

**UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO**

**Nájua Ellen Schneider**

**INFLUÊNCIA DO USO DO HIPOCLORITO  
DE CÁLCIO NA FORÇA DE ADESÃO DE  
CIMENTO AUTOADESIVO AO SUBSTRATO  
DENTINÁRIO CORONÁRIO E RADICULAR**

Passo Fundo

2016

**Nájua Ellen Schneider**

**INFLUÊNCIA DO USO DO HIPOCLORITO  
DE CÁLCIO NA FORÇA DE ADESÃO DE  
CIMENTO AUTOADESIVO AO SUBSTRATO  
DENTINÁRIO CORONÁRIO E RADICULAR**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da UPF, para obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de Concentração em Clínica Odontológica, sob orientação do prof. Dr. Matheus Albino Souza

Passo Fundo

2016

Folha reservada para  
Ata de aprovação da Banca Examinadora

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a.  
Após, faça a substituição pela Ata de aprovação fornecida pela  
Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho.

Folha reservada para  
Ficha catalográfica

Observação:

Mantenha esta página no seu arquivo, imprimindo-a.  
Após, faça a substituição pela Ficha Catalográfica fornecida pela  
Secretaria para manter a correta numeração do seu trabalho

## **BIOGRAFIA DO AUTOR**

### **Nájua Ellen Schneider**

Nascida no dia 02 de julho de 1989, na cidade de Passo Fundo – Rio Grande do Sul. Graduada em Odontologia pela Universidade de Passo Fundo em 2011, Especialista em Endodontia pela Odontocenter – Universidade Cruzeiro do Sul - Passo Fundo em 2014 e Mestranda em Clínica Odontológica pela Universidade de Passo Fundo 2016. Atua como Cirurgiã – Dentista Endodontista em Consultório Odontológico Particular na cidade de Passo Fundo e Marau - RS, Endodontista na Prefeitura Municipal de Passo Fundo (de 2014 até o momento).

## **AGRADECIMENTOS**

Sou grata imensamente à Deus.

Sou grata à minha família, o bem mais precioso que possuo, agradeço de todo coração ao meu pai Waldomiro que é meu exemplo de força, honestidade, trabalho e compaixão. A minha mãe Lucimar por toda forma de amor com que conduz nossas vidas, aos meus irmãos Tainá e Henrique pelo companheirismo e cumplicidade.

Sou muito grata aos meus Mestres, Prof. Dr. Matheus A. Souza, meu orientador por todos os ensinamentos, com grande carinho agradeço a Prof. Dr. Cristina Vidal e Prof. Dr. Paula Benetti por toda ajuda, força e disposição em me auxiliar nas etapas deste trabalho, o meu sincero: Muito Obrigada! E aos demais mestres que estiveram comigo no decorrer desta caminhada...

Sou grata à Fabiana Pimentel, com sua graça e bondade sempre abrindo caminhos e facilitando nossa jornada!

Agradeço aos meus colegas, que durante esses dois anos foram meu apoio, meus conselheiros, meus incentivadores e acima de tudo meus amigos!

“Seja você quem for, seja qual for a posição social que você tenha na vida, a mais alta ou a mais baixa, tenha sempre como meta muita força, muita determinação e sempre faça tudo com muito amor e com muita fé em Deus, que um dia você chega lá. De alguma maneira você chega lá.”

Ayrton Senna

## SUMÁRIO

BIOGRAFIA DO AUTOR.....	5
AGRADECIMENTOS .....	6
SUMÁRIO .....	8
LISTA DE TABELAS .....	9
LISTA DE FIGURAS .....	10
LISTA DE ABREVIATURAS .....	11
INTRODUÇÃO .....	14
REVISÃO DE LITERATURA .....	17
PROPOSIÇÃO .....	38
MATERIAIS E MÉTODOS .....	39
RESULTADOS .....	58
CONCLUSÕES.....	68
REFERÊNCIAS .....	69
APÊNDICE - ARTIGO CIENTÍFICO.....	78



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1.....	39
Tabela 2.....	58
Tabela 3.....	60

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 .....	41
Figura 2 .....	41
Figura 3 .....	42
Figura 4 .....	42
Figura 5 .....	44
Figura 6 .....	44
Figura 7 .....	45
Figura 8 .....	46
Figura 9 .....	47
Figura 10 .....	48
Figura 11 .....	49
Figura 12 .....	50
Figura 13 .....	52
Figura 14 .....	52
Figura 15 .....	53
Figura 16 .....	54
Figura 17 .....	54
Figura 18 .....	55
Figura 19 .....	55
Figura 20 .....	56
Figura 21 .....	56
Figura 22 .....	57
Figura 23 .....	57

## **LISTA DE ABREVIATURAS**

Ca(OCl)<sub>2</sub> – Hipoclorito de Cálcio

NaOCl – Hipoclorito de Sódio

MT- Microtração

PO - Push Out

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MO- Microscopia Óptica

MPa- Megapascal

CHX – Clorexidina

MMPs – Metaloproteinases da matriz

## RESUMO

Esta pesquisa avaliou o efeito de diferentes soluções para desproteinização da matriz orgânica dentinária na força de adesão do cimento autoadesivo à dentina, imediato e a longo prazo. Utilizando 40 terceiros molares humanos divididos em 4 grupos. G1<sub>MT</sub>- (controle) sem tratamento de superfície. G2<sub>MT</sub>- controle (+) ácido fosfórico a 37% por 20 s. G3<sub>MT</sub>- tratamento com NaOCl 10% por 30s. G4<sub>MT</sub>- tratamento com CaOCl 10 % por 30s. Todos os dentes receberam uma restauração em resina composta (3mm de altura) cimentada com U200. Após a restauração, as coroas foram seccionadas para obtenção de palitos de 1 mm<sup>2</sup> de área e submetidos ao teste de microtração (MT). Para o ensaio de push out(PO) 40 incisivos superiores humanos foram utilizados. Os dentes foram divididos em grupos de acordo com o tratamento (G5<sub>PO</sub>, G6<sub>PO</sub>, G7<sub>PO</sub> e G8<sub>PO</sub>) descrito previamente. Após o preenchimento do conduto com U200, as raízes foram seccionadas para obtenção de discos de dentina de 1 mm de espessura as quais foram submetidas ao teste de PO. Dois dentes de cada grupo foram armazenados em água destilada durante 6 meses a 37°. Os valores obtidos nos testes de MT e PO foram expressos em Mpa e analisados estatisticamente pelo teste de ANOVA de 1 fator (p< 0.05). Realizado avaliação do padrão de fratura por microscopia óptica e eletrônica sendo que as falhas foram classificadas em adesivas, mistas e coesivas. Os valores MT não apresentaram tendência de queda como no PO, os tratamentos com os hipocloritos não interferiram na força de adesão.

Palavras-chave: desproteinização, hipoclorito de cálcio, cimento autoadesivo

## ABSTRACT

This study evaluated the effect of different solutions for deproteinization of dentin organic matrix in the bond strength of self-adhesive cement to dentin, immediate and long-term. Using 40 human third molars divided into 4 groups. G1MT- (control) without surface treatment. G2MT- control (+) 37% phosphoric acid for 20 sec. G3MT- treatment with NaOCl 10% for 30 seconds. G4MT- treatment CaOCl 10% for 30 seconds. All teeth received a restoration in composite resin (3mm high) cemented with U200. After restoration, the crowns were sectioned to obtain sticks of 1 mm<sup>2</sup> area and submitted to microtensile test (MT). For the test push out (PO) 40 human maxillary incisors were used. The teeth were divided into groups according to treatment (G5Po, G6Po, G7Po and G8Po) described previously. After the filling of the U200 with the roots were sectioned to obtain 1 mm thick dentin disks which were subjected to the test. Two teeth of each group were stored in distilled water at 37 for 6 months. The values obtained in the MT and OP tests were expressed in MPa and statistically analyzed by ANOVA factor 1 (p <0.05). Conducted evaluation of the fracture pattern by light and electron microscopy is that the failures were classified as adhesive, mixed and cohesive. MT values showed no downward trend as the PO, the treatment with hypochlorite did not affect the bond strength.

Key Words: deproteinization, calcium hypochlorite, self-adhesive cement

<sup>1 1</sup> Title (Influence of using calcium hypochlorite in the self-adhesive cement bond strength to the crown and root dentin)

## INTRODUÇÃO

A adesão ao tecido dentinário é baseada na hibridização, e ocorre devido a penetração dos monômeros resinosos no interior da trama de colágeno exposta pelo condicionamento ácido, formando a camada híbrida. A evolução dos materiais e técnicas adesivas nos últimos anos é considerável, e o foco principal tem sido a simplificação dos procedimentos clínicos. Atualmente, têm sido desenvolvidos materiais autoadesivos capazes de dispensar os passos de condicionamento ácido e aplicação do sistema adesivo. No entanto, quando aplicados diretamente à dentina, esses materiais desenvolvem resistência adesiva significativamente inferior aos valores médios desenvolvidos por sistemas adesivos de técnica úmida ou autocondicionantes.

Nakabayashi et al. (1991) relata que a penetração do sistema adesivo, no colágeno exposto através da aplicação do ácido é insuficiente, deixando espaços vazios no interior da rede de colágeno o que pode resultar na sua degradação. Para solucionar esse problema a remoção do colágeno têm sido proposta.

A degradação das fibrilas de colágeno e componentes resinosos levam à degradação da camada híbrida e conseqüentemente a perda da força de adesão a dentina ao longo do tempo, resultando em falha do tratamento restaurador. Muitas pesquisas vêm sendo desenvolvidas para melhorar a durabilidade dos procedimentos adesivos, atuando sobre

mecanismos responsáveis pela degradação do colágeno, como por exemplo, utilizando inibidores de enzimas como as metaloproteinases (MMPs), e cisteíno-catepsinas. (Tjäderhane et al 2013).

A matriz colágena, é ao mesmo tempo o substrato para retenção micromecânica como também é o elo fraco de união dos materiais adesivos à dentina, por sofrer o processo de degradação.

A utilização de hipoclorito de sódio a 5%, por 1 minuto, parece resultar em aumento significativo destes valores de adesão, pois torna a superfície microretentiva, semelhante a do esmalte. O hipoclorito de sódio tem como desvantagem no processo adesivo a produção de ácidos graxos decorrentes das reações químicas secundárias, após sua aplicação, o que impede a completa polimerização de materiais resinosos. Como alternativa, tem sido proposto o uso do hipoclorito de cálcio, que durante o processo adesivo não produz ácidos graxos decorrentes de reações secundárias após a aplicação.

O grupo de pesquisa Clínica Odontológica vem desenvolvendo um protocolo para a aplicação de hipoclorito de cálcio previamente à aplicação de sistemas adesivos. Questiona-se o efeito da aplicação de hipoclorito de cálcio  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  sobre a dentina previamente à utilização de cimento autoadesivo sobre dentina coronária e radicular.

A preocupação com a longevidade dos procedimentos restauradores adesivos não é recente, Sano (1995), já propunha o tratamento de superfície, para remoção da matriz colágena com o uso de hipoclorito de sódio, julgando ser a porção orgânica da camada híbrida a responsável por possíveis falhas na união adesiva.

Porém, Tjäderhane, et al em 2013 cita que os monômeros adesivos não são capazes de envolver completamente a matriz de

colágeno exposta, deixando fibrilas totalmente ou parcialmente expostas, na região inferior da camada híbrida, vulneráveis a degradação hidrolítica.

A utilização do  $\text{Ca(OCl)}_2$  após aplicação do ácido fosfórico e previamente ao sistema adesivo resinoso foi proposta por Balbinot em 2009, avaliando esta substância com e sem a utilização de EDTA. Foi observado que não há necessidade de sua aplicação para remoção de resíduos do  $\text{Ca(OCl)}_2$ , conforme citado por Bondan em 2009. O uso deste tratamento de superfície previamente à aplicação dos cimentos autoadesivos é de grande valia, uma vez que o  $\text{Ca(OCl)}_2$  tem potencial de remover matéria orgânica da superfície da dentina, o que poderia beneficiar estes materiais, melhorando a resistência de união à dentina.



## REVISÃO DE LITERATURA

### Adesão Dentinária

A adesão entre esmalte e resinas foi inicialmente proposta por Buonocore (1955), utilizando ácido fosfórico 85% em esmalte, antes da aplicação da resina. Com o desenvolvimento da matriz resinosa de (BIS-GMA) dos monômeros hidrofílicos, e técnicas de condicionamento ácido total resultou em resistência de união confiáveis. Porém a adesão entre a estrutura dentinária e materiais restauradores é muito difícil de ser conseguida devido à complexa composição do substrato e a presença de água.

Os sistemas adesivos possuem boa união ao esmalte, porém mostram ainda algumas dificuldades na união para com a dentina. Um grande avanço na adesão com a dentina foi conseguido por Nakabayashi *et al.*, em 1982 com a difusão da resina para o interior do tecido parcialmente desmineralizado com ácido. Esta desmineralização parcial resulta na exposição das fibrilas colágenas que são encobertas pelos monômeros resinosos, criando uma zona de dentina infiltrada por resina conhecida como camada híbrida.

Portanto, a penetração de monômeros adesivos, nos túbulos dentinários promove a retenção micromecânica.

Porém, o preparo cavitário gera detritos conhecidos como smear layer. O condicionamento ácido é sugerido para remover esta

camada, criando uma condição mais favorável para penetração dos sistemas adesivos através da trama de colágeno exposta após o condicionamento ácido (Carvalho et al., 1999).

No entanto, a infiltração dos monômeros resinosos nessa malha depende da quantidade de água mantida por meio de lavagem e métodos de secagem sem desidratação, impedindo o colapso das fibrilas, essencial para a permeabilidade dos sistemas adesivos (Spazzin et al., 2007). Há uma dificuldade em se atingir a “umidade ideal”, ficando a qualidade da adesão entre monômero resinoso e dentina dependente do operador (Duarte & Silva, 2007).

Pesquisadores estão investigando a durabilidade e a estabilidade da união adesiva em dentina. Nakabayashi *et al.*, 1982 relatou que a má infiltração do adesivo deixava lacunas e a longo prazo, poderiam se degradar. Arias et al em 2005, relataram que quando ocorre uma pobre infiltração do monômero na camada rica em colágeno da dentina desmineralizada há a formação de espaços na camada híbrida, que expostos à água podem ser vulneráveis à degradação. Frente a isso, a aplicação controlada de NaOCl uniformemente em forma de gel vem sendo testada, devido a sua capacidade de remover conteúdo orgânico.

Tjäderhane et al., em 2013, relata em seu trabalho, vastas experiências com o objetivo de melhorar a durabilidade de procedimentos restauradores, incluindo a inibição enzimática de MMPs e cisteíno-catepsinas. O uso da CHX inibe eficazmente ambas as enzimas MMPs. Além da CHX o uso do EDTA inativa as MMPs e preserva as propriedades mecânicas dentinárias, por possuir ação quelante prejudica a atividade de MMPs que por sua vez, são dependentes de cálcio e zinco. Entretanto, têm sido sugerido para criar

uma camada híbrida mais resistente a degradação, produzindo elevadas forças de ligação imediata.

Deste modo, a presença da rede de colágeno na dentina desmineralizada pode ser considerada uma barreira de difícil transposição aos adesivos e ser responsável pela dificuldade da técnica adesiva, quando se utiliza sistemas adesivos com condicionamento ácido total (Toledano et al., 2000; Yui et al., 2009).

Prati et al., em 1995, propõem a técnica da remoção da malha de colágeno, denominada técnica da desproteíntização, utilizando NaOCl para essa finalidade. Essa linha de estudos vêm sendo avaliada por outros pesquisadores. (Sabóia et al., 2000; Duarte&Silva, 2007; Erhardt et al., 2008; Spazzin et al., 2008; Nassif et al., 2009; Sauro et al., 2009).

Correr, et al em 2006 relatou que a técnica da desproteíntização produziu um padrão ultra-morfológico complexo de dentina que poderia ser considerado uma transição entre o condicionamento ácido e a dentina intacta. O NaOCl é muito instável, especialmente em forma de gel. A desproteíntização depende da concentração do cloro e do tempo de aplicação. Mais estudos ainda são necessários para se compreender os efeitos da desproteíntização da malha de colágeno na adesão à dentina, especialmente seus efeitos a longo prazo.

#### **Materiais autoadesivos – U100, U200.**

A utilização de pinos de fibra de vidro para retenções protéticas em dentes tratados endodonticamente está muito difundida. Porém, alguns fatores no processo de cimentação como a orientação e densidade

dos túbulos e a secagem dentinária após o condicionamento tornam o processo complexo. Uma das formas de contornar esse problema é utilizando um sistema adesivo autocondicionante com monômeros acídicos, que desmineralizam e infiltram na smear layer sem necessidade de condicionamento ácido prévio, eliminando a possibilidade do colapso das fibras colágenas e falhas no procedimento adesivo, melhorando a união entre o pino e dentina radicular.

A união bem sucedida entre os agentes cimentantes, o material restaurador e as estruturas dentárias é fundamental para a retenção e a adaptação marginal de restaurações protéticas (Abo-Hamar, et al., 2005). Vários cimentos resinosos e sistemas adesivos têm sido propostos para alcançar a adesão a dentina radicular. Um exemplo são sistemas adesivos autocondicionantes. O desempenho da adesão depende da qualidade da camada híbrida (Tay, et al., 2003). Fatores como a morfologia da dentina, o sistema de ligação, o cimento resinoso, sua aplicação podem afetar na formação da camada híbrida nas paredes do canal radicular e posteriormente sua retenção (Vichi, et al., 2002; Kim, et al., 2010).

Os cimentos autoadesivos não exigem tratamento prévio da dentina, e foram introduzidos no mercado odontológico em 2002 (Lührs, et al., 2010; Monticelli, et al., 2008). As vantagens incluem a redução do número de passos para aplicação e diminuição da sensibilidade da técnica, bem como dos erros processuais ao longo do tratamento (Goracci, et al., 2006; Viotti, et al., 2009). Os cimentos de dupla polimerização contêm monômeros hidrófilos multifuncionais com grupos de ácido fosfórico que reagem com a hidroxiapatita, os quais penetram e modificam a smear layer.

A sua aplicação em substratos com smear layer limita a sensibilidade pós-operatória, a interação química entre os monômeros ácidos e a hidroxiapatita garante a adesão dos cimentos autoadesivos à dentina (Mazzitelli, et al., 2008). A reação de presa desses cimentos é uma reação ácido-base dentro de um ambiente aquoso (Ferracane, et al., 2011).

Baseggio *et al.*, em 2009, avaliaram a influência da desproteinização ou a oclusão tubular dentinária, e a combinação das duas técnicas, na resistência adesiva e microinfiltração marginal, utilizando termociclagem. Os autores avaliaram o uso de NaOCl 10% por 60 s, oxalato por 30 s, ou ainda associação entre os dois.

O uso de NaOCl diminuiu os valores de força de adesão e resultou em aumento da microinfiltração. Foi sugerido que tal aumento ocorreu devido a interface adesiva mal formada. Já o tratamento com oxalato mostrou melhor adesão à dentina e menor microinfiltração, provavelmente em função da obliteração dos túbulos pelo oxalato.

Pisani-Proença *et al.*, em 2011, avaliaram a eficácia da adesão a dentina condicionada com ácido fosfórico, sistema autocondicionante e EDTA. Os autores testaram a aplicação de ácido fosfórico 37% 15s, sistema autocondicionante com primer adesivo, e EDTA por 60 s, com três diferentes cimentos autoadesivos, RelyX U100, Maxcem e Multilink.

O condicionamento ácido apresentou níveis maiores de adesão, independente do cimento utilizado. RelyX teve valores superiores comparado aos demais. A desmineralização com EDTA não foi suficiente. Ou seja, o condicionamento com ácido fosfórico previamente a cimentação melhora a força de adesão.

Türker *et al.*, em 2013, estudaram se a umidade afeta a força de adesão. Os autores utilizaram cimento autoadesivo RelyX U100, Clearfil AS e G-Cem. E avaliaram a umidade dentro dos canais no momento da cimentação de pinos intrarradiculares com: canal seco, umidade normal, úmido e molhado. Concluíram que os níveis de umidade tiveram efeito significativo sobre a força de adesão dos cimentos.

O cimento RelyX U100 exibiu adesão superior em condições úmidas, seguido de Clearfil e G-Cem. Ou seja, a umidade afeta significativamente os valores de força de adesão. O ácido fosfórico modificado de metacrilato do RelyX U100, além da retenção micromecânica, possui adesão química. A eficácia da adesão está relacionada ao tipo de cimento utilizado e a condição da dentina.

Graiff *et al.*, em 2014, realizaram um estudo para avaliar a resistência da interface de união entre pino / cimento com três diferentes tratamentos de superfície, utilizando pinos de fibra de vidro e testaram 2 diferentes cimentos resinosos. O tratamento dos pinos com: aplicação de etanol (95%) por 30 s e foram secos com ar durante 10 s, metacrilato de metila durante 1 min e secos com ar durante 10 s e metacrilato de metila por 1 min e secos com ar durante 10 s e preparo químico. Os cimentos testados foram RelyX Unicem e RelyX ARC.

Ambos os cimentos resinosos apresentaram valores de força de adesão diferentes significativamente. O cimento resinoso autoadesivo universal (RelyX Unicem) alcançou maiores valores de força de adesão. O uso de metil metacrilato como tratamento de superfície de pinos de fibra de vidro proporcionam um aumento significativo de resistência em ambos os materiais de cimentação.

Kim *et al.*, em 2014, pesquisaram o efeito de diferentes métodos de secagem da superfície dentinária sobre a eficácia de união de cimentos resinosos autoadesivos. Utilizaram cimento de ionômero de vidro modificado por resina (RelyX Luting 2, RL), e três cimentos resinosos BisCem, RelyX U200, e o Maxcem. Os métodos de secagem foram: desidratação de etanol e secagem esperando 10 s.

O RelyX U200 se apresentou mais hidrofílico, todos os cimentos cimentados à dentina seca através do etanol apresentaram força de adesão. Para os três cimentos resinosos nos grupos em que se esperou secar, a força adesiva foi superior. O RelyX U200 mostrou uma força de adesão significativamente maior em condições de dentina seca aguardando os 10 s. Este estudo então sugere que a umidade da superfície de dentina tem efeito crucial sobre a força de adesão.

Acar *et al.*, em 2014, avaliaram se o pré - tratamento com dessensibilizantes têm um efeito negativo sobre a força de adesão previamente ao uso do cimento resinoso autoadesivo à dentina. Utilizaram Gluma (Glutaraldeído / HEMA), Aqua-Prep F (Flúor), Bisblock- (Oxalato), Plus-Cervitec (clorexidina), Smart Protect (Triclosan) e Nd: YAG.

Depois de aplicar o agente selecionado, o RelyX U200 foi utilizado para unir blocos de resina composta à dentina. Os resultados informam que os tratamentos Gluma, Smart Protect e Nd: YAG laser mostraram força adesiva comparáveis ao grupo controle. A força adesiva de Aqua-Prep F, e Cervitec foi semelhante, mas significativamente menor que o grupo controle. BisBlock mostrou a resistência à microtração menor entre todos os grupos. A maioria dos grupos

mostraram falha adesiva, o tratamento prévio da dentina com Gluma, Smart Protect e laser Nd: YAG não mostraram um efeito negativo.

### **Substâncias Oxidantes – Hipoclorito de Sódio e de Cálcio**

O hipoclorito de sódio (NaOCl) é um agente proteolítico não específico capaz de remover matéria orgânica (Perdigão et al., 2000). A dentina após o tratamento de superfície com NaOCl se torna rica em cristais de hidroxiapatita expostos, o que resulta em uma interface mais estável ao longo do tempo.

Devido ao grande potencial de desinfecção, os hipocloritos são conhecidos e utilizados em grande escala, não apenas na Odontologia. De acordo com Tully em 1914, um importante agente oxidante e desinfetante para ser usado no tratamento da água é o  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ . A destruição das bactérias ocorre devido ao oxigênio nascente que age como desinfetante e produz a oxidação. Vários fatores influenciam na eficácia desta solução, como a quantidade de matéria orgânica, tempo de exposição e concentração do cloro disponível. (Costa, 2012).

Quando usado nos tecidos dentais, o tratamento de superfície pode afetar de maneira diferente a dentina superficial e a dentina profunda (a dentina profunda é um substrato mais hidratado comparado a dentina superficial após o condicionamento ácido convencional) (Marshall et al., 1997).

Uceda-Gómez et al., em 2003, realizaram um estudo para avaliar a influência do tratamento da dentina com NaOCl na força de adesão em diferentes profundidades de dentina: dentina coronária superficial e profunda, e dentina radicular. Os autores avaliaram a força



de adesão à microtração em dentina previamente tratada ou não com solução de NaOCl a 10% por 60 s após condicionamento ácido. Os resultados imediatos obtidos mostraram que os valores médios de adesão foram menores para grupos submetidos ao tratamento de superfície com solução de hipoclorito de sódio.

Contudo, a profundidade do substrato influenciou os resultados de adesão, e foi sempre maior em dentina superficial, apesar de no tratamento de superfície, contudo, valores mais altos serem obtidos quando a etapa de desproteinização não foi realizada.

A capacidade de dissolução tecidual com a utilização de  $\text{Ca(OCl)}_2$  e NaOCl foi apresentada no estudo de Dutta et al., em 2012, onde comparou o poder de dissolução dos tecidos com essas duas substâncias em diferentes concentrações, e os resultados encontrados foram que todas as soluções dissolveram completamente o tecido após 60 minutos, não havendo diferenças significativas entre as soluções.

De Almeida et al., em 2014 em seu estudo avaliaram a ação antimicrobiana do NaOCl e do  $\text{Ca(OCl)}_2$  em canais radiculares contaminados com *Enterococcus faecalis*. Os canais irrigados com  $\text{Ca(OCl)}_2$  apresentaram baixas contagens de unidades formadoras de colônias (UFC), não havendo diferença estatisticamente significativa com as amostras irrigadas com NaOCl.

Com a finalidade de testar o efeito do NaOCl na força de adesão em dentina condicionada com ácido fosfórico, e examinar o grau de penetração do monômero da resina, Sato *et al.*, em 2005, realizaram a desproteinização após a secagem nos seguintes intervalos de tempo: 0 – 30 – 120 s. O grupo controle não foi seco, apenas o agente de união foi aplicado, em seguida a resina composta. O tratamento de superfície do

colágeno com NaOCl resultou em uma penetração mais profunda da resina adesiva apesar da diminuição da resistência de união. A remoção do colágeno exposto permitiu melhor penetração do monômero da resina nos túbulos dentinários.

Os mesmos achados foram reportados por Correr et al., em 2005, concluíram que a dissolução das fibrilas colágenas após o condicionamento com solução desproteinizante NaOCl pode resultar na melhor difusão do agente adesivo. Resultados similares também foram demonstrados por Cecchin et al. (2010) ao avaliar o uso de NaOCl e EDTA, utilizados como irrigantes no tratamento endodôntico, sobre a força de adesão à dentina radicular.

Arias *et al.*, em 2005, avaliaram o tratamento de superfície utilizando o condicionamento com ácido fosfórico 36%, Gluma One Bond (GOB), tratando a superfície com uma gota de gel de NaOCl a 10% e GOB e alternando as técnicas, o sistema adesivo Prime & Bond 2.1, e solução de NaOCl 10%.

A aplicação da solução de NaOCl a 10% aumentou a força de adesão para o sistema adesivo Gluma. A aplicação de 10% de gel de NaOCl resultou em maiores valores de força de adesão ao Prime & Bond 2.1, o uso da solução de NaOCl a 10% promoveu a remoção total do colágeno, já o uso do gel removeu parcialmente as fibras colágenas.

Corniati *et al.*, em 2006, avaliaram a força de adesão, através do teste de cisalhamento. Com um adesivo autocondicionante *One Up Bond F*, condicionamento ácido fosfórico 35%, adesivo *Prime & Bond NT*, condicionamento ácido fosfórico 35%, solução aquosa de NaOCl 10% por 60s.

O tratamento de superfície com NaOCl aumentou a força adesiva para o adesivo convencional, e não teve efeito significativo para o autocondicionante.

Spazzin *et al.*, 2007, avaliaram a microinfiltração marginal associada a técnica de desproteção após serem ciclados. Utilizando condicionamento com ácido fosfórico a 37% durante 15s e lavagem por 15s. A secagem com uma bolinha de algodão estéril, secagem da dentina com um forte jato de ar por 15s, aplicação de solução de NaOCl a 10%, por 1min, lavagem por 15s e seca com bolinha de algodão; aplicação de NaOCl, e a dentina foi seca com jatos de ar. Utilização de sistema adesivo de frasco único a base de acetona.

Os resultados obtidos mostram que quando foi realizada a desproteção, a dentina seca mostrou microinfiltração menor que a dentina úmida. A manutenção da camada de colágeno não teve influência na microinfiltração marginal. Porém, quando o tratamento de superfície foi realizado, a aplicação do sistema adesivo em dentina seca obteve menor microinfiltração marginal.

De Munk et al em 2007, estudaram o efeito da forte insuflação de ar na força de adesão do adesivo autocondicionante livre de HEMA, frasco único, após o tratamento com NaOCl 10%. O NaOCl dissolveu preferencialmente a camada de colágeno da dentina, essa técnica pode resultar em uma camada híbrida mais resistente, de modo que se pode concluir que o adesivo sob forte insuflação de ar melhora a remoção do solvente. Menos solvente significa mais resina e uma melhor taxa de polimerização, uma camada híbrida mais forte e impermeável. Após o teste de microtração, resultou-se aumento no valor de força de adesão.

Sowmya et al., em 2008 avaliaram a desproteinização dentinária com o uso de diferentes sistemas adesivos. Utilizaram o sistema adesivo à base de acetona (Prime&Bond 2.1 Dentsply, EUA), sistema adesivo à base de etanol (Syntac Sprint, Ivoclar Vivadente) e Optilux, Kerr. Tratados com condicionamento ácido total à 37% seguido de tratamento com NaOCl a 2%, durante 2 min, e sem o uso de condicionamento ácido. Corados com azul de metileno (2%), durante 72 horas.

O sistema à base de acetona apresentou menor infiltração, a remoção do colágeno pode ser importante para reduzir a infiltração marginal, mas novas investigações seriam benéficas para confirmar os resultados do tratamento de superfície.

Têm sido sugerido que a remoção da matriz de colágeno com um agente proteolítico, como o NaOCl pode ter um efeito benéfico facilitando a infiltração do adesivo. Porém o hipoclorito residual pode interferir na polimerização da resina, para a neutralização a utilização de ascorbato de sódio age como redutor.

Braz *et al.*, (2009) avaliaram a influência do tratamento de superfície sobre a força de adesão. Aplicando os agentes desmineralizantes (ácido fosfórico a 37% por 10s), desproteinizante (NaOCl a 5% por 2 min) e sistemas adesivos (Adper Prompt L-Pop - 3M/ESPE, e Adhese - Ivoclar Vivadent). Testados através do cisalhamento.

Os maiores valores de adesão foram registrados no adesivo Adhese® e os menores valores ocorreram para o Vitremer®. As médias dos adesivos Adhese® e Adper Prompt L Pop® foram mais elevadas quando foi utilizada a técnica de remoção do colágeno do que a técnica

recomendada pelo fabricante e o oposto ocorreu quando foi utilizado o Vitremer®.

O tratamento de superfície utiliza o NaOCl para produzir uma maior porosidade na superfície dentinária desmineralizada, por meio do aumento na abertura dos túbulos (Hashimoto *et al.*, 2000; Breschi *et al.*, 2003). Por ser um agente proteolítico não específico, capaz de remover material orgânico, pode ser utilizado para a remoção das fibras colágenas após seu condicionamento (Marshall *et al.*, 2001; Toledano *et al.*, 2002).

Após a remoção da rede de colágeno pelo hipoclorito, maiores valores de adesão foram observados para o Adhese® e Adper Prompt L Pop®, por possuírem pequenas moléculas ácidas em sua composição, acetona ou etanol como veículo, se comportando de maneira satisfatória, sugerindo que a remoção do colágeno poderá posteriormente ser indicada na prática clínica conforme mencionado na literatura (Saboia *et al.*, 2002). Ou seja, a técnica do tratamento de superfície contribuiu de forma favorável na resistência de união dos sistemas adesivos resinosos.

Bondan em 2009, verificou a influência do EDTA sobre a força de adesão da interface resina/dentina após o tratamento com Ca(OCl)<sub>2</sub>. Utilizaram condicionamento ácido 35% 15 s + Ca(OCl)<sub>2</sub> 20%, 15s + EDTA 17% + Prime & Bond, e condicionamento ácido 35% 15 s + Ca(OCl)<sub>2</sub> 20% 15 s + Prime & Bond. O uso do EDTA após a aplicação do Ca(OCl)<sub>2</sub> não aumenta a força adesiva das restaurações, portanto, não precisa ser utilizado no protocolo adesivo.

Aguilera *et al.*, em 2012, utilizaram a substância desproteinizante NaOCl para testar a força de adesão de resina compostas à estrutura dentária. Foi utilizado o condicionamento ácido

padrão e associado com NaOCl a 5% e aplicado o sistema adesivo Prime&Bond NT em dentina superficial e dentina profunda.

Ao teste de cisalhamento se observou que a dentina tratada com NaOCl se torna mais microretentiva para receber o sistema adesivo, pois a entrada dos túbulos dentinários principais e regiões peritubulares estão ampliadas. Sendo assim, a adesão micromecânica se torna o mecanismo de ligação principal.

A remoção das fibras de colágeno, com o uso de um agente desproteinizante facilitaria o acesso dos sistemas adesivos a um substrato mais permeável e menos sensível a água (Nakabayashi et al., 1994). O NaOCl promove interações químicas entre a resina e a superfície da dentina desproteinizada mais prováveis de ocorrer pela ampliação da entrada dos túbulos dentinários, após um tratamento de 2 minutos.

Dutta et al, em 2012 comparou as propriedades de dissolução dos tecidos com a utilização de  $\text{Ca(OCl)}_2$  a 5 e 10% e NaOCl em tecido muscular bovino. A concentração de cloro livre de cada solução foi determinada utilizando titulação iodométrica. As amostras de tecido foram imersos em 5 mL de cada solução de ensaio, removidas depois de 5 min, secas com papel absorvente, e pesadas. Concentrações de cloro disponíveis dos irrigantes variou de 1,36% para 4,65%. Todas as soluções dissolveram completamente o tecido após 60 minutos, com exceção de 5% de  $\text{Ca(OCl)}_2$  (99,4% de dissolução). Dentro das limitações deste estudo, NaOCl dissolveu o tecido mais rapidamente do que as outras 2 soluções de  $\text{Ca(OCl)}_2$  ao longo dos primeiros 35 minutos, mas não houve diferenças significativas entre as soluções.

Ravishanker et al., em 2012 avaliaram a desproteção dentinária na força de adesão, em restaurações de classe V, submetendo a ciclos térmicos. Utilizando o sistema adesivo frasco único à base de acetona (Prime&Bond), adesivo autocondicionante (Adhese, Ivoclar Vivadent) e adesivo auto condicionante frasco único (G-Bond, GC, Ásia). Aplicação de 5% de NaOCl durante 2 min, 10% de ascorbato de sódio durante 1 min. As amostras foram imersas em um marcador químico (solução de fucsina 0,5%), por 24 horas.

Cavidades de classe V têm alto fator C e conseqüentemente maior contração de polimerização, maior risco de formação de fenda marginal e microinfiltração. O sistema adesivo Prime&Bond apresentou menor índice de infiltração que os demais.

Alguns pesquisadores afirmam que a eliminação do colágeno utilizando o NaOCl não só reduz a sensibilidade da técnica, mas permite a obtenção de uma superfície mais porosa, que seria responsável para interfaces adesivas com valores de força de adesão semelhantes aos obtidos em esmalte, após condicionamento com ácido fosfórico.

Torres et al., em 2014, avaliaram o desempenho clínico de restaurações cervicais não cariosas em um período de 5 anos, utilizando sistema adesivo com e sem a remoção do colágeno com auxílio do NaOCl em concentração de 10%. Este ensaio clínico randomizado, realizado através de 2 técnicas: 1- condicionamento com ácido fosfórico 37%, aplicação do sistema adesivo Prime & Bond NT (Denstply DeTrey); 2- Condicionamento com ácido fosfórico 37%, aplicação de 10% de NaOCl durante 1 minuto, sistema adesivo Prime & Bond NT (Denstply DeTrey). Essas restaurações foram avaliadas após 18 meses, 3 anos e após 5 anos, 106 restaurações foram avaliadas em 24 pacientes.

Concluíram que não houve diferença estatisticamente significativa entre as duas técnicas. Após 5 anos, a aplicação de 10% de NaOCl na desproteinização da dentina não afetou o desempenho clínico das restaurações de resina composta, quando em comparação com a técnica convencional.

Castellan et al, em 2011, avaliaram protocolos adesivos com tratamento de superfície, através dos testes de microtração, pushout e pullout. Utilizando a desmineralização com condicionamento dentinário e um adesivo de frasco único (OptiBond/ Kerr), que preconiza o condicionamento fosfórico a 37%, e o auto condicionante (OptiBond Solo Plus Self Etch /Kerr), ambos utilizados com o OptiBond Solo Plus Activator (Kerr) para ativação química dentro do conduto radicular, e cimentação de pinos intrarradiculares.

Apresentou diferença entre os ensaios, o teste de pushout apresentou valores de união mais elevados, o condicionamento com ácido fosfórico é frequentemente indicado para cimentações intrarradiculares, com a completa remoção de smear layer, a camada híbrida mais espessa e uniforme, conclui-se que o tipo de ensaio pode influenciar nos valores de força de adesão entre pino de fibra e dentina radicular, sendo o ensaio de pushout o que mostra valores maiores em relação aos outros dois, não houve diferença entre o tipo de condicionamento e região de dentina radicular.

De Almeida, et al em 2014, avaliaram a eficácia do NaOCl e do  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  (2,5%), em canais radiculares contaminados com *Enterococcus faecalis*, relatando que o  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  é uma substância química estável, utilizado para esterilização industrial e tratamentos de purificação de água, segundo estudos anteriores, esta substância



apresenta propriedades antibacterianas e a capacidade de promover a dissolução da matéria orgânica, não há estudos na literatura relacionado com a citotoxicidade da substância.

A solução de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  demonstrou a capacidade de promover a dissolução de tecidos moles no mesmo nível do  $\text{NaOCl}$ , e não há consenso na literatura sobre a sua citotoxicidade. De acordo com o estudo, as amostras irrigadas com  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ , apresentaram baixas contagens de unidades formadoras de colônias (UFC), não havendo diferença estatisticamente significativa para as amostras irrigadas com  $\text{NaOCl}$ , o elevado nível de cloro disponível no  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  pode ajudar a explicar a sua atividade antimicrobiana, ele se encontra disponível em grãos, e a formação de ácido hipocloroso ocorre quando dissolvido numa solução aquosa. Sugerindo que novos estudos devem ser realizados para analisar outras propriedades desejáveis do  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ , a fim de consolidar essa substância como irrigante viável na terapia endodôntica.

Costa et al., em 2012 avaliaram a força de adesão por microtração da resina composta à dentina após diferentes tratamentos de superfície, além de avaliar o padrão de fratura sob estereomicroscópio e MEV. Os tratamentos de superfície foram ácido fosfórico 37% por 15 s + Prime e Bond 2.1,  $\text{NaOCl}$  10% 15s + P.B,  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  10% 15s + P.B. O tratamento de desproteinização com  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  apresentou valores médios de resistência comparáveis com a técnica convencional.

Ferreira et al., em 2015 investigaram a influência da desproteinização da dentina com  $\text{CaOCl}$ , e na interface adesivo / dentina afim de avaliar restaurações de resina classe V. Utilizando tratamentos com ácido fosfórico 35%, 15s, aplicação do sistema adesivo Prime & Bond, ácido fosfórico 35%, por 15 s. Lavagem com água destilada e a

dentina foi seca com jatos de ar durante 5 s. Em seguida, 0,4 mL de NaOCl foi aplicado por 30 s. Lavadas 30 s, secou-se com jacto de ar, durante 5 s, aplicação de um sistema adesivo à base de acetona (Prime & Bond 2.1) demais grupos tratados com 10 e 15%  $\text{Ca(OCl)}_2$ , respectivamente, durante 30 s, lavados por 30 s e seco com spray de ar para 5 s. As amostras foram cicladas e imersas em azul de metileno durante 4 horas. Os resultados demonstraram que a aplicação de  $\text{Ca(OCl)}_2$  em concentrações de 10% ou 15% não levou a nenhuma diferença nos valores de microinfiltração quando comparados ao método convencional. A desproteinização dentinária com  $\text{Ca(OCl)}_2$  resultou em interfaces adesivas com o mesmo grau de infiltração marginal que os obtidos com os protocolos convencional e deproteinização com NaOCl.

Blattes et al., em 2015 analisaram a biocompatibilidade e a citotoxicidade das soluções de hipoclorito de sódio comparado ao hipoclorito de cálcio *in vitro* em cultura de fibroblastos 3T3 e *in vivo* de ratos. Estes fibroblastos foram expostos a diversas concentrações de NaOCl e  $\text{Ca(OCl)}_2$ , avaliadas pelos testes MTT e Azul de Trypan. As soluções a 1 e 2,5% foram injetadas no tecido conjuntivo de ratos. A reação inflamatória tecidual foi avaliada em 2h, 24h e 14 dias após e as amostras foram qualitativamente analisadas em microscópio óptico. O  $\text{Ca(OCl)}_2$  pode ser usado como solução irrigadora no tratamento endodôntico, apresentou resultados favoráveis de viabilidade e induziu um baixo nível de resposta inflamatória, apresentando citotoxicidade e biocompatibilidade aceitáveis para uma solução irrigadora.

### **Ensaio Mecânicos**

## **Microtração**

No final da década de 80, já havia relatos que o ensaio de tração possuía um potencial limitado, com o aprimoramento dos materiais e das técnicas de adesão, falhas coesivas se tornaram frequentes. O teste de microtração, proposto por Sano et al., em 1994 fez com que se permitisse avaliar esta interface adesiva, na medida em que possibilitou uma diminuição significativa do número de falhas coesivas. Outra grande vantagem introduzida com este teste foi a possibilidade de se estudar diferentes regiões de um mesmo dente. Esse método previa a execução de cortes perpendiculares entre si no dente preparado, para a obtenção dos corpos de prova em forma de palitos, com uma secção transversal de aproximadamente 1mm<sup>2</sup>. Chappell et al., em 1997 e Schreiner et al., em 1998 confeccionaram espécimes em formato de ampulheta ao invés de palitos, sendo que os cortes iniciais no dente a ser testado promoviam a obtenção de fatias, que eram desgastadas na interface adesiva, promovendo uma maior incidência de fraturas prematuras, principalmente para materiais com baixa força adesiva.

Ramires- Romito et al., em 2005 conduzindo um estudo em que não aconteceu a planificação prévia do substrato, buscou áreas mais planas possíveis. O método do corte para a obtenção dos espécimes era realizado com um disco diamantado usado em uma máquina específica. Sadek et al., em 2005 testaram um novo método de corte para a obtenção dos palitos, um fio impregnado de diamante, encontrando um menor número de falhas, sendo que os resultados em esmalte eram muito superiores aos demais.

O método mais utilizado para a análise das falhas é o qualitativa

visual, porém outro meio é a observação quantitativa (Garcia et al., 2002). A magnificação das imagens varia de observação a olho nu, microscópio óptico, e microscopia eletrônica de varredura. A microscopia óptica é de simples uso, com aumentos de até 1200 vezes, em que as amostras têm de ter entre 0,1 e 20mm. Uma de suas desvantagens é a baixa profundidade de foco em superfícies rugosas. Já a microscopia eletrônica de varredura (MEV), apresenta grande profundidade de foco, permite análise de superfícies irregulares, com aumento variável de 20 até 100.000 vezes, o que facilita a interpretação das imagens.

### **Push Out**

O teste de Push Out têm sido utilizado na área biomédica durante quatro décadas. Amplamente utilizado na Odontologia para testar a união entre a dentina e o material restaurador inserido em preparos de cavidades em forma cilíndricas, para posteriormente obter fatias de dentina que serão submetidas ao teste. (Pane et al., em 2013).

As fatias variam de 1-2 mm de espessura de dentina a perfuração interna é de forma cônica. A superfície interna dessa perfuração é tratada com o sistema adesivo, em seguida o preenchimento com o compósito. Após o armazenamento, o compósito é empurrado através da dentina a partir do lado de menor diâmetro, então a força de união é calculada pela divisão da força de extrusão pela área lateral do tronco de cone. Esse mecanismo simula a condição clínica mais aproximadamente que o teste de cisalhamento, pois inclui o

confinamento do compósito durante a contração da polimerização e a tensão de polimerização associada. Alguns autores se referem a esse método como ‘micropush-out’ quando envolve discos de dentina radicular e o canal radicular é preenchido com o material a ser testado (Craig et al., 2012)

O teste de PO têm sido utilizado para comparar as forças de ligação de diferentes cimentos obturadores na superfície dentinária, com a utilização ou não de diversos materiais de núcleos de preenchimento, e preparo prévio da dentina. As tensões são transmitidas para a raiz entre a obturação do canal e a parede do canal radicular.

Apesar do problema da deformação plástica de materiais como a guta-percha e o Resilon, o teste de PO tem sido utilizado para avaliar a capacidade de adesão de diferentes cimentos, os estudos mostram que os resultados são semelhantes aos obtidos quando todo o canal é preenchido somente com o cimento. Assim, a deformação do material do núcleo de preenchimento no momento da aplicação da carga não exclui a utilidade do teste, especialmente porque a falha ocorre na interface adesiva em vez de dentro do próprio material do núcleo. (Pane et al., 2013)

## **PROPOSIÇÃO**

### **Geral**

Avaliar a influência do tratamento com  $\text{Ca(OCl)}_2$  na força de adesão um cimento autoadesivo ao substrato dentinário imediatamente e a longo prazo.

### **Específicos**

- Avaliar, imediatamente e após 6 meses, a força de adesão do cimento autoadesivo ao substrato dentinário tratado com NaOCl e  $\text{Ca(OCl)}_2$ , através do teste de microtração para a dentina coronária e teste de pushout para a dentina radicular.

- Analisar, através de microscopia óptica, os padrões de falha nas amostras submetidas aos testes de microtração e pushout, após tratamento do substrato dentinário NaOCl e  $\text{Ca(OCl)}_2$ .

## MATERIAIS E MÉTODOS

### **Materiais**

Na Tabela 1 estão relacionados os principais materiais de consumo utilizados neste trabalho.

*Tabela 1- Materiais de Consumo*

Ca(OCl) <sub>2</sub>	Solução aquosa de Ca(OCl) <sub>2</sub> a 10%	Laboratório de Química da UPF
NaOCl	Solução aquosa de NaOCl a 10%	Laboratório de Química da UPF
U200	Cimento autoadesivo Relyx U200	3M ESPE – Sumaré – São Paulo

Os hipocloritos foram titulados pelo laboratório de Química da Universidade de Passo Fundo, para fim de aferir a concentração desejada destes hipocloritos.

### **Método**

#### **Delineamento Experimental**

O presente trabalho apresenta dois fatores em estudo: **tratamento de superfície dentinário**, em quatro níveis: a) técnica

convencional (grupo controle); b) condicionamento ácido fosfórico (controle positivo) c) desproteinização com  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  (grupo 3) e; d) desproteinização com  $\text{NaOCl}$  (grupo 4), e o **envelhecimento**, que se deu pela imersão das amostras em água destilada por um período de 6 meses. As amostras foram obtidas através da confecção de palitos com  $1 \text{ mm}^2$  de área de secção transversal e serão submetidos ao ensaio de microtração (MT) e discos de dentina radicular de 1 mm de espessura para o ensaio de *pushout* (PO), até ocorrer a fratura ou deslocamento. Após os ensaios, a força de adesão foi calculada, e expressa em Mpa. As amostras foram analisadas em microscopia óptica a fim de observar a interface adesiva e a morfologia com e sem a remoção de proteínas, avaliando também a superfície dentinária tratada com  $\text{NaOCl}$  e  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ , observando as diferenças no padrão de remoção de proteínas. A análise estatística se deu pelos testes de Anova e Shapiro-Wilk com 5% de significância.

### **Seleção e preparo dos dentes**

Este projeto foi encaminhado e aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade de Passo Fundo (UPF). Foram selecionados 40 terceiros molares e 40 dentes anteriores superiores humanos no Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia da UPF. Os elementos dentários foram limpos com curetas periodontais (Gracey/Duflex – São Paulo, SP, Brasil), posteriormente submetidos a uma profilaxia com taça de borracha e pedra pomes, para remover qualquer impureza, em seguida armazenados em água destilada, por



um período de 6 meses a uma temperatura de 37° até o término da fase laboratorial.

### **Metodologia do Ensaio de Microtração**

#### **Inclusão e corte dos Dentes**

Os 40 molares selecionados foram incluídos em resina acrílica incolor (JET/ Clássico/ São Paulo/SP). Para isto, os dentes foram medidos através de um paquímetro digital e marcados sobre a superfície radicular com caneta 2,0 mm abaixo do limite amelocementário. Em seguida, os dentes foram presos a placas de cera utilidade (Polidental – Curitiba- PR, Brasil) com as raízes voltadas para cima. Cilindros de PVC (Tigre – Joinville- SC, Brasil), com 25 mm de diâmetro por 20 mm de altura foram posicionados concentricamente às raízes e no seu interior foi vertido a resina acrílica. Após a limpeza da cera com água morna e gaze, os dentes foram armazenados em água destilada.



Figura 1: Seleção dos molares; Figura 2: Inclusão em cilindros de PVC;

Após a inclusão, os dentes, foram seccionados por um disco diamantado de dupla-face (EXTEC/ Extec Corp, Enfield, EUA), refrigerado com água, a velocidade de 300 rpm, em cortadora metalográfica (Struers Minitom - Copenhagen, Dinamarca). Este procedimento foi realizado com o objetivo de expor as superfícies planas de dentina coronária, de profundidade média.



Figura 3: Secção com disco dupla-face, em cortadora metalográfica;

Após secção das coroas, as superfícies de dentina foram polidas com lixas d'água (231 Q – 3M ESPE, Sumaré- SP, Brasil) em granulação de 600, sendo então realizado 20 movimentos em dois sentidos (mesio-distal e vestibulo-lingual), sob pressão digital. As superfícies foram lavadas com jatos de água e mantidas em água destilada.



Figura 4: Superfície dentinária após o corte;

#### **Divisão em grupos e tratamento de superfície para o ensaio de microtração**

Os espécimes obtidos como descrito anteriormente foram divididos aleatoriamente em 4 grupos (n =10) de acordo com o tratamento de superfície a ser realizado.

**C<sub>MT</sub>**- (controle) – a superfície dentinária não recebeu nenhum tratamento prévio, apenas o cimento resinoso U200.

**AF<sub>MT</sub>** – controle (+) – a superfície foi condicionada com ácido fosfórico a 37% durante 20s.

**NaOCl<sub>MT</sub>** – tratamento de superfície com a solução desproteinizante de NaOCl 10 % durante 30 s, lavagem com jatos de água por 20s e secagem com jato de ar por 20s;

**Ca(OCl)<sub>2MT</sub>** – tratamento de superfície com a solução desproteinizante de Ca(OCl)<sub>2</sub> 10 % durante 30 s, lavagem e secagem com jatos de ar por 20s.

Após os tratamentos de acordo com o grupo, os espécimes receberam uma restauração em forma de bloco maciço de resina composta, a qual foi construída formando-se um platô de 3 mm de altura, a qual foi construída com o auxílio de uma matriz. As restaurações foram cimentadas nos dentes com cimento resino autoadesivo U200 (3M ESPE – Sumaré, Brasil) e fotopolimerizado por 40s.



Figura 5: Cimento Resinoso Autoadesivo RelyX U200;



Figura 6: Espécimes após a cimentação com o bloco de resina composta;

#### **Obtenção dos corpos de prova para o ensaio de microtração**

Após a realização do procedimento restaurador, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°, por 24 horas. Em seguida as amostras foram posicionadas no suporte da cortadeira metalográfica (Struers Minitom - Copenhagen, Dinamarca). Utilizando um disco diamantado dupla face (EXTEC/ Extec Corp. Enfield, EUA), e sob irrigação, foram realizados cortes sequenciais, paralelos ao longo eixo dos espécimes, com espessuras de 1,0mm, nos sentidos mésio-distal e vestibulo-lingual. Após esses espécimes foram separados da base de resina acrílica através de um corte transversal, obtendo com isso palitos de resina composta/cimento resinoso autoadesivo/dentina, de aproximadamente, 6 mm de altura e 1mm<sup>a</sup> de área.

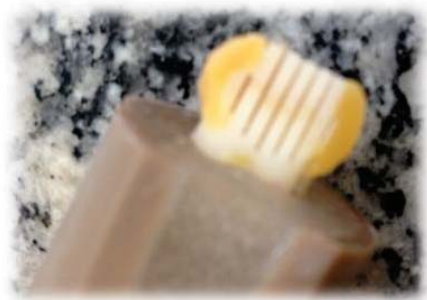


Figura 7: Cortes sequenciais para obtenção dos palitos;

### **Ensaio de Microtração**

Os palitos obtidos foram fixados em um dispositivo metálico, desenvolvido para esse tipo de ensaio, o qual foi acoplado a uma máquina de ensaios universal (EMIC DL 2000- São José dos Pinhais,

Brasil). Os palitos foram aderidos individualmente, com a utilização de um adesivo de cianocrilato (Superbond – 3M, Sumaré- SP, Brasil), no longo eixo do dispositivo metálico. Para o ensaio de microtração foi utilizada uma velocidade de 0,5 mm/min até ocorrer a fratura.

No momento da fratura, os valores de força foram registrados em Newton (N) enquanto as medidas de espessura e largura das amostras foram verificadas com paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana, São Paulo-SP, Brasil). Ambos foram usados para cálculo da área em mm<sup>2</sup>, conforme a fórmula descrita a seguir:

$$R \text{ (resistência) MPa} = F \text{ (força) N} / A \text{ (área) mm}^2.$$

Sendo que o R corresponde à resistência, F a força e A sendo a área.



Figura 8: Amostras fixadas no dispositivo metálico, para o ensaio de microtração;

Em cada grupo 8 dentes foram utilizados para avaliação imediata, os 2 dentes restantes foram armazenados em estufa a 37°, imersos em água destilada por um período de 6 meses, para avaliação mediata.

### **Metodologia do Ensaio de Push Out**

#### **Inclusão e corte dos Dentes**

Os dentes anteriores foram utilizados para o ensaio de PO. A superfície radicular dos dentes foi marcada com caneta 2,0 mm abaixo do limite amelocementário e os dentes foram seccionados por um disco diamantado de dupla-face (EXTEC/ Extec Corp, Enfield, EUA), refrigerado com água, a uma velocidade de 300rpm, em cortadora metalográfica (Struers Minitom - Copenhagen, Dinamarca).



Figura 9: Seleção dos incisivos superiores anteriores;

Após as secções das coroas, o canal endodôntico foi alargado com brocas de Gattes Gliden, sequência do preparo, 4,3,2, e os canais foram

lavados com 10 ml EDTA 17% para remoção da smear layer gerada. As amostras foram então divididas para o tratamento de superfície conforme descrito a seguir:

**C<sub>PO</sub>**- (controle)- a superfície dentinária não recebeu nenhum tratamento prévio.

**AF<sub>PO</sub>**- controle (+) - a superfície foi condicionada com ácido fosfórico a 37% 20s.

**NaOCl<sub>PO</sub>**- tratamento de superfície com a solução desproteinizante de NaOCl 10 % durante 30 s, lavagem com jatos de água por 20s e secagem com jato de ar por 20s;

**Ca(OCl)<sub>2PO</sub>**- tratamento de superfície com a solução desproteinizante de Ca(OCl)<sub>2</sub> 10 % durante 30 s, lavagem e secagem com jatos de ar por 20s.

Após o tratamento de superfície nos grupos citados, foi feito o preenchimento hermético de toda a porção radicular com cimento resinoso autoadesivo U200 (3M ESPE – Sumaré, Brasil) segundo as recomendações do fabricante e fotopolimerizado por 40 segundos.



Figura 10: Preenchimento hermético do conduto radicular;



### **Obtenção das amostras para o teste de Push Out**

Os dentes submetidos ao ensaio de PO, tiveram a porção radicular seccionada na forma de fatias com 1 mm<sup>a</sup> de área. Para isso foi utilizado um disco diamantado dupla-face (Extec, Enfield-CT, Estados Unidos) posicionado a uma cortadeira metalográfica (Struers Minitom - Copenhagen, Dinamarca), e os cortes foram confeccionados nas porções: coronária, terço médio e terço apical, gerando 3 fatias radiculares de cada amostra.



Figura 11: Fatia da porção radicular;

### **Teste de Push Out**

Cada terço teve suas dimensões aferidas com um paquímetro digital. Os espécimes foram colocados em um compartimento próprio em que a área que seria a base, foi posicionada voltada para cima, de forma invertida. Após serem posicionadas em uma máquina de ensaios universal (EMIC DL 2000- São José dos Pinhais, Brasil), uma ponta metálica foi posicionada no centro do espécime, e aplicou-se uma carga

para que ocorresse o deslocamento do material resinoso internamente ao conduto radicular. A fratura foi constatada quando o mesmo foi deslocado do interior do conduto radicular.

A força de adesão foi calculada através dos valores de força registrados em Newton (N) no acontecimento da extrusão, os quais foram divididos pela área adesiva (mm<sup>2</sup>), da fatia seguindo a fórmula a seguir:

$$\text{Área Adesiva} = (2\pi r) \times e$$

Sendo  $\pi$  a constante 3,1416, r o raio da área com U200 e e espessura da fatia.



Figura 12: Teste de Pushout;

Em cada grupo 8 dentes foram utilizados para avaliação imediata, os 2 dentes restantes foram armazenados em estufa a 37°, imersos em água destilada por um período de 6 meses, para avaliação mediata.

### **Classificação dos Padrões de Falha**

O padrão de falha foi avaliado através do microscópio óptico, com a magnificação de 1200 x realizada em ambos os testes. As falhas são classificadas em adesivas, coesivas e mistas. A falha adesiva é quando o adesivo foi removido da superfície dental sem que houvesse fratura. A coesiva é a falha observada somente em dentina ou em resina composta, já a falha mista é identificada simultaneamente na superfície dentária e no material restaurador. (Garcia et al., 2008)

No ensaio de MT o grupo C obteve 40% de falha adesiva, 40% de falha coesiva e 20% de falha mista. O AF obteve 69% de falha coesiva, 16% de falha mista e 13% de falha adesiva. No grupo NaOCl obtivemos 57% de falha coesiva, 5,8% de falha mista e 36% de falha adesiva. No  $\text{Ca(OCl)}_2$  obtivemos 78% de falha coesiva, 18% de falha adesiva e 3,1 % de falha mista.

As falhas encontradas nos dentes que foram envelhecidos de acordo com o seu grupo são C 75% de falha coesiva, 25% de falha adesiva, o AF 71% de falha coesiva, 28% de falha mista. O NaOCl 54% de falha coesiva, 36% de falha adesiva e 9% de falha mista. E por fim o  $\text{Ca(OCl)}_2$  83% de falha coesiva, 11% de falha adesiva e 5,5% de falha mista.

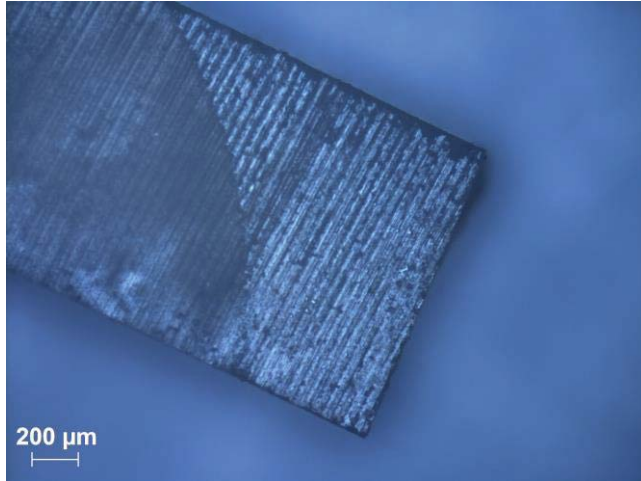


Figura 13: Microscopia óptica, teste de MT, falha adesiva;

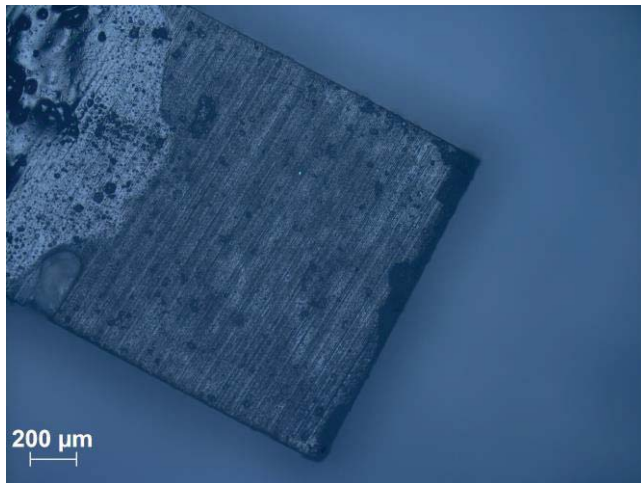


Figura 14: Microscopia óptica, teste de MT, falha coesiva;

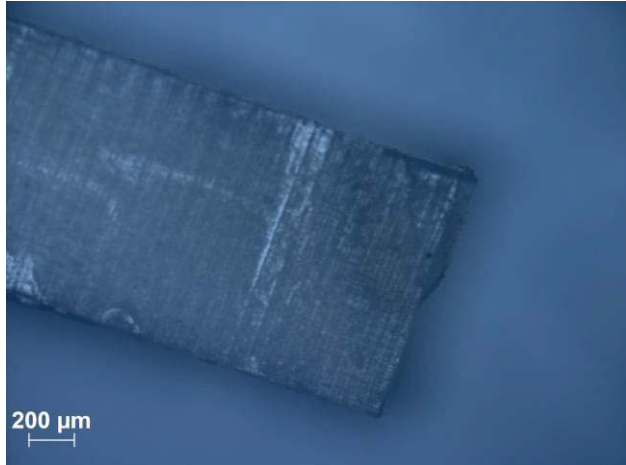


Figura 15: Microscopia óptica, teste de MT, falha mista;

A análise do padrão de falha para o teste de PO se deu da mesma forma, o C obtivemos 51% de falha mista, 41% de falha coesiva e 6,8% de falha adesiva. No AF obtivemos 61% de falha coesiva, 20% de falha mista e 17% de falha adesiva. No grupo NaOCl obtivemos 62% de falha coesiva, 26% de falha mista e 11% de falha adesiva. No  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  obtivemos 84% de falha coesiva, 10% de falha adesiva e 4,3% de falha mista.

Os dentes que passaram pelo período de envelhecimento, no teste de PO obtivemos os seguintes resultados C 54% de falha coesiva e 45% de falha mista. No AF 77% de falha coesiva e 22% de falha mista. No NaOCl obtivemos 72% de falha coesiva, 18% de falha mista e 9% de falha adesiva. E no grupo  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  86% de falha coesiva e 13% de falha mista.

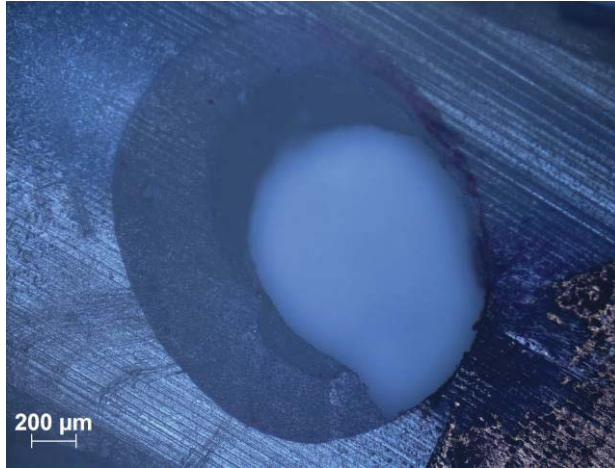


Figura 16: Microscopia óptica, teste de PO, falha mista;

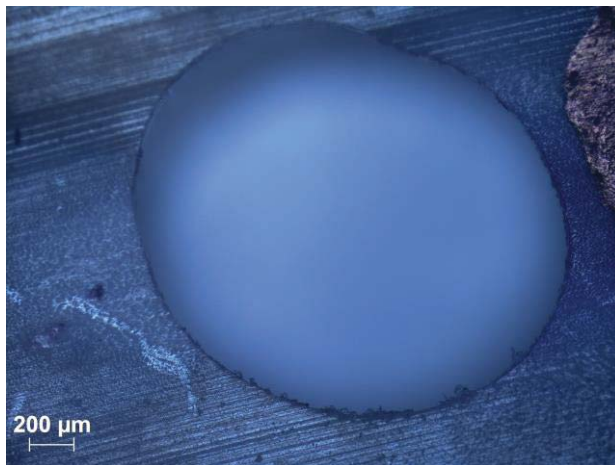


Figura 17: Microscopia óptica, teste de PO, falha coesiva;

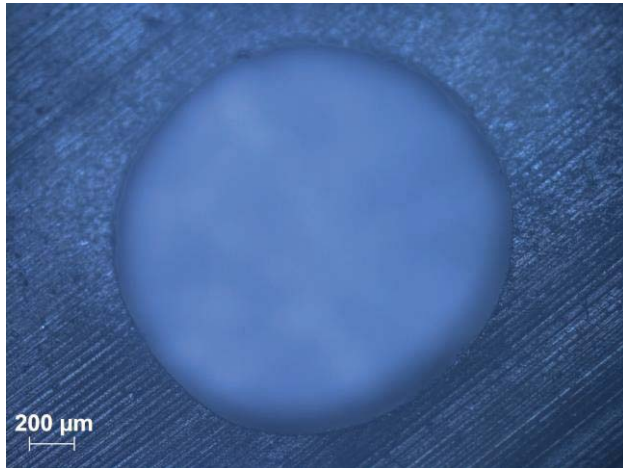


Figura 18: Microscopia óptica, teste de PO, falha adesiva;

#### Microscopia Eletrônica de Varredura

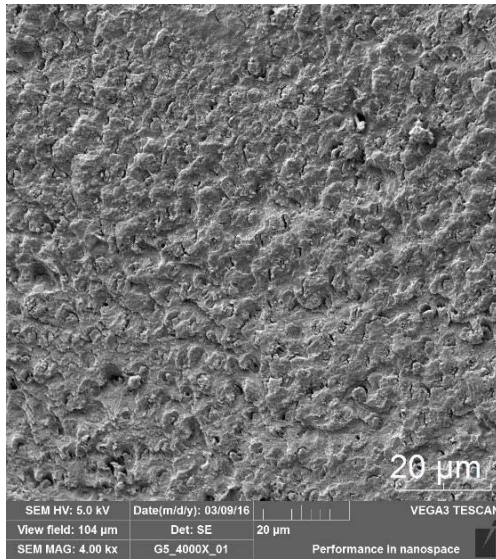


Figura 19: MEV grupo C;

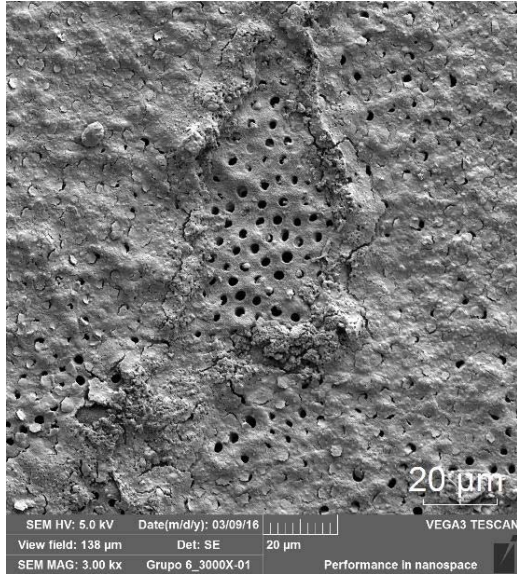


Figura 20: MEV Grupo AF 37%;

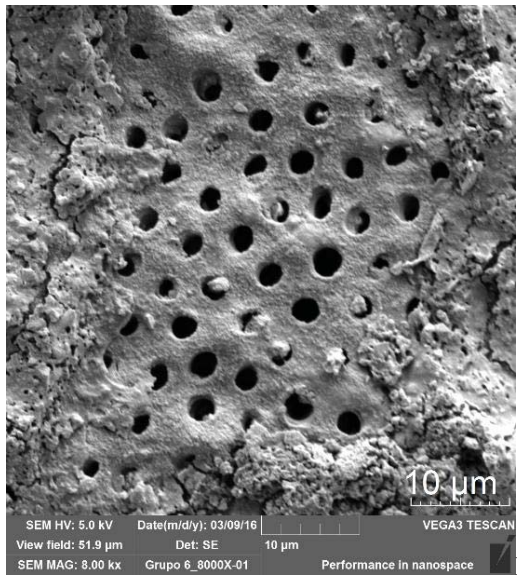


Figura 21: MEV AF 37%



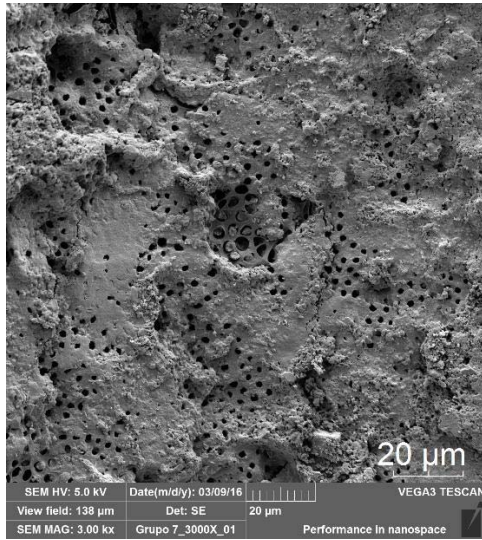


Figura 22: MEV Grupo  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  10%;

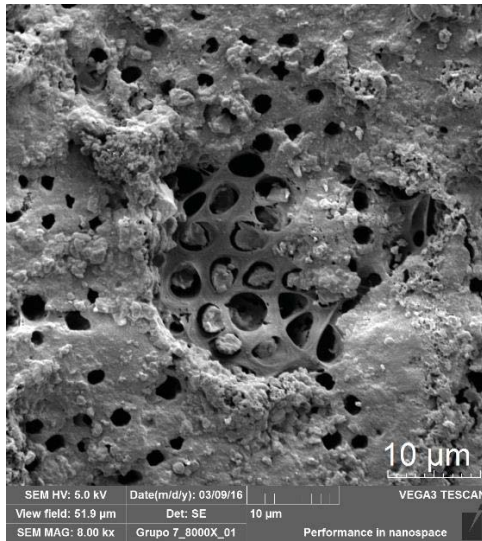


Figura 23: MEV Grupo  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  10%;

## RESULTADOS

Os dados obtidos para cada dente nos testes de MT e PO, avaliados tanto em 24 horas quanto após envelhecimento (imersos em água destilada por um período de 6 meses), foram separadamente submetidos a análise de variância (ANOVA) de 1 fator com nível de significância de 5% seguido de teste de Scheffé post hoc apenas para os dados de push out.

Inicialmente, foi observada normalidade para todos os grupos segundo o teste de Shapiro-Wilk. Para a força de adesão a MT, o teste ANOVA de 1 fator mostrou que não há diferença significativa entre os grupos quando avaliados em 24 horas ( $p = 0,1596$ ). Também para os resultados preliminares do teste de MT obtidos após 6 meses não foi observada diferença significativa entre os grupos avaliados ( $p = 0,4465$ ). Os resultados estão mostrados na Tabela 2.

Tabela 2 – Média (MPa) (desvio padrão) da resistência de união à microtração avaliada em 24 horas e após 6 meses de envelhecimento para os grupos testados.

<b>Tratamento de superfície</b>	<b>24 h</b>	<b>6 meses</b>
<b>C</b> MT	5,97 (2,34) <sup>a</sup>	4,22 (1,38) <sup>A</sup>
<b>AF</b> MT	6,61 (2,50) <sup>a</sup>	7,18 (0,04) <sup>A</sup>
<b>NaOCl</b> MT	4,16 (1,41) <sup>a</sup>	5,68 (0,45) <sup>A</sup>
<b>Ca(OCl)<sub>2</sub></b> MT	6,49 (2,89) <sup>a</sup>	9,18 (5,53) <sup>A</sup>

*Letras minúsculas e maiúsculas iguais indicam médias estatisticamente similares para 24 h e após 6 meses, respectivamente ( $p > 0,05$ ). C: controle, AF: ácido fosfórico, NaOCl: hipoclorito de sódio, Ca(OCl)<sub>2</sub>: hipoclorito de cálcio*

Os resultados mostram que, em 24 horas, o grupo com menor valor de resistência de união foi o NaOCl, porém não existe diferença significativa nas médias entre os grupos. Apesar de não ter sido observada diferença entre grupos, muito provavelmente em função do reduzido número de amostras, os resultados mostram uma tendência de queda para o grupo C após 6 meses de estocagem. De forma contrária, os grupos AF, NaOCl e Ca(OCl)<sub>2</sub> não apresentaram grande variação nos valores de resistência de união, mas um pequeno aumento foi observado, apesar de não ter sido observada diferença significativa. Os dados serão complementados em análises futuras e diferenças significativas são esperadas principalmente para o C.

Já para o teste de PO, foram observadas diferenças entre os grupos quando avaliados em 24 horas ( $p = < 0,0001$ ). O grupo NaOCl apresentou valores significativamente diferentes dos grupos AF ( $p = 0,008$ ) e Ca(OCl)<sub>2</sub> ( $p = 0,0010$ ), porém foi semelhante ao grupo C ( $p =$

0,2689). Os grupos C, AF e NaOCl não mostraram diferença significativa. Os resultados são mostrados na Tabela 3 a seguir.

Tabela 3 – Média (MPa) (desvio padrão) da resistência de união ao teste de pushout avaliada em 24 horas e após 6 meses de envelhecimento para os grupos testados.

<b>Tratamento de superfície</b>	<b>24 h</b>	<b>6 meses</b>
<b>C</b> PO	5,26 (1,35) ab	3,12 (1,27) A
<b>AF</b> PO	3,44 (1,02) b	1,52 (0,57) A
<b>NaOCl</b> PO	6,53 (0,46) a	3,25 (0,01) A
<b>Ca(OCl)<sub>2</sub></b> PO	3,60 (1,57) b	2,75 (0,14) A

*Letras minúsculas e maiúsculas iguais indicam médias estatisticamente similares para 24 h e após 6 meses, respectivamente ( $p > 0,05$ ). C: controle, AF: ácido fosfórico, NaOCl: hipoclorito de sódio, Ca(OCl)<sub>2</sub>: hipoclorito de cálcio*

Os resultados dos padrões de falha para o ensaio de MT o grupo C obteve 40% de falha adesiva, 40% de falha coesiva e 20% de falha mista. O AF obteve 69% de falha coesiva, 16% de falha mista e 13% de falha adesiva. No grupo NaOCl obtivemos 57% de falha coesiva, 5,8% de falha mista e 36% de falha adesiva. No Ca(OCl)<sub>2</sub> obtivemos 78% de falha coesiva, 18% de falha adesiva e 3,1 % de falha mista.

As falhas encontradas nos dentes que foram envelhecidos de acordo com o seu grupo são C 75% de falha coesiva, 25% de falha adesiva, o AF 71% de falha coesiva, 28% de falha mista. O NaOCl 54%

de falha coesiva, 36% de falha adesiva e 9% de falha mista. E por fim o  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  83% de falha coesiva, 11% de falha adesiva e 5,5% de falha mista.

A análise do padrão de falha para o teste de PO se deu da mesma forma, o C obtivemos 51% de falha mista, 41% de falha coesiva e 6,8% de falha adesiva. No AF obtivemos 61% de falha coesiva, 20% de falha mista e 17% de falha adesiva. No grupo NaOCl obtivemos 62% de falha coesiva, 26% de falha mista e 11% de falha adesiva. No  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  obtivemos 84% de falha coesiva, 10% de falha adesiva e 4,3% de falha mista.

Os dentes que passaram pelo período de envelhecimento, no teste de PO obtivemos os seguintes resultados C 54% de falha coesiva e 45% de falha mista. No AF 77% de falha coesiva e 22% de falha mista. No NaOCl obtivemos 72% de falha coesiva, 18% de falha mista e 9% de falha adesiva. E no grupo  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  86% de falha coesiva e 13% de falha mista.

## DISCUSSÃO

Um dos alicerces da Odontologia restauradora e reabilitadora é a adesão, tanto de materiais resinosos como para cerâmicos. O que vem sendo proposto são os diferentes tratamentos e formas de intervenções que melhorariam tanto a prática clínica do cirurgião-dentista e com o benefício de longevidade desses trabalhos.

Nosso trabalho avaliou o tratamento de superfície dentinário como alternativa para a premissa de o elo fraco do processo restaurador ser a matriz colágena, para muitos pesquisadores é considerada uma barreira a ser transposta durante o procedimento adesivo restaurador, pela sensibilidade da técnica e a dificuldade do sistema adesivo penetrar completamente entre a trama de fibrilas colágenas obtendo com isso retenção friccional. O fator operador é crucial na técnica de manutenção da matriz colágena com a umidade ideal, uma vez que não ocorra o colapamento destas fibrilas reduzindo a força de adesão (Arias et al, 2005) (Baseggio et al 2008).

Utilizamos um cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 pois o mesmo não necessita de nenhum tratamento prévio da dentina, segundo informações do fabricante, as vantagens incluem a redução do número de passos clínicos, diminuição da sensibilidade da técnica e menor índice de erros processuais ao longo do tratamento. Porém é possível aumentar os valores médios de força de adesão realizando uma desmineralização dentinária através do condicionamento com ácido

fosfórico a 37% ou como proposto em nosso trabalho através da desproteínização prévia da dentina, utilizando substâncias oxidantes como o NaOCl e Ca(OCl)<sub>2</sub>. Através disso é removido a smear layer gerada no processo de preparo da cavidade, ou até mesmo do preparo para reabilitações fixas, realizando a remoção desta camada que oblitera os túbulos dentinários, os hipocloritos além da degradação de matéria orgânica ampliam a entrada desses túbulos dentinários, permitindo que os adesivos e cimentos resinosos penetrem em maior profundidade. (Lührs, et al 2010; Monticelli, et al 2008)

O cimento RelyX U200 possuiu força de adesão significativamente maior em condições de dentina seca, por isso a associação deste cimento com o tratamento de desproteínização, onde a matéria orgânica com maior conteúdo de fibras colágenas e água é removida. Em nosso trabalho observamos um pequeno aumento nos valores de força de adesão, apesar desta não ter sido significativa, talvez pelo curto período de armazenamento 6 meses, imersos em água destilada a uma temperatura de 37°, encontramos na literatura que os valores aumentam ao longo do tempo, pois eliminamos o fator de degradação das enzimas endógenas. (Kim et al., 2014)

O nosso experimento, avaliou a desproteínização com ambas as substâncias oxidantes, através dos ensaios de MT e PO, o teste de PO apresentou alteração dos valores de força de adesão comparando imediatamente e após 6 meses, um fator relevante a respeito deste resultado obtido é quanto à degradação da matriz orgânica do colágeno através da ação das MMPs cisteíno-catepsinas, degradando a estrutura que é a base do processo adesivo dentinário (Kim et al, 2014).

A alteração obtida através da análise imediata no teste de PO, pode ser explicada através da não utilização de um retentor intrarradicular para controlar a espessura do cimento resinoso no momento da cimentação, outra premissa neste caso com o uso do cimento resinoso preenchendo de forma hermética o interior do canal radicular foi o não controle da contração de polimerização, no momento da polimerização houve a contração desse material e isso pode ter afetado os valores dos testes de PO. Um trabalho de Pane et al., em 2013, considera que o conduto pode ser preenchido completamente pelo material a ser testado, pois não tem interfere na execução do teste, entretanto ele não realizou considerações a respeito de interferências no resultado do teste. Em nosso trabalho influenciou nos valores de força de adesão.

Ao contrário foi demonstrado no teste de MT, os valores obtidos não apresentaram tendência de queda na força de adesão como os apresentados no PO, pois nas amostras submetidas ao teste de MT, foi realizada a cimentação de um bloco de resina sobre a superfície dentinária após o tratamento específico de cada grupo, controlando a espessura do cimento e conjuntamente com a contração de polimerização.

Os resultados do teste de MT imediato, não obtivemos diferenças significativas entre os grupos, com base em demais trabalhos o tratamento de desproteinização não aumenta significativamente os valores de força de adesão no momento imediato do processo adesivo, relatos demonstram que os valores se mantêm inalterados ao longo do tempo, ao contrário da técnica convencional onde as enzimas endógenas



degradam o colágeno envolvido no processo adesivo deixando susceptível a falhas. (Saunders e Dutta, 2012).

O condicionamento com ácido fosfórico da superfície dentária remove a smear layer e torna a dentina microretentiva para receber o cimento ou adesivo. Nos testes de MT realizados em nosso estudo os resultados para o grupo AF não houve queda dos valores, embora não tenha sido estatisticamente significativa. Porém o mesmo não ocorreu ao grupo AF no teste de PO, os valores de força de adesão reduziram, podendo ser explicado pela contração de polimerização do cimento resino no interior do conduto radicular. A técnica restauradora empregada em ambos os testes teve influência significativa nos resultados.

A análise estatística dos dados relacionando o tratamento imediato e a longo prazo não foi realizada pelo número pequeno de amostras, de um total de 10 dentes por grupo, 8 foram utilizados para o teste imediato e apenas 2 dentes foram envelhecidos, que nos deram um número maior de palitos e discos de dentina. Todavia um maior número de amostras estão sendo envelhecidas para complementar os resultados do trabalho.

O padrão de falha foi observado com o uso do microscópio óptico, no teste de MT a maior porcentagem de falha adesiva ocorreu no grupo C, esta condição se explica em decorrência de ausência de tratamento prévio a dentina para a remoção da smear layer. A maior porcentagem de falha coesiva foi encontrada no grupo  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ , onde ocorreu o deslocamento do material restaurador porém o cimento resino ficou aderido à superfície dental, em detrimento da ausência de um retentor intrarradicular. A falha mista aconteceu em maior porcentagem

no grupo C, onde simultaneamente houve deslocamento do cimento da superfície dentária e fratura de parte do material restaurador.

Analizamos também o padrão de falha após o período de armazenamento de 6 meses das amostras do teste de MT, e encontramos a maior porcentagem de falha adesiva no grupo NaOCl, o que pode ser explicado pela reação química secundária que acontece com a formação de ácidos graxos no processo adesivo. (Baseggio et., 2009)

Para o teste de PO o padrão de falha encontrado na análise imediata foi que a maior porcentagem de falha adesiva se deu no grupo AF, em detrimento da contração de polimerização, e degradação da matriz colágena. A falha do tipo coesiva se procedeu em maior porcentagem no grupo  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ , observamos deslocamento do cimento resinoso das paredes do conduto, porém não totalmente dos túbulos dentinários, esse deslocamento das paredes pode ser explicado pela contração de polimerização ocorrida através de ausência de um núcleo intraradicular, não obtendo assim controle da espessura padrão do cimento para que não ocorra a contração de polimerização. A falha do tipo mista foi observada em maior porcentagem no grupo C, em suma por associação de fatores: a ausência do tratamento de superfície, oclusão dos túbulos dentinários pela smear layer e o fator da contração de polimerização.

Após o período de envelhecimento, as amostras de PO apresentaram os seguintes padrões de falha: apenas um grupo apresentou falha do tipo adesiva o NaOCl, assim como descrito no teste de MT, reação química secundária, liberação de ácidos graxos e comprometimento do protocolo adesivo. A falha coesiva se apresentou em maior porcentagem no grupo  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  similarmente ao teste de MT,

e a falha mista se apresentou com ênfase no grupo C, através da ausência de tratamento de superfície e contração de polimerização.

## **CONCLUSÕES**

O tratamento com  $\text{Ca(OCl)}_2$  e  $\text{NaOCl}$  não interferiu na força de adesão do cimento autoadesivo U200 aos substratos dentinário coronário e radicular, avaliados através do teste de MT e PO, tanto para 24 horas quanto para o envelhecimento.

## REFERÊNCIAS

ACAR, O.; TUNCER, D.; CELIK, C. The effect of dentin desensitizers and Nd:YAG laser pre-treatment on microtensile bond strength of self-adhesive resin cement to dentin. *J Adv Prosthodont.* v.6, 2014, p. 88–95.

AGUILERA, F.S.; OSORIO, E.; MOURA, P.; TOLEDANO, M. Bonding efficacy of acetone based etch and rise adhesive after dentin deproteinization. *Med oral patol oral cir bucal*, Julho, 2012.

ARIAS, V.G., CASTRO, A.K.B., PIMENTA, L.A., Effects of sodium hypochlorite gel and sodium hypochlorite solution on dentin bond strength. *Journal of Biomedical Materials Research*, v.72, Fev 2005, p. 339-344.

BALBINOT, M.M. Resistência à união entre resina e dentina desproteínizada com substâncias oxidantes. Monografia (Especialização em Dentística) – Faculdade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2009.

BASEGIO, W.; CONSOLMAGNO, E.C.; CARVALHO, F.L.N.; UEDA, J.K.; SCHMITT, V.L.; FORMIGUIERI, L.A.; NAUFEL, F.S. Effect of deproteinization and tubular occlusion on microtensile bond strength and marginal microleakage of resin composite restorations. *Journal Appl. Oral Sci.* v.17,n.5, 2009, p.462-466.

BLATTES, GABRIELA BESS FERRAZ. Citotoxicidade e Biocompatibilidade de Soluções Irrigadoras a base de Hipoclorito de Cálcio: Estudo *in vitro* e *in vivo*. 2015. 41 f. Dissertação de Mestrado - Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

BRAZ, R; CAMPOS, G.B; MARTINS, M.da S; RIBEIRO, A.I.A.M; GUÊNESI, G.M.T; DENTASIV, D.R.E; CAVALCANTI, A.L. Influência da Remoção de Colágeno sobre a Resistência de União de Adesivos Autocondicionantes. *Pesquisa Brasileira em Odontopediatria e Clínica Integrada*, Universidade Federal da Paraíba, v.9. nº 1, jan\abril, 2009, p. 49-54.

BONDAN, C.F. Influência do EDTA sobre a resistência à união entre resina e dentina após a remoção do colágeno com hipoclorito de cálcio. Monografia (Especialização em Dentística) – Faculdade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2009.

CAMARGO, M.A.; SILVEIRA, B.L.; DELFINO, C.S.; ZARONI, W.C.S.; MATOS, A.D. Ensaio de Microtração: uma revisão crítica da literatura. *Rev. Inst. Ciências Saúde*, v. 25 n.3, 2007, p. 313-318.

CARVALHO, R.M.; CIUCCHI, B.; SANO, H.; YOSHIYAMA, M.; PASHLEY, D.H. Resin diffusion demineralized dentin matrix. *Rev. Odontol Univ São Paulo*, v.13, n.4,1999, p.417-424.

CASTELLAN, C.S.; CARDOSO, P.E.C. Comparação dos ensaios de microtração, push-out e pull-out na avaliação da adesão entre pino de fibra e dentina radicular por meio da mensuração da resistência de união. *Rev. de Pós Graduação da Faculdade de Odontologia Universidade de São Paulo*, v. 18, n.3, 2011, p.127-133.

CECCHIN, D.; FARINA, A.P.; GALAFASSI, D.; BARBIZAM, J.V.; CORONA, S.A.; CARLINI-JÚNIOR, B. Influence of sodium hypochlorite and edta on the microtensile bond strength of a self-etching adhesive system. *J. Appl Oral Sci*, v.18, n.4, 2010, p.385-389.

CORNIATI, F. A.; RODRIGUES, J. R.; TORRES, C. R. G.; Influência do tipo de sistema adesivo na resistência de união à dentina desproteinizada. *Revista de Odontologia da UNESP*, v.35, n.3, 2006, p.113-118.

CORRER, G.M.; ALONSO, R.C.B., PUPPIN RONTANI, R.M.; CORRER SOBRINHO, L., SINHORETI, M.A. Marginal and internal adaption of composite restorations using a resin liner on deproteinized substrate. *Acta Odontologica Scandinavica*, v.63, 2005, p.227-232.

CORRER, G.M. ; ALONSO, R.C.B.; GRANDO,M.F.; BORGES,A.F.S.; PUPPIN-RONTANI, R.M. Effect of sodium hypochlorite on primary dentin – A scanning electron microscopy (SEM) evaluation. *J Dent*. v.34, n.7, 2006, p. 454-459.

COSTA, M. A. S., Influência do Hipoclorito de Cálcio sobre a resistência de união entre a resina composta e dentina. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Faculdade de Odontologia de Passo Fundo, Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2012.

DE ALMEIDA, A.P.; SOUZA, M.A.; MIYAGAKI, D.C.; BELLO, Y.D.; CECCHIN, D.; FARINA, A.P. Comparative evaluation of calcium hypochlorite and sodium hypochlorite associated with passive ultrasonic irrigation on antimicrobial activity of a root canal system infected with enterococcus faecalis: an in vitro study. *Journal of Endodontics*, v.40, n.12, December 2014, p. 1953-1957.

DEDAVID, B.A.; GOMES, C.I., MACHADO, G. Microscopia eletrônica de varredura – Aplicações e preparação de amostras. Edição CEMM, Ideia – PUCRS, Porto Alegre, 2007.

DE MUNK, J.; ERMIS, R.B. ; KOSHIRO, K.; INOVE, S.; IKEDA, T.; SANO, H.; VAN LANDUYT, K.L.; VAN MEERBEEK, B. NaOCl degradation of a HEMA- free all-in-one adhesive bonded to enamel and dentin following two air-blowing techniques. *J. Dent*, v.35, n.1, 2007, p 74-83.

DUARTE, P.B.P.G.; SILVA, E.M. Nanoleakage phenomenon on desproteinized human dentin. *J. Appl Oral Sci*, v.15, n.4, 2007, p.285-291.



DUTTA, A.; SAUNDERS, WP.; Comparative Evaluation of Calcium Hypochlorite and Sodium Hypochlorite on Soft-tissue Dissolution. *Journal of Endodontics*, v. 38, 2012, p.1395-1398.

ERHARDT, M.C.; OSORIO, E.; AGUILERA, F.S.; PROENÇA, J.P.; OSORIO, R.; TOLEDANO, M. Influence of dentin acid-etching and NaOCl – treatment on bond strengths of self-etching adhesives. *Am J. Dent*, v.21, n.1, 2008, p.44-48.

ELIAS, C.N.; LOPES, H.P. Ensaio Mecânicos – Metodologia Científica- ensino e pesquisa em odontologia. Carlos Estrela, Artes Médicas, 1ª Edição, 2001, p. 251-273.

ESTRELA, C. Metodologia Científica- ensino e pesquisa em odontologia. 1.ed. São Paulo: Artes Médicas, 2001, 268p.

FERREIRA, M.B.D.C.; CARLINI JR,B.; GALAFASSI,D.; GOBBI,D.L. Calcium Hypochlorite as a Dentin Deproteinization Agent: Microleakage, Scanning Electron Microscopy and Elemental Analysis. *Microscopy Research and Technique* 2015, p. 676-681.

GRAIFF, L.; RASERA, L.; CALABRESE.; VIGOLO,P. Bonding Effectiveness of Two Adhesive Luting Cements to Glass Fiber Posts: Pull-Out Evaluatin of Three Different Post Surface Conditioning Methods. *International Journal of Dentistry*, 2014.

KIM, Y.K.; MIN, B.K.; SON, J.S.; KIM, K.H.; KWON, T.Y. Influence of diferente drying methods on microtensile bond strength of self-adhesive resin cements to dentin. June, 2014.

LUHRS, A.K.; GUHR, S.; GUNAY, H.; GEURTSEN, W.; Shear bond strength of self adhesive resins compared to resin cements with etch and rise adhesives to enamel and dentin in vitro. *Clin Oral Investig.* 2010. Apr; 14(2):193-9.

MONTICELLI, F.; OSORIO, R.; MAZZITELLI, C.; FERRARI, M.; TOLEDANO, M. Limited decalcification/diffusion of self adhesive cements into dentin. *J. Dent Rest.* 2008 Oct;87(10):974-9.

NAKABAYASHI, N.; NAKAMURA, M.; YASUDA, N. Hybrid Layer as a Dentin Bonding Mechanism. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, v.3, 1991, p.133-138.

NASSIF, M.S.; EL-KORASHY, D. I. Phosphoric acid/ sodium hypochlorite mixture as dentin conditioner: a new approach. *J. Adhes Dentin*, v.11, n.6, 2009, p.455-460.

PERDIGÃO, J.; LOPES, M.; GERALDELI, S.; LOPES, G. C.; GARCIA – GODOY, F. Effect of a sodium hypochlorite gel on dentin bonding. *Dent Mater*, v.16, n.5, 2000, p.311-323.

PISANI-PROENÇA, J.; CAROLINA, M.; ERHART, G.; AMARAL, R.; VALANDRO, L.F.; BOTTINO,M.A.; CASTILHO-SALMERÓN, R.

Influence of diferente surface conditioning protocols on Microtensile bond strength of self-adhesive resin cements to dentin. *Prosthet Dentistry*, v.105, n.4, April 2011, p. 227-235.

PRATI, C.; CHERSONI, S.; PASHLEY, D.H. Effect of removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding. *Dent. Mater*, v.15, n.15, 1995, p.323-331.

RAVISHANKER, P.; CHAITANYA, K.; Avaliação in vitro da desproteínização na infiltração marginal de restaurações de resina por meio de três agentes de ligação. *Dent Res J*, v.9, Jul- Ago, 2012, p.452-459.

SATO, H.; MIYAZAKI, M.; MOORE, B, K. Influence of NaOCl treatment of etched and dried dentin surface on bond strength and resin infiltration. *Oper Dent*, v.30, n.3, 2005, p.353-358.

SAKAGUCHI, R.L.; POWERS, J.M. Craig – Materiais Dentários Restauradores. 13ª Edição, Elsevier Editora Ltda, Rio de Janeiro 2012. 106p.

SAURO, S.; MANNOCCI, F.; TAY, F.R.; PASHLEY, D.H.; COOK, R.; CARPENTER, G.H.; WATSON, T.F. Deproteinization effects of NaOCl on acid-etched dentin in clinically- relevant vs prolonged periods of application. A confocal and environmental scanning electron microscopy study. *Oper Dent*, v.34, n.2, 2009, p.166-173.

SOWMYA, SHETTY, MITRA, B., SURESHCHANDRA, B. Desproteínização da dentina e microinfiltração ao redor de restaurações de resina classe V. *Journal of Dentistry*, v.11, n.1. 2008, p. 11-15.

SPAZZIN, A.O.; GALAFASSI, D.; CECCHIN, D.; LAZZARETTI, D.N.; GONÇALVES, L.S.; CARLINI JR, B. Influência da desproteínização e da umidade sobre o substrato dentinário na microinfiltração em restaurações de resina composta. *RFOUPF*, v. 12, n. 2, 2007, p. 47-52.

SABOIA, V.P.A.; NATO, F.; MAZZON, A.; ORSINI, G.; PUTIGNANO, A.; GIANNINI, M.; BRESCHI, L. Adhesion of a two-step etch- and- rinse adhesive on collagen depleted dentin. *J. Adhes. Dentin*, v.10, n.6, 2008, p.419-422.

SAURO, S.; MONNOCCI, F.; TOLEDANO, M.; OSORIO, R.; PASHLEY, D.H.; WATSON, T.F. EDTA or H<sup>3</sup>PO<sub>4</sub>/ NaOCl dentine treatments may increase hybrid layer's resistance to degradation: A microtensile bonds strength and confocal – micropermeability study. *J Dent*, v.37, n.4, 2009, p.279-288.

TJÄDERHANE, L.; NASCIMENTO, F.D.; BRESCHI, L.; MAZZONI, A.; TERSARIOL, I.L.S.; GERALDELI, S.; TERVERGIL-MUTLUAY, A.; CARRILHO, M.; CARVALHO, R.M.; TAY, F.R.; PASHLEY, D.H. Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer – A review. *Dental Materials*. V. 29, 2013, p. 999-1011.

TOLEDANO, M.; PERDIGÃO, J.; OSORIO, R.; OSORIO, E. Effect of dentin deproteinization on microleakage of class V composite restorations. *Oper Dent*, v.25, n.6, 2000, p.497-504.

TORRES, C.R.G.; BARCELLOS, D.C.; BATISTA, G.R.; PUCCI, C.R.; ANTUNES, M.J.S.; LA CRUZ, D.B.; BORGES, A.B. Five year clinical performance of the dentine Deproteinization Technique in non-carious cervical lesions. *Journal of Dentistry*. v.42, 2014, p.816-823.

TÜRKER, S.A; UZUNOGLU, E.; YILMAZ, Z. Effects of moisture on the dentin bond strength of a fiberglass pins cemented with different resin adhesive materials. *Restor Dent Endod*. v.4, n.38, 2013, p. 234-240.

TWOMEY, J.O.; ABDELAZIZ,K.M.; COMBE,E.C.; ANDERSON,D.L. Calcium hypochlorite as a disinfecting additive for dental stone. *J. Prosthet Dent*, v.90,n.3, 2003, p.282-288.

UCEDA-GÓMEZ, N.; REIS, A., CARRILHO, M.R.O., LOGUERCIO, A.D., RODRIGUEZ FILHO, L.E. Effect os sodium hypochlorite on the bond strength of adhesive system to superficial and deep dentin. *Journal App. Oral Sci*. v.11, n.3 July/Sept. 2003.

YAMAZAKI, P.C.N.V.; BEDRAN-RUSSO, A.K.B.; PERGIRA, P. N. R. The effect of load cycling on nanoleakage of deproteinized resin dentin interfaces as a function of time. *Dent Mater*, v.24, n.7, 2008, p.867-873.

YUI, K.C.K.; CARA ARAÚJO, F. B.; RIBEIRO, C.F.; GONÇALVES, S.E.P.; TORRES, C.R.G. Efeito do tratamento dentinário com hipoclorito de sódio pós condicionamento ácido na resistência adesiva de restaurações em resina composta. *Revista Odonto*, v.17, n.34, 2009, p.13-17.

## **APÊNDICE**

### **ARTIGO CIENTÍFICO**

O artigo apresentado desta dissertação segue as normas do periódico *Journal of Dental Science*, para o qual será submetido à publicação.

## **INFLUÊNCIA DO USO DO HIPOCLORITO DE CÁLCIO NA FORÇA DE ADESÃO DE CIMENTO AUTOADESIVO AO SUBSTRATO DENTINÁRIO CORONÁRIO E RADICULAR**

Nájua E. Schneider <sup>1</sup>, Matheus A. Souza <sup>1</sup>

<sup>1</sup> Faculdade de Odontologia, Programa de Pós Graduação em Odontologia, Universidade de Passo Fundo.

### **ABSTRACT**

This study evaluated the effect of different solutions for deproteinization of dentin organic matrix in the bond strength of self-adhesive cement to dentin, immediate and long-term. Using 40 human third molars divided into 4 groups. G1MT- (control) without surface treatment. G2MT- control (+) 37% phosphoric acid for 20 sec. G3MT- treatment with NaOCl 10% for 30 seconds. G4MT- treatment CaOCl 10% for 30 seconds. All teeth received a restoration in composite resin (3mm high) cemented with U200. After restoration, the crowns were sectioned to obtain sticks of 1 mm<sup>2</sup> area and submitted to microtensile test (MT). For the test push out (PO) 40 human maxillary incisors were used. The teeth were divided into groups according to treatment (G5Po, G6Po, G7Po and G8Po) described previously. After the filling of the U200 with the roots were sectioned to obtain 1 mm thick dentin disks which were subjected to the DB test. Two teeth of each group were stored in

distilled water at 37 for 6 months. The values obtained in the MT and OP tests were expressed in MPa and statistically analyzed by ANOVA factor 1 ( $p < 0.05$ ). Conducted evaluation of the fracture pattern by light and electron microscopy is that the failures were classified as adhesive, mixed and cohesive. MT values showed no downward trend as the PO, the treatment with hypochlorite did not affect the bond strength.

Key Words: deproteinization, calcium hypochlorite, self-adhesive cement

## **INTRODUÇÃO**

A adesão ao tecido dentinário é baseado em hibridação, e ocorre devido à penetração dos monômeros de resina dentro da trama de colágeno exposta por ataque, formando uma camada híbrida. A evolução dos materiais e técnicas adesivas nos últimos anos é considerável, e o foco principal tem sido a simplificação dos procedimentos clínicos. Atualmente, eles têm sido desenvolvidos materiais auto-adesivos capaz de dispensar as etapas de condicionamento e sistema de aplicação do adesivo. No entanto, quando aplicado diretamente à dentina, estes materiais desenvolver significativamente menor força de adesão aos valores médios desenvolvidos por adesivos ou técnica de ataque molhado.

Nakabayashi (9) relata que a penetração do sistema adesivo, o colagénio exposto através do ácido aplicada é insuficiente, deixando espaços vazios no interior da rede de colagénio, que pode resultar na sua degradação. Para resolver este problema têm sido propostos a remoção do colagénio. A degradação das fibrilhas de colagénio e componentes resinosos levar a degradação da camada de híbrido e, conseqüentemente,



a perda de força de adesão à dentina ao longo do tempo, resultando em falha do tratamento restaurativo. Muitas pesquisas têm sido desenvolvidas para melhorar a durabilidade dos procedimentos adesivos, agindo sobre os mecanismos responsáveis pela degradação do colágeno, como o uso de inibidores da enzima tais como metaloproteinases (MMP) e cisteína-catepsinas. (10).

O uso de hipoclorito de sódio a 5% durante 1 minuto, parece resultar em aumento significativo destes valores de associação, que se torna a superfície microretentiva, semelhante ao esmalte. O hipoclorito de sódio tem como uma desvantagem o processo de colagem na produção de ácidos gordos resultantes de reações secundárias químicas após a aplicação, o que impede a polimerização completa de materiais resinosos. Alternativamente, outros propuseram a utilização de hipoclorito de cálcio, que, durante o processo de ligação não produz ácidos gordos provenientes de reações secundárias após a aplicação.

A utilização de Ca (OCl) 2, após a aplicação de ácido fosfórico e antes de o sistema adesivo resinoso (2) avaliar a substância com e sem a utilização de EDTA. Observou-se que não há necessidade de aplicação para a remoção de resíduos de Ca (OCl)<sup>2</sup> (4). A utilização deste tratamento de superfície antes da aplicação de cimento adesivo é de grande valor, uma vez que tem o potencial CaOCl para remover a matéria orgânica a partir da superfície da dentina, que poderia beneficiar destes materiais, melhorando a resistência da ligação à dentina.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

### **Delineamento Experimental**

O presente trabalho apresenta dois fatores em estudo: **tratamento de superfície dentinário**, em quatro níveis: a) técnica convencional (grupo controle); b) condicionamento ácido fosfórico (controle positivo) c) desproteinização com  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  (grupo 3) e; d) desproteinização com  $\text{NaOCl}$  (grupo 4), e o **envelhecimento**, que se deu pela imersão das amostras em água destilada por um período de 6 meses. As amostras foram obtidas através da confecção de palitos com  $1 \text{ mm}^2$  de área de secção transversal e serão submetidos ao ensaio de microtração (MT) e discos de dentina radicular de 1 mm de espessura para o ensaio de *pushout* (PO), até ocorrer a fratura ou deslocamento. Após os ensaios, a força de adesão foi calculada, e expressa em Mpa. A análise estatística se deu pelos testes de Anova e Shapiro-Wilk com 5% de significância.

### **Seleção e preparo dos dentes**

Este projeto foi encaminhado e aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade de Passo Fundo (UPF). Foram selecionados 40 terceiros molares e 40 dentes anteriores superiores humanos no Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia da UPF. Os elementos dentários foram limpos com curetas periodontais (Gracey/Duflex – São Paulo, SP, Brasil), posteriormente submetidos a uma profilaxia com taça de borracha e pedra pomes, para remover qualquer impureza, em seguida armazenados em água destilada, por um período de 6 meses a uma temperatura de  $37^\circ$  até o término da fase laboratorial.

## **Metodologia do Ensaio de Microtração**

### **Inclusão e corte dos Dentes**

Os 40 molares selecionados foram incluídos em resina acrílica incolor (JET/ Clássico/ São Paulo/SP). Para isto, os dentes foram medidos através de um paquímetro digital e marcados sobre a superfície radicular com caneta 2,0 mm abaixo do limite amelocementário. Em seguida, os dentes foram presos a placas de cera utilidade (Polidental – Curitiba- PR, Brasil) com as raízes voltadas para cima. Cilindros de PVC (Tigre – Joinville- SC, Brasil), com 25 mm de diâmetro por 20 mm de altura foram posicionados concentricamente às raízes e no seu interior foi vertido a resina acrílica. Após a limpeza da cera com água morna e gaze, os dentes foram armazenados em água destilada.

Os dentes foram seccionados por um disco diamantado de dupla-face (EXTEC/ Extec Corp, Enfield, EUA), refrigerado com água, a velocidade de 300 rpm, em cortadora metalográfica (Struers Minitom - Copenhagen, Dinamarca). Este procedimento foi realizado com o objetivo de expor as superfícies planas de dentina coronária, de profundidade média.

### **Divisão em grupos e tratamento de superfície para o ensaio de microtração**

Os espécimes obtidos como descrito anteriormente foram divididos aleatoriamente em 4 grupos (n =10) de acordo com o tratamento de superfície a ser realizado.

**C<sub>MT</sub>**- (controle) – a superfície dentinária não recebeu nenhum tratamento prévio, apenas o cimento resinoso U200.

**AF<sub>MT</sub>** – controle (+) – a superfície foi condicionada com ácido fosfórico a 37% durante 20s.

**NaOCl<sub>MT</sub>** – tratamento de superfície com a solução desproteinizante de NaOCl 10 % durante 30 s, lavagem com jatos de água por 20s e secagem com jato de ar por 20s;

**Ca(OCl)<sub>2MT</sub>** – tratamento de superfície com a solução desproteinizante de Ca(OCl)<sub>2</sub> 10 % durante 30 s, lavagem e secagem com jatos de ar por 20s.

Após os tratamentos, os espécimes receberam uma restauração em forma de bloco maciço de resina composta, a qual foi construída formando-se um platô de 3 mm de altura, a qual foi construída com o auxílio de uma matriz. As restaurações foram cimentadas nos dentes com cimento resino autoadesivo U200 (3M ESPE – Sumaré, Brasil) e fotopolimerizado por 40s.

#### **Obtenção dos corpos de prova para o ensaio de microtração**

Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°, por 24 horas. Em seguida as amostras foram posicionadas no suporte da cortadeira metalográfica (Struers Minitom - Copenhagen, Dinamarca). Utilizando um disco diamantado dupla face (EXTEC/ Extec Corp. Enfield, EUA), e sob irrigação, foram realizados cortes sequenciais, paralelos ao longo eixo dos espécimes, com espessuras de 1,0mm, nos sentidos méso-distal e vestibulo-lingual. Após esses espécimes foram

separados da base de resina acrílica através de um corte transversal, obtendo com isso palitos de resina composta/cimento resinoso autoadesivo/dentina, de aproximadamente, 6 mm de altura e 1mm<sup>3</sup> de área.

### **Ensaio de Microtração**

Os palitos obtidos foram fixados em um dispositivo metálico, desenvolvido para esse tipo de ensaio, o qual foi acoplado a uma máquina de ensaios universal (EMIC DL 2000- São José dos Pinhais, Brasil). Os palitos foram aderidos individualmente, com a utilização de um adesivo de cianocrilato (Superbonder – 3M, Sumaré- SP, Brasil), no longo eixo do dispositivo metálico. Para o ensaio de microtração foi utilizada uma velocidade de 0,5 mm/min até ocorrer a fratura. Os valores de força foram registrados em Newton (N) enquanto as medidas de espessura e largura das amostras foram verificadas com paquímetro digital (Mitutoyo Sul Americana, São Paulo-SP, Brasil). Ambos foram usados para cálculo da área em mm<sup>2</sup>, conforme a fórmula descrita a seguir:

$$\mathbf{R \text{ (resistência) MPa} = F \text{ (força) N} / A \text{ (área) mm}^2.$$

Sendo que o R corresponde à resistência, F a força e A sendo a área.

Em cada grupo 8 dentes foram utilizados para avaliação imediata, os 2 dentes restantes foram armazenados em estufa a 37°, imersos em água destilada por um período de 6 meses, para avaliação mediata.

## **Metodologia do Ensaio de Push Out**

### **Inclusão e corte dos Dentes**

Os dentes anteriores foram utilizados para o ensaio de PO. A superfície radicular dos dentes foi marcada com caneta 2,0 mm abaixo do limite amelocementário e os dentes foram seccionados por um disco diamantado de dupla-face (EXTEC/ Extec Corp, Enfield, EUA), refrigerado com água, a uma velocidade de 300rpm, em cortadora metalográfica (Struers Minitom - Copenhagen, Dinamarca).

O canal endodôntico foi alargado com brocas de Gattes Gliden, sequência do preparo, 4,3,2, e os canais foram lavados com 10 ml EDTA 17% para remoção da smear layer gerada. As amostras foram então divididas para o tratamento de superfície conforme descrito a seguir:

**C<sub>PO</sub>**- (controle)- a superfície dentinária não recebeu nenhum tratamento prévio.

**AF<sub>PO</sub>**- controle (+) - a superfície foi condicionada com ácido fosfórico a 37% 20s.

**NaOCl<sub>PO</sub>**- tratamento de superfície com a solução desproteinizante de NaOCl 10 % durante 30 s, lavagem com jatos de água por 20s e secagem com jato de ar por 20s;

**Ca(OCl)<sub>2PO</sub>**- tratamento de superfície com a solução desproteinizante de Ca(OCl)<sub>2</sub> 10 % durante 30 s, lavagem e secagem com jatos de ar por 20s.

Após o tratamento realizado o preenchimento hermético de toda a porção radicular com cimento resinoso autoadesivo U200 (3M ESPE –

Sumaré, Brasil) segundo as recomendações do fabricante e fotopolimerizado por 40 segundos.

#### **Obtenção das amostras para o teste de Push Out**

Os dentes submetidos ao ensaio de PO, tiveram a porção radicular seccionada na forma de fatias com 1 mm<sup>2</sup> de área. Para isso foi utilizado um disco diamantado dupla-face (Extec, Enfield-CT, Estados Unidos) posicionado a uma cortadeira metalográfica (Struers Minitom - Copenhagen, Dinamarca), e os cortes foram confeccionados nas porções: coronária, terço médio e terço apical, gerando 3 fatias radiculares de cada amostra.

#### **Teste de Push Out**

Cada terço teve suas dimensões aferidas com um paquímetro digital. Os espécimes foram colocados em um compartimento próprio em que a área que seria a base, foi posicionada voltada para cima, de forma invertida. Após serem posicionadas em uma máquina de ensaios universal (EMIC DL 2000- São José dos Pinhais, Brasil), uma ponta metálica foi posicionada no centro do espécime, e aplicou-se uma carga para que ocorresse o deslocamento do material resinoso internamente ao conduto radicular. A fratura foi constatada quando o mesmo foi deslocado do interior do conduto radicular. A força de adesão foi calculada através dos valores de força registrados em Newton (N) no acontecimento da extrusão, os quais foram divididos pela área adesiva (mm<sup>2</sup>), da fatia seguindo a fórmula a seguir:

$$\text{Área Adesiva} = (2\pi r) \times e$$

Sendo  $\pi$  a constante 3,1416,  $r$  o raio da área com U200 e  $e$  espessura da fatia.

Em cada grupo 8 dentes foram utilizados para avaliação imediata, os 2 dentes restantes foram armazenados em estufa a 37°, imersos em água destilada por um período de 6 meses, para avaliação mediata.

## RESULTADOS

Os dados obtidos para cada dente nos testes de MT e PO, avaliados tanto em 24 horas quanto após envelhecimento (imersos em água destilada por um período de 6 meses), foram separadamente submetidos a análise de variância (ANOVA) de 1 fator com nível de significância de 5% seguido de teste de Scheffe post hoc apenas para os dados de push out.

Inicialmente, foi observada normalidade para todos os grupos segundo o teste de Shapiro-Wilk. Para a força de adesão a MT, o teste ANOVA de 1 fator mostrou que não há diferença significativa entre os grupos quando avaliados em 24 horas ( $p = 0,1596$ ). Também para os resultados preliminares do teste de MT obtidos após 6 meses não foi observada diferença significativa entre os grupos avaliados ( $p = 0,4465$ ). Os resultados estão mostrados na Tabela 2.

Tabela 2 – Média (MPa) (desvio padrão) da resistência de união à microtração avaliada em 24 horas e após 6 meses de envelhecimento para os grupos testados.



<b>Tratamento de superfície</b>	<b>24 h</b>	<b>6 meses</b>
<b>C</b> MT	5,97 (2,34) <sup>a</sup>	4,22 (1,38) <sup>A</sup>
<b>AF</b> MT	6,61 (2,50) <sup>a</sup>	7,18 (0,04) <sup>A</sup>
<b>NaOCl</b> MT	4,16 (1,41) <sup>a</sup>	5,68 (0,45) <sup>A</sup>
<b>Ca(OCl)<sub>2</sub></b> MT	6,49 (2,89) <sup>a</sup>	9,18 (5,53) <sup>A</sup>

*Letras minúsculas e maiúsculas iguais indicam médias estatisticamente similares para 24 h e após 6 meses, respectivamente ( $p > 0,05$ ). C: controle, AF: ácido fosfórico, NaOCl: hipoclorito de sódio, Ca(OCl)<sub>2</sub>: hipoclorito de cálcio*

Os resultados mostram que, em 24 horas, o grupo com menor valor de resistência de união foi o NaOCl, porém não existe diferença significativa nas médias entre os grupos. Apesar de não ter sido observada diferença entre grupos, muito provavelmente em função do reduzido número de amostras, os resultados mostram uma tendência de queda para o grupo C após 6 meses de estocagem. De forma contrária, os grupos AF, NaOCl e Ca(OCl)<sub>2</sub> não apresentaram grande variação nos valores de resistência de união, mas um pequeno aumento foi observado, apesar de não ter sido observada diferença significativa. Os dados serão complementados em análises futuras e diferenças significativas são esperadas principalmente para o C.

Já para o teste de PO, foram observadas diferenças entre os grupos quando avaliados em 24 horas ( $p = < 0,0001$ ). O grupo NaOCl apresentou valores significativamente diferentes dos grupos AF ( $p = 0,008$ ) e Ca(OCl)<sub>2</sub> ( $p = 0,0010$ ), porém foi semelhante ao grupo C ( $p = 0,2689$ ). Os grupos C, AF e NaOCl não mostraram diferença significativa. Os resultados são mostrados na Tabela 3 a seguir.

Tabela 3 – Média (MPa) (desvio padrão) da resistência de união ao teste de pushout avaliada em 24 horas e após 6 meses de envelhecimento para os grupos testados.

<b>Tratamento de superfície</b>	<b>24 h</b>	<b>6 meses</b>
<b>C</b> PO	5,26 (1,35) ab	3,12 (1,27) A
<b>AF</b> PO	3,44 (1,02) b	1,52 (0,57) A
<b>NaOCl</b> PO	6,53 (0,46) a	3,25 (0,01) A
<b>Ca(OCl)<sub>2</sub></b> PO	3,60 (1,57) b	2,75 (0,14) A

*Letras minúsculas e maiúsculas iguais indicam médias estatisticamente similares para 24 h e após 6 meses, respectivamente ( $p > 0,05$ ). C: controle, AF: ácido fosfórico, NaOCl: hipoclorito de sódio, Ca(OCl)<sub>2</sub>: hipoclorito de cálcio*

Os resultados dos padrões de falha para o ensaio de MT o grupo C obteve 40% de falha adesiva, 40% de falha coesiva e 20% de falha mista. O AF obteve 69% de falha coesiva, 16% de falha mista e 13% de falha adesiva. No grupo NaOCl obtivemos 57% de falha coesiva, 5,8% de falha mista e 36% de falha adesiva. No Ca(OCl)<sub>2</sub> obtivemos 78% de falha coesiva, 18% de falha adesiva e 3,1 % de falha mista.

As falhas encontradas nos dentes que foram envelhecidos de acordo com o seu grupo são C 75% de falha coesiva, 25% de falha adesiva, o AF 71% de falha coesiva, 28% de falha mista. O NaOCl 54% de falha coesiva, 36% de falha adesiva e 9% de falha mista. E por fim o Ca(OCl)<sub>2</sub> 83% de falha coesiva, 11% de falha adesiva e 5,5% de falha mista.

A análise do padrão de falha para o teste de PO se deu da mesma forma, o C obtivemos 51% de falha mista, 41% de falha coesiva e 6,8% de falha adesiva. No AF obtivemos 61% de falha coesiva, 20% de falha mista e 17% de falha adesiva. No grupo NaOCl obtivemos 62% de falha coesiva, 26% de falha mista e 11% de falha adesiva. No  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  obtivemos 84% de falha coesiva, 10% de falha adesiva e 4,3% de falha mista.

Os dentes que passaram pelo período de envelhecimento, no teste de PO obtivemos os seguintes resultados C 54% de falha coesiva e 45% de falha mista. No AF 77% de falha coesiva e 22% de falha mista. No NaOCl obtivemos 72% de falha coesiva, 18% de falha mista e 9% de falha adesiva. E no grupo  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  86% de falha coesiva e 13% de falha mista.

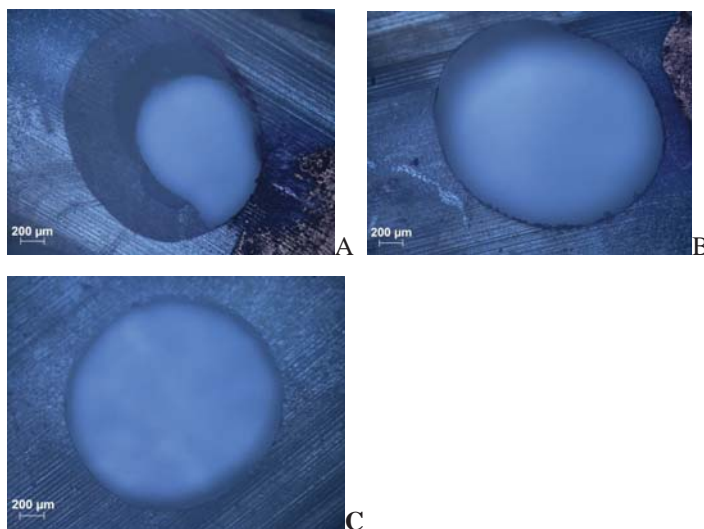
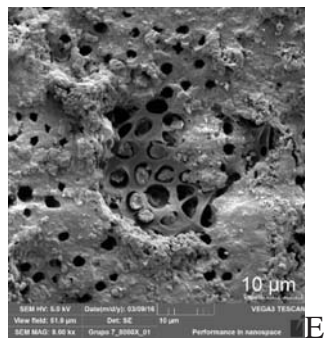
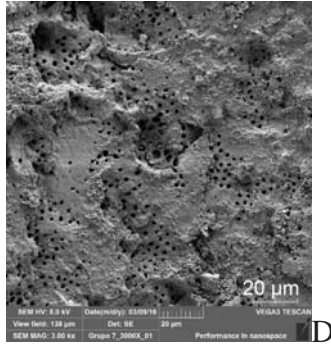
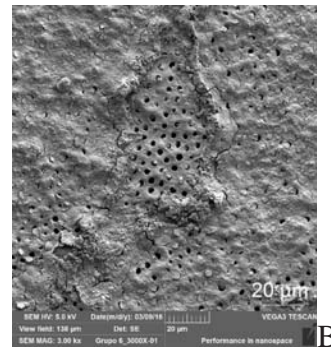
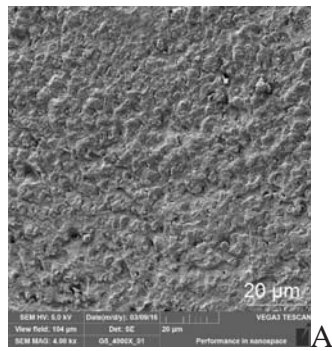


Figura A: Microscopia óptica, teste de PO, falha mista;

Figura B: Microscopia óptica, teste de PO, falha coesiva;

Figura C: Microscopia óptica, teste de PO, falha adesiva;

**MEV**



A: mev do grupo C; B: mev do grupo AF 37%; C: mev do grupo AF 37%; D:  
mev do grupo  $\text{Ca(OCl)}_2$  10%; E: mev do grupo  $\text{Ca(OCl)}_2$

## **DISCUSSÃO**

Nosso trabalho avaliou o tratamento de superfície dentinário como alternativa para a premissa de o elo fraco do processo restaurador ser a matriz colágena, para muitos pesquisadores é considerada uma barreira a ser transposta durante o procedimento adesivo restaurador, pela sensibilidade da técnica e a dificuldade do sistema adesivo penetrar completamente entre a trama de fibrilas colágenas obtendo com isso retenção friccional. O fator operador é crucial na técnica de manutenção da matriz colágena com a umidade ideal, uma vez que não ocorra o colapamento destas fibrilas reduzindo a força de adesão (1)-(3). Testamos a influência do tratamento com CaOCl na força de adesão um cimento autoadesivo ao substrato dentinário imediatamente e a longo prazo.

Utilizamos um cimento resinoso autoadesivo RelyX U200 pois o mesmo não necessita de nenhum tratamento prévio da dentina, segundo informações do fabricante, as vantagens incluem a redução do número de passos clínicos, diminuição da sensibilidade da técnica e menor índice de erros processuais ao longo do tratamento. Este cimento possuiu força de adesão significativamente maior em condições de dentina seca, por isso a associação deste cimento com o tratamento de desproteinização. Em nosso trabalho observamos um pequeno aumento nos valores de força de adesão, apesar desta não ter sido significativa, talvez pelo curto período de armazenamento 6 meses, imersos em água destilada a uma temperatura de 37°, encontramos na literatura que os valores aumentam ao longo do tempo, pois eliminamos o fator de degradação das enzimas endógenas. (6)

O nosso experimento, avaliou a desproteínezão com ambas as substâncias oxidantes, através dos ensaios de MT e PO, o teste de PO apresentou alteração dos valores de força de adesão comparando imediatamente e após 6 meses, um fator relevante a respeito deste resultado obtido é quanto à degradação da matriz orgânica do colágeno através da ação das MMPs cisteíno-catepsinas, degradando a estrutura que é a base do processo adesivo dentinário (6) (7-8)

A alteração obtida através da análise imediata no teste de PO, pode ser explicada através da não utilização de um retentor intraradicular para controlar a espessura do cimento resinoso no momento da cimentação, outra premissa neste caso com o uso do cimento resinoso preenchendo de forma hermética o interior do canal radicular foi o não controle da contração de polimerização, no momento da polimerização houve a contração desse material e isso pode ter afetado os valores dos testes de PO.

Ao contrário foi demonstrado no teste de MT, os valores obtidos não apresentaram tendência de queda na força de adesão como os apresentados no PO, pois nas amostras submetidas ao teste de MT, foi realizada a cimentação de um bloco de resina sobre a superfície dentinária após o tratamento específico de cada grupo, controlando a espessura do cimento e conjuntamente com a contração de polimerização. Os resultados do teste de MT imediato, não obtivemos diferenças significativas entre os grupos, com base em demais trabalhos o tratamento de desproteínezão não aumenta significativamente os valores de força de adesão no momento imediato do processo adesivo, relatos demonstram que os valores se mantêm inalterados ao longo do tempo, ao contrário da técnica convencional. (5).

O padrão de falha foi observado com o uso do microscópio óptico, no teste de MT a maior porcentagem de falha adesiva ocorreu no grupo C, esta condição se explica em decorrência de ausência de tratamento prévio a dentina para a remoção da smear layer. A maior porcentagem de falha coesiva foi encontrada no grupo CaOCl, onde ocorreu o deslocamento do material restaurador porém o cimento resino ficou aderido à superfície dental, em detrimento da ausência de um retentor intraradicular. A falha mista aconteceu em maior porcentagem no grupo C, onde simultaneamente houve deslocamento do cimento da superfície dentária e fratura de parte do material restaurador.

Analizamos também o padrão de falha após o período de armazenamento de 6 meses das amostras do teste de MT, e encontramos a maior porcentagem de falha adesiva no grupo NaOCl, o que pode ser explicado pela reação química secundária que acontece com a formação de ácidos graxos no processo adesivo. (3).

Para o teste de PO o padrão de falha encontrado na análise imediata foi que a maior porcentagem de falha adesiva se deu no grupo AF, em detrimento da contração de polimerização, e degradação da matriz colágena. A falha do tipo coesiva se procedeu em maior porcentagem no grupo CaOCl, observamos deslocamento do cimento resinoso das paredes do conduto, porém não totalmente dos túbulos dentinários, esse deslocamento das paredes pode ser explicado pela contração de polimerização ocorrida através de ausência de um núcleo intraradicular, não obtendo assim controle da espessura padrão do cimento para que não ocorra a contração de polimerização. A falha do tipo mista foi observada em maior porcentagem no grupo C, em suma por associação de fatores: a ausência do tratamento de superfície,



oclusão dos túbulos dentinários pela smear layer e o fator da contração de polimerização.

Após o período de envelhecimento, as amostras de PO apresentaram os seguintes padrões de falha: apenas um grupo apresentou falha do tipo adesiva o NaOCl, assim como descrito no teste de MT. A falha coesiva se apresentou em maior porcentagem no grupo CaOCl similarmente ao teste de MT, e a falha mista se apresentou com ênfase no grupo C, através da ausência de tratamento de superfície e contração de polimerização. O tratamento com hipoclorito de cálcio e sódio não interferiu na força de adesão do cimento autoadesivo U200 ao substrato radicular e coronário, tanto para 24 horas quanto para o envelhecimento.

## **CONCLUSÃO**

O tratamento com  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  e NaOCl não interferiu na força de adesão do cimento autoadesivo U200 aos substratos dentinário coronário e radicular, avaliados através do teste de MT e PO, tanto para 24 horas quanto para o envelhecimento.

## **REFERÊNCIAS**

- 1 ARIAS, V.G., CASTRO, A.K.B., PIMENTA, L.A., Effects of sodium hypochlorite gel and sodium hypochlorite solution on dentin bond strength. *Journal of Biomedical Materials Research*, v.72, Fev 2005, p. 339-344.
- 2 BALBINOT, M.M. Resistência à união entre resina e dentina desproteinizada com substâncias oxidantes. Monografia (Especialização

em Dentística) – Faculdade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2009.

3 BASEGIO, W.; CONSOLMAGNO, E.C.; CARVALHO, F.L.N.; UEDA, J.K.; SCHMITT, V.L.; FORMIGUIERI, L.A.; NAUFEL, F.S. Effect of deproteinization and tubular occlusion on microtensile bond strength and marginal microleakage of resin composite restorations. *Journal Appl. Oral Sci.* v.17,n.5, 2009, p.462-466.

4 BONDAN, C.F. Influência do EDTA sobre a resistência à união entre resina e dentina após a remoção do colágeno com hipoclorito de cálcio. Monografia (Especialização em Dentística) – Faculdade de Odontologia, Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2009.

5 DUTTA, A.; SAUNDERS, W.P.; Comparative Evaluation of Calcium Hypochlorite and Sodium Hypochlorite on Soft-tissue Dissolution. *Journal of Endodontics*, v. 38, 2012, p.1395-1398.

6 KIM, Y.K.; MIN, B.K.; SON, J.S.; KIM, K.H.; KWON, T.Y. Influence of diferente drying methods on microtensile bond strength of self-adhesive resin cements to dentin. June, 2014.

7 LUHRS, A.K.; GUHR, S.; GUNAY, H.; GEURTSEN, W.; Shear bond strength of self adhesive resins compared to resin cements with etch and rise adhesives to enamel and dentin in vitro. *Clin Oral Investig.* 2010. Apr; 14(2):193-9.

8 MONTICELLI, F.; OSORIO, R.; MAZZITELLI, C.; FERRARI, M.; TOLEDANO, M. Limited decalcification/diffusion of self adhesive cements into dentin. *J. Dent Rest.* 2008 Oct;87(10):974-9.

9 NAKABAYASHI, N.; NAKAMURA, M.; YASUDA, N. Hybrid Layer as a Dentin Bonding Mechanism. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, v.3, 1991, p.133-138.

10 TJÄDERHANE, L.; NASCIMENTO, F.D.; BRESCHI, L.; MAZZONI, A.; TERSARIOL, I.L.S.; GERALDELI, S.; TERVERGIL-MUTLUAY, A.; CARRILHO, M.; CARVALHO, R.M.; TAY, F.R.; PASHLEY, D.H. Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer – A review. *Dental Materials*. V. 29, 2013, p. 999-1011.