

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Roger Nicolini Fuzinatto

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES
PROTOCOLOS DE IRRIGAÇÃO
ENDODÔNTICOS NA RESISTÊNCIA DE
UNIÃO DE CIMENTOS ENDODÔNTICOS À
BASE DE METACRILATO À DENTINA
RADICULAR**

Passo Fundo

2014

Roger Nicolini Fuzinatto

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES
PROTOCOLOS DE IRRIGAÇÃO
ENDODÔNTICOS NA RESISTÊNCIA DE
UNIÃO DE CIMENTOS ENDODÔNTICOS À
BASE DE METACRILATO À DENTINA
RADICULAR**

Dissertação apresentada ao programa de Mestrado em Odontologia da UPF, para a obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob orientação do Prof. Dr. Douglas Cecchin e co-orientação do Prof. Dr. Matheus Albino de Souza.

**Passo Fundo
2014**

AGRADECIMENTOS

Ao PPGOdonto pelas oportunidades de crescimento, principalmente na pessoa do seu Coordenador Prof. Dr. Álvaro Della Bona, sempre nos estimulando a buscar mais e ultrapassar os nossos limites.

A Secretária da PPGOdonto, Fabiana Pimentel, por ser sempre uma referência para os alunos do mestrado, sempre disponível e disposta para ajudar de maneira muitíssimo competente.

A Universidade de Campinas, pelo acolhimento, nas pessoas da Profª. Drª. Daniela Miyagaki que contribuiu para análise em microscopia eletrônica de varredura.

Ao Prof. Dr. Douglas Cecchin que se mostrou um grande amigo e ótimo orientador durante esse último ano.

A minha família pelo apoio, incentivo e compreensão.

A minha esposa Francieli pela paciência em acompanhar esta caminhada.

Aos meus colegas de mestrado, pela parceria, ajuda e motivação.

A todos, muitíssimo obrigado.

SUMÁRIO

| | |
|--|------------|
| SUMÁRIO | VII |
| LISTA DE FIGURAS | IX |
| LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS | XI |
| RESUMO | XII |
| ABSTRACT | XIV |
| 1 INTRODUÇÃO | 16 |
| 2 REVISÃO DE LITERATURA | 20 |
| 2.1 Substâncias químicas auxiliares ao tratamento endodôntico..... | 20 |
| 2.1.1 Hipoclorito de sódio (NaOCl)..... | 20 |
| 2.1.2 Clorexidina gel 2% | 22 |
| 2.1.3 Quelantes – EDTA 17% | 25 |
| 2.1.4 Etanol 95%..... | 27 |
| 2.2 Cimentos endodônticos a base de metacrilato..... | 28 |
| 2.2.1 Cimento EndoREZ..... | 30 |
| 2.2.2 Cimento Real Seal SE..... | 32 |
| 2.3 Teste push-out..... | 36 |
| 3 PROPOSIÇÃO | 40 |
| 4 METODOLOGIA | 42 |
| 4.1 Seleção dos dentes | 42 |
| 4.2 Preparo do canal radicular..... | 42 |

| | |
|---|-----------|
| 4.3 Obtenção dos espécimes para o teste de cisalhamento por extrusão (<i>push-out</i>) | 47 |
| 4.4 Análise do modo de falha | 51 |
| 4.4.1 Preparo das amostras para MEV | 51 |
| 4.5 Análise estatística | 52 |
| 5 RESULTADOS | 54 |
| 6 DISCUSSÃO | 58 |
| CONCLUSÕES E CONSIDERAÇÕES FINAIS | 64 |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 65 |
| ARTIGO SUBMETIDO | 76 |
| PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA | 84 |

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 – Corte dos dentes. A, dente seccionado abaixo da junção amelocementária; B, Cortadora metalográfica..... 43
- Figura 2 – Instrumentos rotatórios ProTaper. A, sequência utilizada; B, último instrumento utilizado no preparo..... 43
- Figura 3 – Esquema sobre os grupos experimentais 45
- Figura 4 – Utilização dos cimentos. A, secagem do canal após lavagem final; B, preenchimento do canal com cimento; C, introdução do cone principal; D, polimerização do cimento; E, selamento com obturador provisório; e, F, armazenamento das Amostras 46
- Figura 5 – Corte das amostras. A, fixação da raiz; B, posicionamento para corte; C, disco de dentina de 1mm. 47
- Figura 6 – Teste push-out. A, Posicionamento do disco no centro do dispositivo metálico; B, Seleção da ponta e aproximação do disco; C, adaptação do dispositivo para tocar somente no material obturador; D, máquina de ensaio universal utilizada. 49
- Figura 7 – Pontas de dispositivo utilizadas no teste push-out. A, B e D ponta utilizada no terço cervical, médio e apical, respectivamente. 49
- Figura 8 – Medida do raio maior e menor do canal; $R=2,21$, $r=1,25$ 50
- Figura 9 – Falhas Ocorridas após teste push-out. A, coesiva; B, adesiva; e, C, mista. 51

| | |
|---|----|
| Figura 10 – Gráfico comparativo entre cimentos e substâncias químicas auxiliares utilizadas..... | 55 |
| Figura 11 – Gráfico da média dos valores de resistência de união dos cimentos utilizados..... | 56 |
| Figura 12 – Modo de fratura no MEV. A, adesiva; B, mista; e, C, Coesiva em cimento. a, cimento; b, dentina..... | 57 |

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

| | | |
|-----------------|---|--|
| CEP | – | Comitê de Ética em Pesquisa |
| CHX | – | Digluconato de clorexidina 2% |
| EDTA | – | Ácido etilenodiamino tetra-acético |
| N | – | Newton |
| NaOCl | – | Hipoclorito de sódio |
| MTAD | – | Mistura de tetraciclina, ácido cítrico, detergente |
| MEV | – | Microscópio eletrônico de varredura |
| min | – | minuto |
| ml | – | mililitros |
| mm | – | milímetros |
| MMPs | – | metaloproteinases |
| MPa | – | Mega Pascal |
| <i>Push-out</i> | – | Teste para medir resistência de união |
| RPM | – | Rotações por minuto |
| s | – | segundos |
| SCR | – | Sistema de canais radiculares |

RESUMO

Título: Influência de diferentes protocolos de irrigação endodônticos na resistência da união de cimentos endodônticos à base de metacrilato à dentina radicular.

Autor: Roger Nicolini Fuzinatto¹

Resumo: O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união de dois cimentos endodônticos à base de metacrilato, o Real Seal SE (Sybron Dental Specialties, Orange, CA, USA) e o EndoREZ (Ultradent Products Inc, South Jordan, UT, USA) à dentina radicular tratada com diferentes substâncias químicas auxiliares. Foram utilizados 60 dentes humanos unirradiculares. O preparo químico-cirúrgico foi realizado com instrumentos rotatórios de níquel-titânio ProTaper até o instrumento F5. As amostras foram tratadas com as diferentes substâncias químicas auxiliares, da seguinte forma: G1 (controle): soro fisiológico; G2: hipoclorito de sódio 5,25% (NaOCl) + EDTA 17%; G3: NaOCl + EDTA 17% + etanol 95%; G4: gel de clorexidina 2% (CHX) + EDTA 17%; G5: CHX + EDTA 17% + etanol 95%. Cada grupo foi aleatoriamente dividido em dois subgrupos, sendo que em um deles o cimento utilizado foi o EndoREZ e no outro o Real Seal SE. Depois de obturados, as raízes foram seccionadas e o teste de push-out foi realizado. Para análise estatística foi realizado o ANOVA de dois fatores (cimento e tratamento de superfície) com nível de significância de 5%. Em relação à comparação entre as falhas dos cimentos, foi realizado o teste Qui-quadrado para verificar a associação entre os grupos experimentais e o tipo de falha observado. Os resultados mostraram que os maiores valores de resistência de união foram nos grupos preparados com CHX e etanol e obturados com o cimento Real Seal SE; nos grupos onde foi utilizado NaOCl os valores de resistência de união foram menores para o mesmo tipo de cimento. Para o cimento EndoREZ o NaOCl não diminuiu os valores de resistência de união comparado ao grupo controle porém os grupos que foi utilizado CHX tiveram melhores resultados. Pode-se concluir que a substância química auxiliar utilizada no preparo dos canais radiculares interfere nos valores de resistência de união dos cimentos Real Seal SE e EndoREZ.

Palavras-chave: cimento obturador endodôntico, resistência de união, clorexidina, hipoclorito de sódio, etanol, EDTA.

¹ Mestrando do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade de Passo Fundo, área de Concentração em Clínica Odontológica.

ABSTRACT

Title: Influence of different auxiliary chemical substances in the bond strength of methacrylate-based endodontic cement to root dentin.

Author: Roger Nicolini Fuzinato²

The aim of this study was to evaluate the bond strength of two methacrylate-based endodontic sealer, Real Seal SE (Sybron Dental Specialties, Orange, CA, USA) and EndoREZ (Ultradent Products Inc., South Jordan, UT, USA) to root dentin treated with different auxiliary chemical substances. Sixty single-rooted human teeth were used. The chemical-mechanical preparation was performed with rotary nickel-titanium instruments ProTaper until F5 instrument. The samples were treated with the different auxiliary chemicals, as follows: G1 (control): physiological saline, G2: 5.25% sodium hypochlorite (NaOCl) + 17% EDTA; G3: NaOCl + 17% EDTA + 95% ethanol, G4: 2% chlorhexidine gel (CHX) + 17% EDTA; G5: CHX +17% EDTA + 95% ethanol. Each group was randomly divided into two subgroups, in one of them EndoREZ cement was used and in the other Real Seal SE. Once obtured, the roots were cut and the push-out test was conducted. For statistical analysis was conducted the two-factor ANOVA (cement and surface treatment) with a significance level of 5%. Regarding the comparison between failures of cements, was held the Chi-square test to verify the association between experimental groups and the type of failure observed. The results have shown that the highest values of bond strength were in groups prepared with CHX and ethanol and obtured with the Real Seal SE sealer; in groups where NaOCl was used, values of bond strength were lower for the same type of sealer. To EndoREZ sealer the NaOCl did not decrease the bond strength values compared to control group, however that was used CHX had better results It can be concluded that the auxiliary chemical substance used in the preparation of root canals interferes with the values of bond strength of both Real Seal SE and EndoREZ sealer.

Key words: endodontic filling sealer, bond strength, sodium hypochlorite, chlorhexidine, ethanol, EDTA.

² Master's Program Graduate Dentistry, University of Passo Fundo, in the area of specialty Dental Clinic.

1 INTRODUÇÃO

O principal objetivo do preparo químico-cirúrgico dos canais radiculares é a eliminação dos microrganismos e seus subprodutos por meio de instrumentos endodônticos associados à substâncias químicas auxiliares (ZEHNDER, 2006; ENDO *et al.*, 2013). O hipoclorito de sódio (NaOCl) é amplamente utilizado como substância química auxiliar. Ele tem um amplo espectro de ação antimicrobiana (SIQUEIRA *et al.*, 2002; ROÇAS e SIQUEIRA, 2011), além de dissolver tecidos orgânicos (ZEHNDER, 2006). Entretanto, é citotóxico aos tecidos periapicais (HÜLSMANN e HAHN, 2000; TANOMARU FILHO *et al.*, 2002; ZHU *et al.*, 2013) e promove alterações na estrutura das fibrilas colágenas (MOREIRA *et al.*, 2009), comprometendo a resistência de união de materiais obturadores (ROCHA *et al.*, 2012) e restaurações adesivas à dentina (SANTOS *et al.*, 2006; FARINA *et al.*, 2011).

A clorexidina (CHX) vem sendo utilizada como substância química auxiliar devido seu amplo espectro frente à microrganismos, baixa toxicidade e substantividade (LEONARDO *et al.*, 1999; FERRAZ *et al.*, 2001; GOMES *et al.*, 2001; VIANNA *et al.*, 2004; DAMETTO *et al.*, 2005; (MOHAMMADI e ABBOT, 2009; SOUZA *et al.*, 2012) características que tornam seu uso indicado no preparo químico de canais radiculares.

Além das substâncias utilizadas durante o preparo químico-cirúrgico, é necessário o uso de um irrigante final com o objetivo de remover a *smear layer*. O uso de ácidos fracos, como o EDTA 17%, promovem um melhor embricamento mecânico entre o material obturador e a dentina radicular pois promovem a exposição dos túbulos dentinários da dentina radicular (DE DEUS *et al.*, 2006). Por isso, o EDTA é rotineiramente utilizado para preparar e desinfetar a dentina antes da obturação do canal (ÇALT e SERPER, 2000), pois tem a capacidade de remover a *smear layer* da dentina (FISCHER *et al.*, 2007), e possibilitar a melhor penetração do cimento na dentina radicular, como mostra o estudo de Hassem *et al.* (2009), que utilizando EDTA 17% associado a CHX, conseguiram maiores valores de resistência de união entre cimento obturador e dentina radicular.

Cimentos endodônticos são componentes essenciais do material obturador endodôntico. A união química e mecânica entre material obturador e dentina radicular é uma das propriedades mais importantes dos cimentos (BRANSTETLER e VON FRAUNHOFER, 1982). O cimento endodôntico juntamente com guta-percha ou com o cone resinoso são os constituintes básicos da obturação. O cimento é necessário para preencher os espaços após a modelagem, e também para garantir a união adesiva entre os cones de guta-percha ou resina, às paredes dentinárias do canal radicular (VALOIS e CASTRO, 2002; SOUZA, 2003).

A resistência de união representa a adesão quimicomecânica entre o material adesivo e o tecido dentário (NAKABAYASHI *et al.*, 1992), ou seja, os valores de união são determinados por interações químico-mecânicas. Portanto, valores altos de resistência de união representam

um menor chance de falhas e infiltrações, pois minimiza o risco de separação entre o material obturador e as paredes dos canais (SALEH *et al.*, 2003).

Stevens *et al.* (2006), conseguiram uma melhor penetração do cimento nos túbulos dentinários em superfície irrigada com etanol 95% quando comparada a lavagem final com NaOCl 5,25%, promovendo uma melhor união micromecânica entre cimento e dentina com o uso do etanol.

Há alguns anos os cimentos a base de resina foram introduzidos na endodontia. Segundo seus idealizadores, estes cimentos interagem químico e mecanicamente com a dentina a fim de formar um monobloco com a dentina radicular (SHIPPER *et al.*, 2004). Suas propriedades adesivas tendem a minimizar a infiltração apical e coronal de fluidos e bactérias (APTEKAR, 2006; DE DEUS *et al.*, 2006) e promover uma melhor adesão com a dentina.

Neste estudo o teste *push-out* foi usado para testar a resistência de união de dois cimentos ao canal radicular. Foi realizada uma comparação entre diferentes protocolos de limpeza e dois cimentos para então auxiliar a definir um protocolo que ofereça uma melhor adesão química-mecânica entre o material obturador e a dentina radicular.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Substâncias químicas auxiliares ao tratamento endodôntico

Diferentes substâncias químicas auxiliares são utilizadas para o preparo biomecânico tendo como objetivo a desinfecção de canais radiculares, dissolver matéria orgânica e remover a *smear layer* da superfície dentinária. Porém não há uma substância ideal que contemple todos os requisitos necessários. Dessa forma, a associação de diferentes substâncias tem sido indicada para o preparo químico-cirúrgico durante o tratamento endodôntico (ZEHNDER, 2006).

Durante a irrigação a dentina radicular, coronal e o esmalte são expostos à diferentes substâncias químicas auxiliares. Isto pode causar alterações na superfície do esmalte e dentina e afetar sua interação com o material obturador e restaurador, como também aumentar a possibilidade de microinfiltração (SALEH *et al.*, 1999).

2.1.1 Hipoclorito de sódio (NaOCl)

O NaOCl tem sido usado como irrigante endodôntico por mais de quatro décadas. Embora tenha ação antimicrobiana e seja solvente tecidual, é tóxico aos tecidos periapicais em caso de extravasamento (KURUVILA e KAMATH, 1998; SIQUEIRA *et al.*, 2002; ROÇAS e SIQUEIRA, 2011).

Em 1915 um médico durante a primeira guerra testou o uso de uma composição com teor de cloro de 0,5% com pH 11, tamponado com ácido bórico 0,4%, reduzindo o pH da solução para em torno de 9. Essa nova solução ficou conhecida com o nome do autor, solução de Dakin, e foi introduzida na limpeza e desinfecção dos canais radiculares por Barret em 1917 (PÉCORA *et al.*, 1997). Walker (1936) indicou a utilização do hipoclorito de sódio a 5% (soda clorada) para o preparo de canais radiculares de dentes com polpas necrosadas, uma vez que auxilia na descontaminação dos instrumentos, e desinfecção dos canais radiculares.

O NaOCl é o agente irrigante que atende ao maior número de requisitos para ser a solução irrigadora de escolha. Apresenta ação bactericida, inativa endotoxinas bacterianas (SILVA *et al.*, 2004; VIANNA *et al.*, 2004), além de dissolver a porção orgânica da *smear layer* (GULABIVALA *et al.*, 2005; BERBER *et al.*, 2006). Essa solução, devido ao seu poder antimicrobiano, é ainda empregada para descontaminação de materiais obturadores sólidos, guta-percha e Resilon, utilizados na obturação do sistema de canal radicular (SCR) (GOMES *et al.*, 2005; ROYAL *et al.*, 2007).

No entanto, alguns estudos tem mostrado efeitos negativos da utilização do NaOCl na dentina radicular possivelmente devido sua ação sobre o colágeno dentinário. Isso diminui a resistência de união de materiais restauradores à dentina (PASCON *et al.*, 2009; SANTOS *et al.*, 2006; FARINA *et al.*, 2011).

Slutzky-Goldberg *et al.* (2004) concluíram que altas concentrações de NaOCl causam uma significativa diminuição na microdureza da dentina, e que apesar de concentrações mais altas serem

mais efetivas no controle bacteriano, estas altas concentrações podem causar citotoxicidade e alterar as propriedades físicas da dentina, como a degradação do colágeno tipo I.

De acordo com Pascon *et al.* (2009), o NaOCl tanto em baixas como em altas concentrações, 1%, 2.5%, 5% e 6% tem capacidade de afetar as propriedades mecânicas da dentina, pela degradação dos compostos orgânicos dentinários, como colágeno tipo I.

2.1.2 Clorexidina gel 2%

A clorexidina tem se mostrado um bom agente antimicrobiano, sendo usado em diferentes concentrações como anti-séptico oral, gel, pasta de dente, além de seu grande uso nas áreas médicas e odontológicas (DAVIES *et al.*, 1954). Sua capacidade em aderir ao tecido dentinário e à mucosa bucal por prolongado tempo, assim como sua biocompatibilidade, são algumas propriedades clínicas que justificam a sua utilização (LEONARDO *et al.*, 1999; MOHAMMADI e ABBOT, 2009). Ela foi sintetizada nos anos 1940 e introduzida no mercado em 1954 como um anti-séptico para ferimentos na pele. Ela se caracteriza por ser um detergente catiônico, disponível nas formas de acetato, hidrocloreto e digluconato, sendo este último, o sal mais comumente empregado em fórmulas e produtos. Ela possui um amplo espectro de ação, agindo sobre bactérias gram-positivas, gram-negativas, fungos, leveduras e vírus lipofílicos (TORTORA *et al.*, 2000; GOMES *et al.*, 2003).

Ferraz *et al.* 2001, avaliaram a ação antimicrobiana e a propriedade mecânica do gel de clorexidina como irrigante endodôntico

in vitro. Primeiramente foi investigada a propriedade do gel de clorexidina em desinfetar os canais radiculares contaminados com *Enterococcus Faecallis*. Através da microscopia eletrônica comparou-se a limpeza promovida pela CHX gel comparado a outras soluções como hipoclorito de sódio e CHX líquida. O resultado indicou que o gel de CHX produz uma superfície radicular limpa e possui atividade antimicrobiana compatível as outras soluções testadas. Concluíram que a CHX gel possui alto potencial antibacteriano podendo ser utilizado como irrigador endodôntico.

Além de possuir atividade antimicrobiana de amplo espectro (COHEN e HARGREAVES, 2007) ela apresenta substantividade, ou seja, ela se liga à hidroxiapatita do esmalte ou dentina, sendo lentamente liberada, à medida que sua concentração no meio decresce, permitindo desse modo um tempo de atuação prolongado (LOPES e SIQUEIRA 2010; SOUZA *et al.*, 2012). Esta substantividade pode conferir efeitos antimicrobianos à clorexidina no interior do canal radicular por até 12 semanas (MOHAMADDI e ABBOTT, 2009).

DAMETTO *et al.* (2005), utilizaram dentes que foram instrumentados e autoclavados, para avaliar efeitos antimicrobianos do NaOCl 5,25% e clorexidina 2%. Utilizou em forma de gel e líquida a clorexidina 2%, e como grupo controle água destilada. Os dentes foram imersos placas contendo a bactéria *Enterococcus faecalis*, e foram analisados durante 1 a 4 semanas. Os autores concluíram que o hipoclorito não possui substantividade pelo período de tempo estudado, já a clorexidina inibiu o crescimento bacteriano em todas as contagem bacterianas até a última semana.

Gomes *et al.* (2013), realizaram uma revisão de literatura sobre o gel de clorexidina e concluíram que é uma substância com excelentes propriedades antibacterianas, antifúngicas e antivirais. Além disso, alguns artigos mostraram semelhante capacidade de neutralização comparado ao NaOCl 5,25%, porém outros artigos mostraram maior capacidade de desinfecção com clorexidina gel 2%.

A clorexidina ainda pode preservar a resistência de união de materiais adesivos com a superfície dentinária. Esta solução possui efeito inibidor sobre as metaloproteinases (MMPs) que são enzimas endógenas que promovem a degradação do colágeno (CARRILHO *et al.*, 2007). Desse modo, a irrigação com clorexidina pode ser benéfica na inibição da ação de MMPs, e conseqüentemente aumentando a durabilidade de materiais adesivos (PASHLEY *et al.*, 2004; CARRILHO *et al.*, 2007; CECCHIN *et al.*, 2011).

Rocha *et al.* (2012), compararam os efeitos da clorexidina 2% com NaOCl 2,5%, na resistência de união dos cimentos obturadores AH-Plus e Epiphany á dentina radicular bovina. Após obturadas as raízes, foram realizados cortes para formar discos de dentina, os quais foram levados a máquina universal de ensaios para realizar teste *push-out*. Maiores valores de resistência de união foram encontrados para o uso de clorexidina 2% com EDTA 17% em ambos os cimentos.

Portanto a utilização de clorexidina é uma alternativa cabível para a limpeza e desinfecção de canais radiculares, principalmente quando feito o uso de cimentos adesivos ou materiais restauradores adesivos após o preparo químico mecânico do canal radicular (ROCHA *et al.*, 2012; SANTOS *et al.*, 2006, WACHLAROWICZ *et al.*, 2007).

2.1.3 Quelantes – EDTA 17%

Durante a década de 30, a empresa alemã I. G. Farben patenteou, sob o nome comercial de triton B, um ácido poliaminocarboxílico capaz de formar complexos estáveis com diversos íons metálicos, inclusive os alcalino terrosos (família de elementos químicos que inclui, dentre outros, o cálcio). Este agente quelante, cujo nome sistemático é ácido etilenodiaminotetracético (EDTA), mostrou-se útil na titulação de substâncias que continham metais em sua composição (FLASCHKA, 1967). Nikiforuk e Sreebny (1953) descreveram um método de desmineralização de tecidos calcificados em pH neutro. O agente de desmineralização era um quelante orgânico, o sal dissódico do EDTA. Uma solução de sal dissódico do EDTA, neutralizado pelo ácido clorídrico, numa concentração de 0.5M, em temperatura ambiente, provocava uma desmineralização média para espécimes pequenos de tecido ósseo, sendo que em temperaturas altas aumentava a velocidade de desmineralização.

A formação da camada híbrida está na dependência do condicionamento ácido da dentina preparando-a, através da exposição das fibras colágenas pela remoção da smear layer e desmineralização da dentina subjacente, para receber o sistema adesivo (Fusayama et al., 1977). Essa relação entre condicionamento dentinário e resistência de união já foi avaliada em tratamentos endodônticos, sendo observado que o uso de ácidos fracos como a irrigação com quelantes (EDTA 17%), promove melhor embricamento entre o material obturador e a dentina. De Deus et al. (2008).

O EDTA tem capacidade de remover a *smear layer* da dentina radicular, expandir canais atrésicos e desinfetar a dentina. É mais rotineiramente usado para preparar a dentina antes da obturação do canal (ÇALT e SERPER, 2000). Além disso, KOULAZIDOU *et al.*, 1999 avaliaram diferentes concentrações deste sal para comparar citotoxicidade das mesmas perante fibroblastos da pele de ratos. Foi testado EDTA neutro 15%, 1%, 0,1%; EDTA alcalino 17%, 1%, 0,1% e NaOCl 2,25%, 1%, 0,1%, utilizando como controle água destilada. Os resultados mostraram nenhuma citotoxicidade para água, e alta toxicidade para EDTA 15% neutro e EDTA 17% alcalino. Contudo os autores relacionaram esta alta toxicidade, à capacidade de descalcificação que promove este produto, sendo indicado para contato com dentina somente.

Saqui (1991) investigou, por meio de dois métodos químicos e um físico, o efeito quelante de uma solução de EDTA, associado ou não à solução de Dakin. O primeiro método químico constatou a quelação de íons metálicos pelo EDTA; o segundo determinou a concentração de cálcio complexado pelo EDTA através de espectrofotometria. O método físico utilizado foi o de avaliar a microdureza da dentina após a aplicação das soluções testadas. Os resultados obtidos possibilitaram ao autor concluir que tanto a solução de EDTA como a associação dessa solução com a solução de Dakin são capazes de quelar íons cálcio e diminuir a microdureza da dentina. Esse trabalho deixa claro que a ação quelante do EDTA não é inativada pela sua associação com o NaOCl.

Shabravan *et al.* (2007) realizaram uma revisão sistemática sobre uso ou não do EDTA, para verificar o efeito da *smear layer*, na adesão do material obturador a dentina radicular. Utilizaram estudos de 1975 até

2005, usando o PubMed como base de dados, encontraram um total de 47 artigos, os quais utilizaram apenas 26, composta por estudos com dentes humanos aonde removia-se a *smear layer* antes da obturação. Após comparação dos dados, foi visto que 53,8% dos trabalhos não havia diferença entre manter ou não a *smear layer*, 41,5 % encontraram diferença significativa entre remover a *smear layer* para obter um melhor selamento da obturação, e apenas 4,7% dos trabalhos concluíram que é melhor mantê-la.

Hassem *et al.* (2009) compararam os efeitos de diferentes soluções irrigadoras no preparo de canais radiculares. Foram testados EDTA 17%, clorexidina 2%, MTAD. As raízes foram preparadas e irrigadas com as soluções, e após seco os canais, foi utilizado os cimentos AH-Plus e ActiV GP, as raízes foram cortadas transversalmente para obtenção de discos de dentina. Estes foram submetidos ao teste *push-out*. Os resultados mostraram que o uso do EDTA 17% promove maiores valores de resistência de união, porem os maiores valores foram encontrados na associação clorexidina 2% e EDTA 17% com utilização do cimento ActiV GP.

2.1.4 Etanol 95%

Wilcox e Wiemann (1995) utilizaram outra substancia auxiliar na irrigação final de canais radiculares de dentes humanos, o etanol. Com objetivo de desidratar a dentina e observar a qualidade da cobertura da dentina radicular pelo cimento AH-Plus. Os grupos se dividiram em irrigados com NaOCl e com etanol. Após foram cortados em fatias para comparar a qualidade da união do cimento a dentina, ambos os grupos

apresentaram boa adesão no terço cervical das raízes, diminuindo a qualidade da obturação no terço apical.

Stevens *et al.* (2006), conseguiu uma melhor penetração do cimento nos túbulos dentinários, em superfície irrigada com etanol 95% quando comparada a lavagem final com NaOCl 5,25%.

Zmener *et al.* (2008), utilizaram etanol 95% para desidratar canais radiculares antes do uso de cimentos a base de metacrilato, e obtiveram boa qualidade na obturação, com pouca evidência de infiltração com a combinação Resilon/Epiphany.

Outros estudos como de Cecchin *et al.* (2011), utilizaram materiais adesivos para cimentar pinos de fibra de vidro em canais radiculares e observaram que o uso do etanol não foi capaz de preservar os valores de resistência de união quando utilizado sistema adesivo *total-etch* após 12 meses de armazenamento.

Nagas *et al.* (2012) compararam diferentes situações de umidade no canal radicular antes do uso de cimentos a base de metacrilato, utilizando os seguintes grupos; 1 – canal seco (usando etanol 95%), 2 – umidade normal (pontas de papel), 3 – úmido (somente secando com cânula a vácuo por 5s, e 4 – molhado (com água destilada dentro do canal). Após obturados os dentes foram seccionados e foi realizado teste *push-out*. Os resultados mostraram que maiores valores de resistência de união foram encontrados no grupo 3 (úmido) em todos os cimentos estudados.

2.2 Cimentos endodônticos a base de metacrilato

A dentina é um tecido altamente mineralizado formado por um composto biológico de matriz de colágeno, preenchida com cristais de

apatita, dispersos entre os túbulos dentários. É composta por 50% de material inorgânico (hidroxiapatita), 30% de matriz orgânica, formada principalmente por colágeno tipo I (80%) e 20% de água (MARSHAL Jr., 1993). Variações na estrutura e propriedades na dentina podem afetar profundamente a qualidade da adesão de materiais adesivos a dentina (MARSHAL Jr., 1997).

O sucesso da terapia endodôntica está intimamente vinculado a uma correta preparação biomecânica, bem como uma obturação do sistema de canais radiculares de forma tridimensional. Há alguns anos os cimentos a base de resina foram introduzidos na endodontia. Suas propriedades adesivas tendem a minimizar a infiltração apical e coronal de fluidos e bactérias. Esta adesão pode ser definida como um processo na qual duas superfícies de composições moleculares diferentes são unidas por forças mecânicas, químicas ou físicas. A adesão entre a estrutura dentária e os cimentos resinosos é o resultado de uma interação físico-química, através da interface parede do canal e material obturador (BABB *et al.*, 2009).

Nakabayashi *et al.* (1982) descreveram a união adesiva por meio da formação da camada híbrida entre o material restaurador adesivo e a estrutura dentinária. Explicaram a formação desta camada pela ocorrência de um entrelaçamento entre o adesivo e as fibras de colágeno presentes na matriz dentinária, que produziriam um embricamento físico-químico entre estas duas estruturas, garantindo a adesão.

Cimentos a base de metacrilato com o nome de Epiphany (*Pentron Clinical Technologies, Wallingford, CT*), ou Real Seal SE (*Sybron Dental Specialties, Orange, CA, USA*) e EndoREZ (*Ultradent*

Products Inc., South Jordan, UT), foram introduzidos no mercado para substituir os cimentos convencionais.

A primeira geração de materiais a base de metacrilato hidrofílico a base de resina foi o cimento Hydron, (*Hydron Technologies, Ponpano Beach, FL, USA*) foi designado para obturação em massa da raiz (BENKEL *et al.*, 1976). A segunda geração EndoREZ usava monômeros resinosos e ácido hidrofílico após remover a *smear layer* do canal (ZMENER *et al.*, 2008) A terceira geração Real Seal SE e Epiphany, incluiu a um *primer* autocondicionante aos cimentos de metacrilato (COTTON *et al.*, 2008). A quarta geração com o cimento MetaSEAL (*Parkell, Farmington, NY, USA*) e as novas versões dos cimentos Real Seal SE e Epiphany SE, já possuíam compósitos autocondicionantes com monômeros ácidos. Estes cimentos foram introduzidos com o propósito de reduzir passos na aplicação do cimento e formar um bloco resinoso aderido a dentina, reduzindo chance de falhas na obturação (PINNA *et al.*, 2008; ORDINOLA-ZAPATA *et al.*, 2009).

2.2.1 Cimento EndoREZ

EndoREZ é um material resinoso à base de uretano dimetacrilato (UDMA), que possui propriedades hidrofílicas (ZMENER *et al.*, 2008), capazes de melhorar sua propriedade de selamento, sendo efetivo na penetração dos túbulos dentinários e adaptação às paredes dentinárias (KIM *et al.*, 2010).

Gencoglu *et al.* (2010) avaliaram a toxicidade de dois cimentos EndoREZ e *Gutta Flow* em subcutâneo de ratos, utilizando parâmetros

histológicos e bioquímicos, concluindo que ambos os cimentos mostraram boa compatibilidade tecidual e toxicidade aceitável.

Zmener *et al.* (2008), compararam os efeitos da umidade dos canais radiculares sobre o selamento coronário após a obturação com EndoREZ/Guta-percha, Resilon/Epiphany e Guta-percha/cimento de Grossman. Após preparados endodonticamente, os dentes foram distribuídos em grupos: I) canais secos e desidratados com etanol a 95%; II) canais secos com pontas de papel; III) canais secos apenas com aspiração por 5 segundos (adaptador de luer); IV) canais inundados com água destilada. Os espécimes foram imersos em azul de metileno 2% para determinação da infiltração marginal coronal por meio de estereomicroscopia (40X). Os resultados indicaram que a penetração de corante estava relacionada com o grau de umidade do canal, ou seja, canais secos com etanol e cone de papel apresentavam menor infiltração. Os canais radiculares obturados com cimentos resinosos (EndoREZ/Guta-percha e Resilon/Epiphany) apresentaram significativamente menor infiltração do corante.

Babb *et al.* (2009) pesquisaram a adesão de cimentos autocondicionantes à dentina radicular. Utilizaram dentes seccionados transversalmente, e realizaram cavidades na dentina com o tamanho de uma lima Profile 40, de conicidade 0,04, nos terços cervical, médio e apical. As substâncias auxiliares no preparo foram NaOCl 5,25% e EDTA 17%. Após as superfícies foram preenchidas com os cimentos EndoREZ, Real Seal SE e MetaSEAL. Foi realizado teste *push-out* e o cimento MetaSEAL obteve maiores valor de resistência de união do que os outros cimentos.

2.2.2 Cimento Real Seal SE

O cimento *Epiphany Soft Resin Endodontic Obturation System* e o cimento Real Seal SE são compostos por um cimento à base de resina de metacrilato com polimerização dual. A matriz de resina é constituída por uma mistura de uretano de metacrilato (UDMA), polietileno dimetacrilato (PEGDMA), etoxilatobisfenol A dimetacrilato (EBPADMA) e bisfenol A metacrilato glicídio (BisGMA), além desulfato de bário, sílica, hidróxido de cálcio, bismuto, fotoiniciadores, estabilizadores e pigmentos (VERSIANI *et al.*, 2006).

Shrestha *et al.* (2010), realizaram uma revisão para avaliar as propriedades e indicações da utilização de Resilon\Epiphany, pois trata-se de um novo sistema de material obturador que surgiu para substituir a utilização da guta-percha, pois este novo sistema possui um *primer* que condiciona a dentina radicular e expõe a matriz de colágeno para a penetração do cimento a base de metacrilato. Os cones de Resilon compostos basicamente por policaprolactona, vidro bioativo, oxiclreto de bismuto e sulfato de bário. Compósitos que perfeitamente podem substituir a guta-percha. Os autores concluíram que este sistema obturador com conceito de adesão ao tecido dentário pode ser utilizado como alternativa no tratamento endodôntico, boas propriedades como baixa toxicidade e boa adesão a dentina, capacidade de selamento, e capacidade de ser facilmente removido em caso de retratamento, o indicam como material de escolha.

Shipper *et al.* (2004) avaliaram, a infiltração de *Streptococcus mutans* e *Enterococcus faecalis* durante 30 dias em canais obturados com cimento AH 26 e com canais obturados com cimento Epiphany

variando a técnica de obturação, os grupos foram divididos em: I) condensação lateral com gutapercha e cimento AH 26; II) condensação vertical com gutapercha e cimento AH 26; III) condensação lateral com gutapercha e cimento Epiphany; IV) condensação vertical com gutapercha e cimento Epiphany; V) condensação lateral com Resilon e Epiphany; VI) condensação vertical com Resilon e Epiphany. O teste microbiano foi realizado por meio da infiltração dos microrganismos de uma cultura microbiana presente na região cervical do canal radicular até a região apical que se apresentava sem microrganismos. Após análise estatística, os pesquisadores não verificaram diferenças estatísticas entre os grupos testados, porém os grupos obturados com Resilon/Epiphany apresentaram menores valores de infiltração com diferença significativa ($p < 0,05$) quando comparados ao grupo obturado com Gutapercha.

Key *et al.* (2006) compararam a citotoxicidade do sistema obturador Epiphany/Resilon em relação ao AH Plus/gutapercha, cimento de Grossman, Thermaseal, Sealapex e solução salina. Foram utilizados fibroblastos gengivais humanos que ficaram em contato com os materiais durante um período de 1 e 24 horas após a mistura. Após contato com materiais, os fibroblastos foram corados para determinação da quantidade de células mortas. Os dados obtidos mostram que no período de 1h o Resilon foi semelhante à gutapercha e ao grupo controle na porcentagem de células mortas, que foram 12,6 %, 3,7 % e 3,6 %, respectivamente. Não houve diferença estatisticamente significativa entre Epiphany ($p < 0,0001$), Sealapex ($p < 0,0001$), e Thermaseal ($p < 0,0001$) entre os períodos de 1 e 24 horas. Este estudo revela que os cones de Resilon apresentam baixa toxicidade, enquanto que o cimento Epiphany,

quando comparado ao Sealapex e Thermaseal, mostrou maiores valores no primeiro período e menores valores no segundo período.

Ungor *et al.* (2006), avaliaram diferentes combinações de cimentos com cones de resilon e guta-percha. Sua metodologia se baseou em tratar os canais previamente, com *gates glidden* I, II, III, IV no terço cervical e após instrumentar com sistema ProTaper até lima F3, após os dentes foram obturados com dois cimentos, AH-Plus e outro grupo Epiphany. Grupos foram divididos em, I AH-Plus/Guta-percha, II- AH-Plus/Resilon, III- Epiphany/Resilon, IV- Epiphany/Guta-percha. Os valores de resistência de união mostraram que cimento Epiphany possui maiores valores de resistência de união, quando comparado com AH Plus e a combinação Epiphany/Resilon também mostrou maior adesão quando comparado ao cimento AH Plus/Resilon.

Stoll *et al.* (2010), utilizando cimentos resinosos com cones guta-percha e resilon, verificaram que maiores valores de resistência de união foram encontrados nos grupos Resilon, e que o cimento Real Seal SE mostrou maiores valores de união aos cones resilon.

Cecchin *et al.* (2012) compararam os valores de resistência de união, por meio de teste *push-out*, dos seguintes materiais obturadores à dentina humana conforme os seguintes grupos: Grupo I) Epiphany/Resilon, Grupo II) Sealer 26/Guta-percha e Grupo III) EndoFill/Guta-percha. Os autores concluíram que os grupos I e II, possuíam valores parecidos na resistência de união, mas superiores ao cimento EndoFill/Guta-percha.

Porém outros pesquisadores como Vilanova *et al.* (2012), encontraram resultados de resistência de união diferentes. Utilizando discos de dentina de 4 mm, tratados com diferentes protocolos e

diferentes substâncias auxiliares, usando metade dos corpos de prova o cimento AH Plus e outra metade o cimento a base de metacrilato Epiphany. Os espécimes foram levados para o teste *push-out* em máquina de ensaio mecânico universal (Instron, 4444). Os resultados mostraram que o cimento AH Plus teve maiores valores de resistência de união quando comparado ao cimento Epiphany em relação a media dos grupos, porém os maiores valores foram encontrados na combinação Epiphany + hipoclorito 1% + EDTA 17%.

Aptekar e Ginnan (2006) compararam Resilon + Epiphany com guta-percha e outros cimentos para avaliar infiltração de bactérias e fluidos na obturação dos canais radiculares. Utilizando 105 dentes tratados e depois de seccionados para serem avaliados em microscópios de varredura. O cimento Epiphany mostrou menor infiltração após 10 dias, e também após 2 e 3 meses da obturação final, quando comparado a Gutapercha e outros cimentos como AH plus.

Shokoubinejad *et al.* (2010), realizaram testes para avaliar resistência de união por meio de *push-out* em dentes tratados e obturados com Resilon/Epiphany. Os dentes foram preparados 5ml de 2,5% NaOCl, após foi utilizado 5ml EDTA 17 por 1 minuto e após lavado com soro 10ml. O cimento Epiphany SE foi manipulado e introduzido no canal com o cone Resilon e após foi realizado condensação lateral. Os dentes foram divididos em 4 grupos, sendo eles Grupo I) obturação do canal, Grupo II) retratamento do canal; Grupo III) retratamento utilizando clorofórmio; Grupo IV) retratamento utilizando EndoSolu R. Após os dentes foram seccionados em discos de 0,5 e 1mm e colocados em uma máquina de teste universal (Zwich/Roel 2050) para realizar teste de força e adesão. Os resultados mostraram que o grupo contendo

clorofórmio teve menor valor de adesão 0,65 MPa e, o grupo que somente foi realizado retratamento e obturado com Resilon/Epiphany teve maior valores de resistência de união 1,48 MPa. Os autores concluíram que algumas substâncias utilizadas no retratamento podem alterar a adesão do cimento ao dente.

Nassar *et al.* (2011), avaliaram a resistência de união do cimento Epiphany SE à dentina humana comparando diferentes soluções irrigadoras, as quais foram divididas em 5 grupos. Grupo I) 10ml de água deionizada como irrigador; Grupo II) 10ml de NaOCl 5%; Grupo III) 10ml de NaOCl 5% seguido de 10ml de Ascorbato de Sódio 10% (Na-Ascr); Grupo IV) 10 ml de NaOCl 5% seguido de 5ml de clorexidina 2% (CHX); Grupo V) 10ml de NaOCl 5% seguido de 10ml de Na-Ascr e mais 5ml de CHX como solução irrigadora das superfícies dentárias. Os corpos de prova foram colocados em anéis de alumínio e o cimento Epiphany SE foi introduzido nos canais e levados à máquina de testes. Os resultados mostraram que o grupo controle comparado ao grupo do NaOCl não teve diferença, porém os grupos contendo Na-Ascr (III e V) mostraram maiores valores de resistência de união do que todos os outros grupos (controle, NaOCl, NaOCl + CHX).

2.3 Teste push-out

O teste *push-out* tem sido utilizado em pesquisa na área da saúde por mais de 4 décadas, sendo para avaliar a adesão de implantes ortopédicos ao osso ou adesão de biomateriais (NILLES e LAPITSKY, 1973).

O teste de extrusão foi descrito pela primeira vez por Roydhouse (1970). Este método tem se mostrado efetivo e capaz de ser reproduzido, com a vantagem de se identificar diferenças na resistência de união mesmo com baixos valores (HALLER *et al.*, 1993).

De acordo com Estrela (2001), o teste *push-out* utilizando uma Máquina de Ensaio Universal é indicado para avaliar adesão de cimentos endodônticos à dentina radicular. Para esse teste são utilizadas raízes que são seccionadas em forma de discos e uma ponta de tração deve ser selecionada de modo que encoste somente no material a ser testado e não nas paredes do canal.

O teste *push-out* fornece uma avaliação adequada, pois a falha ocorre paralela à interface dentina cimento (UNGOR *et al.*, 2006). Além disso, ele tem o benefício de simular situações clínicas com mais fidelidade, mostrando-se efetivo, reproduzível e também permite que os cimentos sejam avaliados mesmo com baixa resistência de união (KAIA *et al.*, 2008).

De Deus *et al.* (2006) utilizaram um plug de 0,5mm de diâmetro, para realizar o teste *push-out* em seus estudos e calibraram a máquina em 0,5mm/minuto.

Shokoubinejad *et al.* (2010), realizaram teste *push-out* no qual os discos de dentina foram levados a máquina universal de ensaios (Zwick/Roell, Z050; Zwick/Roell, Ulm, Germany) com uma ponta cilíndrica de 0,7mm para fazer a extrusão do material obturador. A máquina foi calibrada com uma velocidade de 0,5mm/minuto.

Shokoubinejad *et al.* (2010), realizaram teste *push-out* para avaliar resistência de união do sistema Resilon/Epiphany à dentina radicular. Utilizou fatias de dentina, obtidas da porção média da raiz de caninos tratados endodonticamente, de modo que cada corte tivessem

1mm de espessura. Os discos de dentina foram levados a máquina universal de ensaios (*Zwick/Roell, Z050; Zwick/Roell, Ulm, Germany*).

Cecchin et al. (2011), realizaram teste de microtração *push-out* para avaliar resistência de união ente Epiphany e EndoFill, utilizaram a máquina de ensaios EMIC DL 2000, (São José dos Pinhais, PR, Brasil), e a calibração utilizada foi de 0,5mm/minuto com plug de 1mm.

Nagas *et al.* (2012), utilizaram teste *push-out* para avaliar a influência da umidade na resistência de união de cimentos à base de metacrilato a dentina radicular. Utilizaram dentes unirradiculares tratados com diferentes protocolos e após cortados de modo que fossem formadas fatias de dentina de 1mm de espessura. A máquina utilizada foi a universal de ensaios (Lloyd Instruments Ltd., Fareham, UK) com uma ponta cilíndrica posicionada no centro do disco de dentina de modo que somente encostasse no material obturador, com uma velocidade de 1mm/minuto.

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo teve como objetivo geral avaliar a influência de diferentes protocolos de irrigação na resistência de união de dois cimentos obturadores à base de metacrilato à dentina radicular.

Os objetivos específicos deste estudo foram:

- Avaliar a influência do protocolo de irrigação com:
 - NaOCl 5,25% + EDTA 17 %;
 - Digluconato de Clorexidina gel 2% + EDTA 17%;
- Analisar o uso do etanol, após a realização dos protocolos anteriores de irrigação, avaliando seus efeitos na resistência de união destes dois cimentos;
- Comparar os valores de resistência de união entre os cimentos obturadores utilizados

4 METODOLOGIA

4.1 Seleção dos dentes

Sessenta dentes humanos unirradiculares foram selecionados do Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo sob aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa parecer número: 454.100. Os critérios de seleção foram ausência de cárie e fratura radicular e com forame apical completamente formado. Foi feita uma análise da anatomia radicular com utilização de uma lente de aumento de 2x (Lupa) evitando raízes com achatamento e canal amplo.

4.2 Preparo do canal radicular

A coroa de cada dente foi seccionada abaixo da junção amelocementária em uma cortadora metalográfica IsoMet 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) com disco diamantado dupla-face acionado a uma velocidade de 350 RPM sob refrigeração de modo a obter um remanescente radicular de 15mm determinado com régua milimetrada e marcado o ponto com grafite para então realizar o corte (Figura 1 A, B).

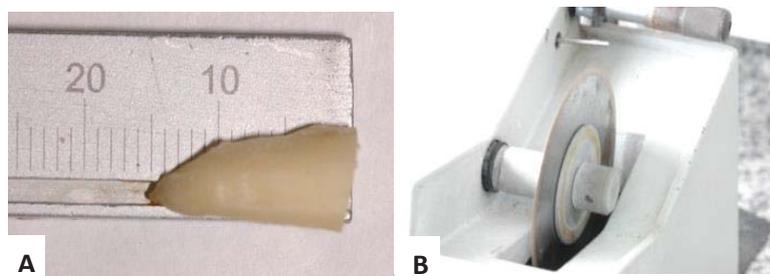


Figura 1 – Corte dos dentes. A, dente seccionado abaixo da junção amelo-cementária; B, Cortadora metalográfica.

O comprimento de trabalho foi determinado diminuindo 1mm do comprimento da raiz. O preparo químico-cirúrgico de todos os dentes foi realizado por meio de instrumentos rotatórios de níquel-titânio *ProTaper* (Dentsply Maillefer, Ballaigues, VD, Switzerland) até o comprimento de trabalho com a seguinte sequência: SX, S1, S2, F1, F2, F3, F4 e F5 (Figura 2 A), sendo que o último instrumento utilizado no preparo foi *ProTaper F5* (Figura 2B).

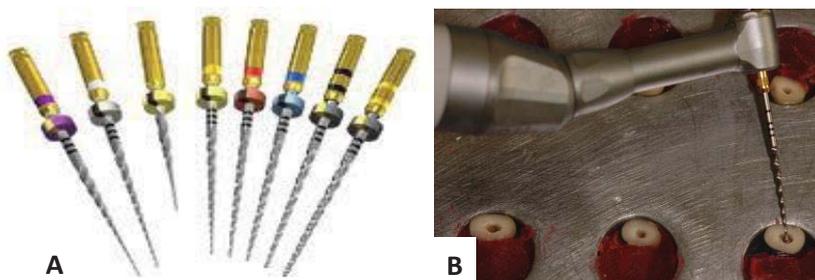


Figura 2 – Instrumentos rotatórios *ProTaper*. A, *ProTaper universal*; B, último instrumento utilizado no preparo.

Os 60 dentes foram divididos aleatoriamente em 5 grupos de acordo com as substâncias químicas auxiliares utilizadas, conforme descrito abaixo e observado na figura 3:

- G1: (controle): irrigação com 5ml de soro fisiológico a cada troca de instrumento.

- G2: irrigação com 5ml de NaOCl 5,25% a cada troca de instrumento. Irrigação final com 3ml EDTA 17% por 3 minutos, seguido de 5ml de soro fisiológico.

- G3: mesmo protocolo do grupo G2, no entanto, na irrigação final, após o uso do soro fisiológico, o canal radicular foi preenchido com etanol 95% por 1 minuto.

- G4: preenchimento do canal com gel de CHX 2% para o preparo químico-cirúrgico. A cada troca de instrumento foi utilizado 5ml de soro fisiológico para irrigação. Irrigação final com 3ml EDTA 17% por 3 minutos, seguido de 5ml de soro fisiológico.

- G5: foi realizado o mesmo protocolo do grupo G4, no entanto, na irrigação final, após o uso do soro fisiológico, o canal radicular foi preenchido com etanol 95% por 1 minuto.

Cada grupo foi aleatoriamente dividido em dois subgrupos:

- Subgrupo A: os canais que foram obturados com cones de gutapercha revestidos por resina (*Ultradent Products Inc. South Jordan, UT*) e cimento obturador à base de metacrilato EndoREZ (*Ultradent Products Inc.*).

- Subgrupo B: os canais que foram obturados com cones de Resilon (*Pentron Clinical Technologies, Wallingford, CT, USA*) e cimento à base de metacrilato Real Seal SE (*Sybron Dental Specialties, Orange, CA, USA*).

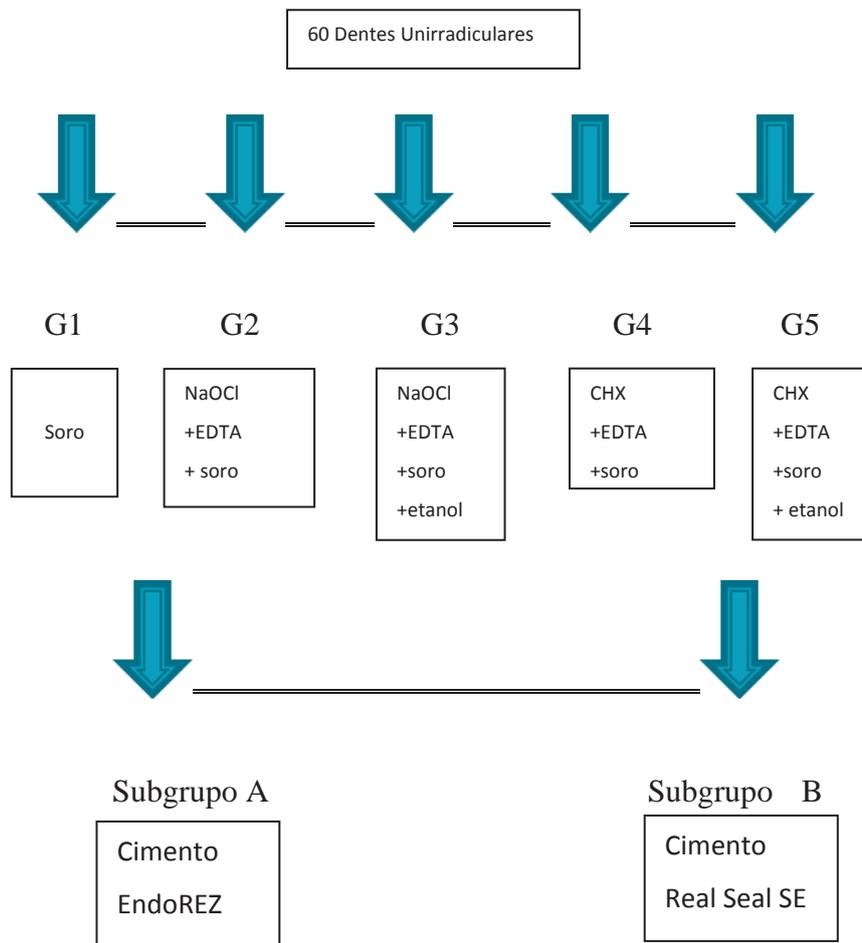


Figura 3 – Esquema sobre os grupos experimentais

Em todos os grupos os canais foram secos com cones de papel absorvente tamanho 40 até o canal ficar totalmente seco e obturados com a técnica de condensação lateral e com os respectivos cimentos., e ao final feito a compactação com condensador de tipo paiva.

Para o grupo Real Seal SE, o cimento foi misturado e inserido no canal por meio de uma seringa fornecida pelo fabricante. Após o cone principal Resilon foi revestido com cimento e introduzido no comprimento de trabalho, seguido pela utilização dos cones acessórios pela técnica da condensação lateral. Para o cimento EndoREZ, foi utilizada a mesma técnica descrita anteriormente, no entanto os cones utilizados foram do sistema de Guta-percha/EndoREZ (Figura 4, A, B, C, D, E e F).

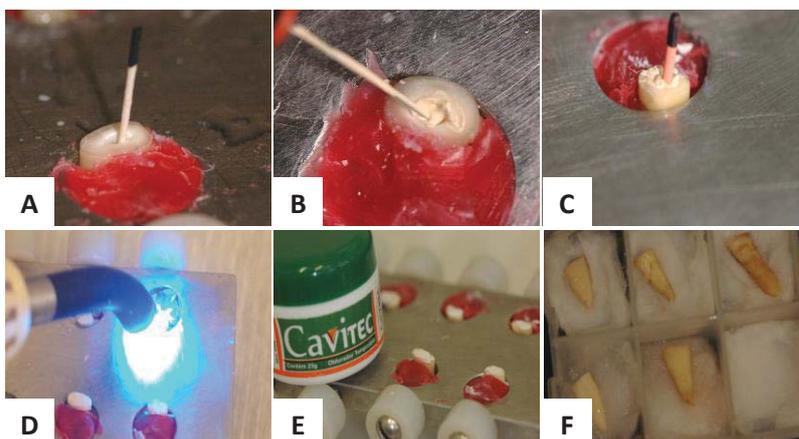


Figura 4 – Utilização dos cimentos. A, secagem do canal após lavagem final; B, preenchimento do canal com cimento; C, introdução do cone principal; D, polimerização do cimento; E, selamento com obturador provisório; e, F, armazenamento das Amostras

Após o procedimento obturador, o excesso de cones e cimento foram cortados 1mm abaixo da entrada dos canais e condensados verticalmente. Foi realizada a polimerização de ambos os cimentos com o aparelho *Radii device* (SDI, São Paulo, SP, Brasil) por 40 segundos em contato com o material obturador (Figura 5 D). O selamento coronário

foi realizado com Cavitec (Caithec Industrial, Rio do Sul, SC, Brasil) (Figura 5 E), e então armazenados em ambiente úmido a 37°C e 100% de umidade por 1 semana para permitir a completa presa do material obturador (Figura 5 F).

4.3 Obtenção dos espécimes para o teste de cisalhamento por extrusão (*push-out*)

Decorrido o período para que os cimentos atinjam seu tempo de endurecimento, as raízes foram posicionadas sobre uma plataforma de acrílico e fixadas com cera pegajosa aquecida. Em seguida, foram firmemente adaptadas em uma cortadora metalográfica e com disco diamantado acionado a uma velocidade de 350 RPM sob refrigeração foram realizados cortes sequenciais obtendo-se fatias com aproximadamente 1mm de espessura (Figura 5 A, B e C).

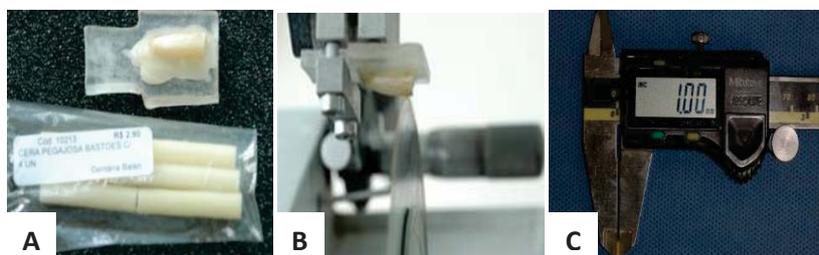


Figura 5 – Corte das amostras. A, fixação da raiz; B, posicionamento para corte; C, disco de dentina de 1mm.

Cada seção foi marcada no seu lado cervical para posterior identificação no teste de *push-out*, uma vez que a força foi aplicada no sentido ápico-cervical.

Foram utilizadas cinco raízes por grupo. Foram obtidas seis fatias de cada raiz, 2 fatias cervicais, duas medias, duas apicais, totalizando 30 amostras por grupo para o teste *push-out* (n=30).

Para o ensaio de resistência ao cisalhamento por extrusão (*push-out*) as amostras foram posicionadas em um suporte metálico de aço-inoxidável, contendo uma perfuração central de 2mm de diâmetro (Figura 6 A). A seguir, foi aplicada uma força sobre a superfície do material obturador endodôntico por meio de uma ponta acoplada em uma Máquina Universal de Ensaio (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) (Figura 6 B, C e D) a uma velocidade de 0,5 mm/min até o momento da falha. Um cuidado adicional foi tomado de forma que a ponta ocupasse a maior área possível do material obturador, sem tocar na superfície dentinária.

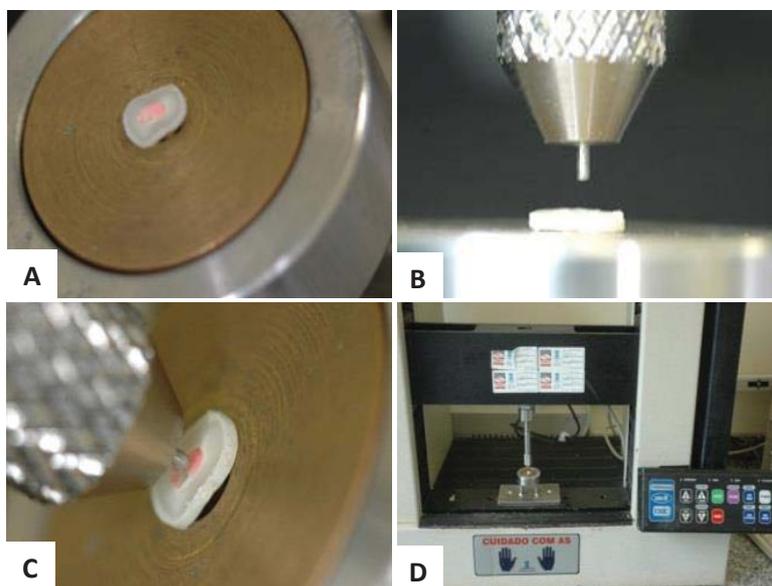


Figura 6 – Teste push-out. A, Posicionamento do disco no centro do dispositivo metálico; B, Seleção da ponta e aproximação do disco; C, adaptação do dispositivo para tocar somente no material obturador; D, máquina de ensaio universal utilizada.

Para realização do teste de *push out*, foram utilizados 3 dispositivos: ponta de 1 mm para terço cervical, ponta de 0,7 mm terço médio, e ponta de 0,5 mm para o terço apical (Figura 7 A, B e C).

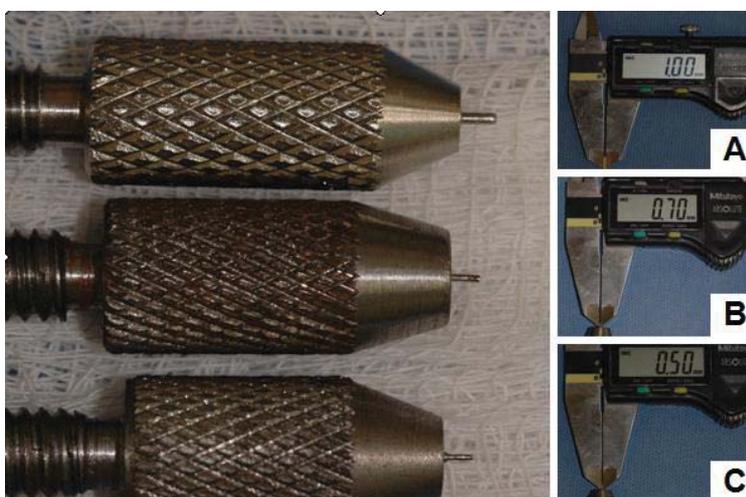


Figura 7 – Pontas de dispositivo utilizadas no teste push-out. A, B e C ponta utilizada no terço cervical, médio e apical, respectivamente.

Para calcular a resistência de união em Mega Pascal (MPa), a carga máxima no momento da extrusão, obtida em Newton (N), foi transformada dividindo pela área adesiva, em milímetros (mm). A área adesiva foi calculada utilizando a fórmula:

$$\pi(R+r)[(h^2+(R-r)^2)^{0,5}]$$

Onde:

π - representa a constante 3,1416;

R - raio do canal radicular na porção cervical do disco;

r - raio do canal radicular na porção apical do disco, e

h - espessura do disco.

Estes valores foram medidos com o auxílio de Microscópio Óptico Leica MZ 7.5, (Meyer Instruments, Houston, USA) associado ao software Image Manager Leica IM5, com aumento de 40x (Figura 8); e a espessura do disco foi mensurada por meio de um paquímetro digital (Vonder Paquímetro Eletrônico Digital, Curitiba, PR, Brasil). Estes procedimentos foram realizados no laboratório de endodontia da Unicamp. (Universidade de Odontologia de Campinas)

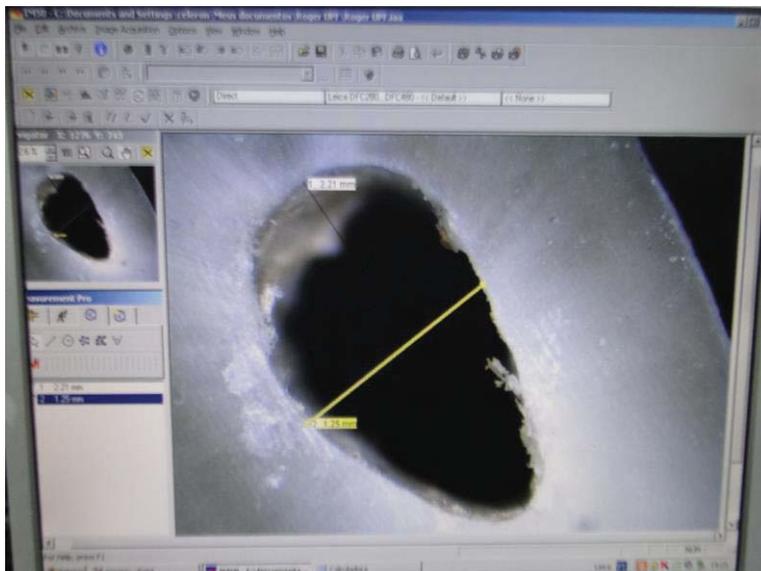


Figura 8 –Software utilizado para realização das medidas. Medida do raio maior e menor do canal.

4.4 Análise do modo de falha

Após o teste de *push-out* todos os discos de dentina foram avaliados em microscópio óptico com aumento de 40x para determinar o tipo de falha que foi classificado de acordo com Shokoubinejad *et al.* (2010) em: coesiva, quando ocorre a fratura no material obturador (cimento + gutta-percha, ou um ou outro); adesiva, que ocorre entre o material obturador e a dentina radicular; ou mista quando ocorrem os dois tipos de falha (Figura 9 A, B e C).

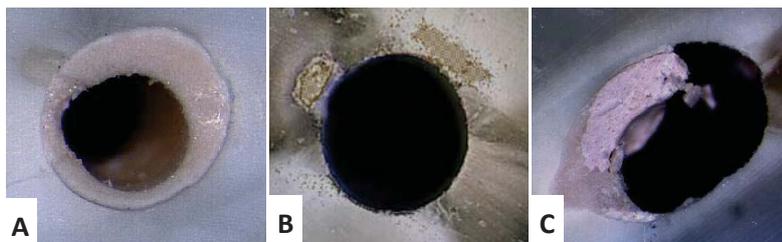


Figura 9 – Falhas Ocorridas após teste *push-out*. A, coesiva; B, adesiva; e, C, mista.

Após os testes, algumas amostras de cada grupo foram preparadas e analisadas em Microscópio Eletrônico de Varredura.

4.4.1 Preparo das amostras para MEV

Os espécimes foram preparados segundo o protocolo a seguir:

Imersão em solução de glutaraldeído, tamponado com Fosfato de Sorensen 0,1M e pH 7,3 por 2 horas em temperatura ambiente. Logo após foram imersas em EDTA 17% por 5 minutos, seguido por Hipoclorito de Sódio 5,25% durante 5 minutos. Em seguida foram

realizadas 2 lavagens de 5 minutos cada com solução tampão de Fosfato de Sorensen 0.1M e depois desidratados em soluções de álcool com concentração crescente gradual 30%, 50%, 70%, 90% (2 trocas de 5 minutos cada) e finalizando com álcool 100% (5 minutos de imersão, sendo realizadas 4 trocas). Por fim, os espécimes ficaram imersos em solução de Hexametildisilizano (HMDS, Ted Pella, Redding, CA, EUA) por 10 min. Os espécimes foram então fixados em *stubs* de liga de cobre-alumínio utilizando fita dupla face de carbono e pulverizados com ouro num aparelho Dental Vacuum II regulado para 40 mA e 120s.

4.5 Análise estatística

Foi realizada ANOVA de dois fatores (cimento e tratamento de superfície) com nível de significância de 5%.

Em relação à comparação entre as falhas dos cimentos, foi realizado o teste Qui-quadrado para verificar a associação entre os grupos experimentais e o tipo de falha observado.

5 RESULTADOS

Foi realizada ANOVA de dois fatores (cimento e tratamento de superfície) com nível de significância de 5%. Foi observada significância estatística para o fator cimento, para o fator tratamento de superfície e para a interação entre os fatores ($p < 0,001$) (Tabela 1). Os valores de média e desvio-padrão para os grupos experimentais estão apresentados na Tabela 2.

Tabela – Tabela de ANOVA dois fatores.

| Source of Variation | DF | SS | MS | F | P |
|---------------------|-----|--------|--------|---------|--------|
| Cimento | 1 | 10.724 | 10.724 | 264.269 | <0.001 |
| Trat. | 4 | 14.040 | 3.510 | 86.495 | <0.001 |
| Cimento x Trat. | 4 | 3.720 | 0.930 | 22.918 | <0.001 |
| Residual | 290 | 11.768 | 0.0406 | | |
| Total | 299 | 40.251 | 0.135 | | |

Tabela 2 – Valores médios (desvio-padrão) de resistência de união para os grupos experimentais.

| Cimentos | Tratamentos de Superfície | | | | | | | | | |
|------------------|---------------------------|--------------------|------------------|---------------------|----------------------------|---------------------|----------------|--------------------|--------------------------|--------------------|
| | S (soro) | | N (NaOCl + EDTA) | | NE (NaOCl + etanol + EDTA) | | C (CHX + EDTA) | | CE (CHX + etanol + EDTA) | |
| E (EndoREZ) | ES | 0,151 (0,038)bB | EN | 0,152 (0,038)bB | ENE | 0,165 (0,096)bB | EC | 0,360 (0,165)aB | ECE | 0,453 (0,204)aB |
| R (Real Seal SE) | RS | 0,403 (0,179)cA | RN | 0,418 (0,183)bcA | RNE | 0,529 (0,142)bcA | RC | 0,558 (0,187)ba | RCE | 1,263 (0,451)aA |

*Valores médios seguidos por letras minúsculas iguais na mesma linha não apresentam diferença estatística ($p \geq 0,05$).

* Valores médios seguidos por letras maiúsculas iguais na mesma coluna não apresentam diferença estatística ($p \geq 0,05$).

Para o cimento Endorez (E), os tratamentos de superfície CHX e CHX + etanol (CE) resultaram em maiores valores de resistência de união do que os demais tratamentos de superfície (S, N, NE), que foram estatisticamente semelhantes.

Para o cimento Real Seal (R), o tratamento de superfície CHX + etanol (CE) obteve a maior média de resistência de união.

O cimento Real Seal obteve maior média de resistência de união do que o cimento EndoREZ, independente do tipo de tratamento (Figura 10).

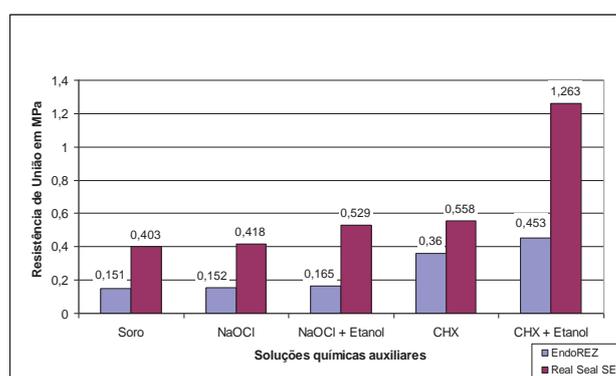


Figura 10 – Gráfico comparativo entre cimentos e substâncias químicas auxiliares utilizadas.

O cimento Real Seal SE obteve maior média de resistência de união do que o cimento EndoREZ, para todos os tratamentos de superfície, como se verifica na Figura 11.

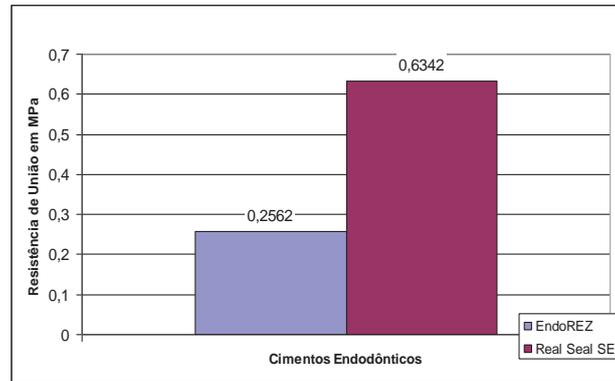


Figura 11 – Gráfico da média dos valores de resistência de união dos cimentos utilizados.

Em relação à análise de fratura, foi encontrada relação entre o grupo experimental e o tipo de falha ($p < 0,001$) como pode ser observado na Tabela 3.

Tabela 3 – Frequência de cada tipo de falha para os grupos experimentais.

| Grupos | | A (Adesiva) | M (Mista) | C (Coesiva) |
|------------|-------------------------------|----------------|--------------|----------------|
| ES | EndoRez +Soro | 15 (50%) | 15 (50%) | 0 (0%) |
| EN | EndoRez + NaOCl | 12 (40%) | 18 (60%) | 0 (0%) |
| ENE | EndoRez + NaOCl + Etanol | 7 (23%) | 23 (77%) | 0 (0%) |
| EC | EndoRez + CHX | 9 (30%) | 21 (70%) | 0 (0%) |
| ECE | EndoRez + CHX + Etanol | 10 (33%) | 19 (63%) | 1 (4%) |
| RS | Real Seal SE + soro | 11 (37%) | 6 (20%) | 13 (43%) |
| RN | Real Seal Se + NaOCl | 13 (43%) | 13 (43%) | 4 (14%) |
| RNE | Real Seal SE + NaOCl + Etanol | 10 (33%) | 15 (50%) | 5 (17%) |
| RC | Real Seal SE + CHX | 3 (10%) | 14 (47%) | 13 (43%) |
| RCE | Real Seal SE + CHX + Etanol | 3 (10%) | 9 (30%) | 18 (60%) |

Os corpos-de-prova dos grupos obturados apresentaram diferença estatística perante o tipo de cimento. EndoREZ mais falhas mistas, Real

Seal mais falhas coesivas . Os grupos RC e RCE apresentaram maior frequência de falhas coesivas e mistas, com apenas 10% de falhas adesivas. Figura 12 A, B e C).

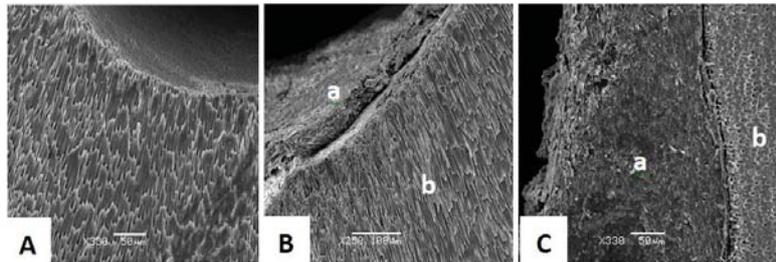


Figura 12 – Modo de fratura no MEV. A, adesiva; B, mista; e, C, Coesiva em cimento. a, cimento; b, dentina.

6 DISCUSSÃO

De acordo com Pascon *et al.* (2009), o NaOCl tanto em baixas como em altas concentrações, de 1% à 6%, tem capacidade de degradação do colágeno tipo I, alterando as propriedades da matriz orgânica da dentina. Resultando em uma redução dos valores de resistência de união destes cimentos como EndoREZ e RealSeal à dentina como mostram os trabalhos de Nassar *et al.* (2011), Shokoubinejad (2013), Babb *et al.* (2009). O NaOCl também diminui a penetração dos monômeros de cimentos a base de metacrilato nos tubos dentinarios da dentina radicular, afetando diretamente a adesão destes materiais (NIKAIDO *et al.*, 1999).

Porém neste estudo não se confirmou o efeito negativo do NaOCl na adesão dos cimentos utilizados uma vez que os valores dos grupos tratados com NaOCl não foram inferiores aos grupos controle.

O NaOCl pode afetar diretamente a adesão de materiais adesivos à dentina pois causa problemas na polimerização, onde o seu efeito oxidante produz bolhas de oxigênio na interface resina-dentina. Isso causa uma diminuição da infiltração destes materiais na malha de colágeno tipo I presente na dentina (RUEGGEBERG, 1990). Segundo Yiu *et al.* (2002), resíduos do NaOCl a 5,0%, como o oxigênio, permanecendo dentro das porosidades da dentina mineralizada podem

resultar na polimerização incompleta do sistema adesivo e, portanto, comprometer a resistência adesiva.

Neste estudo, constatou-se uma diferença estatisticamente significativa entre os grupos que foi utilizado protocolo de irrigação com CHX comparado aos grupos que utilizou-se NaOCl para o cimento EndoREZ, ou seja, observou-se maiores valores de resistência de união para os grupos CHX + EndoREZ comparado ao grupos NaOCl+ EndoREZ., contudo os protocolos onde foi utilizado NaOCl não foram inferiores aos grupos controle

Para o cimento Real Seal SE foi encontrado maiores valores de resistência de união para os grupos RC e RCE, ou seja, maiores valores para protocolos de irrigação com uso de CHX e verificou-se uma média de 0,525 MPa para o grupo CHX + Real Seal SE muito parecido com os resultados encontrados nos trabalhos de (HASSEM et al., 2009).

Porém o protocolo que obteve maior resistência de união , foi a combinação de CHX + EDTA 17% + Etanol + Real Seal SE, verificou-se uma média de 1,263 MPa comprovando o efeito benéfico da associação do etanol 95%, utilizado como irrigador final para desidratar e preparar a dentina antes da aplicação dos cimentos endodônticos, como afirmam os trabalhos de Stevens *et al.* (2006), Wilcox e Wiemann (1995), Zmener *et al.* (2008).

Marending *et al.* (2007), estudaram diferentes protocolos de uso do NaOCl associado ao EDTA 17% e encontrou significantes diferenças entre os grupos. Concluíram que a utilização do EDTA após a irrigação com NaOCl é o protocolo mais indicado para remover a porção inorgânica da dentina, preservando o colágeno. No entanto, o EDTA não

pode ser o irrigador final, necessita de uma lavagem final com água destilada ou soro.

Irrigação final do canal com soro, água destilada ou álcool são indicadas para remover resíduos de NaOCl. Contudo, somente o uso do EDTA após NaOCl não inibe os efeitos negativos do NaOCl frente a materiais adesivos (SHOKOUBINEJAD *et al.*, 2013). Por isso a importância de estudar a interação destes protocolos e definir qual protocolo promove maiores valores de resistência de união entre cimento resinoso e dentina.

Nassar *et al.* (2011) confirmam que a preservação da dentina e a não degradação do colágeno pela utilização dos protocolos de irrigação com CHX superam em resistência de união os protocolos com utilização do NaOCl, frente a cimentos a base de metacrilato.

De Deus *et al.* (2006), também compararam os valores de resistência de união para diferentes protocolos de irrigação utilizando o cimento Epiphany/Resilon e encontraram efeitos negativos dos grupos tratados com NaOCl, ou seja, menores valores de resistência de união.

Segundo Yiu *et al.* (2002), resíduos do NaOCl, como o oxigênio, permanecendo dentro das porosidades da dentina mineralizada podem resultar na polimerização incompleta do sistema adesivo e, portanto, comprometer a resistência adesiva.

Estes estudos que podem explicar porque foram encontrado melhores valores de resistência de união para protocolos que utilizaram CHX frente a cimentos a base de metacrilato nesta pesquisa.. Isto pode ser observado estatisticamente nos resultados da tabela 1.

No entanto alguns trabalhos como o de Wachlarowicz *et al.* (2007), que pesquisaram o efeito de soluções irrigadoras na utilização

do cimento Epiphany. Utilizaram discos de dentina humana de 2mm de diâmetro e irrigou estas superfícies com diferentes soluções, como clorexidina 2%, hipoclorito de sódio 6%, EDTA 17 %, e MTAD.. Maiores valores de resistência de união do cimento Epiphany foram encontrados quando utilizado o hipoclorito de sódio como agente irrigador

Irrigação final do canal com soro, água destilada ou álcool são indicadas para remover resíduos de NaOCl. Contudo, somente o uso do EDTA após NaOCl não inibe os efeitos negativos do NaOCl frente a materiais adesivos (Shokouhinejad *et al.*, 2013). Por isso a importância de estudar a interação destes protocolos e definir qual protocolo promove maiores valores de resistência de união entre cimento resinoso e dentina.

Melhores resultados foram encontrados nos grupos tratados com o cimento Real Seal pois este cimento conseguiu penetrar melhor nos túbulos dentinários do que o cimento EndoREZ, isto pode ser explicado pela quantidade de falhas adesiva dos grupos EndoREZ e também pelos baixíssimos valores deste grupo no teste push-out.

O efeito benéfico do uso do etanol 95% para o cimento Real Seal pode ser explicado pelo efeito desidratante da superfície dentinária radicular, fazendo com que os túbulos dentinários estivessem sem presença de água ou umidade melhorando a penetração do cimento na dentina.

A Tabela 2 mostra a quantidade e porcentagem das falhas dos grupos estudados. Os corpos-de-prova dos grupos obturados com EndoREZ apresentaram uma única falha coesiva. Os grupos RC e RCE apresentaram maior frequência de falhas coesivas e mistas, com apenas

10% de falhas adesivas. No total de falhas para o grupo Real Seal SE foram vistas 35% de falhas coesivas. As falhas coesivas são geralmente resultantes de uma boa interação entre materiais adesivos e dentina (LEE *et al.*, 2002).

Para as falhas encontradas nos grupos do cimento EndoREZ, reparou-se maior predominância de falhas mistas, resultados semelhantes com os achados de Rahimi *et al.* (2009). Para o grupo Real Seal SE foi observado maior prevalência de falhas mistas e coesivas.

CONCLUSÕES E CONSIDERAÇÕES FINAIS

A partir dos resultados deste estudo, pode-se concluir que:

- Maiores valores de resistência de união foram encontrados para a combinação cimento Real Seal SE + CHX + Etanol
- A utilização do etanol 95% aumentou os valores de resistência de união cimento/dentina somente após o uso da CHX e utilização do cimento Epiphany.
- O protocolo NaOCl 5,25% + EDTA promove menores valores de resistência de união do que protocolo com CHX + EDTA para o cimento EndoREZ.
- O cimento Real Seal SE apresentou maiores valores de resistência de união à dentina radicular do que o EndoREZ.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

APTEKAR, A.; GINNAN, K. Comparative analysis of microleakage and seal for 2 obturation materials: Resilon/Epiphany and gutta-percha. *J Can Dent Assoc*, v. 72, n. 3, p. 245, 2006.

BABB, B.R.; LOUSHINE, R.J.; BRYAN, T.E.; AMES, J.M.; CAUSEY, M.S.; KIM, J. Bonding of self adhesive (self-etching) root canal sealers to radicular dentin. *J Endod*, v. 35, n. 4, p. 578–82, 2009.

BENKEL, B.H.; RISING, D.W.; GOLDMAN, L.B.; ROSEN, H.; GOLDMAN, M.; KRONMAN, J.H. Use of a hydrophilic plastic as a root canal filling material, *J Endod*, v. 2, n. 7, p. 196–202, 1976.

BERBER, V.B.; GOMES, B.P.; SENA, N.T.; VIANNA, M.E.; FERRAZ, C.C.; ZAIA, A.A.; SOUZA-FILHO, F.J. Efficacy of various concentrations of NaOCl and instrumentation techniques in reducing *Enterococcus faecalis* within root canals and dentinal tubules. *Int Endod J*, v. 39, n. 1, p. 10–17, 2006.

BRANSTETTER, J.; VON FRAUNHOFER, J.A. The physical properties and sealing action of endodontic sealer cements: a review of the literature. *J Endod*. 1982 v. 8, n. 7, p. 312-316, Jul.1982.

BUI, T.; BAUMGARTNER, J.C.; MITHEL, J.C. Evaluation of the interaction between Sodium Hypochlorite and Chlorhexidine Gluconate and its effect on Root Dentin. *J Endod*, V. 34, n. 2, p. 181-85, 2008.

ÇALT, S.; SERPER, A. Smear layer removal by EDTA. *J Endod*, v. 26, n. 8, p. 459–61, 2000.

CARRILHO, M.R.O.; CARVALHO, R.M.; DE GOES, M.F. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro, *J Dent Res*, v. 86, n. 1, p. 90–94, 2007.

CECCHIN D.; ALMEIDA, J.F.; GOMES BP, ZAIA, A.A.;FERRAZ, C.C. Influence of chlorhexidine and ethanol on the bond strength and durability of the adhesion of the fiber posts to root dentin using a total etching adhesive system. *J Endod*, v. 37, n. 9, p. 1310–15, 2011.

CECCHIN D.; SOUZA, M., CARLINI-JUNIOR, BARBIZAM, V.B. Bond strength of Resilon/Epiphany compared with Gutta-percha and sealers Sealer 26 and Endo Fill. *Aust Endod J*, v. 38, n. 1, p. 21–25, 2012.

COHEN, S.; HARGREAVES, K.M. Caminhos da polpa. 9. ed. Rio de Janeiro, Elsevier, 2007.

COTTON, T.P.; SCHINDLER, W.G.; SCHWARTZ, S.A.; WATSON, W.R.; HARGREAVES, K.M. A retrospective study comparing clinical outcomes after obturation with Resilon/Epiphany or Gutta-Percha/Kerr sealer. *J Endod*, v. 34, n. 9, p. 789-97, 2008.

DAMETTO, F.R.; FERRAZ, C.C.; DE ALMEIDA GOMES, B.P. et al. In vitro assessment of the immediate and prolonged antimicrobial action of chlorhexidine gel as an endodontic irrigant against *Enterococcus faecalis*. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, n. 99, p.68–72, 2005.

DAVIES, G.E.; FRANCIS, J.; MARTIN, A.R.; SWAIN, G. 1:6-Di-4'-chlorophenyldiguani dohexane (hibitane); laboratory investigation of a new antibacterial agent of high potency. *Br J. Pharmacol Chemother*, v. 9, n. 2, p. 102–6, 1954.

DE DEUS, G.; COUTINHO-FILHO, T.; REIS, C.; MURAD, C.; PACIORINIK, S. Polymicrobial leakage of four root canal sealers at two different thicknesses. *J Endod*, n. 32, p. 998-1001, 2006.

DE DEUS, G.; NAMEN, F.; GALAN, JR. J.; ZEHNDER, M. Soft Chelating Irrigation Protocol Optimizes Bonding Quality of Resilon/Epiphany Root Fillings. *J Endod*. n. 34, p. 703–705, 2008.

DOYLE, M.D.; LOUSHINE, R.J.; AGEE, K.A.; GILLESPIE, W.; WELLER, R.N.; PASHLEY, D.H.; TAY, F.R. Improving the performance of EndoREZ root canal sealer with a duas-cured two-step

self-etch adhesive. I. Adesive strength to dentin. *J Endod.* V. 32, n. 8, aug. 2006.

ENDO, M.S.; MARTINHO, F.C.; ZAIA, A.A.; FERRAZ, C.C.; ALMEIDA, J.F.; GOMES, B.P. Quantification of cultivable bacteria and endotoxin in post-treatment apical periodontitis before and after chemo-mechanical preparation. *Eur J Clin Microbiol Infect Dis.* v. 31, n. 10, p. 2575-83, Oct.-2013.

ESTRELA, C. *Metodologia científica.* São Paulo: Artes Médicas, 2001.

FARINA, A.P.; CECCHIN, D.; BARBIZAM, J.V.; CARLINI-JÚNIOR, B. Influence of endodontic irrigants on bond strength of a self-etching adhesive. *Aust Endod J*, v. 37, n. 1, p. 26–30, 2011.

FERRAZ, C.C.; GOMES, B.P.; ZAIA, A.A. et al. In vitro assessment of the antimicrobial action and the mechanical ability of chlorhexidine gel as an endodontic irrigant. *J Endod*, n. 27, p. 452–5, 2001.

FISCHER, M.A.; BERZINS, D.W.; BAHCALL, J.K. An in vitro comparison of bond strength of various obturation materials to root canal dentin using a push-out test design. *J Endod.* v. 33, n. 7, p.856-858, Epub, Apr. 16, Jul. 2007.

FLASCHKA, H.A. *EDTA titrations.* 2. ed., London: Pergamon Press, 1967.

FUSAYAMA, T.; NAKAMURA, M.; KUROSAKI, N.; IWAKU, M. Non-Pressure Adhesion Of A New Adhesive Restorative Resin. *J Dent Res.* v. 58, n. 4, p. 1364-1370, 1979.

GENCOGLU, N. SENER, G. OMURTAG, G.Z.; TOZAN, A.; USLU, B.; ARBAK, S. Comparision of biocompatibility and cytotoxicity of two new root canal sealers. *Acta Histochem J*, v. 112, n .6, p. 567–75, 2010.

GOMES, B.P.; VIANNA, M.E.; MATSUMOTO, C.U.; ROSSI, V.D.E.; ZAIA, A.A.; FERRAZ, C.C.; SOUZA FILHO, F.J. Disinfection of gutta-percha cones with chlorhexidine and sodium hypochlorite. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v. 100, n. 4, p. 512–17, 2005.

GOMES, B.P.F.A.; FERRAZ, C.C.R.; VIANNA, M.E. et al. In vitro antimicrobial activity of several concentrations of sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate in the elimination of *Enterococcus faecalis*. *Int Endod J*, v. 34, n. 6, p. 424–8, 2001.

GOMES, B.P.F.A.; SOUZA, S.F.C.; FERRAZ, C.C.R. Effectiveness of 2% chlorhexidine gel and calcium hydroxide against *Enterococcus faecalis* in bovine root dentine in vitro. *J Endod*, v. 36, n. 4, p. 267–75, 2003.

GOMES, B.P.F.A.; VIANNA, M.E. ZAIA, A.A.; ALMEIDA, J.F.A.; SOUZA- FILHO, F.J.; FERRAZ, C.C.R. Chlorhexidine in Endodontics. *Brazilian Dental Journal*, v. 24, n. 2, p. 89–102, 2013.

GULABIVALA, K.; PATEL, B.; EVANS, G.; NG, Y.L. Effects of mechanical and chemical procedures on root canal surfaces. *Endod Topics*, v. 10, n. 1, p. 103–22, 2005.

HALLER, B.; HOFMANN, N.; KLAIBER, B.; BLOCHING, U. Effect of storage media on microleakage of five dentin **bonding** agents. *Dent Mater*. v. 9, n. 3, p. 191-197, May. 1993.

HASSEM A.A.; GHONEIM A.G.; LUTFY R.A.; FOUDA M.Y. The Effect of Different Irrigating Solutions on Bond Strength of Two Root Canal-filling Systems. *J Endod*, v. 35, n. 4, p. 527–40, 2009.

HÜLSMANN, M.; HAHN, W. Complications during root canal irrigation-literature review and case reports. *Int Endod J*. v. 33, n. 3, p. 186-93, May-2000.

KAYA, B.U.; KEÇEÇI, A.D.; ORHAM, H.; BELLI, S. Micropush-out bond strengths of gutta-percha versus thermoplastic synthetic polymer based systems – an ex vivo study. *Int Endod J*, v. 41, n. 3, p. 211-18, 2008.

KEY, J. E.; RAHEMTULLA F. G.; ELEAZER P. D. Cytotoxicity of a new root canal filling material on human gingival fibroblasts. *J Endod*, v. 32, n. 8, p. 756–758, 2006.

KIM, Y.K.; GRANDINI, S.; AMES, J.M.; GU, L.S.; KIM, S.K.; PASHLEY, D.H.; GUTMANN, J.L.; TAY, F.R.; Critical review on

methacrylate resin-based root canal sealers. *J Endod*, v. 36, n. 3, p. 383-99, 2010.

KOULAZIDOU, E.A.; MARGELOS, J.; BELTES, P.; KORTSARIS, A.H. Citotoxic effects diferent concentration of neutral and alkaline EDTA solutions used in root canal irrigants. *J Endod*, v. 25, n. 1, p. 21-3, 1999.

KURUVILA, J.R.; KAMATH, M.P. Antimicrobial activity of 2.5% sodium hypochlorite and 0.2% chlorhexidinegluconate separately and combined, as endodontic irrigants. *J Endod*, v. 24, n. 7, p. 472-6, 1998.

LEE, K.W.; WILLIAMS, M.C.B.S.; CAMPS, J.J.; PASHLEY, D.H. Adhesion of Endodontic Sealers to Dentin and Gutta-Percha. *J Endod*. n. 28, p. 684-688, 2002.

LEE, D.H.; KIM, N.R.; LIM, B.S.; LEE, Y.K.; HWANG, K.K.; YANG, H.C. Effects of root canal sealers on lipopolysaccharide-induced expression of cyclooxygenase-2 Mrna in murine macrophage cells. *J Endod*. v. 33, n. 11, p. 1329-1333. Sep.-Nov. 2007.

LEONARDO, M.R.; TANOMARU FILHO, M.; SILVA, L.A.; NELSON FILHO, P.; BONIFACIO, K.C.; ITO, I.Y. In vivo antimicrobial activity of 2% chlorhexidine used as a root canal irrigating solution. *J Endod*, v. 25, n. 3, p. 176-71, 1999.

LOPES, H.P.; SIQUEIRA JR, J.F. *Endodontia: biologia e técnica*. 3. ed. Rio de Janeiro: Guanabara-Koogan, 2010.

MARENDING, M.; LUDER, H.U.; BRUNNER, T.J.; KNECHT, S.; STARK, W.J.; ZEHNDER, M. Effect of sodium hypochlorite on human root dentine--mechanical, chemical and structural evaluation. *Int Endod J*. v. 40, n. 10, p. 786-793, Aug. 2007.

MARSHALL Jr., G.W. Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int*, v. 61, n. 24, p. 606-617, 1993.

MARSHALL Jr., G.W; MARSHALL, S.J.; KINNEY, J.H.; BALOOCH, M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent*. n. 25, p. 441-458, 1997.

MOHAMMADI, Z.; ABBOT, P.V. The properties and applications of chlorhexidine in endodontics. *Int Endod J*, v. 42, n. 4, p. 288–302, 2009.

MOREIRA, D.M.; ALMEIDA, J.F.; FERRAZ, C.C.; GOMES, B.P.; LINE, S.R.; ZAIA, A.A. Structural analysis of bovine root dentin after use of different endodontics auxiliary chemical substances. *J Endod*. v. 35, n. 7, p. 1023-1027, Jul.-2009.

NAGAS, E.; OZGUR UYANIK, M.; EYMIRLI, A.; CEHRELI, Z.C.; VALLITTU, P.K.; LASSILA, L.V.J.; DURMAZ, V. Dentin Moisture Conditions Affect the Adhesion of Root Canal Sealers. *J Endod*, v. 38, n. 2, p. 240-4, 2012.

NAKABAYASHI, N. Bonding mechanism of resins and the tooth *Kokubyo Gakkai Zasshi*, v. 49, n. 2, p. 410, Jun.1982.

NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomater Res*. n. 16, p. 265-273, 1982.

NAKABAYASHI, N.; WATANABE, A.; GENDUSA, N.J. Dentin adhesion of "modified" 4-META/MMA-TBB resin: function of HEMA. *Dent Mater*, v. 8, n. 4, p. 259-264, Jul. 1992.

NASSAR, M.; AWAWDEH, L.; JAMLEH, A.; SADR, A.; TAGAMI, J. Adhesion of Epiphany self-etch sealer to dentin treated with intracanal irrigating solutions. *J Endod*, v. 37, n. 2, p. 228–30, 2011.

NIKAIDO, T.; TAKADA, T.; SASAFUCHI, Y.; BURROW, M.F.; TAGAMI, J. Bond Strengths to endodontically treated teeth. *Am J Dent*, n. 12, p. 177-80, 1999.

NIKIFORUK, G.; SREEBNEY, L. Demineralization of hard tissues by organic chelating agents at neutral pH. *J Dent Res*, v. 32, n. 6, p. 859-67, 1953.

NILLES, J.L.; LAPITSKY, M. Biomechanical investigations of bone-porous carbon and porous metal interfaces. *J Biomed Mater Res*. v. 7, n. 3, p. 63-84, 1973.

ORDINOLA-ZAPATA, R.; BRAMANTE, C.M.; BERNARDINELLI, N. A preliminary study of the percentage of sealer penetration in roots obturated with the Thermafil and RealSeal-1 obturation techniques in mesial root canals of mandibular molars. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v. 108, n. 6, p. 961-8, 2009.

PASCON, F.M.; KANTOVITZ, K.R.; SACRAMENTO, P.A.; SANTOS, M.; PUPPIN-RONTANI, R.M. Effect of sodium hypochlorite on dentine mechanical properties. A review. *J Dentistry*, v. 37, p.903 – 908, 2009.

PASHLEY, D.H.; TAY, F.R.; YIU, C. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res*, v. 83, n. 3, p. 897-904, 2004.

PÉCORA, J.D.; GUERISOLI, D.; SILVA, R.S.; VANSAN, L.P. Shelf-life of 5% sodium hypochlorite solutions. *Braz Endod J*, v. 2, n. 1, p. 43-5, 1997.

PINNA, L.; BRACKETT, M.G.; LOCKWOOD, P.E. In vitro cytotoxicity evaluation of a self-adhesive, methacrylate resin-based root canal sealer. *J Endod*, v. 34, n. 9, p. 1085-88, 2008.

PRADO, M.; SIMÃO, R.A.; GOMES, P.F.A. Effect os Diferent Irrigatio Protocol on Resin Sealer Bond Strenght to Dentin. *J Endod*, v.39, n. 5, p. 689-91, 2013.

RAHIMI, M.L.; JAINAEN, A.; PARASHOS, P.; MESSER, H.H. Bonding of resin-based sealers to root dentin. *J Endod*. v. 35, n. 1, p. 121-124. Jan. 2009.

RÔÇAS, I.N.; SIQUEIRA JR, J.F. Comparison of the in vivo antimicrobial effectiveness of sodium hypochlorite and chlorhexidine used as root canal irrigants: a molecular microbiology study. *J Endod*. v. 37, n. 2, p. 143-50, Feb.-2011.

ROCHA, A.W.; ANDRADE, C.D.; LEITUNE, V.C.; COLLARES, F.M.; SAMUEL, S.M.; GRECCA, F.S.; FIGUEIREDO, J.A.; DOS SANTOS, R.B. Influence of endodontic irrigants on resin sealer bond strength to radicular dentin. *Bull Tokyo Dent Coll*, v. 53, n. 1, p. 1-7, 2012.

ROYAL, M.J.; WILLIAMSON, A.E.; DRAKE, D.R. Comparison of 5,25% sodium hypochlorite, MTAD and 2% chlorhexidine in the rapid disinfection of polycaprolactone-based root canal filling material. *J Endod*, v. 33, n. 1, p. 42-4, 2007.

ROYDHOUSE, R.H. Punch-shear test for dental purposes. *J Dent Res*. v. 49, n. 1, p. 131-136, Jan.-Feb. 1970.

RUEGGEBERG, F.A. The effect of oxigen inhibition on na unfilled/filled composite sistem. *J Dent Res*. n. 69, p. 1952-8, 1990.

SALEH, A.A.; ETTMAN, W.M. Effect of endodontic irrigation solutions on microhardness of root canal dentine. *J Dent*, v. 27, n. 1, p. 43-6, 1999.

SALEH, I.M.; RUYTER, I.E.; HAAPASALO, M.P.; ØRSTAVIK, D. Adhesion of Endodontic Sealers: Scanning Electron Microscopy and Energy Dispersive Spectroscopy. *J Endod*, v. 29, p. 595-601, 2003.

SANTOS, J.N.; CARRILHO, M.R.; DE GOES, M.F.; ZAIA, A.A.; GOMES, B.P.; SOUZA-FILHO, F.J.; FERRAZ, C.C. Effect of chemical irrigants on the bond strength of a self-etching adhesive to pulp chamber dentin. *J Endod*, v. 32, n. 11, p.1088-90, 2006.

SAQUY, P.C. Avaliação da capacidade quelante do EDTA e da associação EDTA mais solução de Dakin, por métodos químicos e pela análise da microdureza da dentina. Ribeirão Preto, 1991, 90p., Tese (Doutorado) Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo.

SHABRAVAN, A.; HAGBDOOST, A.A.; ADLE, A. Effect of smear layer on sealing ability of canal obturation: a systematic review and meta-analysis. *J Endod*, v. 33, n. 2, p. 96-105, 2007.

SHIPPER, G.; ØRSTAVIK, D.; TEIXEIRA, F. B.; TROPE, M. An evaluation of microbial leakage in roots filled with a thermoplastic synthetic polymer-based root canal filling material (Resilon). *J Endod*, v. 30, n. 5, p. 342-7, 2004.

SHOKOUBINEJAD, N.; SABETI, M.A.; HASHEMINASAB, M.; SHAFIEI, F.; SHAMSHIRI, A.R. Push-out Bond Strength of Resilon\Epiphany Self-etch to intraradicular Dentin after Reatretment: A Preliminary Study. *J Endod*, v. 36, n. 3, p. 493-7, 2010.

SHOKOUBINEJAD, N.; MERAJI, N.; SHAMSHIRI, A.R.; KHOSHKHOUNEJAD, M.; RAOOF, M. Effect of different final irrigants on bond strength of resilon/epiphany and resilon/epiphany self-etch. *J Dent (Tehran)*.v. 10, n. 4, p. 296-302, May. 2013.

SHRESTHA, D.; WEI, X.; CUI, W.W.; LING, J.K. Resilon: a methacrylate resin-based obturation system. *J Dent Sci*, v. 5, n. 2, p. 47-52, 2010.

SILVA, L.A.; LEONARDO, M.R.; ASSED S. Histological study of the effect of some irrigating solutions on bacterial endotoxin in dogs. *Braz Dent J*, v. 15, n. 2, p. 109-14, 2004.

SIQUEIRA JR, J.F.; RÔÇAS, I.N.; SANTOS, S.R.; LIMA, K.C.; MAGALHÃES, F.A.; DE UZEDA, M. Efficacy of instrumentation techniques and irrigation regimens in reducing the bacterial population within root canals. *J Endod*. v. 28, n. 3, p. 181-4, Mar.-2002.

SLUTZKY-GOLDBERG, I.; MAREE, M.; LIBERMAN, R.; HELING, I. Effect of sodium hypochlorite on dentin microhardness. *J Endod*. V. 30, n. 12, dec. 2004.

SLY, M.M.; MOORE, B.K.; PLATT, J.A.; BROWN, C.E. Push-out bond strength of a new endodontic obturation system (Resilon/Epiphany). *J Endod*. v. 33, n. 2, p. 160-2. Dec. 2006.

SOUSA NETO, M.D.; SILVA COELHO, F.I.; MARCHESAN, M.A.; ALFREDO, E.; SILVA SOUSA, Y.T. Ex vivo study of the adhesion of an epoxy-based sealer to human dentine submitted to irradiation with Er: YAG and Nd: YAG lasers. *Int Endod J*. v. 38, n. 12, p. 866-870, Dec. 2005.

SOUZA, M.; CECCHIN, D.; FARINA, A.P.; LEITE, C.E.; CRUZ, F.F.; PEREIRA, C.D.A.C.; FERRAZ, C.C.; FIGUEIREDO, J.A. Evaluation

of chlorhexidine substantivity on human dentin: a chemical analysis. *J Endod*, v. 38, n. 9, p. 1249-52, 2012.

SOUZA, R.A. Comportamento de um cimento endodôntico à base de óxido de zinco e eugenol no selamento apical. *JBE*, n. 4, p. 242-45, 2003.

STEVENS, R.W.; STROTHER, J.M.; McCLANABAN, S.B. Leakage and Sealer Penetration in Smear-free Dentin After Final Rinse with 95% Ethanol. *J Endod*, v. 32, n. 8, p. 785-88, 2006.

STOLL, R.; THULL, R.; HOBECK, C.; YÜKSEL, S.; JABLONSKI-MOMENI, A.; ROGGENDORF, M.J.; FRANKENBERGER, R. Adhesion of Self-adhesive Root Canal Sealers on Gutta-Percha and Resilon. *J Endod*, v. 36, n. 5, p. 890-3, 2010.

TANOMARU FILHO, M.; LEONARDO, M.R.; SILVA, L.A.; ANIBAL, F.F.; FACCIOLI, L.H. Inflammatory response of to different endodontic irrigating solution. *Int Endod J*, n. 35, p. 735-9, 2002.

TORTORA, G.J.; FUNKE, B.R.; CASE, C.L.; *Controle do crescimento microbiano*. Case CL. Microbiologia. 6.ed. Porto Alegre: Artmed, 2000.

UNGOR M; ONAY E.O.; ORUCOGLU, H. Push-out bond strengths: the Epiphany-Resilon endodontic obturation system compared with different pairings of Epiphany, Resilon, AH Plus and gutta-percha. *Int Endod J*, v. 39, n. 8, p. 643-7, 2006.

VALOIS, C.R.A.; CASTRO, A.J.R. Comparação do selamento apical promovido por quatro cimentos endodônticos. *JBE*, n. 3, p. 317-22, 2002.

VERSIANI, M. A.; CARVALHO-JÚNIOR, J.R.; PADILHA, M.I.A.F.; LACEY, S.; PASCON, E.A.; SOUSA-NETO, M.D. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus and Epiphany root canal sealants. *Int Endod J*, v. 39, n. 6, p. 464-71, 2006.

VIANNA, M.E.; GOMES, B.P.F.A.; BERBER, V.B.; ZAIA, A.A.; FERRAZ, C.C.R.; SOUZA-FILHO, F.J. In vitro evaluation of the antimicrobial activity of chlorhexidine and sodium hypochlorite. *Oral*

Surg Oral Med Oral Pat Oral Rad and Endod, v. 97, n. 1, p. 79–84, 2004.

VILANOVA, W.V.; CARVALHO-JUNIOR, J.R.; ALFREDO, E.; SOUSA-NETO, M.D.; SILVA-SOUZA, Y.T. Effect of intra canal irrigants on the bond strength of epoxy resin-based and methacrylate resin-based sealers to root canal walls. *Int Endod J*, v. 45, n. 1, p. 42-8, 2012.

WACHLAROWICZ, A.J.; JOYCE, A.P.; ROBERTS, S. Effect of endodontic irrigants on the shear bond strength of epiphany sealer to dentin. *J Endod*, v. 33, n. 2, p. 152–5, 2007.

WALKER, A. A definitive and dependable therapy for pulpless teeth. *J Amer Dent Assoc*, v. 23, n. 2, p. 1418–25, 1936.

WILCOX, L.R.; WIEMANN, A.H. Effect of a final alcohol rinse on sealer coverage of obturated root canals. *J Endod*, v. 21, n. 5, p. 256–8, 1995.

YIU, C.K.; GARCÍA-GODOY, F.; TAY, F.R.; PASHLEY, D.H.; IMAZATO, S.; KING, N.M.; LAI, S.C. A nanoleakage perspective on bonding to oxidized dentin. *J Dent Res*. n. 81, p. 628-632, 2002

ZEHNDER, M. Root canal irrigants. *J Endod*, v. 32, n. 5, p. 389–98, 2006.

ZHU, W.C.; GYAMFI, J.; NIU, L.N.; SCHOEFFEL, G.J.; LIU, S.Y.; SANTARCANGELO, F.; KHAN, S.; TAY, K.C.; PASHLEY, D.H.; TAY, F.R. Anatomy of sodium hypochlorite accidents involving facial ecchymosis - a review. *J Dent*. v. 41, n. 11, p. 935-48, Nov.-2013.

ZMENER, O.; PAMEIJER, C.H.; SERRANO, S.A.; VIDUEIRA, M.; MACCHI, R.L. Significance of moist root canal dentin with the use of methacrylate-based endodontic sealers: an in vitro coronal dye leakage study. *J Endod*, v. 34, n. 1, p. 76–9, 2008.

ARTIGO SUBMETIDO

Influence of Different Endodontic Irrigation Protocols in Bond Strength of Methacrylate-based Endodontic Sealers to Root Dentin

Roger Nicolini Fuzinato, MA*

Abstract

The aim of this study was to evaluate the bond strength of two methacrylate-based endodontic sealer, Real Seal SE (Sybron Dental Specialties, Orange, CA, USA) and EndoREZ (Ultradent Products Inc., South Jordan, UT, USA) to root dentin treated with different auxiliary chemical substances. Sixty single-rooted human teeth were used. The chemical-mechanical preparation was performed with rotary nickel-titanium instruments ProTaper until F5 instrument. The samples were treated with the different auxiliary chemicals, as follows: G1 (control): physiological saline, G2: 5.25% sodium hypochlorite (NaOCl) + 17% EDTA; G3: NaOCl + 17% EDTA + 95% ethanol, G4: 2% chlorhexidine gel (CHX) + 17% EDTA; G5: CHX +17% EDTA + 95% ethanol. Each group was randomly divided into two subgroups, in one of them EndoREZ cement was used and in the other Real Seal SE. Once obtured, the roots were cut and the push-out test was conducted. For statistical analysis was conducted the two-factor ANOVA (cement and surface treatment) with a significance level of 5%. Regarding the comparison between failures of cements, was held the Chi-square test to verify the association between experimental groups and the type of failure observed. The results have shown that the highest values of bond strength were in groups prepared with CHX and ethanol and obtured with the Real Seal SE sealer; in groups where NaOCl was used, values of bond strength were lower for the same type of sealer. To EndoREZ sealer the NaOCl did not decrease the bond strength values compared to control group, however the ones that used CHX had better results. It can be concluded that the auxiliary chemical substance used in the preparation of root canals interferes with the values of bond strength of both Real Seal SE and EndoREZ sealer.

Key words:

Endodontic filling sealer, bond strength, sodium hypochlorite, chlorhexidine, ethanol, EDTA, dentin cement.

Introduction

The main objective of chemical-surgical preparation of root canals is the elimination of microorganisms and their byproducts through endodontic instruments associated to auxiliary chemical substances (1-2). Sodium hypochlorite (NaOCl) is widely used as auxiliary chemical. It has a broad spectrum of antimicrobial action (3, 4), besides dissolving organic tissues (1). However, it is cytotoxic to the periapical tissues (5-7) and promotes changes in the structure of collagen fibrils (8), compromising the bond strength of filling materials (9).

Chlorhexidine (CHX) has been used as auxiliary chemical substance due to its broad spectrum against the microorganisms, low toxicity and substantiation (10-15), characteristics that make their use indicated in chemical preparation of root canals. Chlorhexidine can still preserve the bond strength of adhesive materials to dentin surface. This solution has inhibitory effect on metalloproteinases (MMPs), which are endogenous enzymes that promote collagen degradation (16). Thus, chlorhexidine irrigation may be beneficial in inhibiting the action of MMPs, and hence increasing the durability of adhesive materials (16-18).

Besides auxiliary chemicals substances, filling materials are important after chemical-surgical preparation of root canals. Endodontic sealers are essential components of the endodontic filling material. The chemo-mechanical bond between the filling material and root dentin is one of the most important properties of cements (19). Some years ago the based- resin cements were introduced in endodontics. According to their creators, these cements interact chemical and mechanically with the dentin to form a monoblock with the root dentin. (20) Their adhesive properties tend to minimize the coronal and apical infiltration

*From UPF Master of Dentistry Programme
Required address for reprint: Fuzinato, Roger Nicolini; Comte Krammer Ave., 109, Downtown, Erechim-RS.
E-mail: rogerfuzinato@gmail.com.
Copyright © 2014 by University of Passo Fundo.

of fluids and bacteria (21-22) and promote better adhesion to dentin.

In this study the push-out test was used to test the adhesion of two sealers to root canal. Comparing different cleaning protocols with different substances and cements, and then help define a protocol that provides a better mechanic-chemical adhesion between the filling material and the root dentin.

Materials and methods

Sixty single-rooted human teeth were selected from the teeth bank of the Faculty of Dentistry, University of Passo Fundo under the approval of the Research Ethics Committee, opinion number: 454 100. The selection criteria were absence of decays and root fractures and apical foramen fully formed. An analysis of the root anatomy avoiding roots with flattening and wide channel was taken. The crown of each tooth was sectioned below the cementoenamel junction in a metallographic cutter ISOMET 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA) with diamond double-sided disc driven at a speed of 350 rpm under cooling to obtain a root remnant of 15mm. The working length was determined by decreasing 1mm of the root length. The chemical-surgical preparation of all teeth was performed by means of rotary nickel-titanium instruments ProTaper (Dentsply Maillefer, Ballaigues, VD, Switzerland) till the length of work with the following sequence: S1, S2, F1, F2, F3, F4 and F5.

The 60 teeth were randomly divided into 5 groups according to the auxiliary chemicals used:

- G1 (control): irrigation with 5ml saline at each change of instrument.
- G2: irrigation with 5 ml of 5,25% sodium hypochlorite (NaOCl) at each change of instrument. Final irrigation with 3ml 17% EDTA for 3 minutes, followed by 5 ml of saline.
- G3: The same G2 protocol, however, in the final irrigation after using saline, the

root canal was filled with 95% ethanol for 1 minute.

- G4: canal filling with 2% chlorhexidine gel (CHX) for the chemical-surgical preparation. At each exchange instrument it was used 5ml of saline to irrigation. Final irrigation with 3 ml 17% EDTA for 3 minutes, followed by 5 ml of saline.
- G5: The same protocol of G4 was performed, however, in the final irrigation, after using saline, the root canal was filled with 99% ethanol for 1 minute.

In all groups the canals were dried with absorbent paper cones size 40 and after, the cement within the canal using a syringe NavTip (Ultradent Products Inc.) was inserted. Lateral condensation using presser Paiva was used. Each group was randomly divided into two subgroups:

- Subgroup A: canals that were filled with cones of gutta-percha coated by resin (Ultradent Products Inc. South Jordan, UT) and methacrylate-based EndoREZ sealer (Ultradent Products Inc.).
- Subgroup B: canals that were filled with cone Resilon (Pentron Clinical Technologies, Wallingford, CT, USA) and methacrylate-based Real Seal SE cement (Sybron Dental Specialties, Orange, CA, USA).

Polymerization of both cements with the Radium device (SDI, São Paulo, SP, Brazil) for 40 seconds touching the tooth was performed. The coronal sealing was performed with Cavitec (Caithec Industrial, RS, SC, Brazil), and then stored in a humid environment at 37 ° C and 100% humidity for 1 week to allow the complete fastening of the filling material.

Obtaining specimens for the shear extrusion test (push-out).

One has used diamond wheel driven at a speed of 350 rpm under cooling for clipping the filled roots, obtaining slices with thickness of about 1mm. Five roots per group were used. Six slices of each root were gotten, totaling 30 samples per group for the push-out test (n = 30). One of the roots of each group, besides the five, was separated for later evaluation in the SEM (Scanning Electron Microscope). For strength testing of shear extrusion (push-out), the samples were placed in a metal stainless steel holder, having a central bore of 2mm diameter. Next, a force was applied on the

surface of the endodontic filling material through an attached tip on a Universal Testing Machine (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brazil) at a speed of 0.5 mm / min until the time of failure. Additional care was taken so that the tip occupy the largest possible area of the filling material, without touching the dentin surface, for this 3 tips were used in the device; 1mm tip for cervical third, 0.7mm tip middle third, and 0.5mm tip in the apical third, as shown in Figure 1:

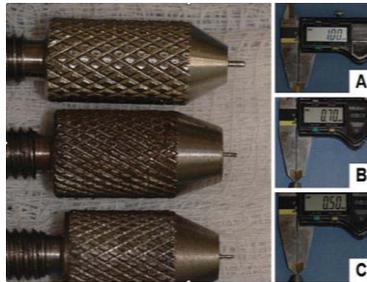


Figure 1. Tipped device used in the push-out test - A) tip used in the cervical third; B) Middle third; C) Apical Third

To calculate the bond strength in Mega Pascals (MPa), the maximum load at the time of extrusion, obtained in Newton (N) was transformed dividing by adhesive area in millimeters (mm). The bonding area was found using an optical microscope. We used the formula: $h * h + (R-r) * (R-r)$. The " π " represents the constant 3.1416; "R", the largest radius of the root canal in the cervical portion of the disc; "r", the smallest radius of the root canal in the apical portion of the disc. These values were measured with the aid of Optical Microscope Leica MZ 7.5, (Meyer Instruments, Houston, USA), with 40x magnification, and using the Image Manager Leica IM50 software; the "h" is the height value of the disk that was measured using a digital caliper (Vonder Digital Electronic Caliper, Curitiba, PR, Brazil).

Failure Analysis

After the push-out test, all dentin discs were evaluated under an optic microscope with 40x magnification to determine the type of failure that has been classified according to Shokoubinejad et al. (2010) in adhesive, that occurs between the filling material and the root canal; cohesive when filling material failures, or mixed when there are the two types of failure.

Statistics Analysis

ANOVA of two factors were conducted (cement and surface treatment) with a significance level of 5%. In relation to comparison among the cement failures, the Chi-squared test was performed in order to check association among experimental groups and the type of failure observed.

Results

ANOVA of two factors were conducted (cement and surface treatment) with a significance level of 5%. One has observed statistics significance for cement factor, for surface treatment factor and for the interaction among ($p < 0,001$) factors. The average values and standard deviation to the experimental groups are shown in Table 1.

Table 1. Average values (standard deviation) of bond strength for the experimental groups

| Cements | Surface treatments | | | | |
|------------------|--------------------|------------------|----------------------------|-----------------|--------------------------|
| | S (soro) | N (NaOCl + EDTA) | NE (NaOCl + EDTA + etanol) | C (CHX + EDTA) | CE (CHX + EDTA + etanol) |
| E (EndoREZ) | 0,151 (0,038)bB | 0,152 (0,038)bB | 0,165 (0,096)bB | 0,360 (0,165)aB | 0,453 (0,204)aB |
| R (Real Seal SE) | 0,403 (0,179)cA | 0,418 (0,183)bcA | 0,529 (0,142)bcA | 0,558 (0,187)ba | 1,263 (0,451)aA |

**Average values followed by the same lowercase letters in the same row show no statistical difference ($p \geq 0,05$)

*Average values followed by the same uppercase letters in the same column show no statistical difference ($p \geq 0,05$)

Table 2. Frequency of each type of failure for the experimental groups

| Groups | A | M | C |
|--------|----------|----------|----------|
| ES | 15 (50%) | 15 (50%) | 0 (0%) |
| EN | 12 (40%) | 18 (60%) | 0 (0%) |
| ENE | 7 (23%) | 23 (77%) | 0 (0%) |
| EC | 9 (30%) | 21 (70%) | 0 (0%) |
| ECE | 10 (33%) | 19 (63%) | 1 (4%) |
| RS | 11 (37%) | 6 (20%) | 13 (43%) |
| RN | 13 (43%) | 13 (43%) | 4 (14%) |
| RNE | 10 (33%) | 15 (50%) | 5 (17%) |
| RC | 3 (10%) | 14 (47%) | 13 (43%) |
| RCE | 3 (10%) | 9 (30%) | 18 (60%) |

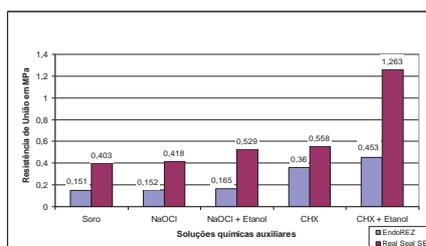


Figure 2. Comparative graph of cements and auxiliary chemical substances used

For EndoREZ cement (E), surface treatments CHX (C) and CHX + ethanol (CE) resulted in higher bond strength than other surface treatments (S, N, NE), which were statistically similar.

For Real Seal SE cement (R), the surface treatment CHX + ethanol (CE) had the highest average bond strength.

Real Seal SE cement had higher average bond strength than EndoREZ cement for all surface treatments.

Chi-squared test was performed to determine the association between the experimental groups and the type of failure observed. Relation between the experimental group and the type of failure ($p < 0,001$) was found, as can be observed in Table 2. Specimen of

groups filled with EndoREZ showed virtually no cohesive failure. The RC and RCE groups showed greater frequency of cohesive and mixed failures, with only 10% of adhesive failures.

Discussion

According to Pascon et al. (23) NaOCl either at low or at high concentrations of 1% to 6%, is capable of degradation of type I collagen, changing the properties of the organic matrix of dentin, resulting in a reduction of bond strength values of these cements as EndoREZ and Real Seal to dentin as shown by the work of Nassar et al. (24), Shokoubinejad (25), Babb et al. (26). The NaOCl also decreases the penetration of monomers of methacrylate-based cement in

dentinal tubes of radicular dentin, directly affecting the adhesion of these materials (27).

However, this study has not confirmed the negative effect of NaOCl on adhesion of cements used, since the values of treated groups with NaOCl were not lower than control groups for EndoREZ cement and were higher in bond strength than the control group for Real Seal cement (Figure 2).

The NaOCl can directly affect the adhesion of adhesive materials to dentin because it causes problems in the polymerase, where its oxidizing effect produces oxygen bubbles in the resin-dentin interface. This causes an infiltration decrease of these materials in the mesh of collagen type I present in dentin (28).

Marending et al. (29) have studied different protocols of NaOCl use associated to 17% EDTA and have found significant differences among groups. They have concluded that the use of EDTA after irrigation with NaOCl is the most suitable protocol to remove the inorganic portion of the dentine, preserving the collagen. However, EDTA can not be the final sprinkler, it requires a final wash with distilled water or saline.

This study has found a statistically significant difference among the groups where irrigation protocol was used with CHX compared to groups where NaOCl was used for EndoREZ cement, ie, it was observed higher values of bond strength for the CHX + EndoREZ groups compared to NaOCl + EndoREZ ones.

To the Real Seal SE cement higher values of bond strength for RC and RCE groups were found, ie, higher values for irrigation protocols using CHX and there was an average of 0,525 MPa for the CHX + Real Seal SE group, very similar to the results found in the works of (30).

But the protocol with highest bond strength was the combination of CHX + 17% EDTA + Ethanol + Real Seal SE where there was an average of 1,263 MPa, demonstrating the beneficial effect

of the combination of 95% ethanol, used as a final sprinkler to dehydrate and prepare the dentin prior to application of endodontic sealers such as the works of Stevens et al claim. (31-33).

Vilanova et al. (34) also found better results of bond strength among methacrylate-based cement with root dentin when they used irrigation protocols that linked 17% EDTA to other auxiliary chemicals such as NaOCl and CHX. Thus, 17% EDTA increases the bond strength values.

Final irrigation of the canal with saline, distilled water or alcohol is indicated to remove residual NaOC. Then, only the use of EDTA after NaOCl does not inhibit the negative effects of NaOCl against adhesive materials (25). Hence, the importance of studying the interaction of these protocols and define which ones promote higher values of bond strength between resin cement and dentin.

Nassar et al. (24) confirm that the preservation of dentin and collagen non-degradation by use of irrigation protocols with CHX overcome bond strength protocols with use of NaOCl, compared to methacrylate-based sealers.

De Deus et al. (22) also have compared the values of bond strength for different irrigation protocols using the Epiphany / Resilon cement and have found negative effects in the groups treated with NaOCl, ie, lower values of bond strength.

According to Yiu et al. (35) the waste of NaOCl, as oxygen, remaining within the pores of mineralized dentin may result in incomplete polymerization of the adhesive system and hence compromise the bonding strength.

These studies may explain why better bond strength values were found for protocols that have used CHX forward methacrylate-based cements on this research. This can be seen in the results of the statistical table 2.

Wachlarowicz et al. (36) have studied the effect of irrigating solutions on the use of Epiphany cement. They have used human dentin disks of 2mm in diameter and watered these surfaces with different solutions, such as 2% chlorhexidine, sodium, 6% hypochlorite, 17% EDTA and MTAD. Higher values of bond strength of Epiphany cement were found

when using sodium hypochlorite as sprinkler agent, different from the results found in this study.

Better results were found in the groups treated with Real Seal cement, because this one could penetrate better in the dentinal tubules than the EndoREZ cement. This can be explained by the amount of adhesive failure of EndoREZ groups and also by the very low values of this group in the push-out test.

The beneficial effect of using the 95% ethanol for Real Seal cement can be explained by the dehydrating effect of root dentin surface, so that the dentinal tubules were without the presence of water or moisture, enhancing the penetration of cement into dentin.

The cohesive failures are usually a result of a good interaction between adhesives and dentin (37).

In this research, to the CHX + EDTA + Ethanol + Real Seal protocol only 10% adhesive failure were found, and 43% of cohesive failures. For Real Seal SE group one has observed higher prevalence of cohesive failure than adhesive ones.

For the faults found in the EndoREZ cement groups, one has noticed a greater predominance of mixed failures, similar results with the findings of Rahimi et al. (38).

References

- ZEHNDER, M. Root canal irrigants. *J Endod*, v. 32, n. 5, p. 389-98, 2006.
- ENDO, M.S.; MARTINHO, F.C.; ZAIA, A.A.; FERRAZ, C.C.; ALMEIDA, J.F.; GOMES, B.P. Quantification of cultivable bacteria and endotoxin in post-treatment apical periodontitis before and after chemo-mechanical preparation. *Eur J Clin Microbiol Infect Dis*, v. 31, n. 10, p. 2575-83, Oct.-2013.
- SIQUEIRA JR, J.F.; RÔÇAS, L.N.; SANTOS, S.R.; LIMA, K.C.; MAGALHÃES, F.A.; DE UZEDA, M. Efficacy of instrumentation techniques and irrigation regimens in reducing the bacterial population within root canals. *J Endod*, v. 28, n. 3, p. 181-4, Mar.-2002.
- RÔÇAS, L.N.; SIQUEIRA JR, J.F. Comparison of the in vivo antimicrobial effectiveness of sodium hypochlorite and chlorhexidine used as root canal irrigants: a molecular microbiology study. *J Endod*, v. 37, n. 2, p. 143-50, Feb.-2011.
- HÜLSMANN, M.; HAHN, W. Complications during root canal irrigation—literature review and case reports. *Int Endod J*, v. 33, n. 3, p. 186-93, May-2000.
- TANOMARU FILHO, M.; LEONARDO, M.R.; SILVA, L.A.; ANIBAL, F.F.; FACCIOLI, L.H. Inflammatory response of different endodontic irrigating solution. *Int Endod J*, n. 35, p. 735-9, 2002.
- ZHU, W.C.; GYAMFI, J.; NIU, L.N.; SCHOEFFEL, G.J.; LIU, S.Y.; SANTARCANGELO, F.; KHAN, S.; TAY, K.C.; PASHLEY, D.H.; TAY, F.R. Anatomy of sodium hypochlorite accidents involving facial ecchymosis - a review. *J Dent*, v. 41, n. 11, p. 935-48, Nov.-2013.
- MOREIRA, D.M.; ALMEIDA, J.F.; FERRAZ, C.C.; GOMES, B.P.; LINE, S.R.; ZAIA, A.A. Structural analysis of bovine root dentin after use of different endodontics auxiliary chemical substances. *J Endod*, v. 35, n. 7, p. 1023-1027, Jul.-2009.
- ROCHA, A.W.; ANDRADE, C.D.; LEITUNE, V.C.; COLLARES, F.M.; SAMUEL, S.M.; GRECCA, F.S.; FIGUEIREDO, J.A.; DOS SANTOS, R.B. Influence of endodontic irrigants on resin sealer bond strength to radicular dentin. *Bull Tokyo Dent Coll*, v. 53, n. 1, p. 1-7, 2012.
- LEONARDO, M.R.; TANOMARU FILHO, M.; SILVA, L.A.; NELSON FILHO, P.; BONIFACIO, K.C.; ITO, I.Y. In vivo antimicrobial activity of 2% chlorhexidine used as a root canal irrigating solution. *J Endod*, v. 25, n. 3, p. 176-71, 1999.
- FERRAZ, C.C.; GOMES, B.P.; ZAIA, A.A. et al. In vitro assessment of the antimicrobial action and the mechanical ability of chlorhexidine gel as an endodontic irrigant. *J Endod*, n. 27, p. 452-5, 2001.
- GOMES, B.P.F.A.; FERRAZ, C.C.R.; VIANNA, M.E. et al. In vitro antimicrobial activity of several concentrations of sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate in the elimination of *Enterococcus faecalis*. *Int Endod J*, n. 34, p. 424-8, 2001.
- VIANNA, M.E.; GOMES, B.P.F.A.; BERBER, V.B.; ZAIA, A.A.; FERRAZ, C.C.R.; SOUZA-FILHO, F.J. In vitro evaluation of the antimicrobial activity of chlorhexidine and sodium hypochlorite. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, v. 97, n. 1, p. 79-84, 2004.
- DAMETTO, F.R.; FERRAZ, C.C.; DE ALMEIDA GOMES, B.P. et al. In vitro assessment of the immediate and prolonged antimicrobial action of chlorhexidine gel as an endodontic irrigant against *Enterococcus faecalis*. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, n. 99, p.68-72, 2005.
- SOUZA, M.; CECCHIN, D.; FARINA, A.P.; LEITE, C.E.; CRUZ, F.F.; PEREIRA, C.D.A.C.; FERRAZ, C.C.; FIGUEIREDO, J.A. Evaluation of chlorhexidine substantivity on human dentin: a chemical analysis. *J Endod*, v. 38, n. 9, p. 1249-52, 2012.
- CARRILHO, M.R.O.; CARVALHO, R.M.; DE GOES, M.F. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *J Dent Res*, v. 86, n. 1, p. 90-94, 2007.
- PASHLEY, D.H.; TAY, F.R.; YIU, C. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res*, v. 83, n. 3, p. 897-904, 2004.
- CECCHIN D.; ALMEIDA, J.F.; GOMES BP, ZAIA, A.A.-FERRAZ, C.C. Influence of chlorhexidine and ethanol on the bond strength and durability of the adhesion of the fiber posts to root dentin using a total etching adhesive system. *J Endod*, v. 37, n. 9, p. 1310-15, 2011.
- BRANSTETTER, J.; VON FRAUNHOFER, J.A. The physical properties and sealing action of endodontic sealer cements: a review of the literature. *J Endod*, 1982, v. 8, n. 7, p. 312-316, Jul.1982.
- SHIPPER, G.; ØRSTAVIK, D.; TEIXEIRA, F. B.; TROPE, M. An evaluation of microbial leakage in roots filled with a thermoplastic synthetic polymer-based root canal filling material (Resilon). *J Endod*, v. 30, n. 5, p. 342-7, 2004.
- APTEKAR, A.; GINNAN, K. Comparative analysis of microleakage and seal for 2 obturation materials: Resilon/Epiphany and gutta-percha. *J Can Dent Assoc*, v. 72, n. 3, p. 245, 2006.
- DE DEUS, G.; COUTINHO-FILHO, T.; REIS, C.; MURAD, C.; PACIORNIK, S. Polymicrobial leakage of four root canal sealers at two different thicknesses. *J Endod*, n. 32, p. 998-1001, 2006.
- PASCON, F.M.; KANTOVITZ, K.R.; SACRAMENTO,P.A.; SANTOS, M.; PUPPIN-RONTANI, R.M. Effect of sodium hypochlorite on dentine mechanical properties. A review. *J Dentistry*, v. 37, p.903-908, 2009.
- NASSAR, M.; AWAWDEH, L.; JAMLEH, A.; SADR, A.; TAGAMI, J. Adhesion of Epiphany self-etch sealer to dentin treated with intracanal irrigating solutions. *J Endod*, v. 37, n. 2, p. 228-30, 2011.
- SHOKOUBINEJAD, N.; MERAJI, N.; SHAMSHIRI, A.R.; KHOSHKHOUNEJAD, M.; RAOOF, M. Effect of different final irrigants on bond strength of resilon/epiphany and resilon/epiphany self-etch. *J Dent (Tehran)*, v. 10, n. 4, p. 296-302, May, 2013.
- BABB, B.R.; LOUSHINE, R.J.; BRYAN, T.E.; AMES, J.M.; CAUSEY, M.S.; KIM, J. Bonding of self adhesive (self-etching) root canal sealers to radicular dentin. *J Endod*, v. 35, n. 4, p. 578-82, 2009.
- NIKAIDO, T.; TAKADA, T.; SASAFUCHI, Y.; BURROW, M.F.; TAGAMI, J. Bond Strengths to endodontically treated teeth. *Am J Dent*, n. 12, p. 177-80, 1999.
- RUEGGERBERG, F.A. The effect of oxygen inhibition on a unfilled/filled composite sistem. *J Dent Res*, n. 69, p. 1952-8, 1990.
- MARENDING, M.; LUDER, H.U.; BRUNNER, T.J.; KNECHT, S.; STARK, W.J.; ZEHNDER, M. Effect of sodium hypochlorite on

- human root dentine—mechanical, chemical and structural evaluation. *Int Endod J*, v. 40, n. 10, p. 786-793, Aug. 2007.
30. HASSEM A.A.; GHONEIM A.G.; LUTFY R.A.; FOUDA M.Y. The Effect of Different Irrigating Solutions on Bond Strength of Two Root Canal-filling Systems. *J Endod*, v. 35, n. 4, p. 527-40, 2009.
 31. STEVENS, R.W.; STROTHER, J.M.; McCLANABAN, S.B. Leakage and Sealer Penetration in Smear-free Dentin After Final Rinse with 95% Etanol. *J Endod*, v. 32, n. 8, p. 785-88, 2006.
 32. WILCOX, L.R.; WIEMANN, A.H. Effect of a final alcohol rinse on sealer coverage of obturated root canals. *J Endod*, v. 21, n. 5, p. 256-8, 1995.
 33. ZMENER, O.; PAMEIJER, C.H.; SERRANO, S.A.; VIDUEIRA, M.; MACCHI, R.L. Significance of moist root canal dentin with the use of methacrylate-based endodontic sealers: an in vitro coronal dye leakage study. *J Endod*, v. 34, n. 1, p. 76-9, 2008.
 34. VILANOVA, W.V.; CARVALHO-JUNIOR, J.R.; ALFREDO, E.; SOUSA-NETO, M.D.; SILVA-SOUZA, Y.T. Effect of intra canal irrigants on the bond strength of epoxy resin-based and methacrylate resin-based sealers to root canal walls. *Int Endod J*, v. 45, n. 1, p. 42-8, 2012.
 35. YIU, C.K.; GARCÍA-GODOY, F.; TAY, F.R.; PASHLEY, D.H.; IMAZATO, S.; KING, N.M.; LAI, S.C. A nanoleakage perspective on bonding to oxidized dentin. *J Dent Res*, n. 81, p. 628-632, 2002.
 36. WACHLAROWICZ, A.J.; JOYCE, A.P.; ROBERTS, S. Effect of endodontic irrigants on the shear bond strength of epiphany sealer to dentin. *J Endod*, v. 33, n. 2, p. 152-5, 2007.
 37. LEE, K.W.; WILLIAMS, M.C.B.S.; CAMPS, J.J.; PASHLEY, D.H. Adhesion of Endodontic Sealers to Dentin and Gutta-Percha. *J Endod*, n. 28, p. 684-688, 2002.
 38. RAHIMI, M.L.; JAINAEN, A.; PARASHOS, P.; MESSER, H.H. Bonding of resin-based sealers to root dentin. *J Endod*, v. 35, n. 1, p. 121-124, Jan. 2009.

PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

UNIVERSIDADE DE PASSO
FUNDO/ PRÓ-REITORIA DE
PESQUISA E PÓS-



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Influência de diferentes substâncias químicas auxiliares na resistência de união de cimentos endodônticos à base de metacrilato à dentina radicular.

Pesquisador: Douglas Cecchin

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 24686413.6.0000.5342

Instituição Proponente: FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 454.166