



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



FLÁVIA ANGÉLICA GUIOTTI

**PROCOLOS DE REMOÇÃO QUÍMICA DE RESÍDUOS DE CIMENTO
ENDODÔNTICO NA DENTINA: INFLUÊNCIA SOBRE FORMAÇÃO DE CAMADA
HÍBRIDA E RESISTÊNCIA DE UNIÃO A SISTEMAS ADESIVOS**

Araraquara

- 2015 -



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



FLÁVIA ANGÉLICA GUIOTTI

**PROCOLOS DE REMOÇÃO QUÍMICA DE RESÍDUOS DE CIMENTO
ENDODÔNTICO NA DENTINA: INFLUÊNCIA SOBRE FORMAÇÃO DE CAMADA
HÍBRIDA E RESISTÊNCIA DE UNIÃO A SISTEMAS ADESIVOS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas - Área de Dentística, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista, para obtenção do grau de Doutor em Ciências Odontológicas.

Orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

Araraquara

- 2015 -

Guiotti, Flávia Angélica

Protocolos de remoção química de resíduos de cimento endodôntico na dentina: influência sobre formação de camada híbrida e resistência de união a sistemas adesivos / Flávia Angélica Guiotti.-- Araraquara: [s.n.], 2015.

58 f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Odontologia

Orientador: Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

1. Dentina 2. Endodontia 3. Microscopia eletrônica de
varredura 4. Solventes 5. Adesivos dentinários I. Título

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Ana Cristina Jorge, CRB-8/5036

Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de Araraquara / UNESP

FLÁVIA ANGÉLICA GUIOTTI

**PROCOLOS DE REMOÇÃO QUÍMICA DE RESÍDUOS DE CIMENTO
ENDODÔNTICO NA DENTINA: INFLUÊNCIA SOBRE FORMAÇÃO DE CAMADA
HÍBRIDA E RESISTÊNCIA DE UNIÃO A SISTEMAS ADESIVOS**

Comissão julgadora

Tese para obtenção do grau de Doutor

Presidente e Orientador..... Prof. Dr. Milton Carlos Kuga

2º Examinador..... Prof. Dr. André Luis Shinohara

3º Examinador.....Prof^a. Dr^a. Andrea Abi Rached Dantas

4º Examinador.....Prof. Dr. Edson Alves de Campos

5º Examinador.....Prof. Dr. Mateus Rodrigues Tonetto

Araraquara, 8 de setembro de 2015.

DADOS CURRICULARES

FLÁVIA ANGÉLICA GUIOTTI

NASCIMENTO	06.05.1975 – São José do Rio Preto - SP.
FILIAÇÃO	Nelson Guiotti Natalina Maria Campanha Guiotti
1995-1998	Graduação em Odontologia na Universidade do Sagrado Coração/ Bauru - SP.
1998-1999	Aperfeiçoamento em Endodontia no CEBEO/ Bauru - SP.
2001-2004	Curso de Ortodontia/ Sindicato dos Odontologistas de São José do Rio Preto – SP.
2008-2009	Especialização em Endodontia na Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas de São José do Rio Preto - SP.
2010-2012	Pós-Graduação em Endodontia, nível de Mestrado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.
2012- 2015	Pós-Graduação em Dentística, nível de Doutorado, na Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A **Deus**, pela força e proteção nos momentos de dificuldade, me fazendo prosseguir nesta jornada.

À **minha família**, por todo o incentivo e carinho nos momentos difíceis, me dando força e coragem para superar os obstáculos.

Aos **meus amigos** que acompanharam todo o meu trajeto, aconselhando e me proporcionando momentos de estímulo e alegria.

Em especial, ao meu orientador, **Prof. Dr. Milton Carlos Kuga**, do Departamento de Odontologia Restauradora, área de Dentística da FOAr-UNESP (Araraquara), pela amizade e por todo o incentivo e amparo que me proporcionou, me fazendo acreditar que eu conseguiria e, tornando realidade o sonho da pós-graduação. Terei sempre uma imensa gratidão e admiração, adquiridas durante todos esses anos de convívio.

À minha querida irmã **Prof. Ass. Dra. Aimée Maria Guiotti**, do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, da Faculdade de Odontologia de Araçatuba- UNESP, por todo o incentivo e colaboração na conclusão deste trabalho.

Agradecimento ao **Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi Andrade**, do Departamento de Odontologia Restauradora, área de Dentística da FOAr-UNESP, pelo orientação, apoio e atenção que me concedeu durante esses anos de estudos.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita-UNESP, nas pessoas do seu **Magnífico Reitor Prof. Dr. Julio César Durigan** e **Vice-Reitora Prof. Dra. Marilza Vieira Cunha Rudge**, bem como à Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (FOAr- UNESP), nas pessoas da sua atual **Diretora, Prof. Dr. Andréia Affonso Barretto Montandon** e sua **Vice-Diretora, Prof. Dra. Elaine Maria Sgavioli Massucato**, pela oportunidade de poder cursar essa Pós-Graduação.

Agradecimento especial ao **Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Júnior**, chefe do Departamento de Odontologia Restauradora, área de Dentística e ao **Prof. Dr. Carlos Rossa Júnior**, coordenador do programa de pós-graduação em Odontologia da FOAr - UNESP, por todo apoio e competência com que administra a pós-graduação.

Aos demais **Profs. Drs. do Departamento de Odontologia Restauradora**, área de **Dentística** da FOAr-UNESP: **Alessandra Nara de Souza Rastelli, Andrea Abi Rached Dantas, Edson Alves de Campos, José Roberto Cury Saad, Sizenando de Toledo Porto Neto**, pela amizade e receptividade durante o transcorrer desta jornada.

Aos **colegas** do curso de Pós-Graduação da FOAr - UNESP: **Adriana Faria, Carolina Santezi, Cláudia Huck, Héliida Gomes de Oliveira Barud, Keren Jordão, Leopoldina Almeida, Marina Gonçalves Galoza, Mariana Bell Cardia, Mateus Tonetto, Ana Carolina Venção, Camila Almeida Nascimento, Gabriela Castro Núñez, Gissele Chávez Andrade, Wilo Escalante Otárola**, pela convivência, amizade e apoio recebidos durante o curso.

Aos **funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora** da FOAr – UNESP, pela atenção e carinho proporcionados durante este curso.

Aos **funcionários da Seção de Pós-Graduação** da FOAr - UNESP: **Mara, Alexandre e Sérgio** por estarem sempre dispostos a ajudar e orientar com muita presteza e educação.

Aos **funcionários da Biblioteca** da FOAr-UNESP, pelo carinho e simpatia no auxílio às pesquisas bibliográficas e revisões de literatura.

À **CAPES** - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, pela concessão da bolsa de estudos e pelo apoio na realização deste trabalho (Protocolo nº 11/2014).

Meus sinceros agradecimentos a todas as pessoas que contribuíram direta ou indiretamente para a concretização deste trabalho.

Guiotti FA. Protocolos de remoção química de resíduos de cimento endodôntico na dentina: influência sobre formação de camada híbrida e resistência de união a sistemas adesivos [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2015.

Resumo

O objetivo do presente estudo foi comparar os efeitos de substâncias de limpeza (etanol a 95% ou xilol) e o momento do condicionamento ácido (imediate ou após 7 dias) na obtenção de túbulos dentinários abertos e avaliar a persistência de resíduos de um cimento à base de resina epóxi sobre a superfície dentinária. Além de, avaliar a capacidade de limpeza da superfície dentinária, impregnada por um cimento endodôntico à base de resina epóxi (AH Plus), proporcionada pelo etanol 95% ou pelo xilol e condicionamento ácido e seus efeitos sobre a interface dentina/sistema adesivo dentinário, por meio da avaliação da formação da camada híbrida e da resistência de união do sistema adesivo dentinário Scotchbond Universal (3M ESPE), imediatamente ou após 7 dias da limpeza dentinária e, da avaliação da formação da camada híbrida e da resistência de união do sistema adesivo dentinário Adper Scotchbond Multi Purpose (3M ESPE), imediatamente após a limpeza da superfície dentinária impregnada com o cimento. No capítulo 1, fragmentos de dentina de incisivos bovinos foram tratados com irrigantes endodônticos, impregnados com o cimento e divididos em 4 grupos ($n=10$): G1, etanol 95.0% - imediato; G2, xilol - imediato; G3, etanol 95.0% - após 7 dias e G4, xilol - após 7 dias. Após a obtenção das imagens em MEV, a contagem de túbulos dentinários abertos foi realizada com o programa Photoshop CS5. Outros 40 fragmentos foram preparados e analisados em MEV (500X), para a avaliação da persistência de resíduos do cimento endodôntico na dentina. A contagem dos túbulos dentinários abertos foi analisada com ANOVA e teste de Tukey ($P=0,05$) e a persistência de resíduos com os testes de Kruskal Wallis e Dunn ($P=0,05$). O protocolo de limpeza com o xilol e condicionamento ácido após 7 dias proporcionou maior quantidade de túbulos dentinários abertos e menor persistência de resíduos na dentina ($P<0,05$). Não houve diferenças entre os demais grupos ($P>0,05$). No capítulo 2, 40 fragmentos de dentina foram impregnados com o cimento endodôntico e divididos em 4 grupos ($n=10$). Após o preparo dos espécimes, imagens foram obtidas em microscopia laser confocal e a camada híbrida formada foi mensurada com o programa Image J. Na sequência, 40 coroas dentais foram preparadas semelhantemente ao estudo anterior. Após a realização dos protocolos descritos, em cada espécime foram fixadas matrizes de resina composta e submetidas ao teste de microcisalhamento. Os dados obtidos na formação

da camada híbrida foram submetidos ao teste de ANOVA e Tukey e os de microcisalhamento aos testes de Kruskal Wallis e Dunn ($\alpha=5\%$). G2 e G4 proporcionaram maior espessura de camada híbrida que os demais grupos ($P<0,05$). G1- G3 e G2- G4 foram semelhantes entre si ($P>0,05$). A resistência de união do sistema adesivo na dentina foi similar entre os grupos ($P>0,05$). O xilol, independentemente do momento do condicionamento ácido, proporcionou maior espessura de camada híbrida na dentina e a resistência de união do sistema adesivo na dentina foi semelhante entre os grupos avaliados. No capítulo 3, 40 fragmentos de dentina foram impregnados com o cimento endodôntico e divididos em 4 grupos experimentais e um grupo controle ($n=10$): G1: DE Adper Scotchbond Multi Purpose, sem impregnação com cimento (controle); G2: EDE Scotchbond Universal; G3: XDE Scotchbond Universal; G4: EDE Adper Scotchbond Multi Purpose; G5: XDE Adper Scotchbond Multi Purpose. Após o preparo dos espécimes, imagens foram obtidas em microscopia laser confocal e a camada híbrida foi mensurada com o programa Image J. Os dados obtidos foram submetidos à ANOVA e teste de Tukey ($P = 0,05$). Na sequência, 50 coroas dentais foram preparadas semelhantemente ao estudo anterior e submetidos ao teste de microcisalhamento. Os dados obtidos na formação da camada híbrida foram submetidos ao teste de Kruskal Wallis e Dunn ($P = 0,05$). Os protocolos de limpeza da dentina impregnada com o cimento endodôntico e o tipo de sistema adesivo utilizado interferiram negativamente na formação da camada híbrida, em relação ao grupo controle ($P < 0,05$), exceto quando o sistema adesivo de 3 passos foi utilizado após a limpeza da dentina com o xilol ($P > 0,05$). Não houve diferenças entre os protocolos de limpeza dentinária e os dois tipos de sistemas adesivos, na formação da camada híbrida ($P > 0,05$). A camada híbrida formada após o protocolo de limpeza com o xilol e utilização do sistema adesivo de 3 passos foi similar ao da dentina não impregnada pelo cimento endodôntico. A resistência de união do sistema adesivo na dentina foi similar entre os grupos avaliados, independentemente do tipo de sistema adesivo e protocolo de limpeza utilizado.

Palavras-chave: Dentina. Endodontia. Microscopia eletrônica de varredura. Solventes. Adesivos dentinários.

Guiotti FA. Chemical removal protocols of endodontic sealer residues on dentin: influence on hybrid layer formation and bond strength to adhesive systems [Tese de Doutorado].

Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2015.

Abstract

The aim of this study was to evaluate the cleaning capacity of the dentin surface, contaminated by a endodontic sealer containing epoxy resin (AH Plus), provided by ethanol or by xylene and its effects on the interface dentin / dentin adhesive system, by evaluating the formation of the hybrid layer and the bond strength of Scotchbond Universal (3M ESPE), immediately or after 7 days of dentin cleaning and, assessing the formation of the hybrid layer and the bond strength of Adper Scotchbond Multi Purpose (3M ESPE), immediately after cleaning the dentin surface impregnated with the sealer. Besides, compare the effects of cleaning substance (95% ethanol or xylene) and the etching time with phosphoric acid at 37% (immediately or after 7 days) to obtain open dentinal tubules and to evaluate the residues persistence of a sealer-based epoxy resin (AH Plus) on the dentin surface. In Chapter 1, dentin fragments of bovine incisors were treated with root canal irrigation, impregnated with sealer and divided into 4 groups (n = 10): G1 (EIDE), ethanol 95.0% - DE immediate; G2 (XIDE), xylene - DE immediate; G3 (EPDE), ethanol 95.0% - DE after 7 days and G4 (XPDE), xylene - DE after 7 days. After obtaining the SEM pictures (500X), the open dentinal tubules counts were performed using Photoshop CS5 program. Another 40 fragments were also prepared and also obtained SEM pictures (500X) for evaluating the persistence of sealer residues in the dentin using scores. The count of open dentinal tubules was analyzed with ANOVA and Tukey tests ($P = 0.05$) and the persistence of residues with the Kruskal Wallis and Dunn tests ($P = 0.05$). The cleaning protocol with xylol and etching after 7 days provided the greatest amount of open dentinal tubules and lowest persistence of residues in the dentin ($P < 0.05$). There were no differences between the other groups ($P > 0.05$). In Chapter 2, 40 dentin fragments of bovine incisors were impregnated with endodontic sealer and divided into 4 groups (n = 10): G1 (E + DEI); G2 (X + DEI); G3 (E + DEP) and G4 (X + DEP). After specimens preparation, images were obtained in and the confocal laser microscopy hybrid layer formed was measured with the Image J program. Following, 40 dental crowns were prepared similarly to the previous study. After completion of the protocols described, composed resin matrices were fixed in each specimen and submitted to microshear test. The data obtained in the formation of the hybrid layer were subjected to ANOVA and Tukey tests and the microshear to the Kruskal Wallis and Dunn tests ($\alpha = 5\%$). G2 and G4 provided

thicker hybrid layer than the other groups ($P < 0.05$). G1- G2 and G3 - G4 were similar ($P > 0.05$). The bond strength of the adhesive system to dentin was similar between groups ($P > 0.05$). The xylene, regardless of the etching time, provided further hybrid layer formation in dentin and the bond strength of the adhesive system to dentin was similar among groups. In Chapter 3, 40 dentin fragments were impregnated with the sealer and divided into 4 groups and a control group ($n = 10$): G1: DE Adper Scotchbond Multi Purpose without impregnation with sealer (control); G2: EDE Scotchbond Universal; G3: XDE Scotchbond Universal; G4: EDE Adper Scotchbond Multi Purpose; G5: XDE Adper Scotchbond Multi Purpose. After specimens preparation, images were obtained in laser confocal microscopy and the hybrid layer formed measured with the Image J program. The obtained data were submitted to ANOVA and Tukey tests ($P = 0.05$). Following, 50 dental crowns were prepared similarly to the previous study. After completion of the described protocols, the specimen were submitted to microshear test. The data obtained in the formation of the hybrid layer were subjected to Kruskal Wallis and Dunn tests ($P = 0.05$). The dentin cleaning protocols impregnated with the sealer and the type of adhesive system interfered negatively in the formation of the hybrid layer, compared to the control group ($P < 0.05$), except when the 3 steps adhesive system was used after dentine cleaning with xylene ($P > 0.05$). There were no differences between the dentin cleaning protocols and the two types of adhesive systems in the hybrid layer formation ($P > 0.05$). The hybrid layer formed after cleaning protocol with xylene and using the 3 steps bonding system was similar to that of not impregnated dentin. The bond strength of the adhesive system to dentin was similar among groups, regardless of the adhesive system and the cleaning protocol used.

Keywords: Dentin. Endodontics. Scanning electron microscopy. Solvents. Dentin-bonding agents.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	11
2 PROPOSIÇÃO.....	13
3 CAPÍTULO 1.....	14
4 CAPÍTULO 2.....	26
5 CAPÍTULO 3.....	39
6 CONCLUSÃO.....	53
REFERÊNCIAS.....	54
ANEXOS.....	56

1 INTRODUÇÃO

A persistência de resíduos do cimento endodôntico na câmara pulpar pode ocasionar a descoloração da coroa dental e redução da resistência de união do sistema adesivo na dentina, em virtude da desintegração de partículas do material obturador e posterior impregnação da superfície dentinária (Plotino et al.¹⁸, 2008; Davis et al.⁴, 2002; Roberts et al.¹⁹, 2009).

A adequada limpeza do local e efetiva remoção destes resíduos da dentina tem como objetivo prevenir estes indesejáveis efeitos, sendo as soluções alcoólicas tradicionalmente recomendadas para esta finalidade (Gutman, Withersponn⁸, 2002; Kuga et al.¹¹, 2012). Porém, os cimentos endodônticos atualmente utilizados possuem componentes resinosos em sua composição, de baixa solubilidade em água, e, por conseguinte, de difícil remoção da dentina pelas soluções alcoólicas (Kuga et al.¹¹, 2012; Donnelly et al.⁶, 2007; Kaplan et al.⁹, 1997).

A natureza química da resina e a composição do cimento endodôntico são outros fatores que contribuem para a persistência de resíduos após a utilização das soluções de limpeza da dentina (Kuga et al.^{10,12}, 2012, 2013). Outras substâncias também têm sido preconizadas para a limpeza da dentina, tais como o Endosolv, acetato de amila, acetona e álcool isopropílico, porém todas praticamente ineficazes (Roberts et al.¹⁹, 2009; Donnelly et al.⁶, 2007; Kuga et al.^{10,12}, 2012, 2013).

O cimento contendo resina epóxi (AH Plus) é um dos mais utilizados atualmente para a obturação dos canais radiculares, sendo o xilol um dos solventes mais eficazes para a sua solubilização (Shenoi et al.²¹, 2014; Mushtaq et al.¹⁵, 2012). Presumivelmente este material seria uma substância adequada para a limpeza da superfície dentinária contaminada com este cimento, porém os resíduos originados do tratamento endodôntico utilizando este solvente têm demonstrado interferir negativamente sobre a resistência de união do AH Plus na dentina radicular, gerando dúvidas à respeito da possibilidade de utilizá-lo como agente de limpeza da dentina da câmara pulpar, após a obturação dos canais radiculares (Nasim¹⁶, 2013).

Por outro lado, após a obturação dos canais radiculares e limpeza da câmara pulpar, é recomendável a restauração coronária do dente envolvido, normalmente empregando o sistema adesivo dentinário e resina composta. Diversos adesivos necessitam da realização do condicionamento ácido da dentina previamente à sua aplicação, o que poderia contribuir para a remoção de resíduos do cimento endodôntico, que ora tenham persistido após o uso das soluções alcoólicas ou do xilol (Mannocci, Cowie¹³, 2014). Entretanto, dependendo da

estratégia clínica, o condicionamento ácido e a restauração coronária podem ser realizados imediatamente ou após algum tempo da realização da obturação dos canais radiculares.

Os sistemas adesivos são materiais à base de polímeros, constituídos de monômeros metacrilatos, solventes e um sistema foto-iniciador, o que o faz um material foto ativado (Cardoso et al.², 2014; De Munck et al.⁵, 2005). Recentemente foram introduzidos no mercado adesivos dentinários autocondicionantes, no intuito de preencher as expectativas dos clínicos, que têm procurado por formulações que apresentem técnicas menos sensíveis e procedimentos de aplicação mais simples, além de redução da sensibilidade pós-operatória (Bortolotto et al.¹, 2009; Giannini et al.⁷, 2015). O adesivo dentinário Scotchbond Universal (3M ESPE St Paul, MN, USA) é um adesivo, com versatilidade em sua aplicação clínica, podendo ser utilizado com a estratégia *self-etching*, *etch-and-rinse* ou *selective-etching* (Rosa et al.²⁰, 2015; Takamizawa et al.²², 2015).

Como o cimento endodôntico possui penetração intradentinária, nestas situações, é discutível se o condicionamento ácido e a posterior aplicação do adesivo dentinário ainda seriam capazes de proporcionar a hibridização com a dentina. Há também a presença de resíduos do próprio cimento interpondo a superfície dentinária e o sistema adesivo, que poderiam interferir negativamente nesta adesão (Chandra et al.³, 2012; Topçuoğlu et al.²³, 2015). Adicionalmente, os cimentos endodônticos tomam presa, tanto na superfície como no interior da dentina, sendo um fator a mais que pode vir a interferir na adesão do sistema adesivo, como observado na cimentação intracanal de pinos de fibra (Neelakantan et al.¹⁷, 2011; Mesquita et al.¹⁴, 2013).

Sendo assim, em relação ao protocolo de limpeza e ao momento do condicionamento ácido da dentina contaminada com resíduos do cimento endodôntico, inexistem estudos que avaliem a interferência destes fatores sobre a formação da camada híbrida na interface dentina e sistema adesivo, bem como a repercussão destes fenômenos sobre a resistência de união do sistema adesivo na dentina subjacente.

2 PROPOSIÇÃO

Esta pesquisa foi dividida em três capítulos, tendo por objetivo:

1. Comparar os efeitos de substâncias de limpeza (etanol a 95% ou xilol) e o momento do condicionamento ácido (DE) com ácido fosfórico a 37% (imediate ou após 7 dias) na obtenção de túbulos dentinários abertos e avaliar a persistência de resíduos de um cimento à base de resina epóxi (AH Plus) sobre a superfície dentinária.
2. Avaliar a formação de camada híbrida e a resistência de união de um sistema adesivo universal na estratégia *etch-and-rinse* na dentina, em função do protocolo de limpeza da superfície impregnada com cimento à base de resina epóxi (AH Plus), com o etanol a 95% ou o xilol e condicionamento ácido e utilização do sistema adesivo, realizado imediatamente após a limpeza da dentina ou após 7 dias.
3. Avaliar a resistência de união e formação de camada híbrida na dentina da coroa dental com dois diferentes sistemas adesivos, um *etch-and-rinse* de três passos (Adper Scotchbond Multi Purpose; 3M ESPE, St Paul, MN, USA) e outro universal com condicionamento prévio (Scotchbond Universal; 3M ESPE, St Paul, MN, USA), imediatamente após a limpeza da superfície dentinária impregnada com cimento à base de resina epóxi (AH Plus) com o protocolo utilizando o etanol a 95% (E) ou o xilol (X).

3 CAPÍTULO 1

Influência do protocolo de remoção química e momento do condicionamento ácido sobre a persistência de resíduos do cimento à base de resina epóxi sobre a dentina*.

Palavras-chave endodontics; dentine; scanning electron microscopy; solvents

RESUMO

O objetivo deste estudo foi comparar os efeitos de substâncias de limpeza (etanol a 95% ou xilol) e o momento do condicionamento ácido (DE) com ácido fosfórico a 37% (imediate ou após 7 dias) na obtenção de túbulos dentinários abertos e avaliar a persistência de resíduos de um cimento à base de resina epóxi (AH Plus) sobre a superfície dentinária. Quarenta fragmentos de coroas de incisivos bovinos foram obtidos, tratados com irrigantes endodônticos, impregnados com o cimento e divididos em quatro grupos ($n=10$): G1(EIDE), etanol 95.0% e DE imediato; G2(XIDE), xilol e DE imediato; G3(EPDE), etanol 95.0% e DE após 7 dias e G4(XPDE), xilol e DE após 7 dias. Após a obtenção das imagens em MEV (500X), a contagem de túbulos dentinários abertos foram realizadas com o programa Photoshop CS5. Outros quarenta fragmentos foram semelhantemente preparados e também obtidas imagens em MEV (500X) para a avaliação da persistência de resíduos do cimento endodôntico na dentina, através de escores. A contagem dos túbulos dentinários abertos foi analisada com ANOVA e teste de Tukey ($P=0,05$) e a persistência de resíduos com os testes de Kruskal Wallis e Dunn ($P=0,05$). O protocolo de limpeza com o xilol e condicionamento ácido após 7 dias proporcionou maior quantidade de túbulos dentinários abertos e menor persistência de resíduos na dentina ($P<0,05$). Não houve diferenças entre os demais grupos ($P>0,05$).

* Artigo de acordo com as normas do Microscopy Research and Technique

INTRODUÇÃO

A presença de resíduos do cimento endodôntico na dentina da câmara pulpar após a obturação dos canais radiculares pode ocasionar a descoloração da coroa dental e/ou interferir negativamente sobre a adesão dos sistemas adesivos, comprometendo a longevidade das restaurações estéticas (Chaiyabatur and Kois, 2011; Matos et al., 2008; Plotino et al., 2007; Roberts et al., 2009).

Os cimentos à base de resina epóxi são os mais utilizados na endodontia contemporânea, sendo frequentemente recomendados como comparativos na avaliação dos materiais obturadores dos canais radiculares (Aranda-Garcia et al., 2013; Magro et al., 2015). Entretanto, a persistência de resíduos destes cimentos sobre a superfície dentinária reduz significativamente a resistência de união dos adesivos *self-etching* na dentina da câmara pulpar (Roberts et al., 2009).

Com o propósito de limpeza, diversas substâncias tem sido recomendadas para a remoção dos resíduos dos cimentos à base de resina epóxi da dentina, tais como o etanol, acetona, digluconato de clorexidina e acetato de amila (Kuga et al., 2013; Saraç et al., 2008). Entretanto, mesmo após a utilização destas substâncias, são ainda observados resíduos do cimento endodôntico sobre a superfície dentinária (Kuga et al., 2013; Victorino et al., 2013).

A solução química composta de formamida e 2-feniletanol (Endosolv R; Septodont, New Castle, DE, USA) também é recomendada para a remoção do cimento AH Plus, demonstrando boa capacidade de limpeza de superfície e não interfere no potencial de hibridização e resistência de união do sistema adesivo *self-etching* na dentina (Roberts et al., 2009). Apesar de este produto ser clinicamente efetivo (Shokouhinejad et al., 2010; Vranas et al., 2003), ele contém a formamida, que é uma substância potencialmente teratogênica (Kuga et al., 2013).

O xilol é um solvente orgânico com satisfatória capacidade solvente dos cimentos endodônticos, inclusive os cimentos à base de resina epóxi (Martos et al., 2006; Oyama et al., 2002). Rotineiramente é associado às técnicas de retratamento endodôntico, seja manual ou rotatória, favorecendo a remoção do material obturador do canal radicular (Magalhães et al., 2007; Rached-Junior et al., 2014). Entretanto inexistem estudos avaliando a capacidade de remoção de resíduos do cimento à base de resina epóxi da superfície dentinária.

Por outro lado, o ácido fosfórico a 37%, rotineiramente recomendado para o condicionamento ácido da dentina previamente à utilização dos sistemas adesivos dentinários (Pashley et al., 2011), tem sido demonstrado como um promissor agente de limpeza para a remoção da *smear layer* da dentina radicular (Prado et al., 2011). Igualmente ao citado para o

xilol, inexistem análises avaliando se o condicionamento ácido da dentina favorece a limpeza de superfície, bem como em qual momento do tratamento deveria ser realizado.

Portanto, o objetivo do presente estudo foi quantificar o número de túbulos dentinários abertos e avaliar a persistência de resíduos sobre a superfície dentinária após o uso dos protocolos de limpeza com o etanol ou xilol e condicionamento ácido imediato ou após 7 dias.

MATERIAIS E MÉTODOS

O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (Anexo 2), da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista (protocolo nº 11/2014). Quarenta incisivos bovinos recentemente extraídos tiveram suas raízes removidas na junção cimento-esmalte com um disco diamantado (Brasseler, Savannah, GA, USA). As coroas foram seccionadas longitudinalmente utilizando um disco diamantado em baixa velocidade (Isomet; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA) sob constante refrigeração, na direção méso-distal, obtendo um fragmento medindo 0,5mm x 0,5mm da face vestibular interna de cada coroa dental (Figura 1A). Na sequência, os fragmentos foram individualmente submersos em 10mL de hipoclorito de sódio a 2,5%, por 15 minutos, seguido por imersão em 10mL de EDTA a 17% (Biodinâmica Ind. Com, Ibitiporã, PR, Brazil), por 3 minutos e secagem com papel absorvente.

O cimento endodôntico à base de resina epóxi (AH Plus; Dentsply De Trey, Konstanz, Germany) foi manipulado, na proporção de 1:1 da pasta A em relação à pasta B, conforme recomendado pelo fabricante. A mistura foi aplicada uniformemente sobre toda a superfície dentinária correspondente à câmara pulpar com um microbrush (Microbrush Int., Grafton, WI, USA), até que uma camada visível de cimento endodôntico fosse observada (Figura 1B e 1C). O material permaneceu intacto sobre a superfície dentinária de cada um dos espécimes por 15 minutos (Kuga et al., 2012). Após este período, os espécimes foram divididos em 4 grupos ($n = 10$), de acordo com o protocolo de limpeza da superfície e momento do condicionamento ácido da dentina.

A superfície da dentina foi friccionada com uma bolinha de algodão embebida com o etanol a 95% (Rinse-N-Dry; Vista Dental, Racine, WI, USA) ou o xilol (Quimidrol, Joinville, SC, Brasil), até o momento em que nenhum resíduo de cimento endodôntico fosse visivelmente perceptível (Figura 1D). O condicionamento ácido foi realizado imediatamente ou após 7 dias da limpeza da superfície dentinária, utilizando o ácido fosfórico a 37% por 15s, seguido por irrigação da superfície com água destilada por 10s e secagem com papel absorvente. Portanto, de acordo com o protocolo de limpeza e momento do condicionamento

ácido da dentina, foram constituídos os seguintes grupos: G1(EIDE), etanol 95.0% e condicionamento ácido imediato; G2(XIDE), xilol e condicionamento ácido imediato; G3 (EPDE), etanol 95.0% e condicionamento ácido (DE) após 7 dias e G4 (XPDE), xilol e condicionamento ácido (DE) após 7 dias.

Na sequência, os espécimes foram secos em temperatura ambiente por 7 dias e desidratados em câmara fechada contendo sílica gel por 24 horas. Após este período, todos os espécimes foram montados em *stubs* metálicos, metalizados (ciclo único de 120s) sob vácuo, em câmara de metalização (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) e examinados sob microscopia eletrônica de varredura com JEOL 6060 (JEOL Ltda, Tokyo, JPN), operando com 15kV. Quatro diferentes imagens do mesmo espécime, com aumento de 500X, foram capturadas e selecionada a mais representativa para cada espécime. A quantidade de túbulos dentinários abertos e sem resíduos em seu interior foi contado utilizando o programa Photoshop CS5. Os dados obtidos foram submetidos a ANOVA e ao teste de Tukey ($P = 0,05$).

Outros quarenta fragmentos de dentina foram obtidos, manuseados, processados de forma semelhante ao anteriormente descrito, bem como a obtenção das imagens. Entretanto, os espécimes foram apenas montados em *stubs* metálicos e diretamente examinados em microscopia eletrônica de varredura (Psem Aspex Express; FEI Company, Eindhoven, Neederland), operando com 20kV, com o objetivo de evitar eventuais trincas possíveis de ocorrer nos espécimes, em virtude do processo de desidratação e metalização das amostras.

Após a captura das imagens, foram atribuídos escores de 1 a 4, para cada espécime de acordo com a incidência de resíduos sobre a dentina, adaptado de Kuga et al. (2012): Escore 1, reduzida quantidade de resíduos, com menos de 25% da superfície impregnada; Escore 2, mínima quantidade de resíduos, com menos de 50% da superfície impregnada; Escore 3, moderada quantidade de resíduos, com menos de 75% da superfície impregnada e Escore 4, intensa quantidade de resíduos, com praticamente toda a superfície impregnada. Os dados obtidos foram submetidos ao teste de Kruskal Wallis e Dunn ($P = 0,05$).

RESULTADOS

O protocolo de limpeza da dentina com o xilol e condicionamento ácido, após 7 dias, proporcionou maior quantidade de túbulos dentinários abertos em relação ao proporcionado pelo etanol, independentemente do momento de condicionamento ácido, ou o xilol com condicionamento ácido imediato ($P < 0.05$). Entre os demais grupos não houveram diferenças significantes ($P > 0.05$). A tabela 1 demonstra a média e desvio padrão da quantidade de

túbulos dentinários desobstruídos após os diversos protocolos de limpeza e momento do condicionamento ácido. As imagens representativas da quantidade de túbulos dentinários desobstruídos dos grupos avaliados estão demonstrados na figura 2.

A presença de resíduos sobre a superfície dentinária foi significativamente menor com o protocolo de limpeza com o xilol e condicionamento ácido após 7 dias, em relação aos demais grupos ($P < 0.05$). Não houveram diferenças entre os demais grupos ($P > 0.05$). A tabela 2 demonstra a mediana, valor mínimo e máximo, primeiro e terceiro quartis da presença de resíduos sobre a superfície dentinária após os diferentes protocolos de limpeza e momento de condicionamento ácido da superfície dentinária. A figura 3 ilustra a imagem representativa do protocolo de limpeza com o xilol e condicionamento ácido após 7 dias (D) e dos demais grupos (A,B,C).

DISCUSSÃO

Nos protocolos de limpeza da dentina impregnada pelo cimento endodôntico, a substância utilizada rotineiramente é friccionada sobre a superfície dentinária (Kuga et al., 2012a; Kuga et al., 2012b; Kuga et al., 2013). Apesar do xilol ser um dos solventes recomendados para a solubilização dos cimentos à base de resina epóxi (Martos et al., 2006), o produto não proporcionou a completa remoção de resíduos do cimento endodôntico da superfície dentinária, similar ao demonstrado com o uso do etanol, acetona e acetato de amila (Kuga et al., 2013).

O condicionamento ácido da dentina imediatamente após a limpeza com o xilol proporcionou maior persistência de resíduos comparado ao condicionamento ácido tardio. Como o tempo de presa final do cimento à base de resina epóxi é relativamente longo (Ruiz-Linares et al., 2013; Kuga et al., 2014) e a sua solubilidade aos solventes polares é mínima, a ação mecânica realizada durante o condicionamento da dentina e a posterior irrigação com água destilada para a remoção do ácido fosfórico favoreceram a dispersão dos resíduos do cimento endodôntico sobre a superfície dentinária.

Após 7 dias o tempo de presa final do cimento à base de resina epóxi já foi concluído (Ruiz-Linares et al., 2013). Somente a partir deste momento, a ação mecânica e química da técnica de condicionamento ácido e a irrigação com água destilada não proporcionaram a dispersão dos resíduos do cimento endodôntico sobre a superfície dentinária, favorecendo a ação de limpeza do xilol, apesar de Prado et al. (2011) demonstrarem que o ácido fosfórico a 37% seja um promissor agente de irrigação final para a remoção da smear layer da dentina do canal radicular. Entretanto, a composição e morfologia dos resíduos dentinários após o

preparo químico-mecânico dos canais radiculares é diferente dos resíduos do cimento endodôntico (Aranda-Garcia et al., Kuga et al., 2013).

O conceito que solventes polares possuem maior ação sobre substâncias polares e vice-versa justifica a menor limpeza proporcionada pelo etanol, quando a dentina foi impregnada com resina epóxi (Victorino et al., 2013). Kuga et al. (2013) observaram, através de análise em microscopia eletrônica de varredura, que o etanol à 95% e o álcool isopropílico são ineficazes para a limpeza da dentina impregnada com o cimento AH Plus.

Nos grupos em que o etanol a 95% foi utilizado, houve a persistência de resíduos do cimento endodôntico, independentemente do momento do condicionamento ácido. Uma vez que a solução utilizada apresenta água em sua composição e a resina epóxi é hidrófoba, a incidência da dispersão dos resíduos sobre a dentina ocorreram de forma similar, não tendo influência do momento do uso do ácido fosfórico a 37%, estando de acordo com Victorino et al. (2013).

A remoção dos resíduos dos cimentos endodônticos merece atenção, pois podem comprometer a longevidade das restaurações dentárias (Ribeiro et al., 2011; Taşar et al., 2014). Portanto, estudos que avaliem quais substâncias são adequadas para a remoção de resíduos do cimento endodôntico, dependendo de sua composição química, devem ser avaliados, objetivando não interferir na formação da camada híbrida pelo sistema adesivo após o condicionamento ácido da dentina.

Em conclusão, o protocolo de limpeza da superfície dentinária impregnada com o cimento à base de resina epóxi (AH Plus) com o xilol e condicionamento ácido após 7 dias com o ácido fosfórico a 37% proporcionou maior quantidade de túbulos dentinários abertos e menor presença de resíduos que o demonstrado pelo etanol a 95%, independentemente do momento do condicionamento ácido, ou pelo xilol com condicionamento ácido imediato.

REFERÊNCIAS

- Aranda-Garcia AJ, Kuga MC, Victorino KR, Chávez-Andrade GM, Duarte MA, Bonetti-Filho I, Faria G, Só MV. 2013. Effect of the root canal final rinse protocols on the debris and smear layer removal and on the push-out strength of an epoxy-based sealer. *Microsc Res Tech* 76:533-537.
- Chaiyabutr Y, Kois JC. 2011. The effect of tooth-preparation cleansing protocol on the bond strength of self-adhesive resin cement to dentin contaminated with a hemostatic agent. *Oper Dent* 36:18-21.

- Kuga MC, So MV, De Faria-Junior NB, Keine KC, Faria G, Fabricio S, Matsumoto MA. 2012a. Persistence of resinous cement residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Microsc Res Tech* 75:982-985.
- Kuga MC, Só MV, De Campos EA, Faria G, Keine KC, Dantas AA, Faria NB Jr. 2012b. Persistence of endodontic methacrylate-based cement residues on dentin adhesive surface treated with different chemical removal protocols. *Microsc Res Tech* 75:1432-1436.
- Kuga MC, Faria G, Rossi MA, do Carmo Monteiro JC, Bonetti-Filho I, Berbert FL, Keine KC, Só MV. 2013. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Scanning* 35:17-21.
- Kuga MC, Faria G, Só MV, Keine KC, Santos AD, Duarte MA, Kopper PM. 2014. The impact of the addition of iodoform on the physicochemical properties of an epoxy-based endodontic sealer. *J Appl Oral Sci* 22:125-30.
- Magalhães BS, Johann JE, Lund RG, Martos J, Del Pino FA. 2007. Dissolving efficacy of some organic solvents on gutta-percha. *Braz Oral Res* 21:303-307.
- Magro MG, Kuga MC, Aranda-Garcia AJ, Victorino KR, Chávez-Andrade GM, Faria G, Keine KC, Só MV. 2015. Effectiveness of several solutions to prevent the formation of precipitate due to the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine and its effect on bond strength of an epoxy-based sealer. *Int Endod J* 48:478-483.
- Martos J, Gastal MT, Sommer L, Lund RG, Del Pino FA, Osinaga PW. 2006. Dissolving efficacy of organic solvents on root canal sealers. *Clin Oral Investig* 10:50-54.
- Matos AB, Oliveira DC, Vieira SN, Netto NG, Powers JM. 2008. Influence of oil contamination on in vitro bond strength of bonding to dental substrates. *Am J Dent* 21:101-104.
- Oyama KO, Siqueira EL, Santos MD. 2002. In vitro study of effect of solvent on root canal retreatment. *Braz Dent J* 13:208-11
- Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay A. 2011. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater* 27:1-16.
- Plotino G, Buono L, Grande N, Pameijer CH, Somma F. 2007. Non vital bleaching: a review of the literature and clinical procedures. *J Endod* 34:394-407.
- Prado M, Gusman H, Gomes BP, Simão RA. 2011. Scanning electron microscopic investigation of the effectiveness of phosphoric acid in smear layer removal when compared with EDTA and citric acid. *J Endod* 37:255-258.

- Rached-Junior FJ, Sousa-Neto MD, Souza-Gabriel AE, Duarte MA, Silva-Sousa YT. 2014. Impact of remaining zinc oxide-eugenol-based sealer on the bond strength of a resinous sealer to dentine after root canal retreatment. *Int Endod J* 47:463-469.
- Ribeiro JC, Coelho PG, Janal MN, Silva NR, Monteiro AJ, Fernandes CA. 2011. The influence of temporary cements on dental adhesive systems for luting cementation. *J Dent*. 39:255-262.
- Roberts S, Kim JR, Gu LS, Kim YK, Mitchell QM, Pashley DH, Tay FR. 2009. The efficacy of different sealer removal protocols on bonding of self-etching adhesives to AH plus-contaminated dentin. *J Endod* 35:563-567.
- Ruiz-Linares M, Bailón-Sánchez ME, Baca P, Valderrama M, Ferrer-Luque CM. 2013. Physical properties of AH Plus with chlorhexidine and cetrimide. *J Endod* 39:1611-1614.
- Saraç D, Bulucu B, Saraç S, Kulunk S. 2008. The effect of dentin-cleaning agents on resin cement bond strength to dentin. *J Am Dent Assoc* 139:751-758.
- Shokouhinejad N, Sabeti MA, Hasheminasab M, Shafiei F, Shamshiri AR. 2010. Push-out bond strength of Resilon/Epiphany self-etch to intraradicular dentin after retreatment: A preliminary study. *J Endod* 36:493-496.
- Taşar S, Ulusoy MM, Meriç G. 2014. Microshear bond strength according to dentin cleansing methods before recementation. *J Adv Prosthodont* 6:79-87.
- Victorino KR, Campos EA, Só MVR, Kuga MC, Faria-Junior NB, Keine KC, Alvarenga FAS. 2013. Ethanol is inefficient to remove endodontic sealer residues of dentinal surface. *RSBO* 10:211-216.
- Vranas RN, Hartwell GR, Moon PC. 2003. The effect of endodontic solutions on Resorcinol-Formalin paste. *J Endod* 29:69-72.

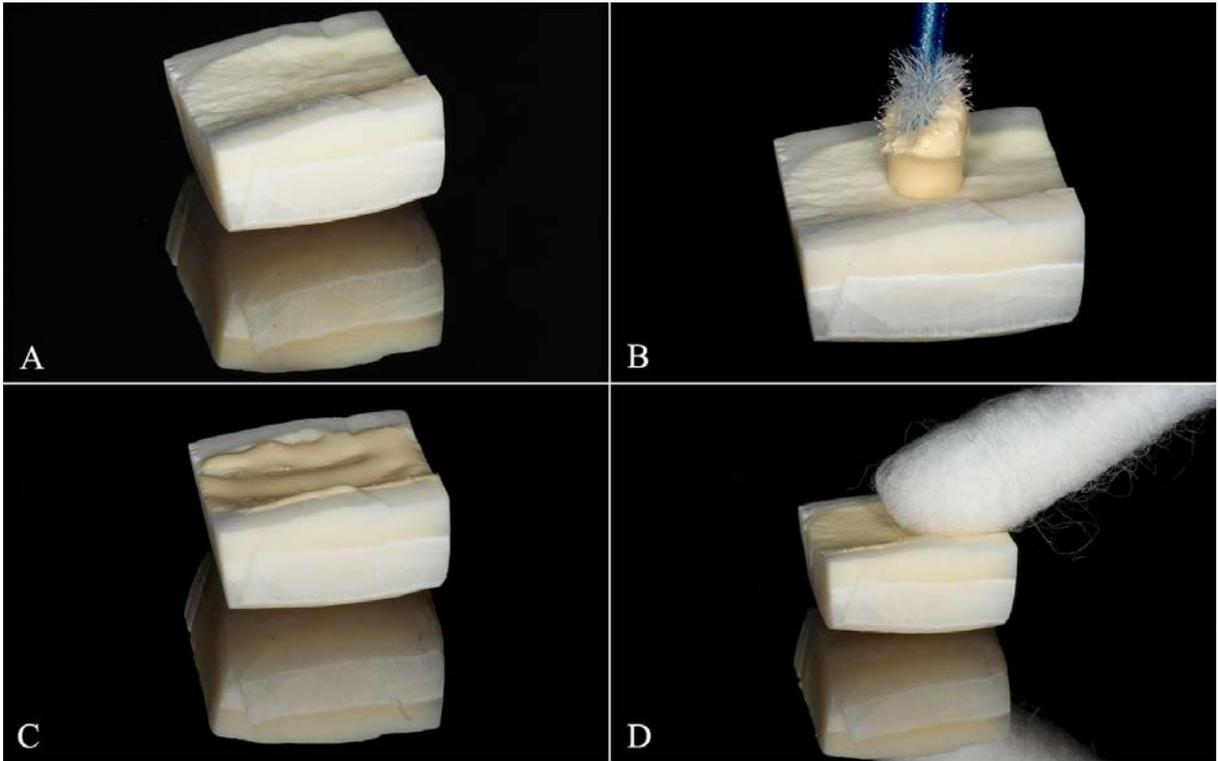


Fig. 1. (A) espécime preparado (B) aplicação do cimento à base de resina epóxi; (C) cimento endodôntico aplicado sobre a dentina; (D) limpeza da superfícies dentinária.

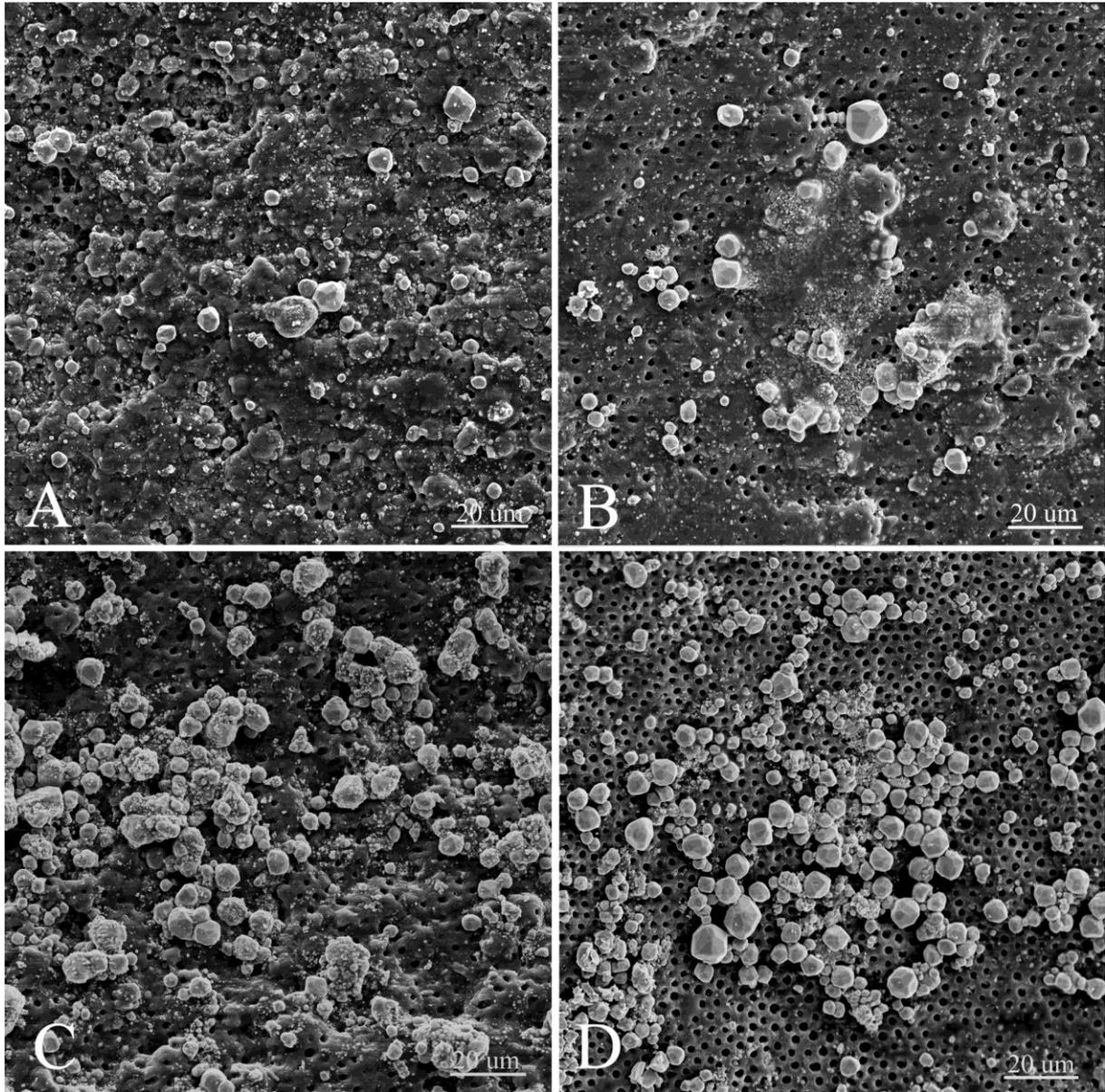


Fig. 2. Imagem representativa dos túbulos dentinários abertos nos grupos avaliados (2000X). (A) G1 (EIDE), etanol a 95% e condicionamento ácido imediato; (B) G2 (XIDE), xilol e condicionamento ácido imediato; (C) G3 (EPDE), etanol a 95% e condicionamento ácido após 7 dias e (D) G4 (XPDE), xilol e condicionamento ácido após 7 dias.

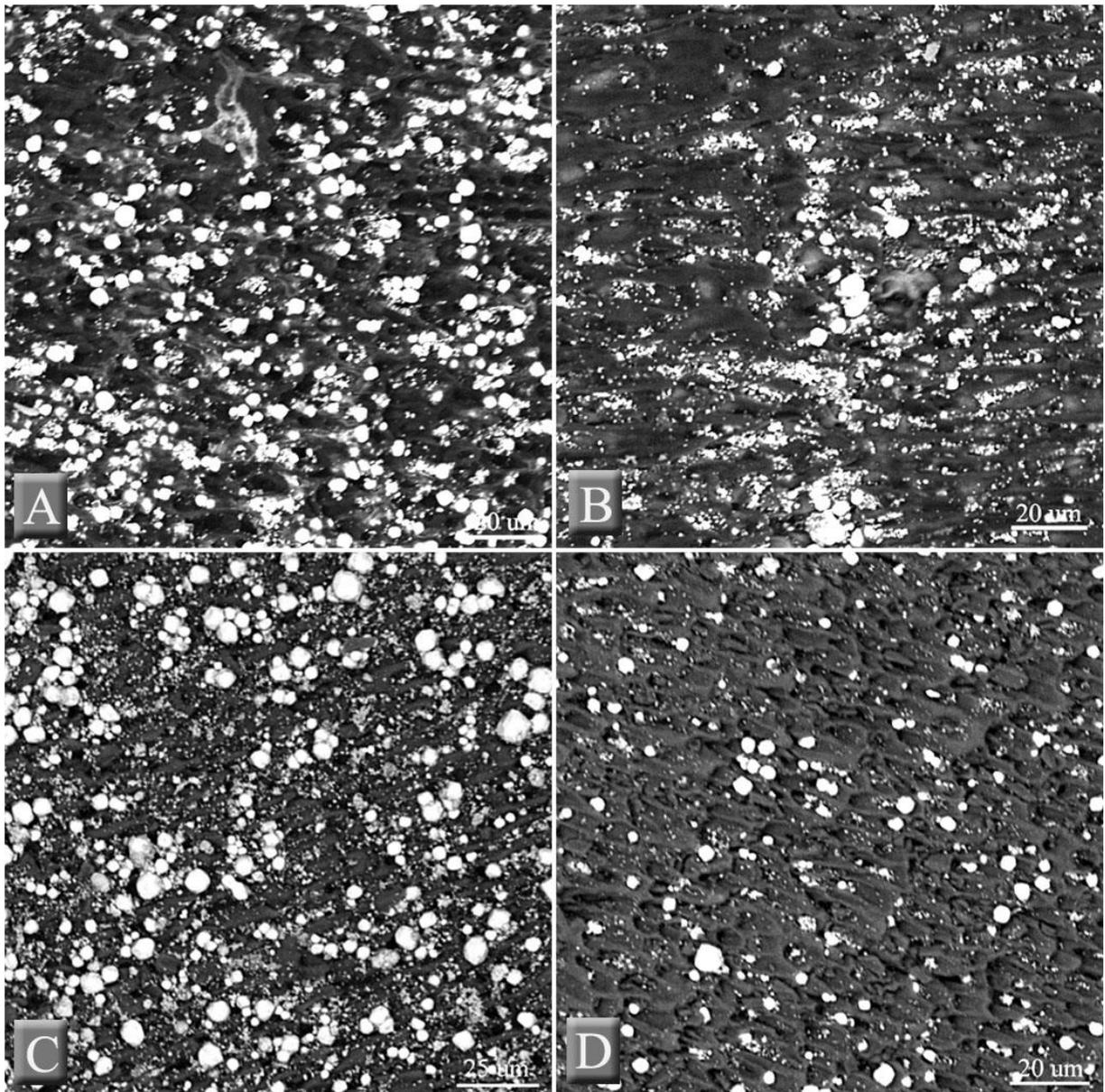


Fig. 3. Imagem representativa da persistência de resíduos sobre a superfície dentinária (500X - espécimes não metalizados). (A) G1 (EIDE), etanol a 95% e condicionamento ácido imediato; (B) G2 (XIDE), xilol e condicionamento ácido imediato; (C) G3 (EPDE), etanol a 95% e condicionamento ácido após 7 dias e (D) G4 (XPDE), xilol e condicionamento ácido após 7 dias.

Tabela 1 - Média e desvio padrão da quantidade de túbulos dentinários abertos, em função do protocolo de limpeza e momento de condicionamento ácido da superfície dentinária.

	G1	G2	G3	G4
média	250 ^b	264 ^b	315 ^b	912 ^a
desvio padrão	207.04	172.51	166.48	350.64

^{a,b} Diferentes letras demonstram diferenças estatisticamente significantes ($P < 0.05$). G1 (EIDE), etanol a 95% e condicionamento ácido imediato; G2 (XIDE), xilol e condicionamento ácido imediato; G3 (EPDE), etanol a 95% e condicionamento ácido após 7 dias e G4 (XPDE), xilol e condicionamento ácido após 7 dias.

Tabela 2 - Mediana, valor mínimo e máximo, 1^o e 3^o quartis dos escores atribuídos à persistência de resíduos do cimento à base de resina epóxi (AH Plus), em função do protocolo de limpeza e momento de condicionamento ácido da superfície dentinária.

	G1	G2	G3	G4
Mediana	2 ^b	2 ^b	2 ^b	1 ^a
Mínimo	2	2	1	1
Máximo	3	3	3	2
Q1	2	2	2	1
Q3	2.75	2	2	1

^{a,b} Diferentes letras demonstram diferenças estatisticamente significantes ($P < 0.05$). G1 (EIDE), etanol a 95% e condicionamento ácido imediato; G2 (XIDE), xilol e condicionamento ácido imediato; G3 (EPDE), etanol a 95% e condicionamento ácido após 7 dias e G4 (XPDE), xilol e condicionamento ácido após 7 dias.

4 CAPÍTULO 2

Efeitos de diferentes protocolos de limpeza da dentina impregnada com cimento endodôntico e momento do condicionamento ácido sobre a resistência de união e a formação de camada híbrida com um sistema adesivo universal, na estratégia *etch-and-rinse.**

Resumo

Objetivo Avaliar a formação de camada híbrida e a resistência de união de um sistema adesivo *etch-and-rinse* na dentina, em função do protocolo de limpeza da superfície impregnada com cimento à base de resina epóxi (AH Plus), com o etanol a 95% (E) ou o xilol (X) e condicionamento ácido e utilização do sistema adesivo, realizado imediatamente (DEI) após a limpeza da dentina ou após 7 dias (DEP).

Metodologia Quarenta fragmentos de dentina foram impregnados com o cimento endodôntico e divididos em quatro grupos ($n=10$): G1(E+DEI); G2(X+DEI); G3(E+DEP) e G4(X+DEP). Após o preparo dos espécimes, imagens foram obtidas em microscopia laser confocal e a camada híbrida formada mensurada com o programa Image J. Na sequência, quarenta coroas dentais foram preparadas semelhantemente ao estudo anterior. Após a realização dos protocolos descritos, em cada espécime foram fixadas matrizes de resina composta e submetidas ao teste de microcissalhamento. Os dados obtidos na formação da camada híbrida foram submetidos ao teste de ANOVA e Tukey e os de microcissalhamento aos testes de Kruskal Wallis e Dunn ($\alpha=5\%$).

Resultados G2 e G4 proporcionaram maior formação de camada híbrida que os demais grupos ($P<0,05$). G1- G3 e G2 - G4 foram semelhantes ($P>0,05$). A resistência de união do sistema adesivo na dentina foi similar entre os grupos ($P>0,05$).

Conclusão O xilol, independentemente do momento do condicionamento ácido, proporcionou maior formação de camada híbrida na dentina. Entretanto, a resistência de união do sistema adesivo na dentina, após os protocolos avaliados, foi semelhante entre os grupos avaliados.

Palavras-chave confocal, adhesives, dentine, endodontics, ethanol, solvents.

* Artigo de acordo com as normas do *International Endodontic Journal*

Introdução

A guta percha associada a um cimento endodôntico são os materiais mais utilizados para a obturação dos canais radiculares (Rodrigues *et al.* 2012). Porém, após a sua conclusão sempre há a persistência de resíduos do cimento endodôntico sobre a dentina da câmara pulpar (Kuga *et al.* 2012a, Kuga *et al.* 2012b). Apesar de diversas substâncias já terem sido propostas para a limpeza da dentina, nenhuma delas demonstra total eficácia de ação (Kuga *et al.* 2012a, Kuga *et al.* 2012b, Victorino *et al.* 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 *et al.* 2013, Magro *et al.* 2015). Entretanto, quando seus resíduos permanecem impregnados na dentina ocasionam uma significativa redução da resistência de união do sistema adesivo *self-etching* (Roberts *et al.* 2009).

Substâncias químicas, tais como o etanol a 95%, acetona, álcool isopropílico e o acetato de amila, são incapazes de remover totalmente os resíduos deste cimento (Kuga *et al.* 2013). O composto Endosolv é o mais recomendado para a limpeza e 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 *et al.* 2009). Como esta substância é tóxica e potencialmente teratogênica é interessante evitar o seu uso (Kuga *et al.* 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 *et al.* 2011, Mushtaq *et al.* 2012, Shenoj *et al.* 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 dos diversos sistemas adesivos.

Com o objetivo de criar um selamento coronário imediatamente após a obturação do canal radicular, é recomendável a aplicação de um adesivo dentinário na câmara pulpar (Wolanek *et al.* 2001, Korasli *et al.* 2007). Uma vez que os resíduos do cimento endodôntico podem interferir negativamente sobre a resistência de união do sistema adesivo *self-etching*, o uso prévio do condicionamento ácido da dentina poderá exercer efeitos benéficos sobre esta adesão, uma vez que a resistência de união dos sistemas adesivos *etch-and-rinse* na dentina da coroa dental é superior ao dos *self-etching* (Reis *et al.* 2013, Farrokh *et al.* 2012). Entretanto, para as versões mais contemporâneas dos sistemas adesivos, conhecidos como universais ou

multi-mode (Munöz *et al.* 2013, Sezinando 2014), o condicionamento ácido antes da utilização destes sistemas melhora a penetração dentinária, mas não afeta sua resistência de união à dentina (Hanabusa *et al.* 2012, Wagner *et al.* 2014, da Rosa *et al.* 2015).

Quando o condicionamento ácido é realizado imediatamente após a obturação do canal radicular, os resíduos do cimento endodôntico ainda não tomaram a sua presa final. Por outro lado, se realizado posteriormente ocorre o inverso, porém é desconhecido o efeito do condicionamento ácido sobre esta superfície impregnada neste momento.

Portanto, o objetivo do presente estudo foi avaliar a resistência de união e formação de camada híbrida na dentina da coroa dental com um sistema adesivo universal na estratégia *etch-and-rinse* (Scotchbond Universal; 3M ESPE, St Paul, MN, USA), em função do protocolo de limpeza da superfície dentinária impregnada com cimento à base de resina epóxi (AH Plus) com o etanol a 95% ou o xilol e condicionamento ácido e utilização do sistema adesivo, realizado imediatamente após a limpeza da dentina ou após 7 dias.

Materiais e métodos

1. Efeitos sobre a formação de camada híbrida

O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (Anexo 2), da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista (protocolo nº 11/2014). Quarenta incisivos bovinos, de anatomia coronária semelhante, foram selecionados, armazenados em solução de timol a 0,1% e conservados em 4° C até o momento de uso. Inicialmente, o esmalte do terço médio da face vestibular da coroa dental foi desgastado até a exposição da dentina, em 30° graus em relação ao longo eixo coronário, determinando uma área de 10mm de extensão incisivo-cervical e 5mm de largura mesio-distal.

Na sequência, os espécimes foram individualmente imersos em 10mL de hipoclorito de sódio a 2,5% (Asfer, São Caetano do Sul, SP, Brasil), por 15 minutos. Seguido por imersão em 10mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, Brasil), por 3 minutos e irrigação final com 5mL de hipoclorito de sódio a 2,5%. Imediatamente após a secagem com papel absorvente, a dentina exposta dos espécimes foi impregnada com um cimento à base de resina epóxi (AH Plus; Dentsply De Trey, Konstanz, Germany), manipulado na proporção de 1:1 da pasta base e catalisadora, utilizando um microbrush (KG Sorensen, São Paulo, SP, BR). O cimento endodôntico foi mantido sobre a superfície dentinária por 15 minutos.

Os espécimes foram aleatoriamente divididos em 4 grupos, de acordo com o protocolo de limpeza da superfície dentinária e o momento de condicionamento ácido e aplicação do sistema adesivo. No G1 (etanol, condicionamento ácido imediato), a superfície dentinária foi

previamente limpa com solução de 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 15s, lavada com água destilada por 10 s e secagem com ponta de papel absorvente. O sistema adesivo (Scotchbond Universal; 3M ESPE, St Paul, MN, USA) foi friccionado sobre a dentina por 20s, homogeneizado com jatos de ar por 5s e fotopolimerizado com unidade LED (LED Bluephase; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, AL), na intensidade de 1.200 mW/cm², por 10s. No G2 (xilol, condicionamento ácido imediato), foram realizados semelhantes procedimentos ao G1, porém utilizado o xilol (Quimidrol, Joinville, SC, Brasil) como solução de limpeza da dentina.

No G3 (etanol, condicionamento ácido tardio), a superfície dentinária foi previamente limpa com solução de etanol a 95% (Rinse-N-Dry; Vista Dental, Racine, WI, USA) e os espécimes armazenados em estufa, na temperatura de 37°C e umidade relativa. Após 7 dias, a superfície dentinária foi condicionada com ácido fosfórico a 37% e aplicado o sistema adesivo (Scotchbond Universal; 3M ESPE, St Paul, MN, USA), semelhante ao descrito no G1. No G4 (xilol, condicionamento ácido tardio), os procedimentos foram semelhantes ao G3, porém o xilol (Quimidrol, Joinville, SC, Brasil) foi utilizado como o agente de limpeza da dentina.

Na sequência, sobre a dentina de todos os espécimes, foi realizada uma reconstrução com resina composta (Opallis; FGM, Joinville, SC, BR), com 4mm de espessura, com incrementos de aproximadamente 2mm e fotoativação por 40 s, a cada incremento (Anexo 1, Figura 1A). Após 24 h da conclusão da restauração, as coroas dentais foram seccionadas longitudinalmente no seu terço médio (Anexo1, Figura 1B), utilizando máquina de corte de tecidos duros (Isomet; Buehler, Lake Bluff, IL).

As faces seccionadas foram gradualmente polidas com lixas d'água, de granulação #600 e #1200 (Norton, Lorena, SP, BR), em politriz circular (Arotec, Cotia, SP, BR). Concluído o polimento das superfícies, os espécimes foram lavados abundantemente com água destilada. Na sequência, a superfície foi polida com óxido de alumínio (Arotec, São Paulo, SP, BR), com granulação de 30µm, e disco de feltro acionado em politriz circular. Os espécimes foram imersos em água destilada e agitados em cuba ultrassônica (Cristófoli, Campo Mourão, PR, BR), por 10 minutos.

Após a secagem dos espécimes com papel absorvente, toda a superfície preparada foi condicionada com ácido fosfórico a 37% (Condac 37; FGM Produtos Odontológicos Ltda., Joinville, SC, Brasil), por 1 minuto. As superfícies foram novamente lavadas com 50 mL de água destilada, desidratadas com jato de ar e fixadas individualmente sobre uma lâmina de vidro.

Cada um dos espécimes foi, então, analisado com microscópio laser confocal (LEXT OLS4100; Olympus, Shinjuku-ku, Tokyo, JP), utilizando software específico (Olympus Stream; Olympus, Shinjuku-ku, Tokyo, JP), com aumento de 1024X. As imagens foram salvas em formato TIFF e a extensão de formação da camada híbrida foi mensurada utilizando o programa Image J.

Após a calibração do software Image J em micrometros, a espessura da camada híbrida formada foi mensurada em uma extensão de 100µm, da face vestibular do terço médio da coroa dental. Uma medida foi realizada a cada 10 µm, sendo obtidas 10 análises em cada espécime. A média aritmética destas medidas foi interpretada como a média de formação da camada híbrida em cada um dos espécimes. Os dados obtidos foram submetidos aos testes de ANOVA e Tukey ($P = 0,05$).

2. Efeitos sobre a resistência de união do sistema adesivo na dentina

Quarenta coroas de incisivos extraídos 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. Inicialmente, a coroa foi seccionada no sentido mesio-distal, nos extremos incisal e cervical, obtendo um espécime de 10mm de extensão por 5mm de largura (Anexo 1, Figura 1C), 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 carbetto 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 20s. 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 1h (Anexo 1, Figura 1D).

Após a polimerização da resina acrílica, os espécimes foram aleatoriamente distribuídos em 4 grupos ($n = 10$), de acordo com os protocolos de tratamento descritos no experimento anterior. 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 (Anexo 1, Figura 1E). 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, para preenchimento com resina composta (Filtek Z-250; 3M, St. Paul, MN, USA).

Após a confecção dos corpos de prova, os espécimes foram armazenados em umidade relativa de 99% a 37°C 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 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 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 deslocamento do corpo de prova (Anexo 1, Figura 1F). 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. Os dados obtidos foram submetidos aos testes de Kruskal Wallis e Dunn ($P = 0,05$).

Resultados

1. Efeitos sobre a formação de camada híbrida

Os protocolos de limpeza da dentina impregnada com o cimento endodôntico (AH Plus) e o momento do condicionamento ácido da dentina interferiram negativamente na formação da camada híbrida. Os protocolos de limpeza com o xilol, com condicionamento ácido imediato ou após 7 dias (G2 e G4), proporcionaram maior extensão da camada híbrida na dentina da coroa dental, em relação aos demais grupos ($P < 0,05$). Não houve diferenças entre os grupos que utilizaram a mesma substância no protocolo de limpeza da dentina, independentemente do momento do condicionamento ácido ($P > 0,05$).

A tabela 1 demonstra a média aritmética e o desvio padrão da camada híbrida formada em função do protocolo de limpeza da dentina e o momento do condicionamento ácido. A figura 1 demonstra a imagem representativa da camada híbrida formada, com visão plana e em 3D, dos protocolos de limpeza em que o etanol (G1 e G3) e o xilol (G2 e G4) foram utilizados.

2. Efeitos sobre a resistência de união do sistema adesivo na dentina

A resistência de união do sistema adesivo universal na estratégia *etch-and-rinse*, na dentina da coroa dental após a utilização do protocolo de limpeza com o etanol ou xilol, independentemente do momento do condicionamento ácido da dentina não demonstraram

diferenças significantes entre si ($P > 0,05$). A tabela 2 demonstra a mediana, valores mínimo e máximo e o primeiro e terceiro quartil da resistência de união (em MPa) do sistema adesivo universal na estratégia *etch-and-rinse*, na dentina da coroa dental.

Discussão

A utilização dos sistemas adesivos e materiais restauradores resinosos requer que as paredes dentinárias estejam preparadas para a formação da camada híbrida, portanto livres de restos de guta-percha e cimento endodôntico, de forma a favorecer o mecanismo de embricamento do sistema adesivo nas paredes cavitárias.

Os produtos utilizados neste estudo para a limpeza da dentina impregnada com o cimento endodôntico (AH Plus) mostraram resultados estatisticamente diferentes na formação da camada híbrida. Os protocolos de limpeza com o xilol, independentemente do momento do condicionamento ácido (imediate ou após 7 dias, G2 e G4), proporcionaram maior extensão de camada híbrida na dentina da coroa dental em relação aos grupos em que se utilizou o etanol a 95%. Possivelmente, a solução de xilol foi mais efetiva em dissolver os resíduos do cimento (AH Plus) aderido às paredes da cavidade, quando comparada ao etanol. Este dado está de acordo com outros estudos (Martos *et al.* 2011, Sheno *et al.* 2014) que comprovaram a maior capacidade do xilol em dissolver a maioria dos cimentos endodônticos, exibindo uma eficácia máxima de dissolução para o cimento AH Plus (Mushtaq *et al.* 2012).

Estudos observaram que as soluções de limpeza dentinária à base de etanol (95% e 70%) não foram capazes de remover completamente os resíduos de cimentos da dentina (Kuga *et al.* 2012a, 2012b, Kuga *et al.* 2013, Victorino *et al.* 2013). Como o etanol é um solvente polar e as resinas presentes no cimento AH Plus são apolares (bisfenol-A e bisfenol-F epóxi), pode-se assumir que o etanol não se mistura completamente com este cimento, resultando na persistência de resíduos na superfície da dentina (Roberts *et al.* 2009).

A persistência de resíduos de cimento na superfície da dentina para os grupos tratados com etanol (G1 e G3), possivelmente minimizou a ação do ácido fosfórico, e seu poder de desmineralização em profundidade na dentina, diminuindo a posterior penetração dos monômeros do adesivo na estrutura dentinária. O condicionamento ácido realizado na dentina para os sistemas adesivos *etch-and-rinse* elimina o conteúdo mineral da zona mais superficial (Perdigão *et al.* 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, o que justificaria os menores valores de espessura de camada híbrida para os grupos G1 (5,63µm) e G3 (5,53 µm).

Todos estes fatores discutidos anteriormente podem ter agido de maneira a influenciar na menor extensão da camada híbrida para os grupos tratados com etanol a 95% (G1 e G3). Ficou evidente neste estudo, que a limpeza da dentina com solução de xilol previamente à técnica do sistema adesivo *etch-and-rinse* (G2 e G4) permitiu uma maior zona de interdifusão resinosa, possibilitando a maior infiltração em profundidade dos monômeros adesivos entre as fibrilas colágenas da dentina, e conseqüentemente espessuras maiores da camada híbrida para estes grupos (G2 - 10,27 µm; G4 - 8,94 µm).

Entretanto, apesar dos maiores valores em espessura da camada híbrida para os grupos G2 e G4, não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos ($P > 0,05$), no que se refere à resistência de união do sistema adesivo universal utilizado com a estratégia *etch-and-rinse*, na dentina da coroa dental, após a utilização do protocolo de limpeza com o etanol ou xilol, independentemente do momento do condicionamento ácido. Estudos mostram que não há correlação entre a espessura de camada híbrida e melhor desempenho, durabilidade e resistência de união dos sistemas adesivos. A profundidade da dentina infiltrada e a espessura da camada híbrida não são indicativas de maior resistência de união (Yoshiyama et al. 2000). Para o esmalte, por outro lado, a capacidade de desmineralização está correlacionada com a força de união (Perdigão et al. 2008, Reis et al. 2013). Um exemplo disso são os sistemas adesivos *self-etching* agressivos (pH<1), que pela maior acidez promovem camadas híbridas tão espessas quanto a dos sistemas *etch-and-rinse*, entretanto, possuem a desvantagem de serem frágeis mecanicamente, fraturando-se internamente quando submetidos às tensões (Pashley & Tay 2001).

Alguns fabricantes lançaram sistemas adesivos mais versáteis, que podem ser utilizados tanto na estratégia *self-etching*, como *etch-and-rinse*, conhecidos como universais (Hanabusa et al. 2012, Perdigão et al. 2012, Munöz et al. 2013, Perdigão et al. 2014, Sezinando 2014, da Rosa et al. 2015). É fato que a resistência de união ao esmalte de adesivos *self-etching* é melhorada com o prévio condicionamento ácido (Reis et al. 2013, da Rosa et al. 2015). No entanto, este efeito não é evidente para a dentina, quando os sistemas universais são utilizados (Perdigão et al. 2012, Hanabusa et al. 2012, da Rosa et al. 2015).

O condicionamento ácido antes da utilização de sistemas adesivos universais melhora sua penetração dentinária, mas não afeta sua resistência de união à dentina (Perdigão et al. 2012, Hanabusa et al. 2012, Wagner et al. 2014). Estudos mostram que ambas as estratégias *etch-and-rinse* ou *self-etching* não resultaram em diferenças estatísticas significativas na

resistência de união à dentina, entretanto, existem diferenças na espessura da camada híbrida formada, variando de aproximadamente $5\mu\text{m}$ e $\leq 0.5\mu\text{m}$, respectivamente (Chen *et al.* 2015).

Este dado pode justificar o fato de não ter havido diferença estatística na resistência de união (em MPa) do sistema adesivo universal, utilizado neste estudo na estratégia *etch-and-rinse*, mesmo com diferentes espessuras de camada híbrida. É possível que pela versatilidade do sistema adesivo utilizado na estratégia *etch-and-rinse*, sua resistência de união à dentina da coroa dental não tenha sido influenciada pelos protocolos de limpeza com etanol ou xilol, independentemente do momento do condicionamento ácido.

Conclusão

O sistema adesivo universal utilizado neste estudo, pela estratégia *etch-and-rinse*, não foi influenciado pelos protocolos de limpeza com etanol ou xilol, independentemente do momento do condicionamento ácido, no que se refere à resistência de união à dentina. Espessuras maiores de camada híbrida foram observadas quando a dentina foi limpa com solução de xilol, independente do momento do condicionamento ácido.

Referências

- Aranda-Garcia AJ, Kuga MC, Vitorino KR et al. (2013) 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* **76**, 533-7.
- Arrais CAG, Giannini M (2002) Morphology and thickness of the diffusion of resin through demineralized or unconditioned dentinal matrix. *Pesquisa Odontológica Brasileira* **16**, 115-20.
- Chen C, Niu LN, Xie H et al. (2015) Bonding of universal adhesives to dentine - old wine in new bottles? *Journal of Dentistry* **43**, 525-36.
- Da Rosa WLO, Piva E, Da Silva AF (2015) Bond strength of universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. *Journal of Dentistry* **43**, 765-76.
- Farrokh A, Mohsen M, Soheil S, Nazanin B (2012) Shear bond strength of three self-adhesive resin cements to dentin. *Indian Journal of Dental Research* **23**, 221-5.
- Hanabusa M, Mine A, Kuboki T et al. (2012) Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *Journal of Dentistry* **40**, 475-84.
- Korasli D, Ziraman F, Ozyurt P et al. (2007) Microleakage of self-etch primer/adhesives in endodontically treated teeth. *Journal of the American Dental Association* **138**, 634-40.

- Kuga MC, Só MV, De Faria-júnior NB et al. (2012a) Persistence of resinous cement residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Microscopy Research and Technique* **75**, 982-5.
- Kuga MC, Só MV, De Campos EA et al. (2012b) Persistence of endodontic methacrylate-based cement residues on dentin adhesive surface treated with different chemical removal protocols. *Microscopy Research and Technique* **75**, 1432-6.
- Kuga MC, Faria G, Rossi MA et al. (2013) Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Scanning* **35**, 17-21.
- Magro MG, Kuga MC, Aranda-Garcia AJ et al. (2015) 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* **48**, 478-83.
- Martos J, Bassotto AP, González-Rodríguez MP, Ferrer-Luque CM (2011) Dissolving efficacy of eucalyptus and orange oil, xylol and chloroform solvents on different root canal sealers. *International Endodontic Journal* **44**, 1024-8.
- Munöz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH (2013) Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *Journal of Dentistry* **41**, 404-11.
- Mushtaq M, Masoodi A, Farooq R, Khan FY (2012) The dissolving ability of different organic solvents on three different root canal sealers: in vitro study. *Iranian Endodontic Journal* **7**, 198-202.
- Pashley DH, Tay FR (2001) Agressiveness of contemporary self-etching adhesives, part II: etching effects on unground enamel. *Dental Materials* **17**, 430-44.
- Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B et al. (1996) A morphological field emission SEM study of the effect of six phosphoric acid-etching agents on human dentin. *Dental Materials* **12**, 262-71.
- Perdigão J, Lopes MM, Gomes G (2008) In vitro bonding performance of self-etch adhesives: II ultramorphological evaluation. *Operative Dentistry* **33**, 534-49.
- Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC (2012) Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. *American Journal of Dentistry* **25**, 153-8. 125.
- Perdigão J, Kose C, Mena-Serrano AP et al. (2014) A new universal simplified adhesive: 18-month clinical evaluation. *Operative Dentistry* **39**, 113-27.
- Reis A, Loguercio AD, Manso AP et al. (2013) 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* **26**, 44-50.

- Roberts S, Kim JR, Gu L et al. (2009) The efficacy of different sealer removal protocols on bonding of self-etching adhesives to AH Plus-contaminated dentin. *Journal of Endodontics* **35**, 563-7.
- Rodrigues A, Bonetti-Filho I, Faria G, Andolfatto C, Camargo Vilella Berbert FL, Kuga MC (2012) Percentage of gutta-percha in mesial canals of mandibular molars obturated by lateral compaction or single cone techniques. *Microscopy Research and Technique* **75**, 1229-32.
- Sezinando A (2014) Looking for the ideal adhesive - a review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial* **55**, 194–206.
- Shenoi PR, Badole GP, Khode RT (2014) 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* **39**, 17-23.
- Victorino KR, De Campos EA, Só MV et al. (2013) Ethanol is inefficient to remove endodontic sealer residues of dentinal surface. *RSBO* **10**, 211-6.
- Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U (2014) Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *Journal of Dentistry* **42**, 800–7.
- Wolanek GA, Loushine RJ, Weller RN et al. (2001) In vitro bacterial penetration of endodontically treated teeth coronally sealed with a dentin bonding agent. *Journal of Endodontics* **27**, 354-7.
- Yoshiyama M, Urayama A, Kimochi T, Matsuo T, Pashley DH (2000) Comparison of conventional vs self-etching adhesive bonds to caries-affected dentin. *Operative Dentistry* **25**, 163-9.

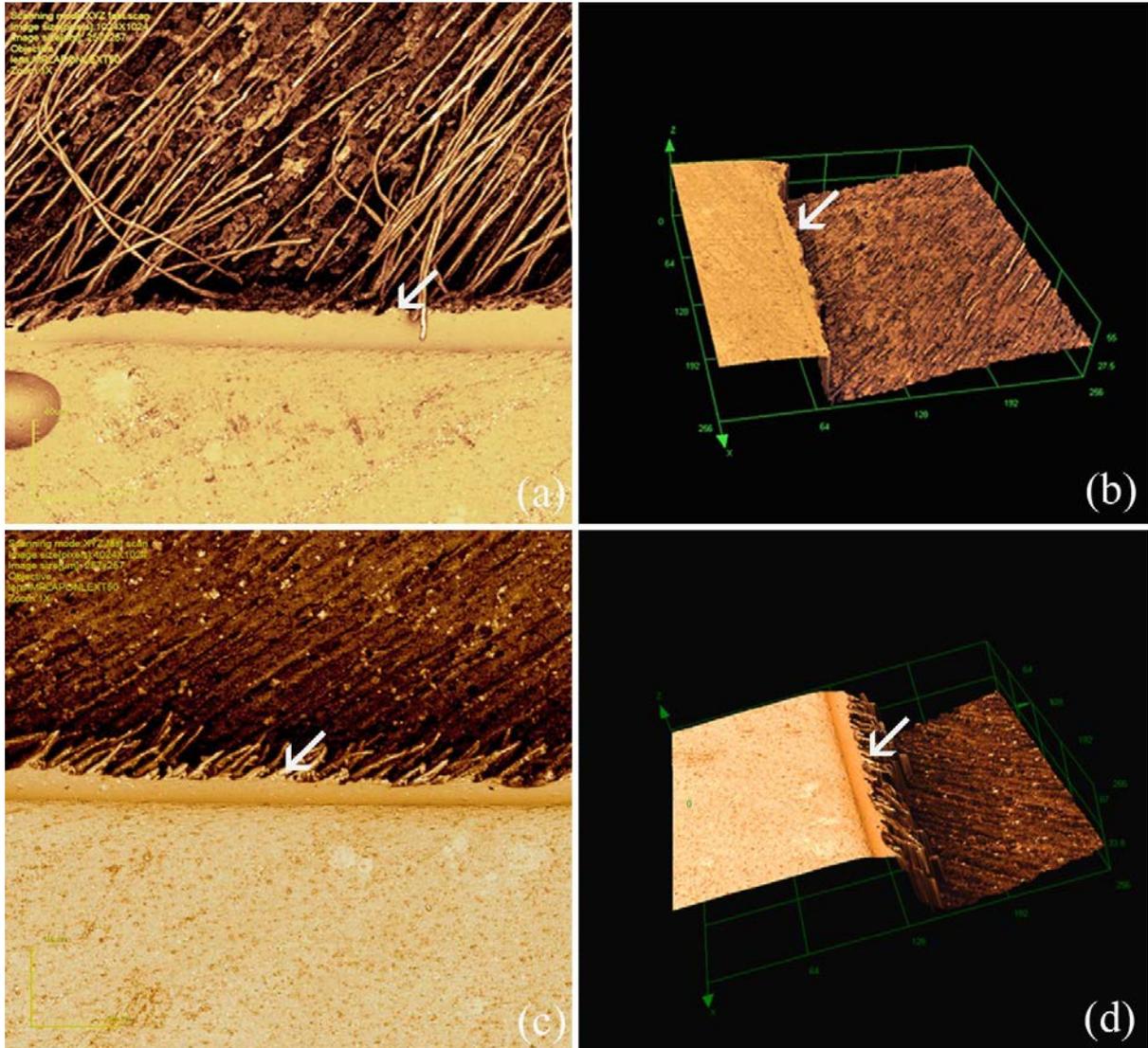


Figura 1. Imagens representativas da camada híbrida formada pelo sistema adesivo, em função da substância utilizada para a limpeza da superfície dentinária e momento de condicionamento ácido. (a) e (b) imagens representativas de G1 e G3; (c) e (d) imagens representativas de G2 e G4. Seta branca demonstra a formação de camada híbrida.

Tabela 1. Média aritmética (em micrômetros) e o desvio padrão da extensão da camada híbrida formada em função do protocolo de limpeza da dentina e o momento do condicionamento ácido.

	G1	G2	G3	G4
média (dv)	5,63 (2,11) ^b	10,27 (2,58) ^a	5,53 (2,01) ^b	8,94 (2,02) ^a
Vmin - Vmáx	2,30 - 9,70	6,30 - 12,90	2,30 - 9,70	6,90 - 12,90

^{a,b} Diferentes letras na mesma linha indicam diferenças significantes ($P < 0,05$). G1 - etanol e condicionamento ácido imediato, G2 - xilol e condicionamento ácido imediato, G3 - etanol e condicionamento ácido tardio e G4 - xilol e condicionamento ácido tardio. (dv) desvio padrão, (Vmin) valor mínimo, (Vmáx) valor máximo.

Tabela 2. Mediana, valores mínimo e máximo e primeiro e terceiro quartil da resistência de união (em MPa) do sistema adesivo universal na estratégia etch-and-rinse, na dentina da coroa dental.

	G1	G2	G3	G4
mediana	13,01	14,62	17,01	18,10
Vmin - Vmáx	7,20 - 25,00	6,01 - 22,60	9,75 - 19,60	14,50 - 25,20
1Q - 3Q	9,80 - 17,32	10,87 - 15,68	16,38 - 17,37	18,10 - 16,10

Não houve diferenças significativas entre os grupos ($P > 0,05$). G1 - etanol e condicionamento ácido imediato, G2 - xilol e condicionamento ácido imediato, G3 - etanol e condicionamento ácido tardio e G4 - xilol e condicionamento ácido tardio. (Vmin) valor mínimo, (Vmáx) valor máximo, (1Q) primeiro quartil e (3Q) terceiro quartil.

5 CAPÍTULO 3

Efeitos de diferentes protocolos de limpeza da dentina impregnada com cimento endodôntico sobre a resistência de união e a formação de camada híbrida de dois tipos de sistemas adesivos*.

Resumo

Objetivo Avaliar a resistência de união e formação de camada híbrida na dentina da coroa dental com dois diferentes sistemas adesivos *etch-and-rinse*, um de três passos (Adper Scotchbond Multi Purpose; 3M ESPE, St Paul, MN, USA) e outro universal com condicionamento ácido (Scotchbond Universal; 3M ESPE, St Paul, MN, USA), imediatamente após a limpeza da superfície dentinária impregnada com cimento à base de resina epóxi (AH Plus) com o protocolo utilizando o etanol a 95% (E) ou o xilol (X).

Metodologia Quarenta fragmentos de dentina de incisivos bovinos foram impregnados com o cimento endodôntico e divididos em quatro grupos experimentais, de acordo com a substância química utilizada para a limpeza da superfície dentinária e o tipo de sistema adesivo utilizado e, um grupo controle ($n=10$): G1 (controle), sobre a dentina não impregnada pelo cimento foi aplicado o sistema adesivo Adper Scotchbond Multi Purpose; G2: EDE Scotchbond Universal; G3: XDE Scotchbond Universal; G4: EDE Adper Scotchbond Multi Purpose; G5: XDE Adper Scotchbond Multi Purpose. Sobre a dentina foi realizada uma reconstrução com resina composta e após o preparo dos espécimes, imagens foram obtidas em microscopia laser confocal e a camada híbrida formada mensurada com o programa Image J. Os dados obtidos foram submetidos à ANOVA e teste de Tukey ($P = 0,05$). Na sequência, cinquenta coroas dentais foram preparadas igualmente ao estudo anterior. Após a realização dos protocolos descritos, em cada espécime foram fixadas matrizes de resina composta e submetidos ao teste de microcisalhamento. Os dados obtidos na formação da camada híbrida foram submetidos ao teste de ANOVA e teste de Tukey ($P = 0,05$).

Resultados Os protocolos de limpeza da dentina impregnada com o cimento endodôntico (AH Plus) e o tipo de sistema adesivo utilizado interferiram negativamente na formação da camada híbrida, em relação ao grupo controle ($P < 0,05$), exceto quando o sistema adesivo de

* Artigo de acordo com as normas do *Clinical Oral Investigations*

três passos (Adper Multi Purpose) foi utilizado após a limpeza da dentina com o xilol ($P > 0,05$). Não houve diferenças entre os protocolos de limpeza dentinária e os dois tipos de sistemas adesivos, na formação da camada híbrida ($P > 0,05$). As médias dos valores de resistência de união dos sistemas adesivos na dentina foram estatisticamente semelhantes entre os grupos avaliados e o grupo controle, independente do protocolo de limpeza utilizado.

Conclusão A camada híbrida formada após o protocolo de limpeza com o xilol e utilização do sistema adesivo de três passos foi similar ao da dentina não impregnada pelo cimento endodôntico. Entretanto, a resistência de união do sistema adesivo na dentina foi similar entre os grupos avaliados, independentemente do tipo de sistema adesivo e protocolo de limpeza utilizado.

Palavras-chave confocal, adhesives, dentine, endodontics, ethanol, solvents.

Introdução

A guta percha associada a um cimento endodôntico são os materiais mais utilizados para a obturação dos canais radiculares [1]. Porém, após a sua conclusão sempre há a persistência de resíduos do cimento endodôntico sobre a dentina da câmara pulpar [2, 3]. Apesar de diversas substâncias já terem sido propostas para a limpeza da dentina, nenhuma delas demonstra total eficácia de ação [2, 3].

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 [4, 5]. Entretanto, quando seus resíduos permanecem impregnados na dentina ocasionam uma significativa redução da resistência de união do sistema adesivo *self-etch* [6].

Substâncias químicas, tais como o etanol a 95%, acetona, álcool isopropílico e o acetato de amila são incapazes de remover totalmente os resíduos deste cimento [7]. O composto Endosolv é o mais recomendado para a limpeza e 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 [6]. Como esta substância é um material tóxico e potencialmente teratogênico é interessante evitar o uso [7].

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 [8]. 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 dos diversos sistemas adesivos.

Com o objetivo de criar um selamento coronário imediatamente após a obturação do canal radicular, é recomendável a aplicação de um adesivo dentinário na câmara pulpar, preferencialmente os *self-etching* pela facilidade de manuseio [9, 10]. Entretanto, os sistemas adesivos apresentam diferentes características químicas e técnicas de manuseio, proporcionando diferentes valores de resistência de união na superfície dentinária, sendo os valores obtidos com os sistemas adesivos *self-etching* menores que os demonstrados pelos sistemas adesivos *etch-and-rinse* [11, 12].

A resistência de união dos sistemas adesivos *self-etching* é severamente comprometida quando são aplicados sobre a dentina impregnada com cimento temporário e/ou resíduos oleosos [13, 14]. Tal fato pode ser atribuído a uma possível dissipação da *smear layer* sobre a dentina da câmara pulpar durante a aplicação do sistema adesivo [6]. Mas são desconhecidos se o condicionamento ácido e os produtos utilizados nos sistemas adesivos *etch-and-rinse* seriam influenciados pelos protocolos de limpeza dentinária realizados com o etanol ou xilol, após o uso do cimento endodôntico à base de resina epóxi.

Portanto, o objetivo do presente estudo foi avaliar a resistência de união e formação de camada híbrida na dentina da coroa dental com dois diferentes sistemas adesivos *etch-and-rinse*, um de três passos (Adper Scotchbond Multi Purpose; 3M ESPE, St Paul, MN, USA) e outro universal com condicionamento ácido (Scotchbond Universal; 3M ESPE, St Paul, MN, USA), imediatamente após a limpeza da superfície dentinária impregnada com cimento à base de resina epóxi (AH Plus) com o protocolo utilizando o etanol a 95% ou o xilol.

Materiais e métodos

1. efeitos sobre a formação de camada híbrida

O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (Anexo 2), da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista (protocolo nº 11/2014). Cinquenta coroas de incisivos bovinos, de anatomia coronária semelhante, foram selecionados, armazenados em solução de timol a 0,1% e conservados em 4° C até o momento de uso. Inicialmente, o esmalte do terço médio da face vestibular da coroa dental foi desgastado até a exposição da dentina, em 30° graus em relação ao longo eixo coronário, determinando uma área de 10mm de extensão incisivo-cervical e 5mm de largura mesio-distal.

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 minutos. Imediatamente após, imersos em 10mL de EDTA a 17% (Biodinâmica, Ibioporã, PR, Brasil), por 3 minutos, seguido por irrigação final com 5mL de hipoclorito de sódio a 2,5%. Imediatamente após a

secagem com papel absorvente, a dentina exposta de quarenta espécimes foi impregnada com um cimento à base de resina epóxi (AH Plus; Dentsply De Trey, Konstanz, Germany), manipulado na proporção de 1:1 da pasta base e catalisadora, utilizando um microbrush (KG Sorensen, São Paulo, SP, BR). O cimento endodôntico foi mantido sobre a superfície dentinária por 15 minutos.

Os espécimes foram aleatoriamente divididos em 1 grupo controle (G1, somente sistema adesivo) e 4 grupos experimentais, de acordo com a substância química utilizada para a limpeza da superfície dentinária e o tipo de sistema de adesivo utilizado. No G2 (etanol, Scotchbond Universal), a superfície dentinária foi previamente limpa com solução de etanol a 95% (Rinse-N-Dry; Vista Dental, Racine, WI, USA), condicionada com ácido fosfórico a 37% (Condac 37; FGM Produtos Odontológicos Ltda., Joinville, SC, Brasil) por 15s, lavada com água destilada por 10s e secagem com ponta de papel absorvente. O sistema adesivo foi friccionado sobre a dentina por 20s, homogeneizado com jatos de ar por 5s e fotopolimerizado com unidade LED (LED Bluephase; Ivoclar Vivadent, Schan, Liechtenstein, AL), na intensidade de 1.200 mW/cm^2 , por 10s. No G3 (xilol, Scotchbond Universal), foi realizado semelhantes procedimentos ao G2, porém utilizado o xilol (Quimidrol, Joinville, SC, Brasil) como agente de limpeza da dentina.

No G4 (etanol, Adper Scotchbond Multi Purpose), a superfície dentinária foi previamente limpa com solução de etanol a 95% e condicionada semelhante ao G3. O primer (Adper Scotchbond Multi Purpose; 3M ESPE, St Paul, MN, USA) foi aplicado e, homogeneizado com jatos de ar por 5s, seguido da aplicação do adesivo (Adper Scotchbond Multi Purpose; 3M ESPE, St Paul, MN, USA), friccionando sobre a dentina por 20 s, homogeneizado com jatos de ar por 5s e fotoativado com unidade LED, na intensidade de 1.200 mW/cm^2 , por 10 s. No G5 (xilol, Adper Scotchbond Multi Purpose), os procedimentos foram semelhantes ao G4, porém o xilol foi utilizado como agente de limpeza da dentina.

Em G1 (controle), somente foi aplicado o sistema adesivo (Adper Scotchbond Multi Purpose) conforme descrito em G4. Na sequência, sobre a dentina foi realizada uma reconstrução com resina composta (Opallis; FGM, Joinville, SC, BR), com 4mm de espessura, com incrementos de aproximadamente 2mm e fotoativação por 40 s, a cada incremento (Anexo 1, Figura 1A) .

Após 24 h da conclusão da restauração, as coroas dentais foram seccionadas longitudinalmente no seu terço médio (Anexo 1, Figura 1B), utilizando máquina de corte de tecidos duros (Isomet; Buehler, Lake Bluff, IL). As faces seccionadas foram gradualmente polidas com lixas d'água, de granulação #600 e #1200 (Norton, Lorena, SP, BR), em politriz

circular (Arotec, Cotia, SP, BR). Concluído o polimento das superfícies, os espécimes foram lavados abundantemente com água destilada. Na sequência, a superfície foi polida com óxido de alumínio (Arotec, São Paulo, SP, BR), com granulação de 30µm, e disco de feltro acionado em politriz circular. Os espécimes foram imersos em água destilada e agitados em cuba ultrassônica (Cristófoli, Campo Mourão, PR, BR), por 10 minutos.

Após a secagem dos espécimes com papel absorvente, toda a superfície preparada foi condicionada com ácido fosfórico a 37%, por 1 minuto. As superfícies foram novamente lavadas com 50 mL de água destilada, desidratadas com jato de ar e fixadas individualmente sobre uma lâmina de vidro.

Cada um dos espécimes foi, então, analisado com microscópio laser confocal (LEXT OLS4100; Olympus, Shinjuku-ku, Tokyo, JP), utilizando software específico (Olympus Stream; Olympus, Shinjuku-ku, Tokyo, JP), com aumento de 1024X. As imagens foram salvas em formato TIFF e a extensão de formação da camada híbrida foi mensurada utilizando o programa Image J.

Após a calibração do software Image J em micrometros, a extensão intradentinária da camada híbrida formada foi mensurada em uma extensão de 100µm, da face vestibular do terço médio da coroa dental. Uma medida foi realizada a cada 10 µm, sendo obtidas 10 análises em cada espécime. A média aritmética destas medidas foi interpretada como a média de formação da camada híbrida em cada um dos espécimes. Os dados obtidos foram submetidos à ANOVA e teste de Tukey ($P = 0,05$).

2. efeitos sobre a resistência de união do sistema adesivo na dentina

Cinquenta coroas de incisivos extraídos bovinos, de anatomia coronária e radicular semelhantes, foram selecionados e armazenados em solução de timol a 0,1% e conservados em temperatura de 4°C até o momento de uso. Inicialmente, a coroa foi seccionada no sentido mesio-distal, nos extremos incisal e cervical, obtendo um espécime de 10mm de extensão por 5mm de largura (Anexo 1, Figura 1C) , 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 carbetto de silício de granulação #180, a fim de obter a exposição e planificação da dentina.

A superfície exposta da dentina foram lixadas com lixas de granulação #320 e posteriormente #600, por 20s. 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 1h (Anexo 1, Figura 1D).

Após a polimerização da resina acrílica, os espécimes foram aleatoriamente distribuídos em 5 grupos (n=10), de acordo com os protocolos de tratamento descritos no experimento anterior. 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 (Anexo 1, Figura 1E). 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 1,0 mm de altura, para preenchimento com resina composta (Filtek Z-250; 3M, St. Paul, MN, USA).

Após a confecção dos corpos de prova, os espécimes foram armazenados em umidade relativa de 99% a 37°C 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 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 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 deslocamento do corpo de prova (Anexo 1, Figura 1F). 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. Os dados obtidos foram submetidos ao teste de Kruskal Wallis e Dunn ($P = 0,05$).

Resultados

1. efeitos sobre a formação de camada híbrida

Os protocolos de limpeza da dentina impregnada com o cimento endodôntico (AH Plus) e o tipo de sistema adesivo utilizado interferiram negativamente na formação da camada híbrida ($P < 0,05$), exceto quando o sistema adesivo de 3 passos (Adper Multi Purpose) foi utilizado após a limpeza da dentina com o xilol ($P > 0,05$). Entretanto, entre os protocolos de limpeza dentinária e os dois tipos de sistemas adesivos não mostraram diferenças entre si ($P > 0,05$). A tabela 1 demonstra a média aritmética e o desvio padrão da camada híbrida formada em função do protocolo de limpeza da dentina e tipo de sistema adesivo utilizado. A figura 1 demonstra a imagem representativa da camada híbrida formada no grupo controle (G1) e nos grupos experimentais (G2 a G5).

2. efeitos sobre a resistência de união do sistema adesivo na dentina

A resistência de união dos sistemas adesivos avaliados na dentina não diferiram entre si após os diferentes protocolos de limpeza empregados ($P > 0,05$), assim como também em relação a dentina não impregnada com o cimento endodôntico (AH Plus) e submetida ao sistema adesivo de 3 passos ($P > 0,05$). A tabela 2 demonstra a mediana, valores mínimos e máximos, primeiro e terceiro quartil da resistência de união dos diferentes sistemas adesivos na dentina da coroa dental em função do protocolo de limpeza empregado.

Discussão

O mecanismo de adesão envolve um processo de remoção de minerais do substrato dentário e a sua substituição por monômeros resinosos, que após a polimerização permanecem posicionados micro-mecanicamente neste substrato. Para que ocorra esta hibridização é necessário que exista um íntimo contato entre estas estruturas, sendo que a presença de resíduos poderá interferir negativamente sobre este processo [15, 16].

O cimento endodôntico utilizado no presente estudo contém em sua composição a resina epóxi, que é quimicamente diferente dos monômeros resinosos presentes nos sistemas adesivos [17]. Devido à incompatibilidade química entre ambos, uma vez que os sistemas adesivos possuem a resina metacrilato, eles não se copolimerizam, tornando importante uma adequada limpeza da superfície de contato entre ambos [6, 14].

O grupo em que o protocolo de limpeza com o xilol e o sistema adesivo de três passos (Adper Scotchbond Multi Purpose) foi utilizado, proporcionou similar formação de camada híbrida que o grupo controle, porém sem diferenças significativas com os demais grupos. Por outro lado, os demais protocolos de limpeza e sistemas adesivos formaram menor extensão de camada híbrida que o grupo controle.

Em virtude do protocolo de uso do sistema adesivo *total-etching* de 3 passos (Adper Scotchbond Multi Purpose) ser constituído por 3 etapas, sendo inicialmente realizado o condicionamento ácido que modifica a energia da superfície e incrementa a permeabilidade do substrato [18] e, na sequência serem utilizados o *primer*, constituído por monômeros hidrofílicos (HEMA), e ao final utilizados os monômeros hidrófobos, proporciona uma maior uniformidade na formação da camada híbrida em relação aos sistema *self-etching* [19-21].

Apesar de Kuga et al. [2, 7] observarem que independentemente do protocolo de limpeza utilizado sempre há a persistência de resíduos do cimento endodôntico sobre a dentina, estes não interferiram negativamente na formação da camada híbrida quando o xilol e o sistema adesivo de três passos (Adper Scotchbond Multi Purpose) foram utilizados.

O etanol a 95% utilizado no presente estudo contém água em sua composição química. Como o cimento endodôntico é constituído por uma resina hidrófoba (resina epóxi) e de reduzida solubilidade em solventes polares, possivelmente a solução permitiu a persistência de resíduos sobre a dentina, que interferiram negativamente sobre a formação da camada híbrida, entretanto com médias de espessura estatisticamente semelhantes aos grupos tratados com xilol [6, 22-24].

Por sua vez, o xilol é um solvente apolar e rotineiramente recomendado como solvente de materiais obturadores durante o retratamento dos canais radiculares. Esta solução permitiu resultados numéricos ligeiramente maiores do que o etanol, no que diz respeito à formação de camada híbrida. Possivelmente, estas soluções de limpeza (etanol a 95% e xilol), quando utilizadas previamente ao uso do sistema adesivo na estratégia *total-etching* (Scotchbond Universal) não tenham tanta influência sobre a formação da camada híbrida, fato justificado pelas espessuras estatisticamente semelhantes entre si, para ambos os grupos (G2 - 9,62 micrômetros e G3 - 9,74 micrômetros). Tal observação, possivelmente seja devida à etapa de condicionamento com ácido fosfórico previamente ao uso do adesivo Scotchbond Universal.

Os mesmos resultados observados para o sistema adesivo Scotchbond Universal foram observados para o sistema Adper Scotchbond Multi Purpose, mostrando que as soluções de limpeza (etanol a 95% ou xilol) não interferiram de maneira a promover diferenças estatisticamente significativas sobre a extensão da camada híbrida formada por este sistema adesivo (G4, 9,83 micrômetros e G5, 10,54 micrômetros), apesar do grupo tratado com xilol (G5) ter tido um resultado mais satisfatório, sendo estatisticamente semelhante ao grupo controle (G1). Assim, as espessuras de camada híbrida não foram influenciadas pelos protocolos de limpeza e/ou sistemas adesivos utilizados, apesar de os grupos tratados com a solução de xilol (G3 e G5) terem apresentado valores numericamente maiores do que os demais grupos experimentais tratados com o etanol a 95% (G2 e G4).

Da mesma forma, a resistência de união dos sistemas adesivos na dentina não foi influenciada pelos protocolos de limpeza e/ou sistema adesivo utilizado. Os sistemas adesivos universais podem ser utilizados tanto na estratégia *self-etching*, como *total-etching* [21, 25-27], sem prejuízo de suas propriedades. Estes sistemas adesivos utilizados na estratégia *self-etching* proporcionam a desmineralização parcial da dentina, expondo uma significativa quantidade de hidroxiapatita aos redor das fibras colágenas. Como estes materiais possuem em sua composição o monômero 10-metacrilóiloxidecril-dihidrogênio-fosfato (10-MDP), são capazes de estabelecer uma ligação química com a hidroxiapatita, dando origem a uma nanocamada hidrófoba e estável na interface adesiva, incrementando a sua resistência de

união na dentina, independentemente do protocolo de limpeza utilizado [16]. Já quando utilizados na estratégia *total-etching*, a polimerização dos monômeros no interior da rede fibras colágenas cria uma camada híbrida proporcionando a retenção mecânica destes materiais [28].

Os adesivos de três passos resultam em melhor performance laboratorial quando comparados aos sistemas adesivos de dois passos ou simplificados [19]. Um estudo comparando a durabilidade da resistência de união à dentina do adesivo Scotchbond Multi Purpose (3M ESPE) e o adesivo simplificado Single Bond (3M ESPE) mostrou uma significativa redução na resistência de união após 6 meses de armazenagem em água [29]. Os adesivos simplificados (de duas etapas, *total-etching* ou de uma etapa, *self-etching*), assim como os sistemas adesivos universais se comportam como membranas semi-permeáveis [21, 30]. Estes adesivos possuem uma maior hidrofiliabilidade, devido à sua composição simplificada, não promovendo um selamento hermético em dentina profunda, permitindo a transudação contínua de fluidos dentinários e degradação mais rápida da camada adesiva [31]. Assim, é importante ressaltar a necessidade da realização de estudos longitudinais para se avaliar a performance destes sistemas adesivos universais ao longo do tempo, tanto na estratégia *total-etching* quanto *self-etching*.

Estudos anteriores já avaliaram os efeitos de protocolos de limpeza da superfície dentinária, observando a persistência de resíduos dos cimentos obturadores após o seu uso [2, 7]. Porém, através do presente estudo é perceptível que há interação entre o tipo de protocolo utilizado para a limpeza da superfície dentinária e o sistema adesivo empregado em relação à formação da camada híbrida. Entretanto, tal fenômeno não interfere sobre a resistência de união destes sistemas adesivos na dentina [32].

Estudos complementares deverão ser conduzidos, com a finalidade de obter um protocolo que promova uma ideal limpeza da dentina, favorecendo a adesão dos sistemas adesivos na interface dentinária, bem como estudos que avaliem a repercussão destes procedimentos longitudinalmente.

Conclusão

A camada híbrida formada após o protocolo de limpeza com o xilol e utilização do sistema adesivo de três passos foi similar ao da dentina não impregnada pelo cimento endodôntico. Entretanto, a resistência de união do sistema adesivo na dentina foi similar entre os grupos avaliados, independentemente do tipo de sistema adesivo e protocolo de limpeza utilizado.

References

1. Rodrigues A, Bonetti-Filho I, Faria G, Andolfatto C, Camargo Vilella Berbert FL, Kuga MC (2012) Percentage of gutta-percha in mesial canals of mandibular molars obturated by lateral compaction or single cone techniques. *Microsc Res Tech* 75:1229-32
2. Kuga MC, Só MV, De Faria-júnior NB, Keine KC, Faria G, Fabricio S, Matsumoto MA (2012) Persistence of resinous cement residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Microsc Res Tech* 75:982-5
3. Kuga MC, Só MV, De Campos EA, Faria G, Keine KC, Dantas AA, Faria NB Jr (2012) Persistence of endodontic methacrylate-based cement residues on dentin adhesive surface treated with different chemical removal protocols. *Microsc Res Tech* 75:1432-6
4. Aranda-Garcia AJ, Kuga MC, Vitorino KR, Chávez-Andrade GM, Duarte MA, Bonetti-Filho I, Faria G, Só MV (2013) Effect of the root canal final rinse protocols on the debris and smear layer removal and on the push-out strength of an epoxy-based sealer. *Microsc Res Tech* 76:533-7
5. Magro MG, Kuga MC, Aranda-Garcia AJ, Victorino KR, Chávez-Andrade GM, Faria G, Keine KC, Só MV (2015) Effectiveness of several solutions to prevent the formation of precipitate due to the interaction between sodium hypochlorite and chlorhexidine and its effect on bond strength of an epoxy-based sealer. *Int Endod J* 48:478-83
6. Roberts S, Kim JR, Gu L, Kim YK, Mitchell QM, Pashley DH, Tay FR (2009) The efficacy of different sealer removal protocols on bonding of self-etching adhesives to AH Plus-contaminated dentin. *J Endod* 35:563-7
7. Kuga MC, Faria G, Rossi MA, do Carmo Monteiro JC, Bonetti-Filho I, Berbert FL, Keine KC, Só MV (2013) Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Scanning* 35:17-21
8. Martos J, Bassotto AP, González-Rodríguez MP, Ferrer-Luque CM (2011) Dissolving efficacy of eucalyptus and orange oil, xylol and chloroform solvents on different root canal sealers. *Int Endod J* 44:1024-8
9. Wolanek GA, Loushine RJ, Weller RN, et al (2001) In vitro bacterial penetration of endodontically treated teeth coronally sealed with a dentin bonding agent. *J Endod* 27:354-7
10. Korasli D, Ziraman F, Ozyurt P, et al (2007) Microleakage of self-etch primer/adhesives in endodontically treated teeth. *J Am Dent Assoc* 138:634-40

11. Reis A, Loguercio AD, Manso AP, Grande RH, Schiltz-Taing M, Suh B, Chen L, Carvalho RM (2013) Microtensile bond strengths for six 2-step and two 1-step self-etch adhesive systems to enamel and dentin. *Am J Dent* 26:44-50
12. Farrokh A, Mohsen M, Soheil S, Nazanin B (2012) Shear bond strength of three self-adhesive resin cements to dentin. *Indian J Dent Res* 23:221-5
13. Chaiyabutr Y, Kois JC (2008) The effects of tooth preparation cleansing protocols on the bond strength of self-adhesive resin luting cement to contaminated dentin. *Oper Dent* 33:556-63
14. Matos AB, Oliveira DC, Vieira SN, Netto NG, Powers JM (2008) Influence of oil contamination on in vitro bond strength of bonding agents to dental substrates. *Am J Dent* 21:101-4
15. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E (1982) The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* May;16(3):265-73
16. Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, Osaka A, Meerbeek BV (2012) Self-assembled Nano-layering at the Adhesive interface. *J Dent Res* Apr;91(4):376-81
17. Flores DS, Rached FJ Jr, Versiani MA, Guedes DF, Sousa- Neto MD, Pécora JD (2011) Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. *Int Endod J* 44:126–135
18. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H (1993) Permeability of dentin to Adhesive agents. *Quintessence Int* 24:618-31
19. De Munck J, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B (2005) A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue : methods and results. *J Dent Res* 84:118-32
20. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergilo-Mutluay A (2011) State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mat* 27:1-16
21. Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH (2013) Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent* May;41(5):404-11
22. Donnelly A, Sword J, Nishitani Y, Yoshiyama M, Agee K, Tay FR, Pashley DH (2007) Water sorption and solubility of methacrylate resin-based root canal sealers. *J Endod* 33: 990-994
23. Kaplan AE, Goldberg F, Artaza LP, De Silvio A, Macchi RL (1997) Disintegration os endodontic cements in water. *J Endod* 23:439-441

24. Horvath SD, Altenburger MJ, Naumann M, Wolkewitz M, Schirrmeister JF (2009) Cleanliness of dentinal tubules following gutta-percha removal with and without solvents: a scanning electron microscopic study. *Int Endod J* Nov;42(11):1032-8
25. Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, De Munck J (2012) Bonding effectiveness of a new "multi-mode" adhesive to enamel and dentine. *J Dent Jun*; 40(6):475-84
26. Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC (2013) Effect of substrate age and adhesive composition on dentin bonding. *Oper Dent May-Jun*;38(3):267-74
27. Perdigão J, Muñoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez IV, Staichak R, Reis A, Loguercio AD (2014) Immediate adhesive properties to dentin and enamel of a universal adhesive associated with a hydrophobic resin coat. *Oper Dent* 39(5):489-99
28. Sezinando A, Perdigão J, Regalheiro R (2012) Dentin bond strengths of four adhesion strategies after thermal fatigue and 6-month water storage. *J Esthet Restor Dent Oct*;24(5):345-55
29. Armstrong SR, Vargas MA, Fang Q, Laffoon JE (2003) Microtensile bond strength of a total-etch 3-step, total-etch 2-step, self-etch 2-step, and a self-etch 1-step dentin bonding system through 15-month water storage. *J Adhes Dent* 5:47–56
30. Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosà M, Cadenaro M, et al (2014) Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *J Dent* 42:603–12
31. Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM, et al (2004) Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization I. In vivo evidence. *J Dent* 32:611–21
32. Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U (2014) Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent Jul*;42(7):800-7

Tabela 1 - Média aritmética e desvio padrão (em micrometros) da formação da camada híbrida formada na dentina, após a utilização de diferentes protocolos de limpeza e sistemas adesivos dentinários.

	G1	G2	G3	G4	G5
Média	13.39 (A)	9.62 (B)	9.74 (B)	9.83 (B)	10.54 (AB)
Desvio padrão	2.21	3.38	2.62	3.63	2.51

Diferentes letras indicam diferenças significativas ($P < 0.05$). G1: controle; G2: etanol, Scotchbond Universal; G3: xilol, Scotchbond Universal; G4: etanol, Adper Scotchbond Multi Purpose; G5: xilol, Adper Scotchbond Multi Purpose.

Tabela 2 - Mediana, valores mínimos e máximos, primeiro e terceiro quartil da resistência de união (em MPa) dos diferentes sistemas adesivos na dentina da coroa dental em função do protocolo de limpeza empregado.

	G1	G2	G3	G4	G5
Mediana	13.69	11.23	7.73	16.60	16.40
Mínimo	9.85	4.10	6.02	6.00	7.20
Máximo	23.82	15.33	13.75	22.60	23.60
Q1	11.70	7.20	7.83	7.81	9.80
Q3	15.93	12.65	11.05	14.02	15.16

Não houve diferença significativa entre os grupos ($P > 0.05$). G1: controle; G2: etanol, Scotchbond Universal; G3: xilol, Scotchbond Universal; G4: etanol, Adper Scotchbond Multi Purpose; G5: xilol, Adper Scotchbond Multi Purpose.

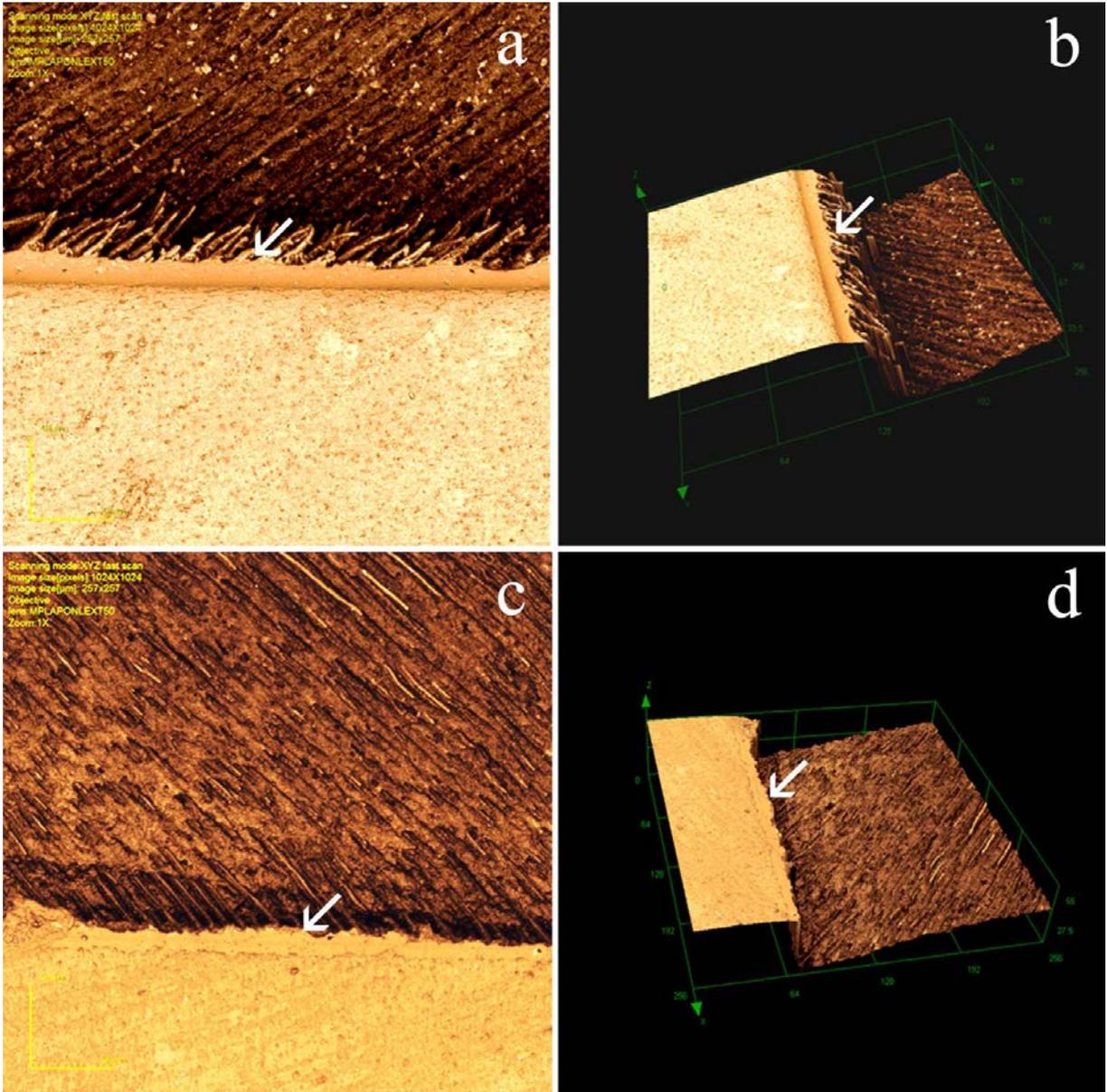


Figura 1 - Imagem representativa em (a) 2D e (b) 3D da camada híbrida formada na dentina em G1 e G5; imagem representativa em (c) 2D e (d) 3D da camada híbrida formada na dentina nos demais grupos. G1: controle; G2: etanol, Scotchbond Universal; G3: xilol, Scotchbond Universal; G4: etanol, Adper Scotchbond Multi Purpose; G5: xilol, Adper Scotchbond Multi Purpose. Seta branca demonstra a formação de camada híbrida.

6 CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia empregada e com base nos resultados obtidos neste estudo, pode-se concluir que:

- No capítulo 1, o protocolo de limpeza da superfície dentinária impregnada com o cimento à base de resina epóxi (AH Plus) com o xilol e condicionamento ácido após 7 dias com o ácido fosfórico a 37% proporcionou maior quantidade de túbulos dentinários abertos e menor presença de resíduos que o demonstrado pelo etanol a 95%, independentemente do momento do condicionamento ácido, ou pelo xilol com condicionamento ácido imediato.
- No capítulo 2, o sistema adesivo universal (Scotchbond Universal) utilizado neste estudo, pela estratégia *etch-and-rinse*, não foi influenciado pelos protocolos de limpeza com etanol ou xilol, independentemente do momento do condicionamento ácido, no que se refere à resistência de união à dentina. Espessuras maiores de camada híbrida foram observadas quando a dentina foi limpa com solução de xilol, independente do momento do condicionamento ácido.
- No capítulo 3, a camada híbrida formada após o protocolo de limpeza com o xilol e utilização do sistema adesivo de três passos (Adper Scotchbond Multi Purpose) foi similar ao da dentina não impregnada pelo cimento endodôntico. Entretanto, a resistência de união do sistema adesivo na dentina foi similar entre os grupos avaliados, independentemente do tipo de sistema adesivo e protocolo de limpeza utilizado.

REFERÊNCIAS *

1. Bortolotto T, Ferrari M, Susin A, Krejci I. Morphology of the smear layer after the application of simplified self-etch adhesives on enamel and dentin surfaces created with different preparation methods. *Clin Oral Invest.* 2009; 13(4): 409–17.
2. Cardoso SA, Oliveira HL, Munchow EA, Carreo NLV, Junior AG, Piva E. Effect of shelf-life simulation on the bond strength of self-etch adhesive systems to dentin. *Appl Adhes Sci.* 2014; 2(3): 26-8.
3. Chandra SS, Shankar P, Indira R. Depth of penetration of four resin sealers into radicular dentinal tubules: a confocal microscopy study. *J Endod.* 2012; 38(10): 1412-6.
4. Davis MC, Walton RE, Rivera EM. Sealer distribution in coronal dentin. *J Endod.* 2002; 28(6): 464-6.
5. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res.* 2005; 84(2): 118-32.
6. Donnelly A, Sword J, Nishitani Y, Yoshiyama M, Agee K, Tay FR, et al. Water sorption and solubility of methacrylate resin-based root canal sealers. *J Endod.* 2007; 33(8): 990-4.
7. Giannini M, Makishi P, Ayres APA, Vermelho PM, Fronza BM, Nikaido T, et al. Self-etch adhesive systems: a literature review. *Braz Dent J.* 2015; 26(1): 3-10.
8. Gutman JL, Witherspoon DE. Obturation of the cleaned and shaped root canal system. In: Cohen S, Burns RC, editors. *Pathways of the pulp.* 8th ed. Philadelphia: Mosby; 2002. p. 341.
9. Kaplan AE, Goldberg F, Artaza LP, De Silvio A, Macchi RL. Disintegration of endodontic cements in water. *J Endod.* 1997; 23(7): 439-1.
10. 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(10): 1432-6.
11. 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(7): 982-5.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver.

Disponível no site da Biblioteca:

<http://www.foar.unesp.br/#biblioteca/manual>.

12. Kuga MC, Faria G, Rossi MA, do Carmo Monteiro J, Bonetti-Filho I, Berbert FLCV, et al. Persistence of epoxy-based sealer residues in dentin treated with different chemical removal protocols. *Scanning*. 2013; 35(1): 17-21.
13. Mannocci F, Cowie J. Restoration of endodontically treated teeth. *Braz Dent J*. 2014; 216(6): 341-6.
14. Mesquita GC, Veríssimo C, Raposo LH, Santos-Filho PC, Mota AS, Soares CJ. Can the cure time of endodontic sealers affect bond strength to root dentin? *Braz Dent J*. 2013; 24(4): 340-3.
15. Mushtaq M, Masoodi A, Farooq R, Khan FY. The dissolving ability of different organic solvents on three different root canal sealers: in vitro study. *Iran Endod J*. 2012; 7(4): 198-202.
16. Nasim L, Neelakantan P, Subbarao CV. Effect of gutta-percha solvents on the bond strength of two resin-based sealers to root canal dentin. *Acta Odontol Scand*. 2014; 72(5): 376-9.
17. Neelakantan P, Subbarao C, Subbarao CV, De-Deus G, Zehnder M. The impact of root dentine conditioning on sealing ability and push-out bond strength of an epoxy resin root canal sealer. *Int Endod J*. 2011; 44(6): 491-8.
18. Plotino G, Buono L, Grande N, Pameijer CH, Somma F. Non vital tooth bleaching: a review of the literature and clinical procedures. *J Endod*. 2008; 34(4): 394-407.
19. 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.
20. Rosa WLO, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. *J Dent*. 2015; 43(7): 765-6.
21. Sheno PR, Badole GP, Khode RT. Evaluation of softening ability of xylene & Endosolv-R on three different epoxy resin based sealers within 1 to 2 minutes - an *in vitro* study. *Restor Dent Endod*. 2014; 39(1): 17-23.
22. Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Scheidel D, Erickson RL, Latta M, et al. Effect of phosphoric acid pre-etching on fatigue limits of self-etching adhesives. *Oper Dent*. 2015; 40(4): 379-95.
23. Topçuoğlu HS, Demirbuga S, Pala K, Cayabatmaz M, Topçuoğlu G. The bond strength of adhesive resins to AH Plus contaminated dentin cleaned by various gutta-percha solvents. *Scanning*. 2015; 37(2): 138-44.

ANEXO 1

FIGURA 1A - Reconstrução em resina composta.



FIGURA 1B - Seccionamento longitudinal da coroa no terço médio.



FIGURA 1C – Desgaste vestibular e seccionamento incisal e cervical da coroa dental.



FIGURA 1D - Espécimes posicionados em matriz cilíndrica plástica.

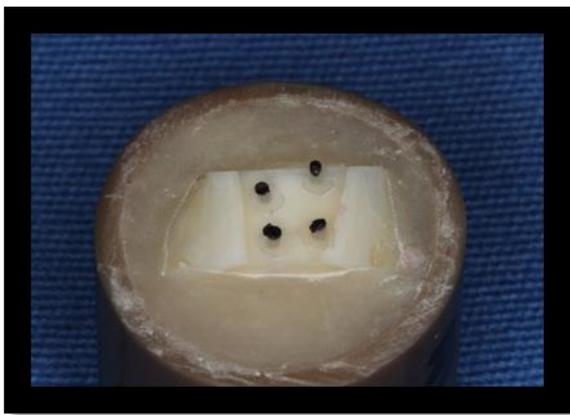


Figura 1E - Corpos de prova preparados sobre a superfície vestibular da coroa dental.

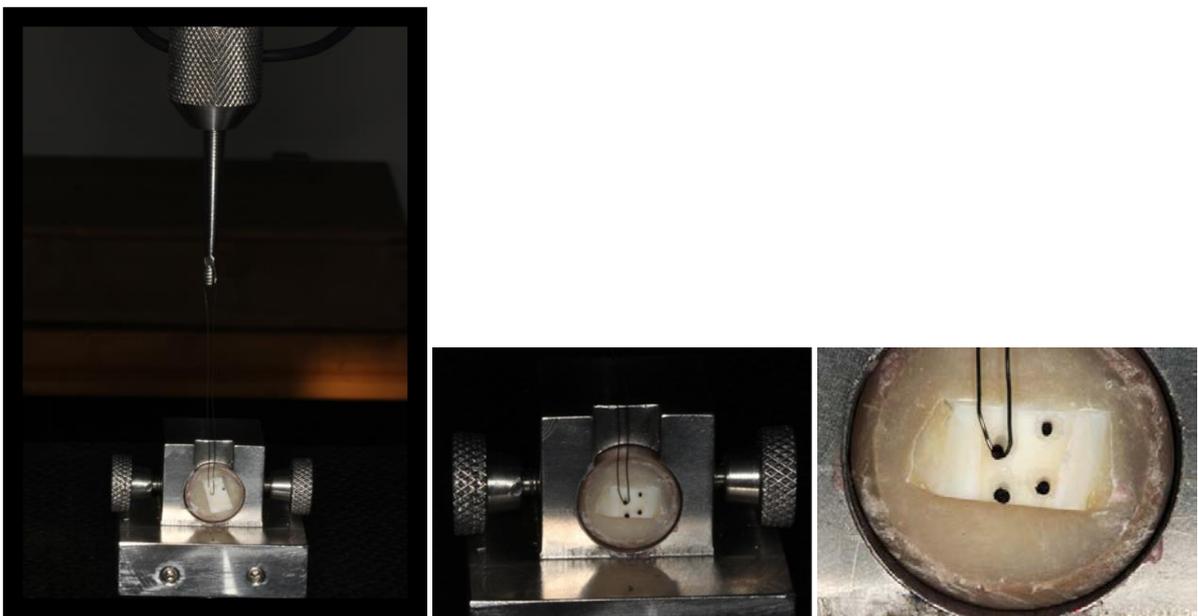


FIGURA 1F – Teste de Microcisalhamento em máquina de ensaio eletromecânico EMIC.

ANEXO 2

Certificado do Comitê de Ética em Pesquisa, da Faculdade de Odontologia de Araraquara (Processo CEP FOAr nº 11/2014).



 UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

 "JÚLIO DE MESQUITA FILHO"

 CÂMPUS DE ARARAQUARA

 Faculdade de Odontologia

Comissão de Ética no Uso de Animais - CEUA

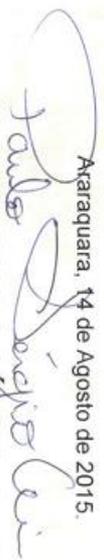
CERTIFICADO

Certificamos que o protocolo nº 11/2014 referente à pesquisa "PERSISTÊNCIA DE RESÍDUOS DE CIMENTO ENDODÔNTICO NA DENTINA TRATADOS COM DIFERENTES PROTOCOLOS DE REMOÇÃO QUÍMICA" sob a responsabilidade do Prof. Dr. Milton Carlos Kuga está de acordo com os Princípios Éticos em Experimentação Animal adotado pela legislação brasileira atualmente em vigor, tendo sido aprovado pela Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA) da Faculdade de Odontologia de Araraquara-UNESP.

CERTIFICATE

We certify that the protocol 11/2014 referring to the research "Persistence of endodontic cement residues on dentin treated with different chemical removal protocols" under responsibility Prof. Dr. Milton Carlos Kuga in agreement with the nowadays specific Brazilian laws and was approved by the Araraquara Dental School-UNESP Ethical Committee for Animal Research (CEUA).

Araraquara, 14 de Agosto de 2015.



Prof. Dr. PAULO SÉRGIO CERRI

 Coordenador da CEUA/FOAr/UNESP



 www.foar.unesp.br

Não autorizo a reprodução deste trabalho até 08 de setembro de 2017.
(Direitos de publicação reservados ao autor)

Araraquara, 08 de setembro de 2015.

FLÁVIA ANGÉLICA GUIOTTI