, do Carmo Monteiro JC, Bonetti-Filho I, Berbert FL et al. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Scanning*. 2013; 35(1): 17-21.
04. Kuga MC, Só MV, De Campos EA, Faria G, Keine KC, Dantas AA et al. Persistence of endodontic methacrylate-based cement residues on dentin adhesive surface treated with different chemical removal protocols. *Microsc Res Tech*. 2012; 75(10):1432-6.
05. Jordão-Basso KC, Kuga MC, Bandéca MC, Duarte MA, Guiotti FA. Effect of the time-point of acid etching on the persistence of sealer residues after using different dental cleaning protocols. *Braz Oral Res*. 2016; 22;30(1):e133.
06. Bandeca MC, Kuga MC, Diniz AC, Jordão-Basso KC, Tonetto MR. Effects of the Residues from the Endodontic Sealers on the Longevity of Esthetic Restorations. *J Contemp Dent Pract*. 2016; 30(1) 17:615-7.
07. Kuga MC, Faria G, Só MV, Keine KC, Santos AD, Duarte MA et al. The impact of the addition of iodoform on the physicochemical properties of an epoxy-based endodontic sealer. *J Appl Oral Sci* 2014; 22:125-30.
08. 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.
09. Galoza MOG, Jordão-Basso KCJ, Escalante-Otárola WG, a Victorino KR, Dantas AAR, Kuga MC. Effect of cleaning protocols on bond strength of etch-and-rinse adhesive system. *J Cons Dent* 2018; 21(6):602-606.

* 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>.

10. Arslan H, Ayrancı LB, Karatas E, Topçuoğlu HS, Yavuz MS, Kesim B. Effect of agitation of EDTA with 808-nanometer diode laser on removal of smear layer. *J Endod* 2013; 39(12):1589-92.
11. S. Roberts, J.R. Kim, L.S. Gu, Y.K. Kim, Q.M. Mitchell, D.H. Pashley, F.R. Tay. The efficacy of different sealer removal protocols on bonding of self-etching adhesives to AH plus-contaminated dentin. *J Endod*. 2009; 35(4) 563-567.
12. M.C. Kuga MC, G. Faria, M.A. Rossi, J.C. do Carmo Monteiro, I. Bonetti-Filho, F.L. Berbert, K.C. Keine, M.V. Só. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Scanning*. 2013; 35(1):17-21.
13. A.R, Katritzky, M. Kuanar, S. Slavov, C.D. Hall, M. Karelson, I. Kahn, D.A. Dobchev. Quantitative correlation of physical and chemical properties with chemical structure: utility for prediction. *Chem Rev*.2010; 110(10):5714-89.
14. Bandeca MC, Kuga MC, Diniz AC, Jordão-Basso KC, Tonetto MR. Effects of the Residues from the Endodontic Sealers on the Longevity of Esthetic Restorations. *J Contemp Dent Pract* 2016; 17(8):615-617.
15. Martos J, Gastal MT, Sommer L, Lund RG, Del Pino FA, Osinaga PW. Dissolving efficacy of organic solvents on root canal sealers. *Clin Oral Investig*. 2006; 10(1):50-4.

ANEXO A – CERTIFICADO DO COMITÊ DE ÉTICA



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de Araraquara
FACULDADE DE ODONTOLOGIA



CERTIFICADO

Certificamos que a proposta intitulada ***“EFEITOS DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE REMOÇÃO DE RESÍDUOS DE CIMENTO ENDODÔNTICO CONTENDO RESINA EPÓXI SOBRE A INTERFACE ADESIVA ENTRE A DENTINA DA CÂMARA PULPAR E O SISTEMA ADESIVO AUTOCONDICIONANTE”***, registrada com o nº 39/2018, sob a responsabilidade do(a) **Prof(a). Dr(a). Milton Carlos Kuga** – que envolve a produção, manutenção ou utilização de animais pertencentes ao filo Chordata, subfilo Vertebrata (exceto humanos), para fins de pesquisa científica – encontra-se de acordo com os preceitos da Lei nº 11.794, de 8 de outubro de 2008, do Decreto nº 6.899, de 15 de julho de 2009, e com as normas editadas pelo Conselho Nacional de Controle da Experimentação Animal (CONCEA), e foi aprovado pela **COMISSÃO DE ÉTICA NO USO DE ANIMAIS (CEUA) DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA** em reunião de 21/02/2019.

Finalidade	() Ensino (X) Pesquisa Científica
Vigência do Projeto	Agosto/2020
Espécie/linhagem	Gado
Nº de animais	90 dentes bovinos
Peso/Idade	-
Sexo	-
Origem	Délbio Ximenes Verdan

Carina A. F. Andrade

Profa. Dra. CARINA APARECIDA FABRÍCIO DE ANDRADE
Coordenadora da CEUA

Comissão de Ética no Uso de Animais - CEUA
Rua Humaitá nº 1.680 – Centro – CEP 14801-903 – Caixa Postal nº 331 - ARARAQUARA – SP
5º andar – fone (16) 3301-6459 / fax (16) 3301-6433 / e-mail: ceua@foar.unesp.br - home page: <http://www.foar.unesp.br>

Não autorizo a reprodução desse trabalho pelo período de 2 anos.

Araraquara, 16 de março de 2020

Vítor de Souza