



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



Paulo Fermino da Costa Neto

**Análise de diferentes materiais odontológicos utilizados na dentística
restauradora**

Araraquara

2023



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



Paulo Fermino da Costa Neto

Análise de diferentes materiais odontológicos utilizados na dentística restauradora

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

Orientador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

Araraquara

2023

C838a Costa Neto, Paulo Fermينو da
Análise de diferentes materiais odontológicos utilizados na
dentística restauradora / Paulo Fermينو da Costa Neto. --
Araraquara, 2023
51 p. : tabs.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp),
Faculdade de Odontologia, Araraquara
Orientador: José Roberto Cury Saad

1. Adesivos dentinários. 2. Solventes. 3. Resinas compostas.
4. Hidróxido de cálcio. I. Título.

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

Essa ficha não pode ser modificada.

Paulo Fermino da Costa Neto

Análise de diferentes materiais odontológicos utilizados na dentística restauradora

Comissão julgadora

Tese para obtenção do grau de Doutor em Ciências Odontológicas

Presidente e orientador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

2º Examinador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

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

4º Examinador: Prof. Dr. Aryvelto Miranda Silva

5º Examinador: Profa. Dra. Eliane Cristina Gulin de Oliveira

Araraquara, 21 de agosto de 2023.

DADOS CURRICULARES

Paulo Fermino da Costa Neto

NASCIMENTO: 26 de dezembro de 1991 - Brotas/SP

FILIAÇÃO: Lair Fatima Galhardi e Juca Fermino da Costa

2010-2014: Graduação em Odontologia

Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, UNESP, Brasil.

Título: Avaliação de efeitos citotóxicos em células de carcinoma espino-celular de boca à melaleuca alternifolia

Orientador: Prof. Dr. Cleverton Roberto de Andrade

2014-2014: Aperfeiçoamento em Cirurgia Buco-Maxilo Facial

Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia, FAEPO, Brasil

2015-2016: Aperfeiçoamento em Prótese Fixa: Estética com Ênfase em Restaurações Adesivas Indiretas

Associação Paulista de Cirurgiões Dentista, APCD, Brasil.

2015-2017: Especialização em Implantodontia

Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia, FAEPO, Brasil

Título: Avaliação histométrica do reparo ósseo em defeitos críticos em calotas de ratos induzidos por diferentes biomateriais osteocondutores

Orientador: Prof. Dr. Elcio Marcantonio Junior

2018-2020: Especialização em Dentística Estética integrada

Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, UNESP, Brasil

Título: Avaliação da qualidade de borda de facetas confeccionadas pelo sistema CAD/CAM em diversos materiais

Orientador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

2017-2019: Mestrado em Ciências Odontológicas – Área de concentração: Dentística Restauradora

Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, UNESP, Brasil

Título: Efeito de diferentes materiais e términos de preparo sobre a integridade marginal de coroas CAD/CAM

Orientador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus pais, Lair e Juca, por sempre me apoiarem em minhas escolhas. Agradeço por todo suporte e amor que vocês me deram e por terem abdicado de muita coisa para que eu pudesse chegar até aqui. Eu amo muito vocês.

Agradeço a minha namorada, Mariana, por todo amor e parceria. Agradeço por todo apoio e por acreditar tanto em mim, até mesmo quanto eu não conseguia acreditar. Eu te amo!

Agradeço a Marcia, Fued, Alexandra, Anésio e Regina, por terem me apoiado, me incentivado e sempre me tratado como um filho. Minha eterna gratidão e amor por vocês.

Agradeço a minha tia, Adriana, por sempre me tratar como um filho, por me dar um apoio incondicional e pelas horas e horas de conversas e conselhos. Todo carinho e amor por você.

Ao meu orientador, Prof. Dr. José Roberto Cury Saad, agradeço por sempre estar ao meu lado em todas as dificuldades, por ter me acolhido desde o Curso de Mestrado e não ter me deixado desamparado em nenhum momento nesses quase 8 anos de orientação. Agradeço principalmente por ser meu amigo, uma pessoa em que eu sei que sempre vou poder contar e que é recíproco.

Agradeço ao Prof. Dr. Milton Carlos Kuga, por toda ajuda durante esse curso de Doutorado, serei eternamente grato. Privilegiados são aqueles que tem a oportunidade de conviver aprender com você.

Por fim, agradeço a família Dentística UNESP/FAEPO, Prof. Edson Campos, Prof. Marcelo Ferrarezi, Profa. Maira, Prof. Vinicius Ibiapina, Prof. Rafael Manso e tantos outros que tive o prazer de fazer parte e conviver por 6 anos, foi uma honra poder trabalhar e aprender com vocês!!

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

Costa Neto PF. Análise de diferentes materiais odontológicos utilizados na dentística restauradora [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2023.

RESUMO

Objetivo: Avaliação de diferentes materiais restauradores utilizados na dentística restauradora sobre adesão a estrutura dentária, eficiência mecânica das técnicas e benefícios ao tratamento restaurador, com o objetivo de otimizar a prática clínica.

Materiais e Métodos: Foi utilizado protocolo de remoção dos resíduos (ETA ou XIL): SPL+ETA, SPL+XIL, S26+ETA e S26+XIL em 40 coroas bovinas (n=10) para avaliar a impregnação de cimento endodôntico. Foram realizados os testes de microcisalhamento e padrão de fratura. 40 dentes bovinos foram submetidos ao tratamento endodôntico e divididos nos grupos Segundo o material restaurador: CO - controle (Scotchbond Multi-Purpose + Filtek Z350XT); SF: Scotchbond Universal + Filtek Bulk Fill; SO - OptiBond All-in-one + SonicFill™; TT – Tetric N- Bond Universal + Tetric N-Ceram Bulk Fill. Sistemas adesivos universais foram usados na técnica autocondicionante. Os espécimes foram submetidos ao teste de resistência a fratura e foi classificado o tipo de falha. Em seguida, foi preparado 120 amostras dos forradores a base de hidróxido de cálcio (n=15): Hidrox-cal branco (HB), Hidrox-cal dentina (HD), Biocal (BC) e UltraBlend Plus (UB). As amostras dos grupos HB+A, HD+A, BC+A e UB+A foram submetidas à fotoativação. Os demais grupos HB+N, HD+N, BC+N e UB+N, foram somente inseridos em tubo de vidro com água deionizada. A mensuração do pH foi realizada 24h e 14 dias após a inclusão das amostras. A análise da liberação de cálcio foi feita com auxílio de um espectrofotômetro de absorção atômica no período de 24h e 14 dias. Os resultados dos experimentos foram submetidos ao teste de Shapiro-Wilk, seguido do teste de ANOVA e Tukey ($p=0,05$). **Resultados:** S26+ETA e S26+XIL demonstraram menores valores de RU em relação a SPL+XIL e S26+XIL ($p<0,05$). Não houve diferença entre SPL+ETA e S26+S26 ou SPL+XIL e S26+S26 ($p>0,05$). A resistência à fratura foi semelhante entre os dentes tratados endodonticamente e os dentes restaurados com resina composta ($p<0,05$). Os grupos que não foram fotopolimerizados demonstraram os maiores valores de pH ($p<0,05$) e maiores valores de liberação de cálcio em 24h e 14 dias ($p<0,05$). **Conclusão:** O xilol é o protocolo mais favorável para remoção de resíduos endodônticos da câmara pulpar. Resinas Bulk Fill podem ser utilizadas para restaurações em dentes endodonticamente tratados. A fotopolimerização de forradores a base de hidróxido de cálcio limita os efeitos benéficos de aumento do pH e liberação do íon cálcio.

Palavras-chave: Adesivos Dentinários. Solventes. Resinas compostas. Hidróxido de cálcio.

Costa Neto PF. Analysis of different dental materials used in restorative dentistry. [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2023.

ABSTRACT

Objective: Evaluation of different restorative materials used in restorative dentistry to optimize clinical practice, on adherence to tooth structure, mechanical efficiency of techniques and benefits to restorative treatment. **Materials and Methods:** Waste removal protocol (ETA or XIL): SPL+ETA, SPL+XIL, S26+ETA and S26+XIL in 40 bovine crowns (n=10) to evaluate the endodontic sealer impregnation. Microshear and fracture pattern tests were performed. 40 bovine teeth underwent endodontic treatment and were divided into groups according to the restorative material: CO - control (Scotchbond Multi-Purpose + Filtek Z350XT); SF: Scotchbond Universal + Filtek Bulk Fill; OS - OptiBond All-in-one + SonicFill™; TT – Tetric N-Bond Universal + Tetric N-Ceram Bulk Fill. Universal adhesive systems were used in the self-etching technique. The specimens were submitted to the fracture resistance test and the type of failure was classified. Then, 120 samples of calcium hydroxide-based liners (n=15) were prepared: Hidrox-cal white (HB), Hidrox-cal dentin (HD), Biocal (BC) and UltraBlend Plus (UB). Samples from groups HB+A, HD+A, BC+A and UB+A were submitted to photoactivation. The other groups HB+N, HD+N, BC+N and UB+N were only inserted into a glass tube with deionized water. The pH measurement was performed 24h and 14 days after the inclusion of the samples. The analysis of calcium release was performed using an atomic absorption spectrophotometer over a period of 24 hours and 14 days. The results of the experiments were submitted to the Shapiro-Wilk test, followed by the ANOVA and Tukey test (p=0.05). **Results:** S26+ETA and S26+XIL showed lower RU values compared to SPL+XIL and S26+XIL (p<0.05). There was no difference between SPL+ETA and S26+S26 or SPL+XIL and S26+S26 (p>0.05). Fracture strength was similar between endodontically treated teeth and teeth restored with composite resin (p<0.05). The groups that were not photopolymerized showed the highest pH values (p<0.05) and the highest values of calcium release at 24h and 14 days (p<0.05). **Conclusion:** Xylol is the most favorable protocol for removing endodontic residues from the pulp chamber. Bulk Fill resins can be used for restorations in endodontically treated teeth. The light curing of calcium hydroxide-based liners limits the beneficial effects of pH increase and calcium ion release.

Keywords: Dentin-Bonding Agents. Solvents. Composite resins. Calcium hydroxide.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	09
2 PROPOSIÇÃO.....	12
2.1 Publicação 1	12
2.2 Publicação 2	12
2.3 Publicação 3.....	12
3 PUBLICAÇÕES.....	13
3.1 Publicação 1	13
3.2 Publicação 2	26
3.3 Publicação 3.....	38
4 CONCLUSÃO	49
REFERÊNCIAS	50

1 INTRODUÇÃO

A evolução dos materiais restauradores diretos associado a odontologia adesiva trouxe uma nova perspectiva para a Odontologia¹. A utilização de sistemas adesivos universais e também o uso de resinas compostas do tipo bulk fill permitiram com que os procedimentos odontológicos fossem realizados de maneira eficiente, garantindo função, estética e menor tempo clínico^{1,2}.

Não somente a escolha adequada do material irá influenciar no sucesso do tratamento restaurador, a condição em que se encontra o elemento dental influenciará em grande parte do processo restaurador, uma vez que já é estabelecido que a quantidade de remanescente dental garante um melhor prognóstico ao tratamento^{3,4}, por isso a escolha do material restaurador deve ser feita de maneira cuidadosa e cautelosa.

A condição em que se encontra a estrutura dentária pode ser consequência de destruições extensas causadas por cárie, fraturas ou até mesmo pelo tratamento endodôntico³⁻⁶. Ao mesmo tempo que a abertura coronária pode levar ao enfraquecimento do remanescente em até 5%^{3,4}, se não houver um bom selamento realizado a partir de restaurações, o tratamento endodôntico também será afetado³.

A literatura mostra que restaurações de resina composta podem aumentar a resistência de dentes tratados endodonticamente¹. Porém, se esse substrato não estiver em condições favoráveis para receber o material restaurador, haverá falhas indesejáveis a curto prazo^{7,8}.

Após a obturação do canal radicular, sempre há persistência de resíduos provenientes do cimento endodôntico sobre a câmara pulpar^{9,10}. A não remoção correta desses resíduos implicará na falha do tratamento restaurador⁹. Sendo assim, diversas substâncias têm sido propostas para efetuar a limpeza da câmara pulpar após o término do tratamento restaurador, porém nenhuma tem mostrado ser um bom agente de limpeza para esse objetivo⁹⁻¹¹. Substâncias como álcool 95%, álcool isopropílico, acetona e até mesmo acetato de amila não demonstraram efeitos benéficos para remoção dos resíduos provenientes dos cimentos endodônticos sobre a câmara pulpar¹². Assim, novas substâncias precisam ser avaliadas.

O xilol é uma substância efetiva sobre a remoção de resíduos de cimentos endodônticos e também pode ser utilizado para limpeza de instrumentais que, por ocorrência, fiquem impregnados com cimentos à base de resina epóxi¹³. Porém, não

existem estudos que avaliem o seu efeito sobre a câmara pulpar e também se haverá influência sobre a adesão quando se utiliza adesivos universais.

Tendo como objetivo aumentar a praticidade clínica dos procedimentos restauradores, resinas do tipo bulk fill podem ser alternativas interessantes para esse fim, pois permitem ser utilizadas em um incremento único de 4 a 5mm¹⁴. Além disso, possuem baixa contração de polimerização^{9,10}, e por permitirem ser inseridas na cavidade em incrementos maiores, podem reduzir o risco de contaminação e *gaps* entre os incrementos, quando realizada a restauração na técnica incremental⁶.

Assim, o uso de resinas bulk fill podem ser alternativas viáveis e práticas nos consultórios. No entanto, poucos estudos são vistos associando a restauração com resinas do tipo bulk fill em dentes tratados endodonticamente, utilizando adesivos universais.

Por outro lado, quando existem cavidades muito profundas, mas que não ocorreu a exposição pulpar, materiais forradores podem ser utilizados para estimular remineralização do tecido dentinário¹⁷⁻¹⁹. O hidróxido de cálcio é bem recomendado para esses casos, pois atua liberando lentamente íons cálcio e hidroxila¹⁷, favorecendo a remineralização e também alcalinizando o pH do meio, além de ser biocompatível^{18,19}.

No entanto, seu uso fica limitado devido à alta solubilidade, propriedades mecânicas falhas e falta de adesão ao tecido dentinário^{17,20}. Assim, surgiram novos materiais forradores à base de hidróxido de cálcio fotopolimerizáveis, propondo redução da solubilidade e, graças a incorporação de metacrilatos, adesão ao tecido dentinário²¹. E, além disso, maior praticidade clínica, pela cura imediata após a fotoativação, garantindo otimização do procedimento restaurador.

Porém, não se sabe se a incorporação desses metacrilatos ao hidróxido de cálcio poderá interferir nos efeitos benéficos que o material proporciona, como liberação de íons cálcio e hidroxila e, conseqüentemente, alcalinização do pH. Assim, é necessário que sejam avaliadas essas propriedades desses materiais.

Portanto, esse estudo teve como objetivo avaliar diversas técnicas que fundamentem e facilitem o dia a dia clínico dos processos restauradores. Para isso, foi avaliado a limpeza da câmara pulpar com diferentes substâncias químicas, seguida de restauração utilizando adesivo universal, avaliação de restaurações em dentes tratados endodonticamente com resina bulk fill e, também, avaliação da interferência

da fotopolimerização de cimentos à base de hidróxido de cálcio sobre a liberação de íons cálcio e pH.

2 PROPOSIÇÃO

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

2.1 Publicação 1

Avaliar a influência da remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi, mas com composições químicas diferentes (Sealer Plus ou Sealer 26), com etanol a 95% (ETA) ou xilol (XIL, sobre a interface de adesão entre o sistema adesivo universal (Scotchbond Universal), utilizado na estratégia condiciona-e-lava, e o substrato dentinário da coroa dental, por meio da avaliação da resistência de união e análise do padrão de falha adesiva.

2.2 Publicação 2

Avaliar a resistência à fratura de pré-molares tratados endodonticamente, restaurados com diferentes compósitos bulk-fill de alta viscosidade, com seu respectivo adesivo universal na técnica autocondicionante, comparada a resistência a fratura de resina composta convencional nanohíbrida.

2.3 Publicação 3

Avaliar o potencial hidrogeniônico e a liberação de cálcio dos cimentos forradores de cavidade contendo hidróxido de cálcio (Hidro-cal branco, Hidrox-cal dentina, Biocal e Ultra-Blend Plus), antes e após a fotoativação, nos períodos de 24 horas e 14 dias, por meio da mensuração do pH, com pHmetro e espectroscopia de absorção atômica, para avaliação dos íons cálcio.

3 PUBLICAÇÕES

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

3.1 Publicação 1*

INFLUÊNCIA DO PROTOCOLO DE REMOÇÃO DE RESÍDUOS DE CIMENTOS À BASE DE RESINA EPÓXI SOBRE A INTERFACE DE ADESÃO COM O ADESIVO UNIVERSAL, UTILIZADO NA ESTRATÉGIA CONDICIONA-E-LAVA*

Resumo

Objetivo: Avaliar o a influência da remoção de resíduos de dois cimentos à base de resina epóxi (SPL, Sealer Plus ou S26, Sealer 26), com etanol a 95% (ETA) ou xilol (XIL), na interface de adesão entre o sistema adesivo universal (SBU, Scotchbond Universal), utilizado na estratégia condiciona-e-lava, e o substrato dentinário da coroa dental, por meio da avaliação da resistência de união (RU), avaliada pelo teste de microcisalhamento, e análise do padrão de falha adesiva. **Materiais e métodos:** A face vestibular de quarenta coroas de dentes bovinos *ex vivo* foram preparadas e divididas e quatro grupos (n=10), de acordo com a composição química do cimento endodôntico (SPL ou S26) e protocolo de remoção dos resíduos (ETA ou XIL): SPL+ETA, SPL+XIL, S26+ETA e S26+XIL. Imediatamente após a impregnação da dentina e remoção dos resíduos do cimento, de acordo com os protocolos selecionados, a superfície dentinária foi condicionada com ácido fosfórico a 27% e aplicado o adesivo universal (SBU). Em seguida, 4 corpos de prova de resina composta foram fixados no local e, 24h após, submetidos ao teste de microcisalhamento e análise do padrão de fratura. Os dados de resistência de união foram analisados pelo teste de ANOVA two way. **Resultados:** S26+ETA e S26+XIL demonstraram menores valores de RU em relação a SPL+XIL e S26+XIL (P<0,05). Não houve diferença entre SPL+ETA e S26+S26 ou SPL+XIL e S26+S26 (P>0,05). **Conclusão:** O xilol é o protocolo mais favorável para a remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi, independentemente da composição química do material, sobre a interface de adesão com o adesivo universal (SBU), utilizado na estratégia condiciona-e-lava.

Palavras-chaves: Adesivos Dentários. Dentina. Etanol. Solventes. Endodontia.

* Formatação de acordo com as normas do periódico *Cuadernos de Educación y Desarrollo* para o qual foi submetido.

1. Introdução

A guta percha associada ao cimento endodôntico são os materiais mais utilizados para a obturação dos canais radiculares (RODRIGUES, 2012). Porém, após a conclusão do procedimento sempre há a persistência de resíduos do cimento endodôntico sobre a dentina da câmara pulpar (KUGA, 2012a; KUGA, 2012b). Apesar de diversas substâncias terem sido propostas para a limpeza da dentina, nenhuma delas demonstra total eficácia de ação (KUGA, 2012a; KUGA, 2012b; VICTORINO, 2013).

O cimento endodôntico à base de resina epóxi (AH Plus) é um dos mais utilizados no tratamento dos canais radiculares, sendo rotineiramente selecionado como o material de escolha em avaliações experimentais (ARANDA-GARCIA, 2013; MAGRO, 2015). Entretanto, quando seus resíduos permanecem impregnados na dentina ocasionam uma significativa redução da resistência de união do sistema adesivo autocondicionante (ROBERTS, 2009).

Substâncias químicas, tais como o etanol a 95%, acetona, álcool isopropílico e o acetato de amila aparentemente são incapazes de remover totalmente os resíduos deste cimento (KUGA, 2013). O composto Endosolv (Septodont) é o mais recomendado para a limpeza, pois favorece o restabelecimento da resistência de união do sistema adesivo na dentina previamente impregnada com o cimento endodôntico, porém contém a formamida em sua composição química (ROBERTS, 2009). Como esta substância é tóxica e potencialmente teratogênica é interessante evitar o seu uso (KUGA, 2013).

Por outro lado, o xilol é o mais efetivo solvente de cimentos endodônticos e também recomendado para a limpeza de instrumentais impregnados com materiais à base de resina epóxi (MARTOS, 2011; MUSHTAQ, 2012; SHENOI, 2014). Porém, inexistem estudos que avaliem o seu potencial de limpeza da dentina da câmara pulpar após a obturação do canal radicular, bem como os efeitos proporcionados sobre a adesão do adesivo universal, utilizado na estratégia condiciona-e-lava.

Com o objetivo de criar um selamento coronário imediatamente após a obturação do canal radicular, é recomendável a restauração estética com a maior brevidade possível, utilizando um sistema adesivo na câmara pulpar (WOLANEK, 2001; KORASLI, 2007). Uma vez que os resíduos do cimento endodôntico podem interferir negativamente sobre a resistência de união do sistema adesivo autocondicionante, o condicionamento ácido da dentina poderá exercer efeitos

benéficos sobre a interface de adesão, uma vez que a resistência de união da estratégia condiciona-e-lava na dentina é superior ao proporcionada pela estratégia autocondicionante (REIS, 2013; FARROKH, 2012).

Entretanto, o adesivo universal pode ser utilizado tanto na estratégia autocondicionante como na condiciona-e-lava (MUNÖZ, 2013; SEZINANDO, 2014). Por outro lado, se previamente fizermos o condicionamento ácido, o imbricamento mecânico com o substrato dentinário, associado às possíveis ligações químicas com a hidroxiapatita, pode incrementar a resistência de união do adesivo universal, principalmente na dentina afetada pelo tratamento endodôntico e com alguma sujidade oriunda de resíduos do cimento endodôntico (HANABUSA, 2012; WAGNER, 2014; DA ROSA, 2015). Entretanto é desconhecido qual o melhor protocolo de remoção dos cimentos à base de resina epóxi e sua interação com as diferentes composições químicas destes materiais.

Portanto, o objetivo do presente estudo foi avaliar a influência da remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi, mas com composições químicas diferentes (Sealer Plus ou Sealer 26), com etanol a 95% (ETA) ou xilol (XIL, sobre a interface de adesão entre o sistema adesivo universal (Scotchbond Universal), utilizado na estratégia condiciona-e-lava, e o substrato dentinário da coroa dental, por meio da avaliação da resistência de união e análise do padrão de falha adesiva. A hipótese nula (H_0) foi determinada como a inexistência de diferenças entre os valores de resistência de união proporcionados pelos protocolos de remoção de resíduos e a composição química do cimento endodôntico.

2. Materiais e métodos

Quarenta coroas de incisivos bovinos, de anatomia coronária e radicular semelhantes, foram selecionadas e armazenadas em solução de timol a 0,1% e conservadas em temperatura de 4°C até o momento de uso.

2.1. Preparo dos espécimes

A coroa dentária foi seccionada no sentido méso-distal, nos extremos incisal e cervical, obtendo um espécime de 10 mm de extensão por 5mm de largura, em 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 carvão de silício de granulação #180, a fim de obter a exposição e planificação da dentina.

A superfície exposta da dentina foi lixada com lixas de granulação #320 e posteriormente #600, por 20 s. Após o preparo, cada um dos espécimes foi individualmente posicionado com a face vestibular voltada em uma placa de cera, ajustada em uma matriz cilíndrica plástica (16,5 mm de largura por 25,0 mm de comprimento), preenchida com resina acrílica (Classic Jet, São Paulo, SP, BR) e mantida em repouso por 1 h.

Na sequência, os espécimes foram individualmente imersos em 10 mL de hipoclorito de sódio a 2,5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil), por 15 min. Seguido por imersão em 10 mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, Brasil), por 1 min, irrigação final com 5 mL de hipoclorito de sódio a 2,5% e secos com pontas de papel absorvente.

2.2. Grupos experimentais

Os 40 espécimes foram divididos em 4 grupos (n=10), de acordo com o protocolo de remoção e a composição química do cimento endodôntico à base de resina epóxi:

SPL+ETA (Sealer Plus e etanol a 95%): A dentina exposta foi impregnada com o cimento à base de resina epóxi (Sealer Plus; MKLife, Porto Alegre, BR), manipulado na proporção de 1:1 da pasta base e catalisadora, com um microbrush (KG Sorensen, São Paulo, SP, BR). O cimento endodôntico foi mantido sobre a superfície dentinária por 15 minutos. A superfície dentinária foi previamente limpa com etanol a 95% (Rinse-N-Dry; Vista Dental, Racine, WI, USA) e imediatamente condicionada com ácido fosfórico a 37% (Condac 37; FGM Produtos Odontológicos Ltda., Joinville, SC, Brasil) por 15 s, lavada com água destilada por 10 s e seca com ponta de papel absorvente. O sistema adesivo (Scotchbond Universal; 3M ESPE, St Paul, MN, USA) foi ativamente friccionado sobre a dentina por 20s, homogeneizado com jatos de ar por 5 s e fotoativado com unidade LED (Valo; Ultradent, South Jordan, UT, EUA), na intensidade de 1.200 mW/cm², por 10 s;

SPL+XIL (Sealer Plus e xilol): similar a SPL+ETA, porém a superfície dentinária foi limpa com xilol (Synth, São Paulo, SP, BR);

S26+ETA (Sealer 26 e etanol a 95%): similar a ETA+SPL, porém a superfície dentinária foi impregnada com cimento à base de resina epóxi (Sealer 26; Dentsply, Pirassununga, SP, BR);

S26+XIL (Sealer 26 e xilol): similar a S26+ETA, porém a superfície dentinária foi limpa com xilol.

2.3. Resistência de união

Após a realização dos protocolos descritos no item 2.2., em cada um dos espécimes foi preparado sobre a superfície vestibular exposta quatro corpos de prova, sendo dois na mesial e dois na distal de cada espécime. Para tanto, foi utilizada uma matriz transparente (Tygon tubing, R-3603; Saint-Gobain Performance Plastics, Maime Lakes, FL, EUA), com diâmetro interno de 0,7 mm e 1,0 mm de altura, e preenchido com resina composta (Filtek Z-250; 3M, St. Paul, MN, USA). Os corpos de prova foram posicionados e foram individualmente submetidos a fotoativação com unidade LED (Valo; Ultradent, South Jordan, UT, EUA), na intensidade de 1.200 mW/cm², por 40 s.

Em seguida, os espécimes foram armazenados em umidade relativa de 99%, a 37°C e o teste de microcisalhamento realizado 24 h após. Todos os espécimes foram posicionados no interior de uma matriz metálica, de tal forma que os cilindros de resina composta ficassem alinhados perpendicularmente a uma célula de carga 50 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 ao tracionamento, 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 deslocamento do corpo de prova.

O valor da resistência de união (em MPa) foi obtida a partir da divisão da força máxima registrada durante o ensaio (N) pela área de união (mm²). Para cada um dos espécimes, foi obtida a média aritmética apresentada pelos quatro corpos de prova.

2.4. Padrão de falha adesiva

Cada local de ruptura no espécime foi analisado com microscópio óptico (Alliance; São Carlos, SP, BR), com magnificação de 10x, e o padrão de falha adesiva classificado em: (ADE) adesiva: entre a dentina e o adesivo universal; (COE) coesiva: entre a resina composta e o adesivo universal ou (MIS) quando ambos os tipos de falha adesiva estão presentes.

2.5. Análise estatística

Os dados obtidos na avaliação de resistência de união foram analisados pelo teste de análise de variância a 2 critérios e teste de Tukey, com nível de significância a 5%. Os dados obtidos na análise do padrão de falha adesiva foram apenas descritivos, sob a forma de frequência.

3. Resultados

3.1. Resistência de união

SPL+ETA e S26+ETA demonstraram os menores valores de resistência de união que SPL+XIL e S26+XIL ($P < 0,05$). Não houve diferença entre SPL+ETA e S26+ETA ou SPL+XIL e S26+XIL ($P > 0,05$).

A tabela 1 demonstra a média aritmética e desvio padrão dos valores de resistência de união (em MPa), em função da composição química do cimento à base de resina epóxi e protocolo de limpeza da superfície dentinária, na interface de adesão com o adesivo universal, utilizado na estratégia condiciona-e-lava.

Tabela 1. Média aritmética e desvio padrão dos valores de resistência de união (em MPa), em função da composição química do cimento à base de resina epóxi e protocolo de limpeza da superfície dentinária, na interface de adesão com o adesivo universal, utilizado na estratégia condiciona-e-lava.

	SPL+ETA	S26+ETA	SPL+XIL	SP26+XIL
média	9,24 (B)	9,36 (B)	14,61 (A)	14,33 (A)
desvio padrão	1,04	1,06	1,03	0,91

(A) (B) Diferentes letras indicam diferenças significativas ($P < 0.05$). SPL+ETA, Sealer Plus e etanol; S26+ETA, Sealer 26 e etanol; SPL+XIL, Selaer Plus e xilol; S26+XIL, Sealer 26 e xilol.

Fonte: Elaboração própria

3.2. Padrão de falha adesiva

SPL+ETA e S26+ETA demonstraram maior incidência de falha adesiva. SPL+XIL e S26+XIL demonstraram maior incidência de falha mista.

A tabela 2 demonstra a incidência de falha adesiva (em %) em função da composição química do cimento à base de resina epóxi e protocolo de limpeza da superfície dentinária, na interface de adesão com o adesivo universal, utilizado na estratégia condiciona-e-lava.

Tabela 2. Incidência de falha adesiva (em %) em função da composição química do cimento à base de resina epóxi e protocolo de limpeza da superfície dentinária, na interface de adesão com o adesivo universal, utilizado na estratégia condiciona-e-lava.

	SPL+ETA	S26+ETA	SPL+XIL	SP26+XIL
adesiva	52,5	55,0	25,0	20,0
coesiva	15,0	10,0	15,0	20,0,60,0
mista	32,5	35,0	60,0	

(A) (B) Diferentes letras indicam diferenças significativas ($P < 0.05$). SPL+ETA, Sealer Plus e etanol; S26+ETA, Sealer 26 e etanol; SPL+XIL, Selaer Plus e xilol; S26+XIL, Sealer 26 e xilol.

Fonte: Elaboração própria

4. Discussão

A limpeza de resíduos do cimento endodôntico à base de resina epóxi com xilol, independentemente da sua composição química, proporcionou maior valor de resistência de união na interface de adesão com a dentina da coroa dental, quando utilizado o adesivo universal (SBU) na estratégia condiciona-e-lava. Portanto a hipótese nula foi rejeitada.

4.1. Da metodologia utilizada

A avaliação da resistência de união entre o substrato dentinário e os sistemas adesivos por meio do teste de microcissalhamento é consagrada na literatura e utilizado em estudos que analisam os efeitos dos protocolos de remoção de resíduos de cimento endodôntico sobre a adesão dos compostos resinosos na dentina modificada endodonticamente (MANZOLI, 2022; ZANIBONI, 2022).

O estudo foi realizado na face vestibular da coroa dental, devido à necessidade dos corpos de prova de resina composta estarem fixados em uma superfície plana e alinhados com o plano de tracionamento da célula de carga da máquina de ensaio

eletromecânica (ESCALANTE-OTÁROLA, 2018). Com isto há a inviabilização de realizar o teste na dentina da câmara pulpar, que é côncava, mas devido a orientação dos túbulos dentinários no terço médio da coroa dental ser similar, tanto na face da câmara pulpar como próxima à junção amelocementária, a realização do estudo por planificação da face vestibular da coroa dental é viável (ZANIBONI, 2022).

O cálculo amostral foi realizado a partir de um estudo piloto com 3 espécimes de cada grupo em análise, com 4 corpos de prova em cada espécime, totalizando 12 resultados de resistência de união no grupo analisado. A partir destes resultados, foi possível obter a média aritmética e o desvio padrão incidente em cada grupo, sendo possível realizar o tamanho da amostra na comparação da média de 4 grupos independentes, aplicados na análise de variância a 2 critérios e também fundamentada em estudos prévios (ESCALANTE-OTÁROLA, 2018; ZANIBONI, 2022).

4.2. Resistência de união

A remoção dos resíduos do cimento endodôntico à base de resina epóxi com etanol demonstrou os menores valores de resistência de união em relação aos grupos em que foi utilizado o xilol. O etanol é uma substância extremamente volátil e seu uso na concentração absoluta é inviável, para tanto sofre processo de hidratação a fim de torna-lo adequado para uso clínico (JORDÃO BASSO, 2016; GONÇALVES GALOZA, 2018).

Por outro lado, o conceito de que solventes polares tendem a solubilizar substratos polares deve ser levado em conta para a interpretação dos resultados do presente estudo (ROBERTS, 2009). Uma vez que a resina epóxi é um material apolar e a água presente no etanol é um solvente polar, possivelmente a persistência de resíduos sobre a superfície dentinária derivada deste comprometimento de solubilização tenha dificultado o condicionamento ácido, comprometendo o mecanismo de hibridização no substrato dentinário e/ou a interação dos monômeros ácidos do adesivo universal com a hidroxiapatita (KUGA, 2013; JORDÃO BASSO, 2016).

Portanto, é justificável que SPL+ETA e S26+ETA tenham demonstrado os menores valores de resistência de união. Por outro lado, o xilol é um solvente apolar e provavelmente proporcionou a menor incidência de resíduos sobre a dentina (MANZOLI, 2022). Consequentemente os fenômenos envolvendo a hibridização, uma

vez que a estratégia condiciona-e-lava foi a utilizada, e/ou a interação química favoreceram os maiores valores de resistência de união.

Ainda que a composição química dos dois cimentos utilizados seja diferente, a resina de bisfenol A é o principal constituinte de ambos, fator que justifica a similaridade de resultados quando utilizado o mesmo protocolo de remoção de resíduos do cimento endodôntico (KUGA, 2013; KUGA, 2014).

O condicionamento ácido realizado na dentina para o adesivo universal utilizado na estratégia condiciona-e-lava elimina o conteúdo mineral da zona mais superficial (PERDIGÃO, 1996), com formação de camadas híbridas com espessuras na faixa de 5,0 a 8,0 μm (ARRAIS & GIANINNI, 2002). Portanto, a presença de resíduos de cimento pode ter funcionado como uma barreira mecânica à ação do ácido fosfórico, resultando em menor poder de desmineralização da dentina,

4.3. Padrão de falha adesiva

A análise do padrão de falha adesiva auxilia na interpretação dos acontecimentos durante o teste de microcisalhamento. Nos grupos em que foi utilizado o etanol, a maior ocorrência de falhas adesivas sugere que houve um obstáculo entre o adesivo universal e a dentina, dando fundamentação aos menores valores de resistência de união, conforme discutido no item 4.2.

Por outro lado, nos grupos em que foi utilizado o xilol, a maior ocorrência da falha mista sugere que algum resíduo pode ter interferido negativamente sobre a interface de adesão, mas que significativa limpeza da superfície foi realizada (MARTOS, 2011; SHENOI; 2014).

4.4. Limitações do estudo e perspectivas futuras

Uma vez que este estudo é em nível laboratorial, outras variáveis são necessárias serem avaliadas, tais como o comportamento destes protocolos em situações de ciclagem térmica e aos esforços mastigatórios, bem como análise da infiltração de fluidos e/ou microrganismos na interface de adesão. Apesar destas premissas, o presente estudo colabora para nortear um parâmetro na escolha de um protocolo de limpeza da dentina, quando foi utilizado um cimento endodôntico à base de resina epóxi e imediatamente necessita ser esteticamente restaurado.

5. Conclusão

O xilol é o protocolo mais favorável para a remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi, independentemente da composição química do material, sobre a interface de adesão com o adesivo universal (SBU), quando utilizado na estratégia condiciona-e-lava.

Referências

- ARANDA-GARCIA, A. J., et al. Effect of the root canal final rinse protocols on the debris and smear layer removal and on the push-out strength of an epoxy-based sealer. **Microscopy Research and Technique**. v. 76, n. 5, p. 533-537. 2013
- ARRAIS, C. A. G. & GIANNINI, M. Morphology and thickness of the diffusion of resin through demineralized or unconditioned dentinal matrix. **Pesquisa Odontológica Brasileira**. v. 16, n. 2, p. 115-120. 2002.
- DA ROSA, W. L. O., PIVA, E., DA SILVA, A. F. Bond strength of universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. **Journal of Dentistry**. v. 43, n. 7, p. 765–776. 2015.
- ESCALANTE-OTÁROLA, W. G., et al. Evaluation of dentin desensitization protocols on the dentinal surface and their effects on the dentin bond interface. **Journal of Dentistry**. v. 75, p. 98-104. 2018.
- FARROKH, A., et al. Shear bond strength of three self-adhesive resin cements to dentin. **Indian Journal of Dental Research**. v. 23, n. 2, p. 221-225. 2012.
- GONÇALVES GALOZA, M. O. Effect of cleaning protocols on bond strength of etch-and-rinse adhesive system to dentin. **Journal of Conservative Dentistry**. v. 21, n. 6, p. 602-606. 2018.
- HANABUSA, M., et al. Bonding effectiveness of a new ‘multi-mode’ adhesive to enamel and dentine. **Journal of Dentistry**. v. 40, n. 6, p. 475–484. 2012.
- JORDÃO-BASSO, K. C., et al. Effect of the time-point of acid etching on the persistence of sealer residues after using different dental cleaning protocols. **Brazilian Oral Research**. v. 30, n. 1, p. e133. 2016.
- KORASLI, D., et al. Microleakage of self-etch primer/adhesives in endodontically treated teeth. **Journal of the American Dental Association**. v. 138, n. 5, p. 634-640. 2007.
- KUGA, M. C., et al. Persistence of resinous cement residues in dentin treated with different chemical removal protocols. **Microscopy Research and Technique**. v. 75, n. 7, p. 982-985. 2012a.

KUGA, M. C., et al. Persistence of endodontic methacrylate-based cement residues on dentin adhesive surface treated with different chemical removal protocols. **Microscopy Research and Technique**. v. 75, n. 10, p. 1432-1436. 2012b.

KUGA, M. C., et al. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. **Scanning**. v. 35, n.1, p. 17-21. 2013.

Kuga, M. C., et al. The impact of the addition of iodoform on the physicochemical properties of an epoxy-based endodontic sealer. **Journal of Applied Oral Science**. v. 22, n. 2, p. 125-130. 2014.

MAGRO, M. G., et al. Effectiveness of several solutions to prevent the formation of precipitate due to the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine and its effect on bond strength of an epoxy-based sealer. **International Endodontic Journal**. v. 48, n. 5, p. 478-483. 2015.

MANZOLI, T. M., et al. Bonding effects of cleaning protocols and time-point of acid etching on dentin impregnated with endodontic sealer. **Restorative Dentistry & Endodontics**. v. 47, n. 2, p. e21. 2022.

MARTOS, J., et al. Dissolving efficacy of eucalyptus and orange oil, xylol and chloroform solvents on different root canal sealers. **International Endodontic Journal**. v. 44, n. 11, p. 1024-1028. 2011.

MUNÖZ, M. A., et al. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. **Journal of Dentistry**. v. 41, n. 5, p. 404–411. 2013.

MUSHTAQ, M., et al. The dissolving ability of different organic solvents on three different root canal sealers: in vitro study. **Iranian Endodontic Journal**. v. 7, n. 4, p. 198-202. 2012.

PERDIGÃO, J., et al. A morphological field emission SEM study of the effect of six phosphoric acid-etching agents on human dentin. **Dental Materials**. v. 12, n. 4., p. 262-271. 1996.

REIS, A., et al. Microtensile bond strengths for six 2-step and two 1-step self-etch adhesive systems to enamel and dentin. **Journal of the American Dental Association**. v. 26, n. 1, p. 44-50. 2013.

ROBERTS, S., et al. The efficacy of different sealer removal protocols on bonding of self-etching adhesives to AH Plus-contaminated dentin. **Journal of Endodontics**. v. 35, n. 4, p. 563-567. 2009.

RODRIGUES, A., et al. Percentage of gutta-percha in mesial canals of mandibular molars obturated by lateral compaction or single cone techniques. **Microscopy Research and Technique**. v. 75, n. 9, p. 1229-1232. 2012.

SEZINANDO, A. Looking for the ideal adhesive - a review. **Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial**. v. 55, p. 194–206. 2014.

SHENOI, P. R., BADOLE, G. P., KHODE, R. T. Evaluation of softening ability of Xylene & Endosolv-R on three different epoxy resin based sealers within 1 to 2 minutes - an in vitro study. **Restorative Dentistry & Endodontics**. v. 39, n. 1, p. 17-23. 2014.

VICTORINO, K. R., et al. Ethanol is inefficient to remove endodontic sealer residues of dentinal surface. **RSBO**. v. 10, p. 211-216. 2013.

WAGNER, A., et al. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. **Journal of Dentistry**. v. 42, n. 7, p. 800–807. 2014.

WOLANEK, G. A., et al. In vitro bacterial penetration of endodontically treated teeth coronally sealed with a dentin bonding agent. **Journal of Endodontics**. v. 27, n. 5, p. 354-357. 2001.

ZANIBONI, J. F., et al. Impact of cleansing protocols to remove endodontic sealer residues on the adhesive interface: Bonding with universal adhesive systems. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**. v. 34, n. 7, p. 1077-1084. 2022.

3.2 Publicação 2*

RESISTÊNCIA À FRATURA DE DENTES TRATADOS ENDODONTICAMENTE RESTAURADOS COM DIFERENTES RESINAS COMPOSTAS BULK-FILL DE ALTA VISCOSIDADE

RESUMO

Objetivo: Avaliar a resistência à fratura de dentes tratados endodenticamente e restaurados com diferentes resinas compostas bulk fill de alta viscosidade.

Materiais e métodos: Quarenta dentes bovinos receberam tratamento endodôntico. Os dentes foram divididos aleatoriamente em cinco grupos de acordo com o material bulk-fill utilizado: CP - controle positivo (Scotchbond Multi-Purpose + Filtek Z350XT); SF: Scotchbond Universal + Filtek Bulk Fill; SO - OptiBond All-in-one + SonicFill™; TT – Tetric N- Bond Universal + Tetric N-Ceram Bulk Fill. Sistemas adesivos universais foram usados na técnica autocondicionante. Após 24h, os espécimes foram submetidos a uma carga compressiva a uma velocidade de 1mm/min. Os valores obtidos no teste de resistência à fratura foram comparados estatisticamente usando ANOVA one-way e pós teste de Tukey ($p > 0,05$).

Resultados: A resistência à fratura foi semelhante entre os dentes tratados endodenticamente e os dentes restaurados com resina composta ($p < 0,05$).

Conclusão: Os valores de resistência à fratura de dentes tratados endodenticamente e restaurados com compósitos bulk-fill não foram diferentes daqueles restaurados com resina composta nanohíbrida convencional.

Palavras chaves: Resina Composta. Resistência à fratura. Adesivos Dentários. Restauração Dentária Permanente.

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

1. Introdução

O sucesso de dentes endodonticamente tratados depende não só de uma boa terapia endodôntica, mas também de uma restauração dentária adequada. Quando a estrutura dentária é danificada, procedimentos invasivos, como o tratamento endodôntico pode levar a uma maior fragilidade, tornando o dente mais susceptível à fraturas^{1,2}. Em um estudo clínico, a presença de cúspides fraturadas não restauráveis foi a razão para extração de dentes tratados endodonticamente³.

É estabelecido que as restaurações de resina composta podem aumentar a resistência à fratura dos dentes tratados endodonticamente⁴. A restauração coronária final não tem apenas como objetivo selar o dente, mas também proporcionar função, estética, selamento marginal e proteger a estrutura dentária remanescente⁵. Atualmente existem diferentes tipos de materiais para restauração direta, no entanto, é necessário determinar quais são os que proporcionam sucesso a longo prazo em dentes tratados endodonticamente⁶. As resinas compostas convencionais são bem indicadas para restauração de dentes endodonticamente tratados, porém a contração de polimerização pode elevar a tensão na interface da restauração, podendo elevar a chances de ocorrer fratura dentária⁷. Para reduzir a contração de polimerização das resinas, a técnica incremental é bem indicada, no entanto, exige muito tempo clínico, podendo ocorrer risco de contaminação entre os incrementos e ocorrência de espaços entre eles^{6,8}.

Com o objetivo de reduzir o tempo clínico do procedimento restaurador, um novo conceito de material restaurador foi proposto, designado por resina Bulk-fill⁹. Segundo o fabricante, estes materiais podem ser fotopolimerizados de forma eficiente a profundidades de 4 ou 5mm e possuem uma baixa tensão de contração de polimerização⁶. De acordo com a viscosidade, estes compósitos estão disponíveis em materiais de alta e baixa viscosidade. Os compósitos de baixa viscosidade são conhecidos como resinas bulk-fill fluídas, pois sua dureza superficial e módulo de elasticidade são baixos e requerem a aplicação de uma camada final de cobertura feita de resina composta convencional. Por outro lado, os compósitos de resina bulk-fill de alta viscosidade são mais resistentes e contêm uma maior quantidade de cargas inorgânicas, bem indicados para restaurações em incremento único^{10,11}.

O uso de resinas bulk-fill pode significar praticidade e economia de tempo para os clínicos, principalmente após o término do tratamento endodôntico. Existem poucos dados sobre o uso de compósitos bulk-fill em dentes tratados endodonticamente^{6,13,-}

¹⁸. Alguns desses estudos avaliaram a resistência à fratura de dentes tratados endodonticamente restaurados com resina bulk-fill fluídas^{13,15-18}. Entretanto, nenhum estudo avaliou a resistência à fratura de dentes tratados endodonticamente restaurados com diferentes compósitos bulk-fill de alta viscosidade.

Assim, o objetivo deste estudo foi avaliar a resistência à fratura de pré-molares tratados endodonticamente, restaurados com diferentes compósitos bulk-fill de alta viscosidade, com seu respectivo adesivo universal na técnica autocondicionante. A hipótese nula (H0) foi de que não houve diferença estatisticamente significativa na resistência à fratura de pré-molares tratados endodonticamente restaurados com diferentes resinas bulk-fill de alta viscosidade ou resinas compostas tradicionais.

2. Materiais e Métodos

Foram selecionados 40 dentes bovinos com anatomia radicular e coronária semelhantes. Os espécimes foram imersos em solução de Cloramina-T a 0,5% e armazenados a 4°C até à sua utilização.

As larguras médias vestibulolingual e mesio-distal foram de 5+/- 1mm x 6,8+/- 1 mm, respectivamente. As raízes de todos os espécimes foram incluídas em resina de poliéster (Maxi Rubber, São Paulo, Brasil) utilizando uma matriz de PVC (3cm de altura e 2cm de diâmetro) 1mm abaixo da junção cimento-esmalte (JCE) e deixadas em repouso por 24 horas até a polimerização completa da resina.

2.1 Preparo da cavidade

O acesso endodôntico foi realizado com broca diamantada #FG3131 (KG Sorensen, Cotia, Brasil), em alta velocidade, sob jato de ar e água. Para a obtenção de uma cavidade padrão, a broca FG1801 PM.82 (KG Sorensen, Cotia, Brasil) foi inserida paralelamente ao longo eixo dos dentes. A forma final do preparo cavitário foi definida pelo formato da broca diamantada.

2.2 Tratamento endodôntico

Após o preparo da cavidade, o canal radicular foi explorado utilizando uma lima endodôntica K#10 (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça). Os canais radiculares foram preparados utilizando a sequência de instrumentos rotatórios ProTaper (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) até ao tamanho (F3) nos comprimentos de trabalho pré definidos. A cada troca de instrumento, os canais radiculares foram irrigados com 3mL

de NaOCl 2,5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil). Após o preparo biomecânico o canal foi irrigado com 3mL de EDTA 17% (Biodinâmica, Ibiporã, Brasil) por 3 minutos, irrigado com 10mL de água destilada e, em seguida, seco com pontas de papel absorvente (Dentsply-Herpo, Petrópolis, Brasil). Em seguida, os canais foram obturados com guta-percha (Dentsply-Herpo, Petrópolis, Brasil) e um cimento à base de epóxi (AH Plus, Dentsply De-Trey, Konstanz, Alemanha). Após a finalização da obturação, um instrumento aquecido foi utilizado para remover 3mm de guta-percha do canal radicular, que foi preenchido com cimento de ionômero de vidro fotopolimerizável (Ionoseal, VOCO GmbH, Cuxhaven, Alemanha) até à junção cimento-esmalte. Todas as cavidades foram padronizadas com uma profundidade de 4mm.

2.3 Grupos experimentais

Os espécimes foram aleatoriamente divididos em quatro grupos (n=10) de acordo com os materiais restauradores utilizados:

CO - Controle: Scotchbond™ Multi-Purpose + Filtek™ Z350XT (3M/ESPE St. Paul, MN, USA). Condicionamento da dentina por 15s com ácido fosfórico a 35% (Scotchbond Etchant Gel, 3M Espe, St. Paul, MN, EUA). O sistema adesivo de três passos Scotchbond™ Multi-Purpose foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante. O primer foi aplicado durante 20s utilizando uma ponta de pincel (KG Sorensen, São Paulo, Brasil) e seco com um fluxo de ar durante 5 segundos. O adesivo foi aplicado por 10s, seguido de fotopolimerização. A resina composta nano-híbrida Filtek™ Z350XT (cor A2, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) foi inserida na cavidade utilizando uma técnica incremental. A restauração foi completada com 2,5 incrementos de resina oblíquo com 2 mm de espessura.

SF: Scotchbond™ Universal + Filtek™ Bulk Fill (3M/ESPE St. Paul, MN, EUA). O sistema adesivo Scotchbond Universal foi utilizado na técnica autocondicionante. O adesivo foi aplicado durante 20s, seco com um jato de ar e fotopolimerizado por 20s. A resina Filtek™ Bulk Fill foi inserida na cavidade em um único incremento de 4 mm de espessura. A resina composta foi polimerizada durante 20s.

OS: OptiBond All-in-one + SonicFill (Kerr Co, Orange CA, EUA). O frasco do adesivo OptiBond All-in-one foi utilizado na técnica autocondicionante. O adesivo foi aplicado com um microbrush por 20s na cavidade. O processo de aplicação foi repetido. O adesivo foi seco com um jato ar por 5s e fotopolimerizado durante 20s. O compósito

SonicFill foi inserido por ativação sónica utilizando uma peça de mão SonicFill. Foi inserido um incremento único de 4 mm e o compósito foi fotopolimerizado durante 20 segundos.

TT: Tetric N-Bond Universal + Tetric N-Ceram Bulk-Fill (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein). O Tetric N- Bond Universal foi utilizado na técnica autocondicionante. O adesivo foi aplicado na dentina por 20 segundos com auxílio de um microbrush, seco com jato de ar por 5s e fotopolimerizado durante 20s. A resina Tetric N-Ceram Bulk-Fill foi inserida na cavidade em um incremento único de 4mm de espessura. A resina composta foi polimerizada durante 20s.

A tabela 1 apresenta a composição e marca comercial dos materiais utilizados nesse estudo. Os sistemas adesivos e o material resinoso foram polimerizados utilizando uma unidade de polimerização de luz LED (Valo Cordless, Ultradent Products Inc; S. Jordan, UT, EUA) com uma potência de 1000mW/cm². Os espécimes foram armazenados em saliva artificial por 24 horas a 37°C.

Tabela 1. Materiais utilizados, marca comercial e composição química

Material	Classificação	Fabricante	Composição
ScotchBond Universal Etchant	Ácido fosfórico 35%	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	Água, ácido fosfórico, sílica amorfa sintética, polietilenoglicol, óxido de alumínio
Scotchbond Multi-Purpose	Sistema adesivo fotopolimerizável condiciona-e-lava	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato, 2-hidroxiethyl metacrilato (HEMA)
Filtek Z350XT	Resina composta nanohíbrida	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA Silica e zircônia nanoparticulada
Single Bond Universal	Sistema adesivo universal	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	Monômeros fosfatase MDP, resina dimetacrilato, HEMA, copolímero Vitrebond,

				cargas, etanol, água, iniciadores, silano
Filtek Bulk Fill	Resina composta Bulk Fill	3M ESPE, St. Paul, MN, USA		Resinas Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA, Procrylat; Zircônia/sílica, trifluoreto de itérbio (64.5wt%/42.5vol%) Acetona,
OptiBond All-in-one	Sistema adesivo autocondicionante	Kerr Corporation, Orange, CA, USA		hidroxietilmetacrilato (HEMA), álcool etílico, hexafluorossilicato dissódico
SonicFill	Resina composta Bulk Fill	Kerr Corporation, Orange, CA, USA		Bis-GMA, TEGDMA, EBPDMA, óxido de vidro de sílica (83.5 wt%/69 vol%)
Tetric N- Bond Universal	Sistema adesivo universal	Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein		Metacrilatos, etanol, água, dióxido de silício, iniciadores e estabilizadores.
Tetric N-Ceram Bulk Fill	Resina composta Bulk Fill	Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein		Dimetacrilatos, polímero de carga, vidro de bário, trifluoreto de itérbio, óxido misto (78%wt%)

2.4 Teste de resistência a fratura

Os espécimes foram posicionados em um dispositivo fixo e submetidos a um teste de resistência à fratura com uma célula de carga de 5kN a uma velocidade de 0,5mm/min em uma máquina de ensaios eletromecânicos (EMIC DL 2000; São José dos Pinhais, Brasil). Foi registrada a última força aplicada, em Newton, antes da fratura da coroa.

2.5 Padrão de fratura

Os espécimes submetidos ao teste de fratura foram examinados sob estereomicroscópio (40x) para avaliação dos padrões de fratura de acordo com a descrição de Fokkinga, et al.¹⁹, que foi classificada da seguinte forma: As fraturas reparáveis acima do nível da JCE (1mm apical à junção cimento-esmalte) foram definidas como "Falhas favoráveis", enquanto as fraturas não reparáveis abaixo desta linha foram definidas como "Falhas desfavoráveis".

2.6 Análise estatística

A diferença dos valores obtidos no teste de resistência a fratura entre os grupos foi analisada utilizando o teste ANOVA one-way, uma vez que os dados tinham uma distribuição normal, seguida do pós-teste de Tukey. As análises foram realizadas com o nível de significância de 5%. As diferenças entre os modos de falha de cada grupo foram analisadas por meio do teste do qui-quadrado ($p < 0,05$).

3. Resultados

3.1 Resistência a fratura

Os valores médios de resistência à fratura (N) e os desvios-padrão para cada grupo estão descritos na Tabela 2. Não houve diferenças estatisticamente significativas nos valores de resistência à fratura dos grupos restaurados e analisados ($p > 0,05$).

Tabela 2. Médias e desvios-padrão (DPs) da resistência à fratura dos grupos (n=10).

Grupos	Média ± DP (N)
CO	880.78±287.09 ^a
SF	759.56±175.34 ^a
OS	894.03±231.30 ^a
TT	977.525±336.03 ^a

CO - Scotchbond Multi-Purpose + Filtek Z350XT; SF - Scotchbond Universal + Filtek Bulk Fill; OS - OptiBond All-in-one + SonicFill; TT – Tetric N- Bond Universal + Tetric N-Ceram Bulk Fill

3.2 Padrão de fratura

A Tabela 3 demonstra a frequência do padrão de fratura para todos os grupos experimentais estudados. 54% das falhas no total foram favoráveis. O grupo controle (C) e o grupo SF apresentaram fraturas favoráveis, enquanto o grupo OS apresentou fraturas desfavoráveis.

Tabela 3. Frequência (%) dos padrões de falha entre os grupos experimentais (n=10).

Grupos	Fraturas favoráveis	Fraturas desfavoráveis
CO	80%	20%
SF	70%	30%
OS	40%	60%
TT	50%	50%

CO - Scotchbond Multi-Purpose + Filtek Z350XT; SF - Scotchbond Universal + Filtek Bulk Fill; OS - OptiBond All-in-one + SonicFill; TT – Tetric N- Bond Universal + Tetric N-Ceram Bulk Fill

4. Discussão

No presente estudo, não foram encontradas diferenças na resistência à fratura dos dentes tratados endodonticamente e restaurados com diferentes materiais restauradores. Portanto, a hipótese nula foi aceita. Os resultados obtidos suportam que não há diferença na resistência à fratura entre dentes tratados endodonticamente restaurados com uma resina bulk-fill de alta viscosidade (Filtek Bulk fill, SonicFill e Tetric-N-Ceram Bulk-fill) ou uma resina nano-híbrida tradicional (Filtek Z-350 XT).

Dentes com extensa destruição coronária possuem maior probabilidade de ocorrência de fraturas⁴. A conservação da estrutura dental garante que o prognóstico seja mais favorável ao tratamento restaurador²⁰. Segundo Reeh et al.², os procedimentos endodônticos reduzem a rigidez da estrutura dentária em 5%, pelo procedimento da abertura coronária.

Assim, a ideia deste estudo foi avaliar o desempenho dos materiais restauradores utilizados para o selamento do acesso coronário. Outros estudos já avaliaram o desempenho de compósitos resinosos bulk fill principalmente em cavidades de Classe II^{6,15-17}. Mas nenhum estudo trabalhou exclusivamente com compósitos resinosos bulk-fill de alta viscosidade como o presente estudo. Atalay et al.⁶ compararam a resistência à fratura de dentes tratados endodonticamente, cavidades Classe II MOD, restaurados com diferentes tipos de resinas restauradoras

(bulk-fill de alta viscosidade, bulk-fill flowable, fibra reforçada e resina composta convencional), tal como o presente estudo, o autor não encontrou diferenças significativas entre os materiais restauradores utilizados.

Devido à importância da qualidade da restauração final no prognóstico dos dentes tratados endodonticamente, é interessante avaliar diversos materiais disponíveis no mercado odontológico a fim de garantir que os materiais tenham adequada resistência mecânica, aliado a tempo clínico reduzido. A restauração de dentes com resinas bulk-fill de alta viscosidade associadas a adesivos universais significa praticidade, ganho de tempo clínico e conforto para o paciente. Os resultados do presente estudo sugerem que, quanto à resistência à fratura, o selamento do acesso cavitário com esses materiais é viável. Além de ser utilizado como material de preenchimento em etapa única, em comparação com os compósitos bulk-fill fluidos, estudos demonstraram que os compósitos bulk-fill de alta viscosidade apresentam outras vantagens, como alto teor de carga inorgânica, baixa contração de polimerização e baixa tensão de contração de polimerização²¹. No estudo realizado por Han & Park²¹, uma resina bulk fill fluída preenchendo a cavidade pode demonstrar uma adaptação interna inferior em comparação com o mesmo material, porém de alta viscosidade.

Nenhum estudo anterior associou adesivos universais na técnica autocondicionante às resinas compostas bulk fill em dentes tratados endodonticamente. A classificação das fraturas do presente estudo considerou a profundidade, a extensão e o grau de dificuldade de restauração dos dentes fraturados. Assim, as falhas foram divididas em favoráveis e desfavoráveis. No estudo realizado por Isufi et al.¹⁵ mais de 70% dos dentes restaurados apresentaram fraturas "desfavoráveis", os autores atribuíram a severidade das fraturas à remoção da dentina cervical.

Os adesivos universais utilizados com compósitos bulk-fill de alta viscosidade poderiam simplificar o selamento de dentes tratados endodonticamente. Os adesivos universais utilizados neste estudo na técnica autocondicionante também visam facilitar e simplificar o processo restaurador. Em relação à resistência à fratura no presente estudo, esta associação foi favorável, pois não reduz a resistência mecânica dos dentes restaurados, quando comparado ao grupo controle, que foi utilizado sistema adesivo na estratégia condiciona-e-lava, associado a resina composta convencional,

tornando o procedimento mais fácil, menos desgastante ao profissional e ao paciente e também com menor tempo clínico.

No entanto, este estudo apresenta limitações. Os métodos experimentais foram realizados sob uma carga estática. Em condições orais, as falhas ocorrem principalmente devido a tensões de fadiga. Assim, posteriormente devem ser efetuados outros estudos para investigar o efeito das variáveis utilizadas no presente estudo. São necessários estudos clínicos adicionais para determinar o prognóstico a longo prazo de dentes tratados endodonticamente restaurados com compósitos de resina bulk fill de alta viscosidade.

5. Conclusão

Dentro das limitações deste estudo *in vitro*, a resistência à fratura de dentes tratados endodonticamente restaurados utilizando resina nanohíbrida convencional não foi significativamente diferente da utilização de diferentes resinas compostas bulk fill de alta viscosidade.

Referências

1. Tang W, Wu Y, Smales RJ. Identifying and reducing risks for potential fractures in endodontically treated teeth. *J Endod* 2010;36:609-617.
2. Reeh ES, Messer HH, Douglas WH. Reduction in tooth stiffness as a result of endodontic and restorative procedures. *J Endod* 1989;15:512-516.
3. Tzimpoulas NE, Alisafis MG, Tzanetakakis GN, Kontakiotis EG. A prospective study of the extraction and retention incidence of endodontically treated teeth with uncertain prognosis after endodontic referral. *J Endod* 2012;38:1326-1329.
4. Taha NA, Palamara JE, Messer HH. Fracture strength and fracture patterns of root filled teeth restored with direct resin restorations. *J Dent* 2011;39:527-535.
5. Krejci I, Duc O, Dietschi D, de Campos E. Marginal adaptation, retention and fracture resistance of adhesive composite restorations on devital teeth with and without post. *Oper Dent*. 2003;28:127-135
6. Ataly C, Yazici AR, Horuztepe A, Nagas E, Ertan A, Ozgunaltay G. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with bulk fill, bulk fill flowble, fiber-reinforced, and conventional resin composite. *Oper Dent* 2016;41:E131-E140.
7. Bicalho AA, Pereira RD, Zanatta RF, Franco SD, Tantbirojn D, Versluis A, et al. Incremental filling technique and composite material – Part I: Cuspal deformation, bond strength, and physical properties. *Oper Dent* 2014;39:71-82.
8. Do T, Church B, Veríssimo C, Hackmyer SP, Tantbirojn D, Simon JF et al. Cuspal flexure, depth-of-cure, and bond integrity of bulk-fill composites. *Ped Dent* 2014;36:468-473.
9. Tarle Z, Attin T, Marovic D, Andermatt L, Ristic M, et al. Influence of irradiation time on subsurface degree of conversion and microhardness of high-viscosity bulk-fill resin composites. *Clin Oral Inv* 2015;19:831-840.
10. vFurness A, Tadros MY, Looney SW, Rueggeberg FA. Effect of bulk/incremental fill on internal gap formation of bulk-fill composites. *J Dent* 2014;42:439-449.
11. Li X, Pongpruedksa P, Meerbeek BV, Munck JD. Curing profile of bulk-fill resin based composites. *J Dent* 2015;43:664-672
12. Touré B, Fayer B, Kane AW, Lo CM, Niang B, Boucher Y. Analysis of reasons for extraction of endodontically treated teeth: a prospective study. *J Endod* 2011;37:1512-1515.

13. Frankenberger R, Zeilinger I, Krech M, Morig G, Naumann M, Braun Am Kramer N, et al. Stability of endodontically treated teeth with differently invasive restorations: Adhesive vs. non-adhesive cusp stabilization. *Dent Mater* 2015;31:1312-1320.
14. Scotti N, Alovise C, Comba A, Ventura G, Pasqualini D, Grignolo F, et al. Evaluation of composite adaptation to pulpar chamber floor using optical coherence tomography. *J Endod* 2016;42:160-163.
15. Isufi A, Plotino G, Grande NM, Ioppolo P, Testarelli L, Bedini R, et al. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with a bulkfill flowable material and a resin composite. *Ann Stomatol (Roma)* 2016;7:4-10.
16. Yasa B, Arslan H, Yasa E, Akcay M, Hatirli H. Effect of novel restorative materials and retention slots on fracture resistance of endodontically-treated teeth. *Acta Odontol Scand* 2016;74:96-102.
17. Toz T, Tuğba S, Öztürk Bozkurt F, Kara Tuncer A, ve Gözükara Bağ H. The effect of bulk-fill flowable composites on the fracture resistance and cuspal deflection of endodontically treated premolars. *J Adhes Sci Technol* 2015;29:1581-1592.
18. Kemaloglu H, Emin Kaval M, Turkun M, Micoogullari Kurt S. Effect of novel restoration techniques on the fracture resistance of teeth treated endodontically: An in vitro study. *Dent Mater J* 2015;34(5):618-622.
19. Fokkinga WA, Kreulen CM, Vallittu PK, Creugers NHJ. A structure analysis of in vitro failure loads and failures modes of fiber, metal, and ceramic post-and-core systems. *Int J Prosthodont* 2004; 17:476-482.
20. Tzimpoulas NE, Alisafis MG, Tzanetakos GN, Kontakiotis EG. A prospective study of the extraction and retention incidence of endodontically treated teeth with uncertain prognosis after endodontic referral. *J Endod* 2012;38:1326-1329.
21. Han SH, Park SH. Comparison of internal adaptation in Class II Bulk-fill composite restorations using Micro-CT. *Oper Dent* 2017;42:203-214.

3.3 Publicação 3*

EFEITOS DA FOTOATIVAÇÃO SOBRE O PH E LIBERAÇÃO DE CÁLCIO DE CIMENTOS DE PROTEÇÃO DO COMPLEXO DENTINA-PULPAR CONTENDO HIDRÓXIDO DE CÁLCIO

RESUMO

Objetivo: Comparar os valores de pH e de liberação de íons cálcio de materiais forradores a base de hidróxido de cálcio antes e após a fotopolimerização.

Materiais e métodos: Os materiais avaliados foram: Hidrox-cal branco (HB), Hidrox-cal dentina (HD), Biocal (BC) e UltraBlend Plus (UB). 120 amostras dos materiais forradores foram inseridas em um tubo de PVC (n=15). As amostras dos grupos HB+A, HD+A, BC+A e UB+A foram submetidas à fotoativação. Os demais grupos HB+N, HD+N, BC+N e UB+N, foram somente inseridos em tubo de vidro com água deionizada. A mensuração do pH foi realizada 24h e 14 dias após a inclusão das amostras, com auxílio de um pHmetro. A análise da liberação de cálcio foi feita com auxílio de um espectrofotômetro de absorção atômica no período de 24h e 14 dias. Os resultados foram submetidos ao teste de Shapiro-Wilk, seguido do teste de ANOVA e Tukey (p=0,05).

Resultados: Em 24h, os grupos que não foram fotopolimerizados demonstraram os maiores valores de pH (p<0,05). Em 14 dias, BC+N e BC+A demonstraram os menores valores de pH. Os grupos que não foram submetidos a fotopolimerização também demonstraram maiores valores de liberação de cálcio em 24h e 14 dias (p<0,05).

Conclusão: A fotoativação dos materiais forradores à base de hidróxido de cálcio interfere negativamente na liberação de íons cálcio, bem como sobre o pH.

Palavras-chaves: Hidróxido de cálcio. Fotopolimerização. Alcalinização. Acidificação.

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

1. Introdução

O hidróxido de cálcio foi introduzido na Odontologia na década de 1920, sendo altamente indicado como agente de proteção do complexo dentino-pulpar¹. O material possui alta solubilidade e liberação lenta de íons cálcio e hidroxila² quando em contato com umidade¹. A presença dos íons cálcio na dentina favorece a remineralização, enquanto o íon hidroxila atua inibindo ação dos microorganismos e elevando o pH da região³, favorecendo assim, a formação de tecidos duros¹.

Diversos materiais são propostos na literatura como agentes protetores do complexo dentino-pulpar. O objetivo da utilização desses materiais é prevenir a exposição pulpar em casos de cáries extensas e profundas, além de favorecer a remineralização dentária pela formação de dentina reparadora na região⁴. O hidróxido de cálcio ainda continua sendo um dos principais material de eleição para esse procedimento devido à alcalinidade, biocompatibilidade e remineralização proporcionando formação de dentina terciária^{4,5}.

No entanto, a alta solubilidade, propriedades mecânicas falhas e a falta de adesão ao tecido dentinário torna seu uso muitas vezes inviável^{1,5,6}. Como solução para a problemática, surgiram no mercado alguns materiais à base de hidróxido de cálcio que permitem fotoativação^{5,6}. A adição de metacrilatos polimerizáveis permitiu que as propriedades físicas, estabilidade química e solubilidade fossem melhoradas⁷, tornando seu uso clínico mais favorável e prático.

Apesar da fotoativação suprir as deficiências que os cimentos a base de hidróxido de cálcio tinham, o seu uso pode impedir ou diminuir a liberação dos íons cálcio e hidroxila para o tecido dentário, além de não conseguir uma boa estabilidade do pH, afetando dessa forma, a remineralização dentinária³. No entanto, existem controvérsias sobre essa alteração do pH e liberação de íons utilizando materiais a base de hidróxido de cálcio fotopolimerizáveis. Sendo assim, torna-se interessante avaliar se a fotopolimerização interfere nas propriedades benéficas dos materiais à base de hidróxido de cálcio. Assim, é necessário comparar os valores de pH e da presença de íons cálcio antes e após a fotopolimerização.

O objetivo deste estudo foi avaliar o potencial hidrogeniônico e a liberação de cálcio dos cimentos forradores de cavidade contendo hidróxido de cálcio (Hidro-cal branco, Hidro-cal dentina, Biocal e Ultra-Blend Plus), antes e após a fotoativação, nos períodos de 24 horas e 14 dias, por meio da mensuração do pH, com pHmetro e

espectroscopia de absorção atômica, para avaliação dos íons cálcio. As hipóteses nulas (H_{01} e H_{02}) referem respectivamente à inexistência de diferenças em relação às avaliações do pH e da liberação de cálcio, nos períodos em análise.

2. Materiais e métodos

As análises foram realizadas por um único operador que desconhecia quais eram os grupos avaliados. A tabela 1 demonstra os materiais utilizados, procedência e composição química.

Tabela 1. Materiais forradores, fabricante e composição química.

Material	Fabricante	Composição química
Hidroxi-cal branco	Maquira, (Maringá, PR, BR)	Hidróxido de cálcio (7,5%), UDMA, Tetraetilenoglicol dimetacrilato, Sutil Hidroxi Tolueno, Canforquinona, Chivacure EPD, carga de vidro 1,0 μ m.
Hidroxi-cal dentina	Maquira, (Maringá, PR, BR)	Hidróxido de cálcio (7,5%), UDMA, Tetraetilenoglicoldimetacrilato, Sutil Hidroxi Tolueno, Canforquinona, Chivacure EPD, carga de vidro 1,0 μ m, óxido de ferro amarelo, óxido de ferro vermelho, dióxido de titânio.
Biocal	Biodinâmica (Ibiporã, PR, BR)	hidróxido de cálcio, UDMA, partículas inorgânicas, sulfato de bário, fotoativador e pigmentos.
Ultra-Blend Plus	Ultradent (South Jordan, UT, EUA)	UDMA, hidróxido de cálcio

2.1. grupos avaliados

- **HB+N** (Hidro-cal branco, não fotoativado): o material foi diretamente inserido no tubo de polietileno e imediatamente imersos em água destilada;

- **HB+A** (Hidro-cal branco, fotoativado): após o material ser inserido nos tubos de polietileno, o conjunto foi submetido à fotoativação utilizando unidade LED (Valo; South Jordan, UT, EUA), na potência de 1.200mW/cm², posicionado a 5 mm de distância, por 20 s. Imediatamente após, o espécime foi imerso em água destilada;

- **HD+N** (Hidro-cal dentina, não fotoativado): similar ao HB+N, porém foi utilizado o Hidro-cal dentina;

- **HD+A** (Hidro-cal dentina, fotoativado): similar ao HB+A, porém foi utilizado o Hidro-cal dentina;

- **BC+N** (Biocal, não fotoativado: similar ao HB+N, porém foi utilizada o Biocal;

- **BC+A** (Biocal, fotoativado): similar ao HB+A, porém foi utilizado o Biocal;

- **UB+N** (Ultra-blend Plus, não fotoativado): similar ao HB+N, porém foi utilizado o Ultra-blend Plus;

- **UB+A** (Ultra-blend Plus, fotoativado): similar ao HB+A, porém foi utilizado o Ultra-blend Plus.

2.2. análise de pH

Quinze espécimes de cada grupo foram preparados para o estudo, totalizando 120 amostras individualizadas. Os materiais, descritos na tabela 1, foram inseridos em tubos de polietileno (10 mm de comprimento x 1 mm de diâmetro interno), discretamente compactados nas extremidades, com uma espátula 24, para evitar a extrusão lateral dos materiais. A fim de padronizar o volume contido nos espécimes, o conjunto foi pesado em balança analítica, com precisão de 0,0001g (ATY224; Shimadzu, São Paulo, SP, BR), e mantido o peso de $10 \pm 0,1$ mg.

Após a inserção e padronização do volume dos materiais nos tubos de polietileno, HB+A, HD+A, BC+A e UB+A foram submetidos à fotoativação. Imediatamente após, todos os espécimes foram individualmente imersos em frascos

de vidro, com 10 mL de água destilada deionizada, com pH controlado (pH=7), vedados com tampa plástica e mantidos em repouso, em temperatura constante de 37°C.

Após 24 horas, a mensuração do pH da água destilada foi realizada com um pHmetro (Q-400; Quimis Instrument, São Paulo, SP, BR), previamente calibrado com soluções tamponadas (pH 4,0 e 7,0), em temperatura ambiente de 25°C.

2.3. Análise da liberação de cálcio

Após a mensuração do pH, a solução em que os espécimes foram imersos foi analisada para quantificar a presença de cálcio liberado pelos materiais. Para isso, foi utilizado um espectrofotômetro de absorção atômica (Spectraa 55B - Varian, Inc., Palo Alto, CA, EUA).

Inicialmente foi acrescentado óxido de lântanio em todas as amostras, na proporção de 1% em relação ao volume do conteúdo inicial, para evitar a interferência dos íons fosfato sobre a análise. Após a calibração do espectrofotômetro com soluções padrão contendo cálcio, nos valores de 0, 1, 2, 3, 4 e 5 ppm, a mensuração realizada.

Concluída as mensurações de pH e liberação de cálcio no período de 24h, os espécimes foram novamente imersos em 10 mL de água destilada, sendo descartada a solução anterior. O conjunto foi armazenado e mantido nas mesmas condições como anteriormente descrito. Após 14 dias, uma nova mensuração do pH e cálcio liberado na solução foi obtida.

2.4. Análise estatística

Os resultados obtidos das análises de pH e liberação de cálcio foram submetidas ao testes de Shapiro-Wilk, a fim de avaliar a homoscedasticidade dos dados. Em seguida, os valores foram analisados pelos testes de ANOVA a dois critérios e Tukey ($\alpha = 0.05$).

3. Resultados

3.1. análise de pH

Após 24h de imersão em água destilada, HB+N, HD+N e UB+N proporcionaram os maiores valores de pH ($P < 0,05$). BC+A proporcionou o menor valor de pH ($P < 0,05$). Por outro lado, HB+A e HD+A proporcionaram maior valor de pH que BC+N (P

< 0,05). Não houve diferenças entre HB+N, HD+N e UB+N ou entre HB+A, HD+A e UB+N ($P > 0,05$).

Após 14 dias, BC+N e BC+A proporcionaram os menores valores de pH ($P < 0,050$, mas foram similares entre si ($P > 0,05$). Não houve diferença entre os demais grupos ($P > 0,05$).

A tabela 2 demonstra a média aritmética e desvio padrão dos valores de pH, nos períodos de 24 horas e 14 dias de imersão em água destilada, em função da fotoativação dos agentes de proteção pulpar contendo hidróxido de cálcio.

Tabela 2. Média aritmética e desvio padrão dos valores de pH, nos períodos de 24 horas e 14 dias de imersão em água destilada, em função da fotoativação dos agentes de proteção pulpar contendo hidróxido de cálcio.

		HB+N	HB+A	HD+N	HD+A	BC+N	BC+A	UB+N	UB+A
24h	\bar{x}	8,78 ^a	7,31 ^b	8,84 ^a	7,30 ^b	6,33 ^c	5,57 ^d	8,95 ^a	7,35 ^a
	DP	0,27	0,16	0,31	0,21	0,33	0,12	0,38	0,39
14d	\bar{x}	7,35 ^a	7,21 ^a	7,39 ^a	7,29 ^a	6,23 ^b	6,35 ^b	7,40 ^a	7,50 ^a
	DP	0,18	0,40	0,15	0,38	0,43	0,18	0,20	0,75

^{a,b,c,d} Diferentes letras na mesma linha indicam diferenças significante ($P < 0,05$). HB+N, Hidrox-cal branco não fotoativado; HB, Hidrox-cal branco fotoativado; HD+N, hidrox-cal dentina não fotoativado; HD+A, Hidrox-cal fotoativado; BC+N, Biocal não fotoativado; BC+A, Biocal fotoativado; UB+N, Ultra-Blend Plus não fotoativado; UB+A, Ultra-Blend Plus fotoativado; \bar{x} , média aritmética; DV, desvio padrão.

3.2. análise da liberação de cálcio

Após 24 de imersão em água destilada, HB+N, HD+N e UB+N proporcionaram os maiores valores de liberação de cálcio ($P < 0,05$), mas similares entre si ($P > 0,05$). BC+N e BC+A proporcionaram os menores valores de liberação de cálcio ($P < 0,05$) e similares entre si ($P > 0,05$). Não houve diferença entre os demais grupos ($P > 0,05$).

Após 14 dias, HB+N, HD+N e UB+N proporcionaram os maiores valores de liberação de cálcio ($P < 0,05$), ao passo que, BC+A proporcionou o menor valor de

liberação do íon ($P < 0,05$). HB+A, HD+N e BC+N demonstraram similares valores entre si ($P > 0,05$) e diferentes dos demais grupos ($P < 0,05$).

A tabela 3 demonstra a média aritmética e desvio padrão dos valores de liberação de cálcio (em mg/L), nos períodos de 24 horas e 14 dias de imersão em água destilada, em função da fotoativação dos agentes de proteção pulpar contendo hidróxido de cálcio.

Tabela 3. Média aritmética e desvio padrão dos valores de liberação de cálcio (em mg/L), nos períodos de 24 horas e 14 dias de imersão em água destilada, em função da fotoativação dos agentes de proteção pulpar contendo hidróxido de cálcio.

		HB+N	HB+A	HD+N	HD+A	BC+N	BC+A	UB+N	UB+A
24h	\bar{x}	40,16 ^a	3,37 ^b	39,26 ^a	4,68 ^b	0,16 ^c	0,13 ^c	41,82 ^a	4,85 ^b
	DP	10,11	0,95	13,64	1,37	0,01	0,03	14,11	1,08
14d	\bar{x}	4,79 ^a	0,58 ^a	4,80 ^a	0,60 ^b	0,41 ^b	0,07 ^c	4,84 ^a	0,57 ^b
	DP	0,97	0,01	1,17	0,09	0,11	0,01	1,39	0,12

^{a,b,c,d} Diferentes letras na mesma linha indicam diferenças significante ($P < 0,05$). HB+N, Hidrox-cal branco não fotoativado; HB, Hidrox-cal branco fotoativado; HD+N, hidrox-cal dentina não fotoativado; HD+A, Hidrox-cal fotoativado; BC+N, Biocal não fotoativado; BC+A, Biocal fotoativado; UB+N, Ultra-Blend Plus não fotoativado; UB+A, Ultra-Blend Plus fotoativado; \bar{x} , média aritmética; DV, desvio padrão.

4. Discussão

Para esse estudo foram utilizados quatro materiais à base de hidróxido de cálcio fotopolimerizáveis a fim de avaliar a liberação de íons cálcio e valores de pH. As hipóteses nulas foram rejeitadas pois houve variação de pH e liberação de cálcio entre os grupos que foram submetidos ao processo de fotopolimerização e os que não foram.

4.1 da metodologia

O cálculo amostral desse estudo foi baseado em estudos realizados anteriormente que utilizaram a mesma metodologia de análise⁷⁻⁹. A utilização do pHmetro e do espectrofotômetro de absorção atômica são métodos aceitos na literatura e utilizados em estudos anteriores^{7,10,11}.

O objetivo da utilização do hidróxido de cálcio é estimular a remineralização dentinária^{1,9} e, para que isso ocorra, o material deve apresentar pH alcalino, visando

demonstrar potencial hidrogeniônico^{7,12}. Além disso, a liberação de cálcio no meio é imprescindível para que ocorra a remineralização¹².

4.2. do pH

A incorporação de metacrilatos polimerizáveis ao hidróxido de cálcio permite que o material tenha menor solubilidade e adesão à dentina¹⁻³. No entanto, existe uma diferença significativa quando comparado o valor de pH do material com e sem fotopolimerização. Isso pode ser explicado pela não fotopolimerização completa de alguns metacrilatos^{13,14}. Justificando o que foi encontrado em BC+A, onde foram encontrados os menores valores de pH comparado aos demais grupos avaliados.

Para que o valor de pH seja alcalino, é necessário que os íons hidroxila estejam presentes¹⁻³. Após o processo de fotoativação, os polímeros formados impedem a dissociação iônica da hidroxila, justificando os baixos valores de pH nos grupos que foram fotopolimerizados¹⁵. Além disso, o valor de pH pode estar associado à solubilidade do material. Quanto maior a solubilidade, maior a capacidade do material atingir pH alcalino^{16,17}.

4.3. da liberação de cálcio

A liberação de íons cálcio do material sobre o tecido dentinário é fundamental para que ocorra a formação de tecidos duros mineralizados¹⁸. Foi visto que os materiais testados após a fotoativação demonstraram menores valores do íon quando comparados ao mesmo material, sem fotoativação, corroborando com o estudo de Camilleri, 2014¹⁹.

Em um estudo experimental *in vivo*, os autores observaram que no período de 15 dias, o uso do material a base de hidróxido de cálcio fotopolimerizado não formou tecido mineralizado sobre a polpa dentária²⁰. Isso pode ser explicado pela baixa liberação de íon cálcio desses materiais quando submetido à fotopolimerização.

Devido ao processo de fotopolimerização desses materiais, existe uma conversão dos monômeros em polímeros. Essa conversão leva a formação de um espaço marginal grande entre o tecido dentário e o material protetor, impedindo que o mesmo entre em contato com a umidade, levando a uma menor liberação do íon cálcio^{20,21}.

4.4. das limitações do estudo e perspectivas futuras

A fotopolimerização eficaz é um dos fatores para que ocorra a correta conversão dos monômeros em polímeros. Para tanto, é necessário que mais estudos, variando os aparelhos de fotoativação, bem como o tempo e potência sejam feitos a fim de questionar se o processo de fotopolimerização interfere de maneira efetiva nos efeitos desses materiais.

Mais estudos precisam ser realizados para avaliar a questão da citotoxicidade desses monômeros ao tecido pulpar e sobre o aumento da temperatura ocasionado pelo processo de fotopolimerização.

5. Conclusão

A fotoativação dos cimentos de proteção do complexo dentina-polpa a base de hidróxido de cálcio interfere negativamente sobre o potencial hidrogeniônico e na liberação de íons cálcio. Entretanto, estes efeitos tendem a se estabilizarem após 14 dias. Peculiarmente, BC apresentou os piores valores em relação às análises realizadas.

Referências

1. Mohammadi Z, Dummer PM. Properties and applications of calcium hydroxide in endodontics and dental traumatology. *Int Endod J* 2011;44(8):697-730.
2. Farhad A, Mohammadi Z. Calcium hydroxide: a review. *Int Dent J* 20;55(5):293-301.
3. da Rosa WLO, Lima VP, Moraes RR, Piva E, da Silva AF. Is a calcium hydroxide liner necessary in the treatment of deep caries lesions? A systematic review and meta-analysis. *Int Endod J* 2019;52(5):588-603.
4. da Rosa WLO, Cocco AR, Silva TMD, Mesquita LC, Galarça AD, Silva AFD, et al. Current trends and future perspectives of dental pulp capping materials: A systematic review. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2018;106(3):1358-1368.
5. Tohidkhah S, Ahmadi E, Abbasi M, Morvaridi Farimani R, Ranjbar Omrani L. Effect of Bioinductive Cavity Liners on Shear Bond Strength of Dental Composite to Dentin. *Biomed Res Int* 2022;18:3283211.
6. Saber AM, El Meligy AO, Alaki SM. Recent Advances in Indirect Pulp Treatment Materials for Primary Teeth: A Literature Review. *Int J Clin Pediatr Dent* 2021;14(6):795-801.
7. Kuga MC, Duarte MA, Sant'anna-Júnior A, Keine KC, Faria G, Dantas AA, et al. Effects of calcium hydroxide addition on the physical and chemical properties of a calcium silicate-based sealer. *J Appl Oral Sci* 2014;22(3):180-184.
8. Duarte MA, Martins CS, de Oliveira Cardoso Demarchi AC, de Godoy LF, Kuga MC, Yamashita JC. Calcium and hydroxide release from different pulp-capping materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2007;104(1):e66-69.
9. Centenaro CF, Santini MF, da Rosa RA, Nascimento AL, Kuga MC, Pereira JR, et al. Effect of calcium hydroxide on the bond strength of two bioactive cements and SEM evaluation of failure patterns. *Scanning* 2016;38(3):240-244.
10. de Vasconcelos BC, Bernardes RA, Cruz SM, Duarte MA, Padilha Pde M, Bernardineli N, et al. Evaluation of pH and calcium ion release of new root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2009;108(1):135-139.
11. Santos AD, Moraes JC, Araújo EB, Yukimitu K, Valério Filho WV. Physico-chemical properties of MTA and a novel experimental cement. *Int Endod J* 2005;38(7):443-447.

12. Estrela C, Sydney GB, Bammann LL, Felipe Júnior O. Mechanism of action of calcium and hydroxyl ions of calcium hydroxide on tissue and bacteria. *Braz Dent J* 1995;6(2):85-90.
13. Madruga FC, Ogliari FA, Ramos TS, Bueno M, Moraes RR. Calcium hydroxide, pH-neutralization and formulation of model self-adhesive resin cements. *Dent Mater* 2013;29(4):413-418.
14. Nilsen BW, Jensen E, Örtengren U, Michelsen VB. Analysis of organic components in resin-modified pulp capping materials: critical considerations. *Eur J Oral Sci* 2017;125(3):183-194.
15. Pereira KF, Cruvinel RFS, Dantas ABR, Kuga MC. Evaluation of calcium release and pH value of light-cured cavity liners for pulp-capping materials. *Rev Odontol UNESP* 2018;47(4):2-5.
16. Lehmann A, Nijakowski K, Drożdżyńska A, Przybylak M, Woś P, Surdacka A. Influence of the Polymerization Modes on the Methacrylic Acid Release from Dental Light-Cured Materials-In Vitro Study. *Materials (Basel)* 2022;15(24):8976.
17. Silva EJ, Hecksher F, Vieira VT, Vivan RR, Duarte MA, Brasil SC, et al. Cytotoxicity, antibacterial and physicochemical properties of a new epoxy resin-based endodontic sealer containing calcium hydroxide. *J Clin Exp Dent* 2020;12(6):e533-e539.
18. Gandolfi MG, Siboni F, Prati C. Chemical-physical properties of TheraCal, a novel light-curable MTA-like material for pulp capping. *Int Endod J* 2012;45(6):571-579.
19. Camilleri J. Hydration characteristics of Biodentine and Theracal used as pulp capping materials. *Dent Mater* 2014;30(7):709-715.
20. de Souza Costa CA, Teixeira HM, Lopes do Nascimento AB, Hebling J. Biocompatibility of resin-based dental materials applied as liners in deep cavities prepared in human teeth. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2007;81(1):175-184.
21. De Angelis F, Sarteur N, Buonvivere M, Vadini M, Štefl M, D'Arcangelo C. Meta-analytical analysis on components released from resin-based dental materials. *Clin Oral Investig* 2022;26(10):6015-6041.

4 CONCLUSÃO

O xilol pode ser indicado para remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi, além de não interferir sobre a interface de adesão com o adesivo universal, quando utilizado na estratégia condiciona-e-lava.

A resistência à fratura de dentes tratados endodonticamente restaurados utilizando resina nanohíbrida convencional não foi significativamente diferente da utilização de diferentes resinas compostas bulk fill de alta viscosidade, podendo a resina bulk fill ser indicada para procedimentos restauradores em dentes tratados endodonticamente.

A fotoativação dos cimentos de proteção do complexo dentina-polpa a base de hidróxido de cálcio interfere negativamente sobre o potencial hidrogeniônico e na liberação de íons cálcio.

REFERÊNCIAS*

1. Taha NA, Palamara JE, Messer HH. Fracture strength and fracture patterns of root filled teeth restored with direct resin restorations. *J Dent.* 2011; 39(8): 527-35.
2. Bicalho AA, Pereira RD, Zanatta RF, Franco SD, Tantbirojn D, Versluis A, et al. Incremental filling technique and composite material – Part I: cuspal deformation, bond strength, and physical properties. *Oper Dent.* 2014; 39(2): 71-82.
3. Tang W, Wu Y, Smales RJ. Identifying and reducing risks for potential fractures in endodontically treated teeth. *J Endod.* 2010; 36(4): 609-17.
4. Reeh ES, Messer HH, Douglas WH. Reduction in tooth stiffness as a result of endodontic and restorative procedures. *J Endod.* 1989; 15(11): 512-6.
5. Tzimpoulas NE, Alisafis MG, Tzanetakis GN, Kontakiotis EG. A prospective study of the extraction and retention incidence of endodontically treated teeth with uncertain prognosis after endodontic referral. *J Endod.* 2012; 38(10): 1326-9.
6. Krejci I, Duc O, Dietschi D, de Campos E. Marginal adaptation, retention and fracture resistance of adhesive composite restorations on devital teeth with and without post. *Oper Dent.* 2003; 28(2): 127-35.
7. Reis A, Loguercio AD, Manso AP, Grande RH, Schiltz-Taing M, Suh B, et al. Microtensile bond strengths for six 2-step and two 1-step self-etch adhesive systems to enamel and dentin. *Am J Dent.* 2013; 26(1):44-50.
8. Farrokh A, Mohsen M, Soheil S, Nazanin B. Shear bond strength of three self-adhesive resin cements to dentin. *Indian J Dent Res.* 2012; 23(2): 221-5.
9. 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.* 2012a; 75(7): 982-5.
10. 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.* 2012b; 75(10): 1432-6.
11. Victorino KR, De Campos EA, Só MVR, Kuga MC, Faria-Júnior NB, Keine KC, et al. Ethanol is inefficient to remove endodontic sealer residues of dentinal surface. *RSBO.* 2013; 10(3): 211-6.
12. 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.

* 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>

13. Martos J, Bassotto AP, González-Rodríguez MP, Ferrer-Luque CM. Dissolving efficacy of eucalyptus and orange oil, xylol and chloroform solvents on different root canal sealers. *Int Endod J.* 2011; 44(11): 1024-8.
14. Tarle Z, Attin T, Marovic D, Andermatt L, Ristic M, et al. Influence of irradiation time on subsurface degree of conversion and microhardness of high-viscosity bulk-fill resin composites. *Clin Oral Inv.* 2015; 19(4): 831-40.
15. Furness A, Tadros MY, Looney SW, Rueggeberg FA. Effect of bulk/incremental fill on internal gap formation of bulk-fill composites. *J Dent.* 2014; 42(4): 439-49.
16. Ataly C, Yazici AR, Horuztepe A, Nagas E, Ertan A, Ozgunaltay G. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with bulk fill, bulk fill flowable, fiber-reinforced, and conventional resin composite. *Oper Dent.* 2016; 41(5): E131-E140.
17. Mohammadi Z, Dummer PM. Properties and applications of calcium hydroxide in endodontics and dental traumatology. *Int Endod J.* 2011; 44(8): 697-730.
18. Farhad A, Mohammadi Z. Calcium hydroxide: a review. *Int Dent J.* 2005; 55(5): 293-301.
19. da Rosa WLO, Lima VP, Moraes RR, Piva E, da Silva AF. Is a calcium hydroxide liner necessary in the treatment of deep caries lesions? A systematic review and meta-analysis. *Int Endod J.* 2019; 52(5): 588-603.
20. Tohidkhah S, Ahmadi E, Abbasi M, Morvaridi Farimani R, Ranjbar Omrani L. Effect of Bioinductive Cavity Liners on Shear Bond Strength of Dental Composite to Dentin. *Biomed Res Int.* 2022; 18: 3283211.
21. Gandolfi MG, Siboni F, Prati C. Chemical-physical properties of TheraCal, a novel light-curable MTA-like material for pulp capping. *Int Endod J.* 2012; 45(6): 571-9.

Não autorizo a publicação deste trabalho pelo prazo de 21/08/2025.

(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 21 de agosto de 2023.

Paulo Fermino da Costa Neto