



INFLUÊNCIA DAS SOLUÇÕES IRRIGADORAS NAS PROPRIEDADES ADESIVAS DA SUPERFÍCIE DENTINÁRIA E DOS MATERIAIS OBTURADORES

Danielle Ferreira de Assis

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Ciências dos Materiais.

Orientadora: Renata Antoun Simão

Rio de Janeiro

Março de 2011

INFLUÊNCIA DAS SOLUÇÕES IRRIGADORAS NAS PROPRIEDADES ADESIVAS
DA SUPERFÍCIE DENTINÁRIA E DOS MATERIAIS OBTURADORES

Danielle Ferreira de Assis

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE)
DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS
REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM
CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS

Examinada por:

Prof. Renata Antoun Simão, D.Sc.

Prof. Glória Dulce de Almeida Soares, D.Sc.

Prof. Heloisa Carla Dell Santo Gusman, D.Sc.

Prof. Mirian Fátima Zaccaro Scelza , Ph.D.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

MARÇO DE 2011

Assis, Danielle Ferreira de

Influência das soluções irrigadoras nas propriedades adesivas da superfície dentinária e dos materiais obturadores/Danielle Ferreira de Assis. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2011.

IX, 87 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Renata Antoun Simão

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2011.

Referências Bibliográficas: p. 65-76.

1. Endodontia. 2. Soluções irrigadoras. 3. Materiais obturadores. I. Simão, Renata Antoun. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

Dedicatória:

Gostaria de dedicar este trabalho às minhas queridas avós, Sebastiana (*in memorian*) e Marlene (*in memorian*), por terem sido MUITO, MUUUUITO avós em todos os sentidos e interpretações desta palavra, e, por terem estado presentes em todos os momentos da minha vida.

Agradecimentos:

Espero me lembrar de agradecer a todos...

Primeiro a Deus, por eu ser uma menina tão abençoada e feliz, mesmo com as dificuldades que a vida me impôs até hoje.

Segundo minha família querida, meus pais, Assis e Lourdes por TUDO, sem eles nada seria possível. À minha querida irmã Carol, minha parceira. Todos meus tios, tias, primos, primas, avôs Christhildo e Raimundo e minhas avós, que agora me olham do céu.

Para o meu noivo Paulinho, por entender que às vezes eu não pude ir à praia porque tinha coisas a fazer do mestrado.

Minhas amigas queridas, Paula e Michelle (amigas para a vida toda), por fazer dessa louca aventura, que é a COPPE para os dentistas, uma jornada mais colorida e feliz. Queria agradecer a todos os amigos que fiz no mestrado. Mas queria um agradecimento especial para o Ronaldo, que me ensinou que a vida é muito mais fácil se você não deixa os seus problemas serem maiores que a sua força de vontade de vencê-los.

Gostaria de agradecer a todos os funcionários e técnicos que tive contato na COPPE. Também agradecer a todos, sem exceção, do meu laboratório. Tive muita sorte de fazer parte desse grupo de pessoas maravilhosas, inteligentes, amigas, enfim, uma família. Não posso me esquecer do meu segundo laboratório, Biopolímeros, aonde sempre ia “filar” um cafezinho. Gostaria de agradecer ao Érico, Heleno e Jackson pela paciência e disposição para me ajudar quando eu precisava.

Profesooooooraaaaaaa!!!!!!!!!!!!!! Você vai sempre morar no meu coração. A senhora tem esse jeito todo especial de ser, sempre muito ocupada, requisitada, mas nada disso impede que você cative a todos. Nunca vou esquecer a senhora.

Maíra, minha segunda, e não menos importante professora! Nossa, nem tenho palavras para agradecer o tempo gasto comigo. Você foi peça fundamental nisso tudo. Obrigada mesmo.

Acho que é isso, MUITO OBRIGADA A TODOS!

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

INFLUÊNCIA DAS SOLUÇÕES IRRIGADORAS NAS PROPRIEDADES ADESIVAS DA SUPERFÍCIE DENTINÁRIA E DOS MATERIAIS OBTURADORES

Danielle Ferreira de Assis

Março/2011

Orientadora: Renata Antoun Simão

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Este trabalho avaliou a energia de superfície da dentina, rugosidade, força de adesão e molhamento desta superfície com os cimentos AH Plus® e Real Seal SE® após diferentes regimes de irrigação final. Também foi analisado o molhamento, rugosidade e força de adesão dos materiais obturadores endodônticos, guta-percha e Resilon®, com seus respectivos cimentos após sua desinfecção por diferentes soluções. No geral, foram encontrados maiores valores de energia de superfície, molhabilidade dos cimentos e força de adesão quando a *smear layer* foi removida. O molhamento de ambos os cimentos testados na dentina foi maior quando a *smear layer* foi removida seguida de irrigação com solução de clorexidina. Para a força de adesão, o melhor regime para o AH Plus® foi a remoção da *smear layer* seguida da irrigação com hipoclorito de sódio. Para o Real Seal SE®, a remoção da *smear layer* seguida de irrigação com clorexidina apresentou os melhores resultados. As diferentes características físicas dos cimentos testados e a rugosidade da dentina após os tratamentos realizados influenciaram os resultados encontrados. As soluções testadas para a desinfecção do material obturador não alteraram a rugosidade de ambos. A desinfecção com a clorexidina apresentou melhores resultados para o molhamento e adesão dos cimentos testados com o material obturador correspondente.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

INFLUENCE OF IRRIGATION SOLUTIONS ON ADHESIVE PROPERTIES OF
DENTIN SURFACE AND ON ROOT CANAL FILLING MATERIALS

Danielle Ferreira de Assis

March/2011

Advisor: Renata Antoun Simão

Department: Metallurgical and Material Engineering

This study evaluated the surface free energy of dentin, roughness, adhesive force and wetting of the surface with commercial sealers AH Plus™ and Real Seal SE™ after different final irrigation regimes. It was also analyzed the wetness, roughness and bond strength of root canal filling materials, gutta-percha and Resilon™, with their respective endodontic sealer after the use of different disinfection solutions. Overall, higher values of surface free energy, wettability of the sealers and adhesion force with the dentin surface were found when the smear layer was removed. The wetness of both endodontic sealers with the dentin surface was improved when the smear layer was removed followed by irrigation with chlorhexidine. For the adhesion force, the best final treatment for AH Plus™ was the removal of the smear layer, followed by irrigation with sodium hypochlorite. For the Real Seal SE™, removal of the smear layer followed by irrigation with chlorhexidine showed the best results. The different physical-chemical characteristics of the sealers and, the roughness of dentin after the treatments, influenced the results. The tested solutions for disinfection of the root canal filling materials did not alter the roughness of both. The disinfection with chlorhexidine yielded better results for the wetting and adhesion of sealers with the filling materials with their corresponding sealer.

Sumário:

| | |
|--|----|
| 1- Introdução..... | 01 |
| 2- Objetivo geral..... | 03 |
| 3- Objetivos específicos..... | 04 |
| 4- Revisão de literatura..... | 05 |
| 4.1-Soluções irrigadoras utilizadas em endodontia..... | 05 |
| 4.1.1-Hipoclorito de sódio..... | 05 |
| 4.1.2-Clorexidina..... | 06 |
| 4.1.3-EDTA..... | 07 |
| 4.2-Materiais obturadores utilizados em endodontia..... | 08 |
| 4.3-Efeito das soluções irrigadoras na parede dentinária..... | 10 |
| 4.4-Influência da <i>smear layer</i> na qualidade do selamento do SCR..... | 13 |
| 4.5-Tensão superficial, energia de superfície e ângulo de contato..... | 16 |
| 4.6-Técnicas de análise de superfícies e interfaces..... | 21 |
| 5- Metodologia, resultados e discussão..... | 26 |
| 5.1-Capítulo I- Tensão superficial das soluções irrigadoras..... | 27 |
| 5.2-Capítulo II- Energia de superfície da dentina..... | 31 |
| 5.3-Capítulo III- Rugosidade da dentina..... | 35 |
| 5.4-Capítulo IV- Rugosidade do material obturador..... | 38 |
| 5.5-Capítulo V- Ângulo de contato dos cimentos endodônticos com a superfície dentinária..... | 41 |
| 5.6-Capítulo VI- Ângulo de contato dos cimentos endodônticos com o material obturador..... | 46 |
| 5.7-Capítulo VII- Medidas de força de adesão da dentina com os cimentos endodônticos empregados..... | 49 |
| 5.8-Capítulo VIII- Medidas de força de adesão dos materiais obturadores com os cimentos endodônticos empregados..... | 59 |
| 6- Conclusões..... | 61 |
| 7- Considerações finais..... | 63 |
| 8- Sugestões para trabalhos futuros..... | 64 |
| 9- Referências bibliográficas..... | 65 |
| 10- Apêndice 1..... | 77 |
| 11- Apêndice 2..... | 77 |
| 12- Apêndice 3..... | 80 |
| 13- Apêndice 4..... | 84 |

14- Apêndice 5.....87

1-Introdução:

O tratamento endodôntico é um procedimento comum na prática odontológica, que geralmente se destina a tratar infecções da polpa radicular decorrentes de lesões cáries profundas (LANGELAND, 1987). Para isto, o sistema de canais radiculares (SCR) é instrumentado mecanicamente e irrigado com soluções químicas para a remoção de todo o conteúdo pulpar bem como a eliminação de microorganismos em seu interior. Após o esvaziamento dos canais radiculares, é necessário o preenchimento deste espaço com a utilização de um material obturador sólido e um cimento endodôntico (SCHILDER, 1967).

Inúmeras soluções químicas já foram preconizadas como auxiliares ao preparo mecânico do SCR, porém, o hipoclorito de sódio (NaOCl) continua a ser a substância mais utilizada e recomendada durante a terapia endodôntica (ZEHNDER, 2006). Entretanto, outras substâncias, entre elas a clorexidina (CHX), vêm sendo preconizadas como substâncias auxiliares no preparo dos canais radiculares (MOHAMMADI & ABBOTT, 2009).

Outra aplicação de substâncias químicas no tratamento endodôntico é para a remoção da *smear layer*, que é uma camada formada devido ao atrito dos instrumentos com as paredes do canal, composta por materiais inorgânicos, como raspas de dentina, e orgânicos, entre eles restos de tecido pulpar e bactérias (MC COMB & SMITH, 1975). Diversos métodos são propostos para remoção desta camada residual, como o ataque químico, com a utilização de soluções irrigadoras, além de técnicas ultra-sônicas (GORMAN *et al.*, 1995) e laser (GOYA *et al.*, 2000). As soluções utilizadas para esse fim são: o EDTA (ácido etilenodiamino tetra-acético) 17%, ácido cítrico 10%, ácido fosfórico 37%, entre outras (LOPES & SIQUEIRA Jr., 2010)

A etapa final do tratamento endodôntico é a obturação, que deve selar o SCR tridimensionalmente. Porém, a causa primária de fracassos na terapia endodôntica está relacionada com persistência de microorganismos e suas toxinas metabólicas no interior do canal radicular (SIQUEIRA JR., 2001), evidenciando falhas no completo selamento do canal.

Vários materiais são propostos para a obturação do SCR. É consenso, no entanto, que se deve utilizar um material sólido, por exemplo, cones de guta-percha, associados a cimentos endodônticos. Estudos prévios mostraram uma fraca adesão dos cimentos endodônticos com a dentina e a guta-percha (LEE *et al.*, 2002 ; TAGGER *et al.*, 2003), o que pode facilitar a penetração bacteriana no SCR, levando ao fracasso da terapia.

A necessidade de aumentar a adesão e o selamento do SCR tem sido objeto de diversos estudos bem como o lançamento de novos materiais.

Com o objetivo de criar uma adesão eficiente à dentina radicular, o sistema obturador Real Seal® foi desenvolvido. Esse sistema é formado por um material obturador sólido, o Resilon®, de apresentação similar a guta-percha, com cones principais e acessórios de diferentes calibres e/ou conicidade, associado a um cimento resinoso hidrofílico dual conhecido como Real Seal SE®. Em teoria, a vantagem deste sistema obturador quando comparado a guta-percha com outros cimentos convencionais, seria o completo selamento dos canais pela formação de um “monobloco”, constituído pelo material obturador, cimento e dentina radicular.

O estudo de ONAY *et al.*(2009) mostrou que o Resilon® foi mais resistente à ensaios de *push-out* quando comparado ao cimento endodôntico Hibrid Root Seal®. Porém, outros estudos não mostraram vantagens, ou mesmo, menor desempenho do sistema Resilon® quando comparado a guta-percha combinada a cimentos convencionais (JAINAEN *et al.*, 2007; STIEGEMEIER *et al.*, 2010).

A adesão efetiva às paredes do canal radicular é um desafio, devido às dificuldades impostas pelo SCR e às limitações físicas e químicas dos materiais adesivos. O uso de diversas soluções irrigadoras pode alterar quimicamente e estruturalmente a composição dos tecidos dentários, o que pode influenciar na adesão dos materiais na superfície dentinária (SANTOS *et al.*, 2006).

A adesão destes materiais depende de muitos fatores, incluindo a energia de superfície da dentina e do material obturador sólido, que são as superfícies envolvidas, a tensão superficial do cimento, a capacidade deste cimento de se espalhar ou “molhar” as superfícies envolvidas e o tratamento químico que estas sofreram (BAYNE, 2001).

Recente ênfase tem sido dada para o desenvolvimento de materiais obturadores do SCR que sejam adesivos.

Estes materiais estão no seu início de desenvolvimento e pesquisas são muito importantes para a melhoria dos que já estão sendo comercializados. O desenvolvimento de novos materiais, bem como estratégias para melhorar a reatividade das paredes do canal e do material sólido obturador com o cimento, para que estes três componentes formem uma única camada que sele efetivamente o SCR, são a base da Endodontia moderna.

2-Objetivo geral:

Analisar a influência das soluções irrigadoras empregadas em Endodontia nas propriedades adesivas da superfície dentinária e do material obturador em contato com cimentos endodônticos.

3- Objetivos específicos:

Diante de possíveis efeitos das soluções irrigadoras nas interfaces envolvidas na adesão dos cimentos endodônticos, bem como a influência da *smear layer* nesta adesão, os objetivos deste trabalho são:

1- determinar a tensão superficial das diferentes soluções irrigadoras empregadas na terapia endodôntica;

2- determinar a energia de superfície da superfície dentinária, com e sem a presença da *smear layer*, quando da irrigação final com clorexidina ou hipoclorito de sódio;

3- avaliar a rugosidade da superfície dentinária, com e sem a presença da *smear layer*, quando da irrigação final com clorexidina ou hipoclorito de sódio;

4- avaliar a rugosidade dos materiais obturadores quando tratados com as diferentes soluções de clorexidina e hipoclorito de sódio;

5- determinar o ângulo de contato dos cimentos obturadores AH Plus® e Real Seal SE® com a superfície dentinária na presença e ausência da *smear layer*, quando da irrigação final com clorexidina ou hipoclorito de sódio;

6- determinar o ângulo de contato dos cimentos supracitados com o material obturador, após o processo de desinfecção pelas soluções de hipoclorito de sódio ou clorexidina;

7- analisar, por microscopia de força atômica, a força de adesão entre a superfície dentinária e os cimentos AH Plus® e Real Seal SE®, com e sem a presença da *smear layer*, quando da irrigação final com clorexidina ou hipoclorito de sódio através da obtenção de curvas de força;

8- analisar, por microscopia de força atômica, a força de adesão entre os materiais obturadores quando desinfetados pelas soluções de hipoclorito de sódio ou clorexidina, com os cimentos endodônticos, AH Plus® e Real Seal SE®, também através da obtenção de curvas de força.

4-Revisão de literatura:

Esta revisão de literatura enfocará a ação das diferentes soluções irrigadoras na superfície dentinária e em materiais obturadores, em relação à adesão e energia de superfície.

4.1-Soluções irrigadoras utilizadas em endodontia:

Como dito anteriormente, diferentes soluções irrigadoras são utilizadas em endodontia para os mais diversos fins. Durante o preparo químico cirúrgico, as soluções mais comumente empregadas são o hipoclorito de sódio e a clorexidina. Como as soluções de NaOCl e clorexidina, não apresentam a capacidade de remover a *smear layer*, após o término da instrumentação dos canais radiculares, uma outra solução é empregada. Como exemplo de soluções utilizadas para esse fim se pode citar o EDTA, o ácido cítrico, entre outras.

4.1.1-Hipoclorito de Sódio

Em 1936, WALKER propôs o emprego do hipoclorito de sódio a 5%, em endodontia, como solução auxiliar na instrumentação de canais radiculares.

O hipoclorito de sódio (NaOCl) é o agente irrigante que atende ao maior número de requisitos para ser a solução irrigadora de escolha. Apresenta ação bactericida, inativa endotoxinas bacterianas (SILVA *et al.*, 2004), dissolve tecido orgânico (GROSSMAN & MEINAM, 1941), além de dissolver a porção orgânica da *smear layer* (GULABIVALA *et al.*, 2005). Essa solução, devido ao seu poder antimicrobiano, é ainda empregada para descontaminação de materiais obturadores sólidos, guta-percha e Resilon®, utilizados na obturação do SCR (ROYAL *et al.*, 2007; PRADO, 2009).

Diversos estudos foram realizados sobre essa solução avaliando diferentes concentrações, associações e diferentes propriedades, que consagraram o hipoclorito de sódio como um irrigante endodôntico ideal. Todavia, esta solução possui um efeito oxidante, deixando as paredes dentinárias cobertas com oxigênio, o que atrapalha o desempenho de cimentos resinosos no interior do canal radicular (MORRIS *et al.*, 2001; PERDIGÃO *et al.*, 2000). Segundo FRANCO *et al.* (2002), o oxigênio inibe a polimerização vinílica nas resinas compostas. Assim os compósitos não completam a polimerização e aproximadamente 40 a 60% das ligações de carbono permanecem insaturadas. Esse raciocínio foi descrito por RUEGGERBERG & MARGESON (1990)

que afirmaram que o oxigênio pode produzir uma fina película de polímero com um baixo grau de polimerização.

Em relação aos cimentos endodônticos resinosos, o fabricante do Real Seal® recomenda que a última irrigação do canal radicular, feita anteriormente à obturação empregando este material, não seja com a solução de hipoclorito de sódio, podendo ser empregado a solução de EDTA, clorexidina ou água destilada. O fabricante alega que a solução de hipoclorito de sódio apresenta efeitos deletérios na polimerização do cimento Real Seal® (Directions for use Real Seal, SybronEndo, 2005). A irrigação final com água destilada de todas as amostras que serão utilizadas neste trabalho faz com que a influência da solução de NaOCl na polimerização dos cimentos resinosos possa ser negligenciada (DE-DEUS *et al.*, 2008).

Além deste efeito direto na adesão, o uso do NaOCl também foi vastamente estudado na literatura endodôntica por alterar as propriedades químicas e mecânicas da dentina, o que também pode influenciar a adesão dos cimentos endodônticos, já que o processo de adesão é um processo dependente da superfície (BUZOGLU *et al.*, 2007).

4.1.2- Clorexidina

A clorexidina é um potente agente antimicrobiano, largamente utilizado para controle químico da placa bacteriana, sob a forma de enxaguatórios bucais. Soluções de clorexidina (a base de água destilada) são utilizadas com esse propósito em concentrações de 0,1 a 0,2 %, enquanto a concentração de 2% é a empregada para soluções irrigadoras com finalidade endodôntica (ZAMANI *et al.*, 2003).

Além de esta substância possuir atividade antimicrobiana de amplo espectro (COHEN & HARGREAVES, 2007), a clorexidina apresenta substantividade, isto é, ela se liga à hidroxiapatita do esmalte ou dentina, sendo lentamente liberada, à medida que sua concentração no meio decresce, permitindo desse modo um tempo de atuação prolongado (LOPES & SIQUEIRA JR., 2010). Esta substantividade pode conferir efeitos antimicrobianos à clorexidina no interior do canal radicular por até 12 semanas (MOHAMMADI & ABBOTT, 2009).

Seu efeito antimicrobiano em comparação ao hipoclorito geralmente se equivale (GOMES *et al.*, 2001; VIANNA *et al.*, 2004) bem como seu efeito antifúngico (FERGUSON *et al.*, 2002). Também em relação ao NaOCl, a solução de clorexidina pode ser vantajosa por causar efeitos mínimos nas propriedades mecânicas da dentina (ARI *et al.*, 2004).

Essa solução também é empregada na descontaminação de cones de guta percha (PANG *et al.*, 2007) e Resilon® (PRADO, 2009). Apesar de estes autores terem encontrado resultados similares das duas soluções quanto ao seu poder de desinfecção, o estudo de PRADO (2009) indicou que a clorexidina pode ser uma melhor opção para desinfecção do material sólido obturador, pois esta solução aumentou a energia de superfície dos cones de guta-percha e Resilon®, permitindo que essas superfícies se tornassem mais reativas ao processo de adesão com os cimentos endodônticos.

Outra vantagem para o emprego dessa solução como último irrigante endodôntico é a de que o seu uso pode aumentar a adesão de cimentos resinosos às paredes do canal (ERDEMIR *et al.*, 2004). O fabricante do cimento Real Seal® também recomenda o emprego da solução de clorexidina como último irrigante, por não afetar a adesividade deste (Directions for use Real Seal, SybronEndo, 2005).

A solução de clorexidina pode preservar a adesão de resinas compostas restauradoras com a superfície dentinária, pois esta solução possui efeito inibidor das MMPs, que são metaloproteinases que degradam o colágeno, presente na camada de adesão da resina com o primer/adesivo e a superfície dentária, a chamada camada híbrida (CARRILHO *et al.*, 2007). A irrigação final com clorexidina pode ser benéfica na inibição da ação de MMPs, que podem ser liberadas pela dentina parcialmente desmineralizada (PASHLEY *et al.* 2004). A aplicação de clorexidina em dentina desmineralizada impede a degradação da camada de colágeno exposta (PASHLEY *et al.*, 2004).

A maior desvantagem quanto ao seu emprego como agente irrigante endodôntico principal é que esta não apresenta a capacidade de dissolver tecido orgânico (NAENNI *et al.*, 2004), não podendo assim complementar a ação mecânica da instrumentação.

4.1.3-EDTA

Como as soluções descritas acima, não apresentam capacidade de remover a *smear layer* (LESTER & BOYDE, 1977), após o término da instrumentação dos canais radiculares, outra solução é empregada para esse fim. No presente trabalho a solução de EDTA será utilizada com esse objetivo.

O EDTA (ácido etilenodiamino tetracético dissódico) foi primeiramente utilizado na endodontia para auxiliar na instrumentação de canais radiculares atresiadados (OSTBY, 1957). Quando se introduz uma solução aquosa de EDTA no interior do canal radicular, ocorre a solubilização de moléculas de fosfato de cálcio, componente

mineral da dentina. O EDTA incorpora o cálcio por meio das ligações bivalentes do oxigênio existentes em sua estrutura, fechando-o em uma cadeia heterocíclica. Esta reação é denominada quelação. Desta forma, ocorre a quebra da constante de solubilidade da dentina, sendo o EDTA responsável pela remoção dos componentes inorgânicos da *smear layer* (LOPES & SIQUEIRA JR., 2010).

Segundo CARVALHO *et al.* (2008), a remoção da *smear layer* e a limpeza dos canais radiculares foi mais eficiente quando o regime de irrigação empregado foi solução de NaOCl 2,5% e EDTA 17% quando comparada à irrigação com clorexidina gel 2% e EDTA 17%. Esses achados estão de acordo com os de LOTTANTI *et al.* (2009), que observaram que a combinação de solução de 1% de NaOCl com EDTA 17% foi eficiente na remoção da *smear layer*.

SALLEH & ETTMAN (1999) observaram que a remoção da *smear layer* com EDTA diminui a dureza da dentina, porém, eles concluíram que esta alteração não está relacionada com a ocorrência de fraturas da estrutura dentária. Os autores levantaram a questão de como esta alteração química e física da dentina poderia influenciar a adesão dos cimentos endodônticos e a sua capacidade de selamento do SCR.

Segundo ARI *et al.* (2004), o tratamento do canal com EDTA 17% reduz a sua dureza e aumenta a sua rugosidade. Achados de ELDENIZ *et al.* (2005) mostraram que a remoção da *smear layer* com EDTA 17% e NaOCl 5,25% reduziu a dureza da dentina, porém aumentou a rugosidade da mesma, o que pode ter um efeito clínico positivo para a obtenção de retenção micromecânica de materiais adesivos que necessitam da presença de irregularidades na superfície do aderente.

Outra questão relevante em relação ao uso do EDTA é quanto a sua ação inibitória de MMPs. Segundo TAY *et al.* (2006), esta inibição é devido a sua ação quelante de íons cálcio e zinco, que são importantes para a ação destas enzimas. Porém, os autores alegam que esta solução não consegue impedir a ação de MMPs que são liberadas pela camada subjacente de dentina mineralizada.

Estudos têm discutido a influência da remoção ou não da *smear layer* na obtenção de uma maior adesão dos materiais obturadores, o que será discutido posteriormente nesta revisão.

4.2-Materiais obturadores utilizados em endodontia

A obturação do SCR representa o desfecho de um conjunto de procedimentos intracanaís, visando à restituição da função dentária normal. A filosofia predominante na endodontia refere-se à obturação do SCR empregando-se um material sólido,

geralmente a guta-percha e cimentos endodônticos (LOPES & SIQUEIRA JR., 2010). Os materiais obturadores devem preencher canais principais, canais laterais e túbulos dentinários, evitando que ocorra multiplicação de microorganismos (CLARK-HOLKE *et al.*, 2003).

A guta-percha é um polímero do metilbutadieno ou isopreno, sendo um isômero da borracha, mais encontrada comercialmente na forma de cones. Segundo LOPES & SIQUEIRA JR. (2010), os cones de guta-percha apresentam as seguintes vantagens: se adaptam facilmente às irregularidades dos canais, são biocompatíveis, são radiopacos, podem ser facilmente plastificados, possuem estabilidade dimensional e apresentam facilidade de remoção do interior dos canais. Em contrapartida, apresentam como desvantagem pequena resistência mecânica e baixa adesividade ao canal radicular.

De acordo com alguns estudos (VENTURI *et al.*, 2004; DULAC *et al.*, 1999; SILVER *et al.*, 1999), a guta-percha consegue penetrar com maior frequência em canais laterais amplos no terço cervical da raiz. Ramificações do SCR, como canais laterais mais estreitos, localizados no terço médio e apical, são normalmente preenchidos pelos cimentos endodônticos.

As funções dos cimentos endodônticos são: lubrificar as paredes do canal para que o movimento do material sólido obturador seja facilitado; preencher o espaço entre o material obturador e as paredes do canal e fluir para as irregularidades do SCR onde é difícil a penetração da guta-percha (WU *et al.*, 2000). O escoamento dos cimentos depende de inúmeros fatores, incluindo a remoção da *smear-layer*, a permeabilidade dentinária, a técnica de obturação, e as variações nas propriedades físicas e químicas dos cimentos (MAMOOTIL, 2007). Esta habilidade de penetração em áreas irregulares do canal é um fator muito importante (GROSSMAN, 1976) e deve ser levado em consideração na escolha do material obturador.

Inúmeros tipos de cimentos estão disponíveis no mercado. São classificados em: cimentos à base de óxido de zinco – eugenol; cimentos contendo hidróxido de cálcio, cimentos resinosos, cimentos de ionômero de vidro e cimentos à base de silicone.

O cimento AH Plus® é um cimento a base de resina epóxi que substituiu o AH 26®, possuindo uma formulação um pouco modificada do seu precursor, não liberando formaldeído (COHEN & HARGREAVES, 2007). É um cimento usado com guta-percha, possui uma boa estabilidade dimensional, um amplo histórico de uso e não contém eugenol (TAGGER *et al.*, 2003). É um material que é introduzido no interior do canal sem um preparo adesivo prévio e pode ser utilizado com qualquer técnica de obturação (SCHWARTZ, 2006).

Em 2004, cones de Resilon® e seu cimento resinoso, o Epiphany® (Pentron Technologies, Wallingford, Connecticut, EUA) foram introduzidos no mercado. Outros fabricantes desenvolveram cimentos endodônticos para serem combinados com o Resilon®, sendo o caso do Real Seal SE® (SybronEndo, Orange, Califórnia, EUA), com a promessa de efetivamente aderir às paredes do canal, ascendendo como um potencial substituto da guta-percha associada com cimentos convencionais.

A adesão dentinária foi primeiramente descrita por NAKABAYASHI *et al.* (1982). Eles descreveram um processo de três etapas que é utilizado até hoje por alguns materiais com propriedades adesivas. Primeiro, um ácido é aplicado na superfície dentinária para a remoção da *smear layer*, causando uma desmineralização superficial da dentina, expondo sua matriz colágena. Um primer, que é a combinação de um material resinoso incorporado a um veículo volátil, geralmente acetona ou álcool, é aplicado à dentina desmineralizada. Este veículo penetra pela matriz colágena e túbulos dentinários levando consigo o material resinoso. A dentina então é seca com ar para que ocorra a evaporação do veículo, deixando para trás apenas o componente resinoso do primer. Um adesivo, que é um líquido resinoso, é então aplicado a superfície dentinária e polimerizado com a aplicação de uma fonte de calor (luz). Este material copolimeriza com a resina que já estava na matriz colágena, prendendo-a na superfície dentinária, para que ocorra copolimerização com a resina de materiais restauradores.

Esta camada de matriz colágena infiltrada por resina é chamada camada híbrida, e é a responsável pela retenção micromecânica da resina na superfície dentinária (TAGAMI *et al.*, 1990).

O sistema Real Seal® se utiliza destes conceitos da dentística restauradora para promover adesão com as paredes do canal radicular. O cimento Real Seal SE® é um cimento compósito à base de resina com polimerização dual (química e fotoativada) que dispensa a etapa da aplicação do primer. A matriz da resina compreende BisGMA, BisGMA etoxilado, UDMA e metacrilatos disfuncionais hidrofílicos (STIEGEMEIER *et al.*, 2010). O cimento é combinado com cones de Resilon®, que possuem, apresentação comercial similar aos cones de guta-percha. É um material à base de um polímero sintético termoplástico (poliéster) que contém vidro bioativo, oxiclreto de bismuto e sulfato de bário (SHIPPER *et al.* 2005).

4.3-Efeito das soluções irrigadoras na parede dentinária:

Sabe-se que a irrigação intracanal é indispensável na terapia endodôntica. Porém, há a preocupação de que estes irrigantes possam mudar a característica

estrutural da dentina e alterar os processos adesivos no canal radicular. Na literatura, encontram-se inúmeros trabalhos com variadas combinações de soluções empregadas às superfícies envolvidas na obturação e seu comportamento diante destas soluções.

SALEH & ETTMAN (1999) realizaram testes de dureza Knoop para determinar a microdureza da dentina quando tratadas com diferentes soluções irrigadoras. Os regimes de irrigação foram os seguintes: irrigação alternada com as soluções de 3% de peróxido de hidrogênio e NaOCl 5% e um segundo grupo foi irrigado com EDTA 17%. Os autores concluíram que todos os regimes de irrigação reduziram a microdureza da dentina.

TOLEDANO *et al.* (1999) realizaram um estudo com o objetivo de analisarem o efeito na rugosidade da superfície dentinária após a desmineralização com ácido fosfórico 35% seguida da ação proteolítica da solução de NaOCl 5%. A rugosidade foi avaliada com um perfilômetro (Mitutoyo Surftest 201, Tóquio, Japão). Os autores encontraram que a desmineralização da dentina aumentou a rugosidade desta superfície e que a remoção de colágeno, realizada em seguida, com a solução de hipoclorito de sódio, não afetou a rugosidade.

ARI *et al.* (2004) realizaram um estudo com o objetivo de analisarem o efeito da irrigação com clorexidina 0,2% na microdureza e rugosidade da dentina radicular quando comparada a outros irrigantes endodônticos. Foram realizados os seguintes protocolos de irrigação: grupo 1, irrigação com 5,25% de NaOCl; grupo 2, NaOCl 2,5%; grupo 3, água oxigenada (H₂O₂) 3%; grupo 4, EDTA 17%; grupo 5, clorexidina 0,2% e grupo 6 irrigados com água destilada (grupo controle). Todas as substâncias foram aplicadas por um tempo de 15 minutos. Cada grupo foi dividido em subgrupos para o teste de microdureza Vicker's e da rugosidade, com um perfilômetro (Mitutoyo, Matsuzawa SEIKI, LTDA, Tóquio, Japão). Os resultados mostraram que todas as substâncias utilizadas na irrigação diminuíram a microdureza do canal radicular, com exceção do grupo controle e o grupo da clorexidina, e todas as substâncias aumentaram a rugosidade da dentina radicular, menos as soluções de clorexidina e H₂O₂.

ELDENIZ *et al.* (2005) avaliaram o efeito das soluções de EDTA e ácido cítrico na microdureza e na rugosidade das paredes do canal dentinário. Os dentes foram divididos em três grupos: grupo 1, irrigação com ácido cítrico 19% por 150 segundos seguido de irrigação com 5,25% de NaOCl; grupo 2, EDTA 17% por 150 segundos também seguido de NaOCl na mesma concentração e grupo 3 foi irrigado com água destilada (grupo controle). Uma parte dos corpos de prova foi submetida ao teste de dureza Vicker's e outra parte foi submetida à determinação da rugosidade também

com o auxílio de um perfilômetro (Mitutoyo, Matsuzawa SEIKI, LTDA). Ambos os tratamentos diminuíram a microdureza e aumentaram a rugosidade significativamente quando comparada ao grupo controle.

MARENDING *et al.* (2007) compararam os efeitos do uso de concentrações mais fortes de NaOCl em alterar as propriedades mecânicas da dentina utilizando microscopia de força atômica. Os autores concluíram que quando utilizadas soluções de hipoclorito de sódio em concentrações maiores (5% e 9%) foram observadas diminuições no módulo de elasticidade e resistência à flexão da dentina pela metade. Em comparação, a solução de NaOCl a 1% não alterou estas propriedades.

OLIVEIRA *et al.* (2007) avaliaram o efeito dos irrigantes endodônticos na microdureza da dentina radicular. Foram avaliados os seguintes regimes de irrigação: grupo 1, irrigação com soro fisiológico, grupo 2, irrigação com clorexidina 2% e grupo 3, irrigação com 1% de NaOCl. A aplicação das soluções irrigadoras durou 15 minutos. A microdureza foi medida com o teste de Vicker's. Os autores concluíram que as irrigações com clorexidina e hipoclorito de sódio reduziram a microdureza radicular.

PASCON *et al.* (2009) realizaram uma revista de literatura visando determinar os efeitos da irrigação com hipoclorito de sódio nas propriedades mecânicas da dentina. Os autores concluíram que o uso de NaOCl, independente do tempo de uso e concentração, causou alterações nas propriedades mecânicas da dentina (como rigidez, módulo de elasticidade). Foi salientado que essas alterações das paredes dentinárias podem comprometer a adesão, prejudicando a capacidade seladora dos cimentos endodônticos, bem como, podem enfraquecer a estrutura dentária aumentando o risco de fratura. Eles sugeriram que os profissionais escolhessem concentrações de NaOCl que causassem o mínimo de efeitos na dentina.

YILMAS *et al.* (2011) avaliaram o efeito de diferentes regimes de irrigação na rugosidade da dentina radicular. Foram avaliados os seguintes grupos: grupo 1, irrigação com EDTA 17%; grupo 2, EDTA 17% seguido de irrigação com NaOCl 2,5%; grupo 3, EDTA-T® (Sigma-Aldrich); grupo 4, EDTA-T e NaOCl 2,5%; grupo 5, REDTA® (Sigma-Aldrich); grupo 6, REDTA® e NaOCl 2,5% e grupo 7 irrigação somente com NaOCl 5,25%. Após os tratamentos, todas as amostras foram irrigadas com água destilada e secas com pontas de papel. Foi utilizado um perfilômetro (SJ-400, Mitutoyo, Suzhou, China) antes das amostras serem tratadas com os regimes descritos acima e após estes. Os autores encontraram um aumento na rugosidade quando a solução de EDTA 17% foi empregada seguida da solução de NaOCl. Nos demais grupos, a rugosidade não foi alterada de maneira significativa.

É consenso entre estes autores que investigaram a microdureza e a rugosidade da dentina quando tratada com diferentes soluções, que as alterações

nessas propriedades foram causadas por alterações na composição química da dentina, visto que o uso de NaOCl causa dissolução de tecido orgânico (dissolvendo matriz colágena) e o uso de agentes quelantes reduz o componente mineral da dentina, logo, a matriz desta é diretamente atingida pelos irrigantes endodônticos.

PASHLEY *et al.* (1985) determinaram uma relação inversa entre a microdureza da dentina e a densidade de túbulos dentinários, ou seja, quanto menor a microdureza, maior a quantidade de túbulos dentinários expostos, o que pode aumentar a penetração de cimentos. Os autores também levantaram a questão da formação da camada híbrida, ou seja, até que ponto essa desestruturação da dentina seria boa ou prejudicial para o embricamento mecânico e a adesão dos materiais adesivos na dentina.

O aumento da rugosidade pode ser benéfico para a adesão micromecânica de materiais que necessitem de irregularidades na superfície (ELDENIZ *et al.* 2005). Durante o processo de adesão, a energia de superfície (que ainda será discutida neste trabalho) e a rugosidade de um sólido interpretam um papel chave interagindo entre si. A rugosidade de um sólido pode aumentar a sua interação com um líquido devido ao aumento da área de contato (ROSALES *et al.*, 1999; ARMENGOL *et al.*, 2003). Entretanto, um aumento excessivo da rugosidade pode atrapalhar o espalhamento de um líquido sobre um sólido, comprometendo a adesão (YLMAS *et al.*, 2011)

Os autores sugeriram que mais questões devem ser respondidas para avaliarem a verdadeira influência destas alterações químicas na adesão de cimentos na superfície dentinária tratada com os diferentes irrigantes endodônticos e a influência que estes tratamentos exercerão na qualidade de selamento do SCR (SALEH & ETTMAN 1999, ELDENIZ *et al.*, 2005; MARENDING *et al.*, 2007; OLIVEIRA *et al.*, 2007; PASCON *et al.*, 2009).

Este trabalho usará técnicas de análise de superfície para investigar os efeitos de diferentes regimes de irrigação na superfície dentinária e no material obturador correlacionando-as com o comportamento do cimento endodôntico diante dessas mudanças.

4.4-Influência da *smear layer* na qualidade do selamento do SCR:

Em relação à influência da *smear layer* na qualidade do selamento do SCR, TIMPAWAT *et al.* (2001) avaliaram a infiltração apical de canais obturados utilizando o modelo de filtração de fluidos com e sem a remoção desta camada. Dentes humanos foram instrumentados e divididos em 2 grupos de acordo com a irrigação final recebida: um grupo irrigado apenas com NaOCl 5,25% e outro com EDTA 15% e

NaOCl 5,25%. Após estes tratamentos, os dentes foram obturados com guta-percha e cimento à base de ionômero de vidro, Ketac-Endo® (Espe, Seefeld, Alemanha). Os autores concluíram que a remoção da *smear layer* causou maiores níveis de infiltração comparada ao grupo que manteve a camada de *smear layer*.

SALEH *et al.* (2002) estudaram a adesão de diferentes cimentos: cimento de Grossman (cimento à base de óxido de zinco e eugenol, obtido em farmácia de manipulação, Niom, Haslum, Norway, Alemanha), Apexit® (cimento à base de hidróxido de cálcio, Vivadent, Schaan, Principado de Liechtenstein), Ketac-Endo® e AH Plus® a dentina e a guta-percha quando submetidos a diferentes tratamentos químicos para a remoção da *smear layer*. Foram preparados discos de 4 mm de diâmetro da porção radicular de dentes humanos que foram submetidos a diferentes tratamentos: ácido fosfórico a 37% por 30 segundos, ácido cítrico 25% também por 30 segundos, EDTA 17% por 5 minutos e um grupo controle tratado com 10mL de água destilada. Discos de guta-percha também de 4 mm foram preparados. A superfície de ambos os discos (guta-percha e dentina) foram cobertos com cimento endodôntico e unidos. Após a presa final do cimento, os corpos de prova foram montadas em uma máquina de testes universal (Instron), onde as duas superfícies unidas pelo cimento foram tracionadas até a sua separação. A força necessária para romper a união das superfícies foi então verificada. O cimento AH Plus® demonstrou os valores mais altos de resistência à separação à dentina e à guta-percha, os outros cimentos não demonstraram diferença estatística entre si. Os autores concluíram que a remoção da *smear layer* não afetou ou promoveu fraca adesão dos cimentos testados quando comparada ao grupo controle.

ÇOBANKARA *et al.* (2004) analisaram o desempenho do cimento AH Plus® e RoekoSeal® (Roeko, Langenau, Alemanha, cimento a base de silicone) utilizando o modelo de filtração de fluidos. Foram utilizados 160 dentes humanos que foram instrumentados e obturados em quatro grupos com os diferentes cimentos que continham ou não a *smear layer*. No grupo onde a *smear layer* foi mantida, o canal foi irrigado antes da obturação com NaOCl 5,25%. Para a remoção da *smear layer*, foi empregada irrigação com EDTA 17% seguida de NaOCl 5,25%. Foi testada a infiltração dos canais tanto apical como coronariamente. Os autores concluíram que a remoção da *smear layer* teve um efeito positivo em reduzir a infiltração tanto coronária quanto apical dos dois cimentos testados.

ELDENIZ *et al.* (2005) compararam a força necessária para o deslocamento de três cimentos à base de resina com a superfície dentinária na presença ou ausência da *smear layer*. Foram testados os cimentos: AH Plus®, Diaket® (Espe, Seefeld, Alemanha, cimento à base de resina) e EndoRez® (Ultradent, South Jordan, Utah,

EUA). Foram utilizados 90 dentes que foram divididos em 2 grupos, um com a remoção da *smear layer*, com EDTA 17% seguido de irrigação com NaOCl 5,25% e, no outro grupo, a *smear layer* foi mantida. Os cimentos foram manipulados e colocados em tubos de polietileno fixados transversalmente na superfície dentinária. Os corpos de prova foram montados em uma máquina de testes universal (Micro 500, Universal Testometrics, LTDA, Reino Unido). A célula de carga moveu-se paralelamente à superfície dentinária, aplicando uma força compressiva no tubo, de modo a provocar o seu deslocamento da dentina. Esta força foi calculada. Para o cimento AH Plus®, a remoção da *smear layer* apresentou valores significativamente mais altos do que no grupo onde esta camada foi mantida, mostrando que a remoção da *smear layer* aumentou a adesão do AH Plus®. Os outros dois cimentos não diferiram significativamente entre si, independentes da remoção da *smear layer* ou não.

SHAHRAVAN *et al.* (2007) realizaram uma revisão sistemática para determinarem se a remoção da *smear layer* reduz a infiltração de dentes humanos obturados endodonticamente. Os autores realizaram buscas utilizando o serviço do PubMed, que reúne as publicações da Biblioteca Nacional de Medicina e do Instituto Nacional de Saúde dos EUA. As buscas foram realizadas com as palavras-chaves: endodontia, *smear layer*, infiltração e canais radiculares. Os autores concluíram que a remoção da *smear layer* melhora a adaptação da obturação do canal radicular, reduzindo a infiltração e que, outros fatores, como a técnica de obturação utilizada e diferentes tipos de cimentos empregados, não produziram diferenças significativas entre os achados.

SALEH *et al.* (2008) avaliaram a influência da *smear layer* em dentes obturados com AH Plus®, Apexit Sealer® e RealSeal® em resistirem à infiltração bacteriana. Um total de 110 segmentos de canais de dentes humanos foram utilizados nesse estudo que foram instrumentados e irrigados com NaOCl a 1%. Metade dos canais após o preparo, foi irrigada com 5mL de EDTA 17% para a remoção da *smear layer*. Os autores constataram que na presença da *smear layer*, RealSeal® e Apexit® foram mais resistentes à infiltração bacteriana. Na ausência da *smear layer*, AH Plus® foi significativamente mais resistente do que RealSeal® à contaminação bacteriana. Os autores concluíram que a remoção da *smear layer* não impediu a penetração bacteriana.

DE-DEUS *et al.* (2008) avaliaram o efeito da remoção da *smear layer* quando utilizada para esse fim a solução de EDTA 17% e BioPureMTAD® em melhorar a qualidade da obturação endodôntica em dentes obturados com cimento à base de óxido de zinco e eugenol, Endofill® (Dentsply, Rio de Janeiro, Brasil) utilizando o

modelo de penetração de glicose. A irrigação empregada para este fim foi a seguinte: grupo 1, irrigação somente com NaOCl 5,25%, grupo 2 com irrigação com NaOCl 5,25% e EDTA 17% e grupo 3 irrigado com NaOCl 5,25% e BioPureMTAD®. Os autores observaram que houve infiltração em todos os grupos e que não houve diferença estatisticamente significativa entre eles, concluindo que a remoção da *smear layer* por ambas as soluções não resultou em uma melhor adaptação da obturação e conseqüentemente, menor infiltração.

Muito já foi discutido na literatura quanto à remoção da *smear layer* ou não por diversos motivos. Quanto à melhora da adaptação da obturação ao SCR após a remoção da *smear layer*, os resultados encontrados nas pesquisas são conflitantes, sendo necessários mais estudos nesta área.

Há ainda outras técnicas de análises utilizadas para avaliar a adesão dos diferentes materiais obturadores, associados a diferentes tratamentos na superfície dentinária e dos materiais obturadores. Técnicas como análise de tensão superficial, energia de superfície, ângulo de contato e microscopia de força atômica serão realizadas nesse trabalho, e por isso, abordadas de maneira mais completa nesta revisão.

4.5-Tensão superficial, energia de superfície e ângulo de contato

A origem da tensão superficial de um líquido é a força de atração das moléculas que o compõe. Em um líquido, as forças de atração entre as moléculas da superfície são maiores que no interior. Isso ocorre porque na superfície, há uma região de contato com o meio externo, com ligações insatisfeitas. A superfície do líquido se comporta como uma película elástica, que tende a minimizar sua área superficial. Na ausência de outras forças, essa força atrativa entre as moléculas faz com que o líquido coalesça em forma de uma gota esférica.

Segundo PETERS (2004), metade das paredes dos canais é deixada sem preparo, utilizando-se tanto a moderna instrumentação rotatória, como a tradicional com limas manuais. A função primária de um irrigante endodôntico é a de remover restos de tecido pulpar e microorganismos que não foram removidos pela instrumentação. Para este fim, a solução irrigadora deve estar em íntimo contato com estes substratos, e isto depende da sua tensão superficial. A eficiência de um irrigante endodôntico pode ser aumentada através da redução da tensão superficial. Com o aumento da molhabilidade, este irrigante poderá melhor penetrar no SCR bem como em túbulos dentinários e dissolver tecidos e matar bactérias que possam ter resistido à

ação mecânica de limpeza dos canais, aumentando a chance de sucesso dos tratamentos (TASMAN *et al.*, 2000).

Dessa maneira, torna-se relevante a medida da tensão superficial das soluções irrigadoras endodônticas utilizadas neste trabalho. Para este fim, o método da placa de Wilhelmy será empregado.

Estes recursos vêm sendo usados desde 1992 na ciência endodôntica, quando PÉCORA avaliou a tensão superficial de diversas drogas utilizadas em endodontia. A tensão superficial de diferentes soluções foi recentemente estudada, e os valores encontrados estão na tabela 1 a seguir:

Tabela 1: Valores de tensão superficial de diferentes soluções encontrados na literatura:

| Soluções | TASMAN <i>et al.</i> (2000) (mN/m) | GIARDINO <i>et al.</i> (2006) (mN/m) | Ylmaz <i>et al.</i> (2011) (mN/m) |
|------------------------|---|---|--|
| Água destilada | 70 | 72,1 | 72,03 |
| Ringer | 68 | ----- | ----- |
| Soro fisiológico | 66 | ----- | ----- |
| Peróxido de hidrogênio | 63 | ----- | ----- |
| Citanest-Octapressin® | 44 | ----- | ----- |
| Ultracaine DS® | 47 | ----- | ----- |
| Cetrexidina® | 32 | 31,1 | ----- |
| NaOCl 2,5% | 41 | ----- | 72,62 |
| NaOCl 5% | 43 | ----- | ----- |
| NaOCl 5,25% | ----- | 49 | ----- |
| EDTA 17% | 46 | 46,8 | 69,64 |
| MTAD® | ----- | 34,5 | ----- |
| Smear Clear® | ----- | 33 | ----- |
| Tetraclean® | ----- | 29,2 | ----- |
| EDTA-T® | ----- | ----- | 25,33 |
| REDTA® | ----- | ----- | 35,86 |

TASMAN *et al.* (2000) avaliaram a tensão superficial de diversos irrigantes, utilizando o método do anel. Os resultados mostraram que as soluções de ringer (Sigma Chemical, MO, EUA), solução salina, peróxido de hidrogênio e água destilada

tiveram os mais altos valores de tensão superficial, enquanto as soluções de NaOCl e EDTA 17% foram relativamente baixos. As soluções anestésicas, Citanest-Octapressim® 3% (solução anestésica, Astra, Suécia) e Ultracaine DS® (solução anestésica, Hoechst-Marion Roussel, Frankfurt, Alemanha) mostraram valores similares ao NaOCl e ao EDTA, entretanto com diferenças significativas. Cetredixina® (0,2% de cetrímide e clorexidina, GABA Vebas, San Giuliano Milanese, Milão, Itália) apresentou o valor mais baixo.

GIARDINO *et al.* (2006) compararam a tensão superficial de alguns irrigantes endodônticos utilizando a placa de Wilhelmy. Os autores concluíram que a água apresentou o maior valor de tensão superficial, seguido pelo NaOCl, EDTA, MTAD® (Dentsply, Tennessee, EUA), Smear Clear® (uma mistura de EDTA 17% e Tween 80, SybronEndo, Orange, Califórnia, EUA), Cetrexidina® e Tetraclean® (Laboratório Farmacêutico Ogna, Muggiò, Itália).

A tensão superficial de diferentes irrigantes endodônticos também foi analisada no trabalho de YILMAS *et al.* (2011) através do método da gota pendente. Os autores encontraram valores de tensão superficial similares para as soluções de NaOCl 2,5%, EDTA 17% e água destilada. Para as soluções contendo surfactante, EDTA-T® (Sigma Aldrich, Munique, Alemanha) e REDTA® (Sigma Aldrich, Munique, Alemanha), os valores mais baixos foram encontrados

Energia é definida como a capacidade de realizar trabalho e esta é necessária para superar a tensão superficial do líquido. Essa energia que vem da superfície onde o líquido repousa é a energia superficial. Um líquido polar como a água tende a se espalhar sobre uma superfície com alta energia superficial, e a formar pequenas gotas sobre uma superfície com baixa energia superficial.

Tensão e energia superficiais levam em consideração o comportamento de líquidos em contato com a superfície de materiais. Uma maneira de quantificar esse comportamento é a medida do ângulo de contato.

O ângulo de contato é definido como o ângulo entre um plano tangente a uma gota do líquido e um plano contendo a superfície onde o líquido se encontra depositado

O formato que uma gota de líquido assume em contato com uma superfície sólida depende do ângulo θ que a gota de líquido faz com a superfície sólida. O líquido molhará completamente a superfície quando $\theta = 0^\circ$ porque a nova superfície criada possui energia de superfície γ maior do que a superfície original sólido-gás (isto é, $\gamma_{SV} > \gamma_{SL} + \gamma_{LV}$).

O molhamento de um sólido por um líquido ocorre quando a interação entre as moléculas do líquido com a interface sólida é maior do que a interação das moléculas

entre si. Em geral, as energias $\gamma_{\text{Sólido-Líquido}}(SL)$ são menores do que as correspondentes $\gamma_{\text{Sólido-Vapor}}(SV)$ e $\gamma_{\text{Líquido-Vapor}}(LV)$ porque numa interface Sólido-Líquido (SL) quase todas as ligações atômicas e moleculares são completadas.

Durante a obturação dos canais radiculares, o cimento endodôntico exerce várias funções, dentre estas o preenchimento de irregularidades do canal onde o material sólido obturador falhou em selar (WU *et al.*, 2000). O cimento ainda age como um agente de ligação entre o material sólido obturador e as paredes dentinárias (LEE *et al.*, 2002), e as interfaces dentina-cimento e cimento-material sólido obturador são de primeira importância para a prática clínica (EVANGELOS *et al.*, 2007). As propriedades físicas e químicas dos cimentos endodônticos irão caracterizar o comportamento durante e depois da obturação do canal radicular. Dentre estas propriedades, o molhamento destes cimentos sobre o material obturador e sobre a dentina deve ser levado em consideração. Um molhamento adequado do cimento em relação a esses substratos mostra a tendência de formação de uma interface entre o líquido (cimento) e o sólido, tanto dentina como guta-percha (EVANGELOS *et al.*, 2007).

Por estas razões, a medida dos ângulos de contato do cimento com as interfaces envolvidas na obturação será avaliada neste trabalho. Estas medidas ajudarão no entendimento da interação desses cimentos com essas interfaces diante da influência dos irrigantes endodônticos em aumentar ou diminuir a reatividade destas.

A investigação da energia de superfície e molhabilidade da dentina diante de diferentes tratamentos vêm sendo tema de algumas pesquisas. ATTAL *et al.* (1994) analisaram os efeitos de diferentes tratamentos em alterar a energia de superfície da dentina. Os autores concluíram que a solução de hipoclorito de sódio não alterou a energia de superfície da dentina e que a solução de EDTA diminuiu esta energia.

TOLEDANO *et al.* (1999) analisaram o efeito da desmineralização realizada com ácido fosfórico 35 % seguida ou não de irrigação com NaOCl 5% em alterar molhabilidade da dentina. Os autores concluíram que a molhabilidade aumentou após a desmineralização da dentina e que o tratamento com NaOCl, após o ácido fosfórico, potencializou esta condição.

NAKASHIMA E TERATA (2005) avaliaram a influência de soluções de EDTA na variação do ângulo de contato entre o líquido de diferentes cimentos endodônticos (cimentos pó-líquido) e a dentina e concluíram que o EDTA 3% levou a redução dos

valores de ângulo de contato, enquanto que o uso de EDTA 15% aumentou os valores do ângulo de contato.

BUZOGLU *et al.* (2007) avaliaram a energia de superfície da dentina tratada com agentes quelantes e NaOCl e concluíram que o uso de agentes quelantes com ou sem a associação ao NaOCl diminuiu a energia de superfície da dentina.

EVANGELOS *et al.* (2007) avaliaram o ângulo de contato de diferentes cimentos endodônticos (Roth 801®, AH 26®, RSA Roeko Seal® e Gutta-flow®, cimento à base de silicone, Coltene, Langenau, Alemanha) na superfície dentinária e em cones de guta-percha. Os autores concluíram que os cimentos convencionais AH 26® e Roth 801® apresentaram melhor potencial de molhamento da dentina e da guta-percha quando comparado com os outros cimentos, Roeko Seal® e Gutta-flow®.

PRADO em 2009 analisou a energia de superfície do material sólido obturador submetido à ação do hipoclorito de sódio 5,25% e clorexidina 2%. Inicialmente, foi avaliado o ângulo formado entre a guta-percha água, etilenoglicol e diiodometano sem tratamento. Após, este material foi imerso em clorexidina e NaOCl por 1 minuto. A mesma análise foi realizada com os cones de Resilon®. O autor encontrou valores de ângulo de contato diminuídos e uma maior energia de superfície dos cones de guta-percha e Resilon® quando tratados com clorexidina.

HU *et al.* (2010) analisaram os efeitos da irrigação com EDTA 17%, NaOCl 5,25% e H₂O₂ 3% e água destilada na molhabilidade da dentina. Todas as soluções foram empregadas por 10 minutos e a análise do ângulo de contato foi realizada com água destilada através de um goniômetro. Os autores concluíram que a solução de EDTA não alterou a molhabilidade. Já o hipoclorito de sódio e a água oxigenada aumentaram a molhabilidade, sendo a solução de NaOCl a mais efetiva em aumentar esta propriedade.

YILMAS *et al.* (2011) avaliaram o efeito de diferentes regimes de irrigação na molhabilidade da dentina radicular. Os seguintes tratamentos foram empregados: grupo 1, irrigação com EDTA 17%; grupo 2, EDTA 17% seguido de irrigação com NaOCl 2,5 %; grupo 3, EDTA-T® (Sigma-Aldrich); grupo 4, EDTA-T® e NaOCl 2,5%; grupo 5, REDTA® (Sigma-Aldrich); grupo 6, REDTA® e NaOCl 2,5% e grupo 7 irrigação somente com NaOCl 5,25%. Após os tratamentos, todas as amostras foram irrigadas com água destilada. Para a determinação da energia de superfície, foram feitas análises de ângulo de contato com as soluções de água, etilenoglicol e diiodometano. Todas as soluções empregadas aumentaram a molhabilidade da dentina, e as soluções de EDTA contendo surfactantes (EDTA-T® e REDTA®) foram mais eficientes em aumentar a energia de superfície.

4.6-Técnicas de Análise de Superfícies e Interfaces

As técnicas mais utilizadas para análise de microestrutura de materiais são a microscopia ótica e eletrônica. Atualmente, uma nova técnica de microscopia vem sendo utilizada em odontologia: a microscopia de varredura de ponta de prova (SPM). Há diversos tipos de microscópios de varredura de ponta de prova: o de tunelamento ou STM (*Scanning Tunneling Microscope*), o de força ou AFM (*Atomic Force Microscope*), o de campo próximo ou SNOM (*Scanning Near-Field Optical Microscope*), entre outros.

A microscopia de força atômica (AFM) tem sido utilizada largamente devido a sua capacidade de fornecer informações que não eram possíveis de se obter com o uso da microscopia eletrônica (VALERA *et al.*, 2000). Por conseguir obter imagens de superfície de materiais sob as mais variadas condições, como ar, vácuo, em meio líquido e em tempo real (DE-DEUS *et al.*, 2006), se tornou um dos equipamentos mais completos para estudo de materiais em micro e nano escalas, sendo uma técnica bem estabelecida e uma importante ferramenta na caracterização estrutural e documentação de superfícies. Apresenta algumas vantagens em relação às microscopias eletrônica (ME) de varredura e de transmissão, entre elas: dispensar o recobrimento da amostra, a possibilidade de se realizar medidas diretas de altura e rugosidade e a obtenção de imagens com resolução centenas de vezes superior a ME.

O AFM pode ser operado de diversos modos. Entretanto, seu princípio fundamental é a medida das deflexões de um suporte em cuja extremidade livre está montada a sonda. Estas deflexões são causadas pelas forças que agem entre a sonda e a amostra. No AFM, a ponta de prova é varrida sobre a superfície de uma amostra, onde esta ponta está acoplada a um *cantilever* ou haste flexível, forças entre a ponteira e a amostra causam deflexões muito pequenas desta haste (*cantilever*), mudando o caminho óptico de um feixe de laser que reflete sobre a extremidade livre do *cantilever* e incide em um fotodetector sensível à posição. Estas mudanças são detectadas e apresentadas como imagens.

A força que a amostra exerce sobre a ponteira é determinada pela deflexão do *cantilever*, dada pela lei de Hooke: $F = -k x$, sendo x o deslocamento do *cantilever* e k a sua constante de mola própria. A constante de mola determina a força entre a ponteira e a amostra quando estas estão próximas e é determinada pela geometria e pelo material utilizado na construção da haste.

O AFM é considerado uma importante ferramenta em quase todas as pesquisas que tratam de caracterização e engenharia de materiais, incluindo biomateriais, superfícies e interfaces em uma escala nanométrica. Este método de

estudo não é só para a análise da topografia da superfície de um sólido com alta resolução, este também pode ser utilizado para a obtenção de curvas de força por distância. Estas curvas, também chamadas de curva de força, fornecem valiosas informações sobre o material analisado, como forças de adesão, elasticidade, dureza e mudanças na densidade da superfície (FAWZY & FARGHALY, 2009).

De maneira sucinta, a curva de força se apresenta sob a forma de um gráfico da força aplicada na ponteira do AFM, resultando em deflexão do mesmo, em função da extensão da cerâmica piezoelétrica. Estas curvas fornecem informação sobre forças entre a ponteira do AFM e a amostra em função da distância de ambos. Esta força vertical no *cantilever* é proporcional a deflexão sofrida pelo mesmo. Uma curva de força por distância é gerada em um ponto da amostra medindo-se quanto o *cantilever* se flexiona durante uma ou mais “varridas” do microscópio. Variações no formato desta curva feitas em diferentes pontos da amostra indicam variações locais em nanoescala na superfície da amostra. O formato da curva também pode ser modificado por contaminantes na superfície, assim como a presença de água na superfície quando o AFM está operando em ar.

Quando a ponteira do AFM é aproximada da amostra, a haste vai sofrer uma deflexão. Para distâncias maiores que 10 nm, as interações eletrostáticas e hidrofóbicas são dominantes entre a ponteira e a amostra. Se a força entre a ponteira e a amostra for atrativa, o *cantilever* é flexionado de modo a entrar em contato com a amostra. À distância menores que 10nm, a deflexão do *cantilever* é causada por forças atrativas de *van der Waals*. Se a ponteira continuar se aproximando da amostra, o *cantilever* vai “pular” para o contato com a superfície da amostra. Isto ocorre quando as forças atrativas forem maiores que a constante de mola da haste. Após este contato, se houver mais aproximação, o *cantilever* sofrerá uma grande deflexão repulsiva. Quando a ponteira é retraída, a ponteira se mantém em contato com a superfície até que a deflexão do *cantilever* supere as forças de adesão entre a ponteira e a amostra, quando ocorre a abrupta transição para o regime de não-contato do *cantilever* e este retorna a sua posição original (JANDT, 2001). Um exemplo genérico de curva de força é exibido na figura 1:

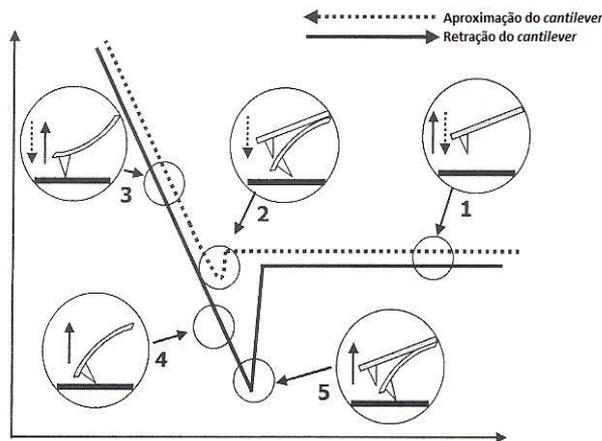


Fig. 1: Curva de força: 1, região sem contato; 2, região de contato; 3, flexão do cantilever; 4, flexão negativa; 5, não contato.

A força de adesão (F_{ad}) pode ser calculada pela diferença entre o ponto onde a ponteira entra em contato com a amostra e o ponto onde há a separação do *cantilever* com a amostra, através da expressão:

$$F_{ad} = K \Delta Z_{max}$$

onde K é a constante de mola e ΔZ_{max} é a deformação do piezo sofrida do início do contato até o ponto onde o *cantilever* se desprende da superfície (OUYANG *et al.*, 2001).

Um pré-requisito para a obtenção de curvas força-distância exatas é o uso de *cantilevers* calibrados de conhecida constante de força. A força aplicada no *cantilever* é dada pela expressão:

$$F = - K z$$

onde K é a constante de mola do *cantilever*, z é a deflexão do *cantilever* na direção z , perpendicular a superfície da amostra. Forças aplicadas pela ponteira de AFM podem ser estimadas pela curva força-distância e a constante de mola pode ser fornecida pelo fabricante do *cantilever*.

O uso do AFM em odontologia é datado de 1993, quando MARSHALL *et al.* avaliaram o efeito de uma solução de 0,025 M de ácido nítrico por 20 segundos em intervalos de 0-100s sobre a dentina.

O primeiro relato do uso dessa técnica em endodontia foi de VALERA *et al.* (2000) que analisaram a morfologia dos cimentos endodônticos Sealapex®, Apexit®,

Sealer 26® (cimento à base de hidróxido de cálcio, Dentsply Indústria e Comércio LTDA, Petrópolis, Rio de Janeiro) e Ketac Endo® através de microscopia de força atômica verificando as características de suas partículas após a obturação dos canais radiculares e 6 meses depois em contato com plasma sanguíneo humano. Os resultados mostraram que o cimento Apexit® foi o que mostrou mais desintegração após 6 meses, seguido pelo Ketac Endo® e Sealapex®. Dentre todos os cimentos estudados, o Sealer 26® mostrou-se mais uniforme e com menor desintegração.

MARSHALL *et al.* (2001) avaliaram as alterações na dentina tratada com ácido cítrico seguida de irrigação com NaOCl 6.5% utilizando o AFM. Os autores concluíram que a desmineralização da dentina removeu dentina peritubular e uma pequena porção de dentina intertubular, permanecendo a matriz colágena. Quando esta superfície foi tratada com o hipoclorito de sódio, este removeu colágeno, ficando a dentina subjacente a esta camada porosa, o que pode facilitar a penetração de cimentos devido ao aumento da área de contato para estes materiais.

VALOIS *et al.* (2005, a) avaliaram os efeitos do NaOCl a 5,25% e da clorexidina 2% nos cones de guta percha, por 1, 5, 10, 20 e 30 minutos por microscopia de força atômica. O cone foi seccionado a 3 mm da ponta e levado a análise (controle). Foi feito o ataque da amostra nos tempos indicados, posteriormente as amostras foram lavadas em água ultrapura, secas com ponta de papel ao seu redor e levadas novamente a análise. Doze diferentes regiões foram avaliadas em cada grupo. Com base nos resultados os autores concluíram que a clorexidina não causou modificações estruturais nos cones de guta percha nos tempos avaliados, por outro lado o NaOCl causou modificações elásticas após 1 minuto de exposição.

VALOIS *et al.* (2005, b) analisaram o efeito de diferentes concentrações de hipoclorito de sódio na estrutura de cones de guta-percha. Os cones foram imersos em concentrações de 0,5%, 2,5% e 5,25% de hipoclorito de sódio nos tempos de 1 e 5 minutos. Após cada tempo de imersão, os cones foram levados ao AFM. Os autores constataram mudanças na elasticidade dos cones de guta-percha quando estes ficaram submersos por 1 minuto em NaOCl 5,25%. Nas concentrações de 2,5% e 5,25%, houve alterações topográficas quando submersos após 5 minutos. Na concentração de 0,5% o hipoclorito de sódio não causou alterações nem na topografia nem na elasticidade dos cones.

ÍSCI *et al.* (2006) avaliaram os efeitos de soluções de NaOCl a 5,25% e de clorexidina 2% nos cones de Resilon®, por 1 e 5 minutos por microscopia de força atômica. Os resultados mostraram uma redução da rugosidade RMS dos cones quando em contato com o NaOCl e clorexidina por 5 minutos. Diferenças significativas não foram observadas quando em contato com as soluções por 1 minuto.

DE-DEUS *et al.* (2006) avaliaram o processo de desmineralização da dentina por diferentes agentes quelantes em tempo real por microscopia de força atômica. As soluções utilizadas foram EDTA 17%, EDTAC® 17% e ácido cítrico 10%. Os tempos avaliados variaram de 0 a 400s. Os dados foram avaliados a partir de análise da rugosidade RMS. Os resultados mostraram que para a solução de ácido cítrico a superfície apresentou, após 400 s, uma maior rugosidade sendo mais efetiva na desmineralização que o EDTA e o EDTAC.

KISHEN *et al.* (2008) investigaram a adesão de *Enterococcus faecalis* na dentina após variados regimes de irrigação com NaOCl 5,2%, CHX 2% e EDTA 17% utilizando curvas de força de AFM. Os autores chegaram à conclusão que o último irrigante empregado influenciou na adesão deste microorganismo. Quando a solução de EDTA foi empregada como último irrigante, houve uma maior força de adesão do *E. Faecalis*, seguido da irrigação com NaOCl e CHX. Quando a solução de hipoclorito de sódio foi empregada após o EDTA, esta solução conseguiu diminuir a adesão de bactérias à dentina, o que não foi conseguido para a solução de CHX após o EDTA. Quando as três soluções foram empregadas em conjunto, EDTA, NaOCl e CHX, foi registrado uma menor adesão bacteriana.

PRADO (2009) avaliou por AFM a remoção da *smear layer* com diferentes soluções e em diferentes tempos. Foram utilizados soluções de EDTA 17%, ácido cítrico 10% e ácido fosfórico 37% agindo por 30 segundos, 1 e 3 minutos. O autor concluiu que a solução de ácido fosfórico se mostrou eficaz na remoção da *smear layer* em todos os tempos testados, mostrando sempre uma melhor ação que o EDTA e, em alguns casos, sendo melhor que o ácido cítrico.

No mesmo trabalho de PRADO (2009) também foi analisada a topografia dos cones de guta-percha e Resilon® quando submetidos a ação de hipoclorito de sódio 5,25%, clorexidina 2% e MTAD® nos tempos de 1, 3 e 6 minutos. Foram realizadas análises antes e após o ataque com as substâncias, de uma mesma área dos cones e de áreas diferentes. Quando a metodologia de análise de diferentes áreas foi utilizada, os dados coletados não foram claros. Quando uma mesma área foi utilizada para avaliar tal alteração, observou-se que o hipoclorito de sódio causou alterações na superfície dos cones de guta-percha. Quando a clorexidina foi utilizada, nenhuma das amostras demonstrou alterações de topografia. No caso do MTAD®, apenas os cones de guta-percha da marca Odous® (Odous De Deus, Minas Gerais) sofreram alterações.

FORNER *et al.* (2009) avaliaram a força de adesão da dentina com a ponteira de AFM, através da obtenção de curvas de força, após a aplicação de dois agentes clareadores, peróxido de hidrogênio e de carbamida. Foi encontrada uma redução da

força de adesão de 50% quando os agentes clareadores foram empregados, não havendo diferenças significativas entre eles. Os autores concluíram que mais estudos são necessários para ver os efeitos dessa alteração biomecânica da dentina na adesão de materiais restauradores.

HU *et al.* (2010) analisaram a rugosidade da dentina quando tratadas com diferentes regimes de irrigação com microscopia de força atômica (AFM). Foram utilizados os diferentes tratamentos: irrigação com EDTA 17%, NaOCl 5,25%, H₂O₂ 3% e água destilada. As soluções foram empregadas pelos tempos de 10 minutos. As soluções de hipoclorito de sódio e EDTA 17% aumentaram a rugosidade da dentina de forma significativa.

Até o presente momento, não existe na literatura o estudo da força de adesão através da curva de força, concebida por AFM, de cimentos empregados na endodontia com a dentina.

5- Metodologia, resultados e discussão

Para fins didáticos, a parte experimental, resultados e discussão deste trabalho serão divididos em capítulos.

5.1- Capítulo I - Tensão superficial das soluções irrigadoras

A solução irrigadora deve estar em íntimo contato com a superfície dentinária, e isto depende da sua tensão superficial. A eficiência de um irrigante endodôntico está intimamente relacionada à sua tensão superficial. Quanto menor a tensão superficial das soluções empregadas, maior será seu contato com a superfície dentinária e uma melhor ação deste irrigante pode ser esperada. Nesse sentido, a primeira etapa desse trabalho objetivou avaliar a tensão superficial dos diferentes irrigantes comumente empregados na prática endodôntica.

Materiais e Métodos:

A tensão superficial das soluções de EDTA 17%, NaOCl 5,25% e clorexidina 2% foi avaliada através de um tensiômetro Kruss K 100 (Kruss GmbH, Hamburgo, Alemanha) do laboratório de departamento de Engenharia Química (Ladeq / UFRJ) através do método da placa de Wilhelmy.

Neste método, uma placa fina de platina é mergulhada num líquido e monitorada por uma balança, sendo possível avaliar a tensão superficial de duas formas: o recipiente contendo o líquido é abaixado e o efeito sofrido pela balança no momento da separação do líquido com a placa é observado, ou é avaliado a variação da força necessária para manter a placa em um nível constante, enquanto a tensão superficial varia. Neste último método, é possível quantificar dinamicamente a tensão superficial de um líquido (SHAW, 1975; RABOCKAI, 1979).

Esta força, aferida pelo método dinâmico, é depois aplicada à equação de Wilhelmy geral abaixo, para que a tensão superficial do líquido seja calculada:

$$F = mg + \gamma p \cos\theta + F_b$$

onde F é a força aferida pelo equipamento, m é a massa da placa, g é a constante de gravidade, γ é a tensão superficial do líquido, θ é o ângulo de contato, F_b é a força de empuxo e p é o perímetro da placa. Esta última contribuição pode ser eliminada pela extrapolação linear quando a imersão da placa for nula, enquanto que a massa e a constante de gravidade podem ser eliminadas da equação através da utilização do software do equipamento, levando a uma nova equação:

$$\gamma = F / p \cos\theta$$

na prática, o ângulo de contato raramente é medido, em vez disso, os valores da literatura são utilizados, ou o molhamento completo é assumido, ou seja, $\theta = 0$ (HOLMBERG, 2002), levando a um rearranjo na equação:

$$\gamma = F / p$$

Logo, a tensão superficial pode ser analisada através do perímetro da placa e pela força exercida na placa pelo líquido testado na imersão zero.

Todas as soluções foram manipuladas na farmácia de manipulação Mil Fórmulas (Rio de Janeiro, RJ). Foram utilizados 5 mL de cada solução a 25° C. Para o controle do experimento e calibração do equipamento, o mesmo volume de água destilada foi empregado. Para cada líquido 30 medidas foram realizadas no método dinâmico.

Os dados foram computados no Microsoft Excel®. Para a análise estatística, o programa SPSS® foi utilizado. Para testar a normalidade dos dados, foi empregado o teste de Kolmogorov-Smirnov. A análise estatística foi realizada com os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ($p < 0,05$).

Resultados e discussão:

Foram encontrados valores mais baixos de tensão superficial para a solução de clorexidina 2% (35,99 mN/m \pm 0,42), seguida da solução de NaOCl 5,25% (41,23 mN/m \pm 0,58), solução de EDTA 17% (42,59 mN/m \pm 0,19) e o controle de água destilada (70,52 mN/m \pm 0,44). Em relação ao controle (água destilada) todas as soluções apresentaram diferentes valores estatisticamente significativos e a solução de clorexidina 2% apresentou o menor valor de tensão superficial ($p < 0,05$). As soluções de NaOCl e EDTA não diferiram estatisticamente entre si ($p > 0,05$). Os resultados estão apresentados no gráfico 1 abaixo:

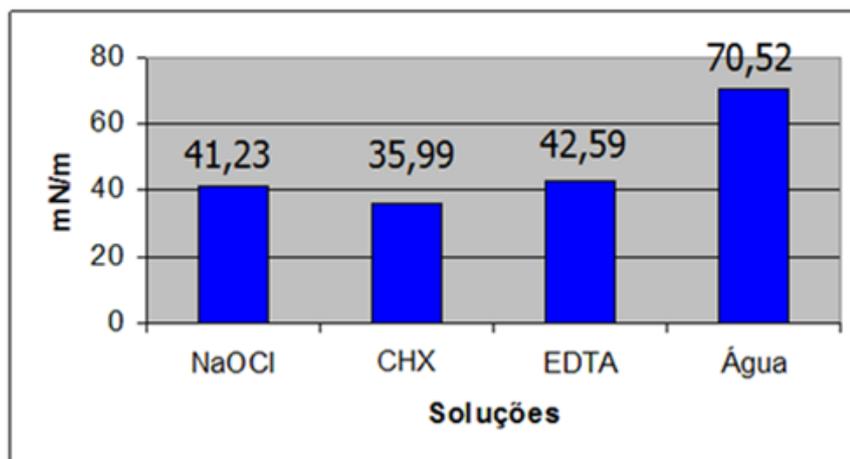


Gráfico 1 - Tensão superficial

Vários fatores podem ser responsáveis pela falha na terapia endodôntica, principalmente a presença de microorganismos no interior do SCR que resistiram ao preparo químico-mecânico. A presença de bactérias associadas à complexa anatomia do SCR e a deficiência da instrumentação endodôntica em remover completamente tecido pulpar e bactérias, evidenciam o papel fundamental complementar à instrumentação das soluções irrigadoras.

Como a tensão superficial tende a reduzir a área de um líquido, esta força limita a capacidade deste de penetrar em um capilar ou de se espalhar por uma superfície. Um irrigante endodôntico ideal deve apresentar baixa tensão superficial, para poder fluir melhor não somente no canal principal, mas também em canais laterais e ramificações do SCR, podendo assim atingir áreas não instrumentadas (CAMERON, 1986).

No presente trabalho, observou-se que a tensão superficial da solução de EDTA não foi diferente significativamente dos valores de tensão superficial encontrados para a solução de NaOCl. Porém, ambas as soluções apresentaram valores de tensão superficial maiores em comparação à solução de clorexidina. Esses dados estão em desacordo com os achados de TASMAN *et al.* (2000), que encontraram valores de tensão superficial menores para a solução de NaOCl quando comparada à solução de EDTA. Os achados também discordam dos de GIARDINO *et al.* (2006), que verificaram menores valores para a solução de EDTA quando em comparação à solução de NaOCl; e dos achados de YILMAZ *et al.* (2011), que encontraram valores de tensão superficial similares para a água destilada e as soluções de NaOCl e EDTA.

As diferenças na metodologia empregada, a temperatura, concentração, manipulação e armazenamento das soluções testadas podem ter influenciado as diferenças dos valores encontrados (YILMAZ *et al.*, 2011).

Na literatura não há relatos da análise da tensão superficial da solução de CHX 2%. Porém, tanto na pesquisa de TASMÁN *et al.* (2000) e na de GIARDINO *et al.* (2006), foi avaliada a tensão superficial da solução de Cetrizidina, (uma mistura de 0,2 cetrimida 0,2% e clorexidina 0,2% em solução aquosa), que apresentou os valores mais baixos de tensão superficial quando comparados ao NaOCl e ao EDTA. Estes resultados são comparáveis ao encontrado para a solução de clorexidina 2% no presente trabalho. A diminuição da tensão superficial do líquido pode ser um indicativo de que esta solução poderia penetrar melhor no SCR, permitindo que a solução alcance regiões de mais difícil acesso no interior do canal radicular, o que pode melhorar seu efeito antimicrobiano.

Por outro lado, esta condição não é suficiente para dispensar o emprego de outras soluções no auxílio do preparo químico mecânico dos canais radiculares, já que uma desvantagem da solução de CHX é que esta não possui efeito solvente de matéria orgânica, não podendo assim ser considerada um irrigante endodôntico ideal (NAENNI *et al.*, 2004).

5.2- Capítulo II – Energia de superfície da dentina

Diferentes soluções irrigadoras são utilizadas durante o preparo químico-mecânico. Essas soluções vão interagir com o substrato dentinário podendo gerar alterações nessa superfície. Nesse sentido, o objetivo deste capítulo foi avaliar a energia da superfície dentinária após o tratamento com diferentes irrigantes.

Materiais e Métodos

A análise da energia de superfície foi realizada no goniômetro Ramé-Hart do laboratório de Superfícies e Filmes Finos do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PEMM). Este estudo foi revisado e aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa do Instituto de Estudos de Saúde Coletiva da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ) sob o parecer nº 108/2010.

Todos os dentes utilizados neste trabalho foram extraídos na Clínica de Cirurgia Oral da Faculdade de Odontologia da UFRJ por motivos terapêuticos. A faixa etária dos pacientes variou entre 20 e 35 anos. Foram empregados elementos dentários que apresentavam canais radiculares que não haviam sofrido nenhum tipo de intervenção endodôntica, ou seja, encontravam-se hígidos e sem obstáculos. Os elementos dentários foram colocados em solução de NaOCl 5,25% por 2 horas para a desinfecção de superfície e remoção do tecido periodontal e depois mantidos em refrigeração (4°C) em água destilada até a sua manipulação.

Para este experimento, foram utilizados 18 dentes terceiros molares inferiores permanentes. A coroa do dente foi removida, e o mesmo clivado no sentido VL (vestíbulo-lingual), dando origem a 2 segmentos de cada elemento dentário, um contendo a raiz mesial e o outro contendo a raiz distal. Somente a raiz distal foi empregada, devido à sua maior dimensão. A superfície radicular foi planificada com o auxílio de lixa número 100 sob resfriamento com água, o que resultou na criação de uma *smear layer* (WACHAROWICZ *et al.*,2007). Para uma padronização das amostras, estas foram cortadas em uma Isomet 1000 (Buehler, Lake Buff, EUA) em segmentos de 10 mm x 5 mm.

As superfícies radiculares foram irrigadas com 40 mL de NaOCl 5,25% para simular a irrigação empregada no preparo químico-mecânico e lavadas com água destilada. Após este procedimento, as superfícies radiculares foram tratadas com 10mL de diferentes soluções, de acordo com a tabela 2:

Tabela 2: Regimes de irrigação final:

| | Remoção da smear layer | Irrigação | Tratamento | Irrigação final |
|----------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|------------------------|
| Grupo 1 (n=3) | ----- | ----- | Água destilada | Água destilada |
| Grupo 2 (n=3) | ----- | ----- | NaOCI 5,25% | Água destilada |
| Grupo 3 (n=3) | ----- | ----- | CHX 2% | Água destilada |
| Grupo 4 (n=3) | EDTA 17% 5 minutos | Água destilada | ----- | ----- |
| Grupo 5 (n=3) | EDTA 17% 5 minutos | Água destilada | CHX 2% | Água destilada |
| Grupo 6 (n=3) | EDTA 17% 5 minutos | Água destilada | NaOCI 5,25% | Água destilada |

As amostras foram secas com pontas de papel (EndoPoints, Paraíba do Sul, Rio de Janeiro), antes da realização do experimento. Nos grupos 4, 5 e 6, a solução de EDTA 17% foi empregada para a remoção da *smear layer*. Para as medidas de ângulo de contato na superfície dentinária foram utilizadas três soluções: diiodometano (apolar), etilenoglicol (polar) e água (polar). Em cada segmento dentário foram avaliadas as três soluções testadas. Três gotas de cada solução (5µL cada gota) foram utilizadas para cada tratamento de superfície empregado. Um total de 20 medidas para cada gota foi realizado.

Os dados foram computados no Microsoft Excel®. Para a análise estatística, o programa SPSS® foi utilizado. Para testar a normalidade dos dados, foi empregado o teste de Kolmogorov-Smirnov. A análise estatística foi realizada com os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ($p < 0,05$).

Resultados e discussão:

As energias de superfície obtidas após os diferentes tratamentos estão apresentadas na Tabela 3. Os dados foram calculados utilizando a aproximação de ácido-base:

Tabela 3: Valores de energia de superfície da dentina

| | Energia de superfície (mN/m) |
|-------------------|-------------------------------------|
| Água | c 38,3 ± 0,04 B |
| NaOCl | a 46,3 ± 0,37 A |
| CHX | b 44,6 ± 0,21 B |
| EDTA | c 43,43 ± 0,04 A |
| EDTA/NaOCl | b 46,46 ± 0,24 A |
| EDTA/CHX | a 49,63 ± 0,36 A |

As letras minúsculas indicam diferença estatística entre o mesmo grupo (com e sem *smear layer*). Já as letras maiúsculas indicam diferença estatística dos tratamentos antes e após a remoção da *smear layer*. Os resultados encontrados mostraram que nos regimes com *smear layer*, os tratamentos com NaOCl e clorexidina aumentaram significativamente a energia de superfície em relação ao controle. A solução de hipoclorito de sódio obteve os melhores resultados.

Estes achados estão de acordo com os de HU *et al.* (2010) e os de YLMAZ *et al.* (2011) que encontraram maior energia de superfície para dentes tratados com a solução de hipoclorito de sódio. Este comportamento pode ser explicado após a irrigação com hipoclorito de sódio porque esta solução, ao remover parcialmente a *smear layer*, expõe uma superfície hidrofílica, ou seja, a remoção de colágeno feita pelo NaOCl expõe a matriz de hidroxiapatita, que apresenta uma alta energia de superfície (RUYTER, 1992; PANIGHI & SELL, 1992; ATTAL *et al.*, 1994).

Os resultados diferem dos achados de ATTAL *et al.* (1994), que não encontraram alterações na energia de superfície após tratamento com NaOCl. Já BUZOGLU *et al.* (2007) encontraram valores mais baixos de energia de superfície da dentina quando tratada com NaOCl.

Não há relatos na literatura que avaliaram a energia de superfície da dentina após o tratamento com a solução de clorexidina. Entretanto, HASHEM *et al.* (2009), em um estudo sobre o efeito da irrigação com clorexidina na adesão de cimentos endodônticos, relatam que a solução de clorexidina 2% pode aumentar a energia de superfície da dentina e, conseqüentemente a sua molhabilidade, devido à presença de surfactante nesta solução.

Quando a *smear layer* foi removida, todos os regimes aumentaram a energia de superfície em relação ao grupo controle. A maior energia de superfície foi encontrada para a combinação EDTA/Clorexidina, seguida da irrigação com EDTA/NaOCl e finalmente, a irrigação com EDTA ($p < 0,05$). Para a irrigação final com

hipoclorito, a remoção da *smear layer* não alterou a energia de superfície de maneira significativa.

Para a solução de EDTA 17%, os resultados desta pesquisa estão de acordo com os resultados de YILMAZ *et al.* (2011), ou seja, foi encontrado o aumento da energia de superfície após o tratamento com esta solução.

Uma diminuição na energia de superfície da dentina quando esta foi tratada com EDTA foi relatada na literatura, e este fato foi atribuído à exposição de colágeno, que apresenta baixa energia de superfície (ATTAL *et al.* 1994; BUZOGLU *et al.*, 2007). Porém, no estudo de TOLEDANO *et al.* (1999), que analisaram a molhabilidade da dentina após esta ser desmineralizada, foi encontrado um aumento desta propriedade, ou seja, expondo colágeno houve aumento da molhabilidade e, conseqüentemente, da energia de superfície, já que estas propriedades apresentam o mesmo comportamento em uma superfície (MILOSEVIC, 1992). Já HU *et al.* (2010) encontraram que esta solução não alterou a molhabilidade da dentina.

Para a combinação EDTA/NaOCl, os achados estão de acordo com os de TOLEDANO *et al.*(1999) e YLMAZ *et al.* (2011) que encontraram que a ação proteolítica do NaOCl após a desmineralização da dentina aumentou a energia de superfície. Os resultados diferem dos encontrados por BUZOGLU *et al.* (2007), que encontraram uma diminuição na energia de superfície.

Mais uma vez, não há relato na literatura de trabalhos que analisaram a energia de superfície da ação combinada da solução de EDTA com a clorexidina.

Os resultados conflitantes discutidos anteriormente podem ser explicados por diferenças na metodologia empregada, bem como o tempo de exposição à solução de EDTA, que pode ter causado erosão nas paredes dentinárias (ÇALT & SEPER, 2002). Diferenças nas concentrações das soluções empregadas também podem ter contribuído para os diferentes resultados encontrados, já que as medidas de ângulo de contato são altamente sensíveis ao tratamento que o sólido sofreu (YILMAZ *et al.*, 2011).

Para a correta medida do ângulo de contato de um líquido com um sólido, este deve estar limpo e polido (MILOSEVIC, 1992). Logo, a rugosidade de um sólido contribui para a molhabilidade da mesma (LEE & MICHIELSEN, 2007). É esperada uma maior molhabilidade de uma superfície quando esta se apresenta mais rugosa devido ao aumento da área de contato (ROSALES *et al.*, 1999). Através da medida do ângulo de contato, é muito difícil avaliar a contribuição da rugosidade de um sólido para a sua energia de superfície (EICK *et al.*, 1972).

O efeito da rugosidade superficial será discutido no próximo capítulo, onde a rugosidade da superfície dentinária foi verificada após estes diferentes tratamentos.

5.3- Capítulo III – Rugosidade da dentina:

As soluções irrigadoras podem alterar as características físico-químicas da superfície dentinária, resultando em alterações em sua rugosidade. A rugosidade de um sólido contribui para o processo de adesão deste com um líquido. Neste capítulo, será avaliada a rugosidade da dentina após diferentes tratamentos com estas soluções.

Materiais e métodos:

Foi realizada com o auxílio de um perfilômetro Dektak IIA (Bruker, Madison, Winsconsin, EUA) do laboratório de Superfícies e Filmes Finos do PEMM para a análise da ação das soluções na parede dentinária. Foram utilizados 6 terceiros molares inferiores permanentes que foram manipulados do mesmo modo descrito para os experimentos anteriores. Para esta análise, o segmento distal da raiz será cortado no Isomet 1000, em cortes de aproximadamente 3 mm X 5mm, o que forneceu um total de 18 fragmentos. Todas as amostras foram primeiramente tratadas com 10mL de água destilada e tiveram a rugosidade analisada no perfilômetro. Cinco linhas de 1µm foram realizadas em diferentes posições para cada amostra. Após esta análise inicial, as amostras foram irrigadas com 40mL de NaOCl 5,25%, para simularem a irrigação empregada durante o tratamento endodôntico e foram subdivididas em 6 grupos onde foram empregados 10 mL de diferentes soluções, resultando em diferentes irrigações finais, conforme a tabela 4:

Tabela 4: Regimes de irrigação final – Análise da rugosidade

| | Remoção da smear layer | Irrigação | Tratamento | Irrigação final |
|----------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|------------------------|
| Grupo 1 (n=3) | ----- | ----- | Água destilada | Água destilada |
| Grupo 2 (n=3) | ----- | ----- | NaOCl 5,25% | Água destilada |
| Grupo 3 (n=3) | ----- | ----- | CHX 2% | Água destilada |
| Grupo 4 (n=3) | EDTA 17% 5 minutos | Água destilada | ----- | ----- |

| | | | | |
|--------------------------|-----------------------|-------------------|-------------|----------------|
| Grupo 5 (n=3) | EDTA 17% 5 minutos | Água destilada | NaOCI 5,25% | Água destilada |
| Grupo 6 (n=3) | EDTA 17% 5 minutos | Água destilada | CHX 2% | Água destilada |

Após estes procedimentos, as amostras tiveram novamente a rugosidade avaliada, também com cinco traços em diferentes regiões. Os dados foram computados no Microsoft Excel®. Para a análise estatística, o programa SPSS® foi utilizado. Para testar a normalidade dos dados, foi empregado o teste de Kolmogorov-Smirnov. Para a determinação se houve diferença estatística antes e depois do tratamento, foram empregados os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ($p < 0,05$).

Resultados e discussão:

Os resultados estão apresentados na tabela 5 a seguir:

Tabela 5: Resultados rugosidade da dentina

| Tratamento | Rugosidade (μm) | |
|------------|------------------------------|-------------------|
| | Inicial | Final |
| Água | A 0,59 \pm 0,01 | A 0,60 \pm 0,02 |
| NaOCI | A 0,61 \pm 0,01 | A 0,62 \pm 0,02 |
| CHX | A 0,57 \pm 0,01 | A 0,57 \pm 0,02 |
| EDTA | A 0,61 \pm 0,01 | A 0,62 \pm 0,02 |
| EDTA/NaOCI | A 0,64 \pm 0,02 | B 0,70 \pm 0,01 |
| EDTA/CHX | A 0,62 \pm 0,02 | A 0,62 \pm 0,01 |

As letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatística após o a utilização da irrigação final descrita. Nos grupos onde a *smear layer* foi mantida, a irrigação final não alterou os valores de rugosidade encontrados ($p > 0,05$). Nos grupos onde o EDTA foi utilizado para a remoção da *smear layer*, foi encontrada alteração significativa da rugosidade somente no grupo onde houve a combinação do agente quelante com a solução de NaOCI ($p < 0,05$).

O uso combinado de EDTA e NaOCI aumentou a rugosidade de maneira significativa. Resultados semelhantes foram encontrados por ELDENIZ *et al.* (2005a) e

YLMAZ *et al.* (2011). Os autores atribuíram este aumento da rugosidade à ação quelante do EDTA e proteolítica do NaOCl, que, deixaram os túbulos dentinários patentes, aumentando a rugosidade.

Segundo a equação de Wenzel, (WENZEL, 1936) o molhamento de um sólido por um líquido depende da interação destes componentes, capilaridade e rugosidade. Há uma relação inversa entre o ângulo de contato e a rugosidade do sólido, quanto maior a rugosidade, menor o ângulo de contato. É aceito que a rugosidade aumenta a molhabilidade devido ao aumento na área da superfície (ROSALES *et al.*, 1999; ARMENGOL *et al.*, 2003). Entretanto, um aumento excessivo na rugosidade pode resultar na formação de bolsas de ar, atrapalhando o espalhamento de um líquido em uma superfície, comprometendo esta interface (YLMAZ *et al.*, 2011).

Quando a energia de superfície foi avaliada no capítulo anterior, o tratamento com a solução de NaOCl aumentou a energia de superfície. Porém, quando a *smear layer* foi removida e esta solução foi aplicada, o aumento desta energia não foi significativo. Isto pode ser atribuído ao aumento da rugosidade encontrado neste regime, o que comprometeu o espalhamento das soluções utilizadas para a determinação do ângulo de contato e, conseqüentemente, comprometeu a avaliação da energia de superfície.

Na literatura, não foram encontradas pesquisas que avaliaram a rugosidade da dentina quando tratada com a solução de clorexidina 2%. ARI *et al.* (2004) encontraram que a dentina tratada com a solução de clorexidina 0,2% não apresentou alteração de sua rugosidade, devido a falta de ação proteolítica desta solução.

Como o tratamento com a clorexidina, EDTA e EDTA/Clorexidina não resultaram em alterações da rugosidade de maneira significativa, o aumento da energia de superfície encontrado para estes regimes de irrigação final no capítulo anterior, podem ser atribuídos a alterações químicas que estas soluções geraram na superfície da dentina.

5.4- Capítulo IV – Rugosidade do material obturador

A desinfecção dos materiais obturadores com soluções químicas pode alterar a superfície destes materiais. Estas alterações podem comprometer o desempenho na obturação endodôntica. Este capítulo irá investigar possíveis efeitos destas soluções na rugosidade de materiais obturadores. A energia de superfície dos materiais obturadores após o processo de desinfecção com as soluções de NaOCl e CHX foi avaliada em um trabalho prévio do laboratório de Superfícies e Filmes finos. Estes resultados, que foram obtidos seguindo a mesma metodologia para a determinação da energia de superfície da dentina, serão utilizados como referência nesta pesquisa.

Materiais e métodos:

Cones acessórios de tamanho médio, de guta-percha (Odous De-Deus, Odous, Minas Gerais) e Resilon® (SybronEndo, Orange, Califórnia, EUA), foram colocados entre duas lâminas de vidro sobre uma plataforma aquecida e prensados para formarem uma lâmina plana de cada material (4 X 4 mm). Um total de 9 lâminas de cada material foi empregado. Todas as amostras foram lavadas com 10mL de água destilada e secas em gases estéreis. As amostras foram analisadas no perfilômetro Dektak para serem determinados valores de rugosidade prévios à desinfecção. Após estas medidas, as lâminas dos materiais foram divididas aleatoriamente em 6 grupos para serem tratadas com as soluções de NaOCl ou CHX, segundo a tabela 6:

Tabela 6: Tratamentos realizados no material sólido obturador

| Grupos | Tratamentos empregados |
|----------------------|---|
| Grupo 1 (n=3) | Guta-percha imersa em água ultrapura por 1 minuto |
| Grupo 2 (n=3) | Guta-percha imersa CHX 2% por 1 minuto |
| Grupo 3 (n=3) | Guta-percha imersa em NaOCl 5,25% por 1 minuto |
| Grupo 4 (n=3) | Resilon® imerso em água ultrapura por 1 minuto |
| Grupo 5 (n=3) | Resilon® imerso em CHX 2% por 1 minuto |
| Grupo 6 (n=3) | Resilon® imerso em NaOCl 5,25% por 1 minuto |

Todas as amostras foram novamente lavadas com água destilada (10mL) e secas com gases estéreis.

Em seguida as amostras foram novamente analisadas quanto à variação da sua rugosidade após os tratamentos. Foram analisados cinco traços em regiões diferentes.

Os dados foram computados no Microsoft Excel®. Para a análise estatística, o programa SPSS® foi utilizado. Para testar a normalidade dos dados, foi empregado o teste de Kolmogorov-Smirnov. A análise estatística foi realizada com os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ($p < 0,05$).

Resultados e discussão:

Os valores de rugosidade encontrados para os materiais e tratamentos empregados estão apresentados na tabela 7:

Tabela 7: Rugosidade do material sólido obturador:

| Tratamento | Rugosidade (μm) | | | |
|------------|------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| | Guta-percha | | Resilon® | |
| | Inicial | Final | Inicial | Final |
| Água | $0,15 \pm 0,02$ | $0,15 \pm 0,01$ | $0,16 \pm 0,01$ | $0,16 \pm 0,01$ |
| NaOCl | $0,17 \pm 0,01$ | $0,16 \pm 0,02$ | $0,16 \pm 0,01$ | $0,16 \pm 0,01$ |
| CHX | $0,16 \pm 0,02$ | $0,15 \pm 0,01$ | $0,16 \pm 0,01$ | $0,16 \pm 0,01$ |

Grandes alterações na superfície destes materiais poderiam criar espaços vazios na interface com a superfície dentinária, aumentando o risco de infiltração bacteriana (GOLDBERG *et al.*, 1991). Em relação aos materiais obturadores não houve diferença estatística de rugosidade em nenhum dos casos, comparando os valores obtidos antes e depois dos tratamentos ($p > 0,05$).

Estes resultados estão de acordo com os encontrados por VALOIS *et al.* (2005,a; 2005b) que não encontraram alterações na topografia de cones de gutapercha quando tratados com NaOCl 5,25 % e clorexidina 2% em 1 minuto de imersão.

Tratando-se dos cones de Resilon®, os achados deste trabalho também se correlacionam com os da literatura. No trabalho de ISCI *et al.* (2006), não foram encontradas alterações de rugosidade nos cones de Resilon após um minuto de imersão nas soluções testadas.

A natureza das alterações topográficas nos materiais obturadores sólidos endodônticos não está totalmente esclarecida, podendo ser atribuída a alterações nos componentes desses materiais, resultando em uma modificação de sua superfície (VALOIS *et al.*, 2005). Neste trabalho não foram encontradas alterações

na rugosidade da guta-percha e do Resilon® quando imersos nas soluções por 1 minuto, podendo estes tratamentos não interferirem de maneira negativa na interface destes materiais com as paredes do canal, como relacionado por GOLDBERG *et al.*, (1991).

O tempo de 1 minuto é suficiente para a desinfecção destes materiais, possibilitando sua aplicação segura no SCR (ROYAL *et al.*, 2007; PANG *et al.*, 2007; PRADO 2009).

5.5- Capítulo V - Ângulo de contato dos cimentos endodônticos com a superfície dentinária

O aumento da energia de superfície pode não ser determinante para garantir a adesividade do cimento com a superfície dentinária. A adesão destes materiais com a dentina também depende da natureza dos cimentos empregados. O objetivo deste capítulo foi avaliar o comportamento dos cimentos testados com a dentina após os diferentes regimes de irrigação final, para avaliar a tendência do cimento de se espalhar sobre este substrato e formar uma interface.

Materiais e métodos:

As superfícies dentinárias foram confeccionadas como descrito anteriormente para a análise da energia de superfície da dentina com as soluções irrigadoras. Foram utilizados 12 terceiros molares, sendo o segmento distal da raiz cortado no Isomet 1000, em cortes de aproximadamente 3 mm x 5mm, o que forneceu um total de 36 fragmentos. Os fragmentos foram irrigados previamente com 40mL de NaOCl 5,25% para simular a irrigação empregada durante o preparo químico-mecânico. Cada fragmento corresponderá a uma amostra, que será dividida em 6 grupos (n=6), como demonstrado na tabela 8. Cada amostra foi tratada com 10mL de cada solução.

Tabela 8: Regimes de irrigação final

| | Remoção da smear layer | Irrigação | Tratamento | Irrigação final |
|----------------------|-------------------------------|------------------|-------------------|------------------------|
| Grupo 1 (n=6) | ----- | ----- | Água destilada | Água destilada |
| Grupo 2 (n=6) | ----- | ----- | NaOCl 5,25 % | Água destilada |
| Grupo 3 (n=6) | ----- | ----- | CHX 2% | Água destilada |
| Grupo 4 (n=6) | EDTA17% 5 min. | Água destilada | ----- | ----- |
| Grupo 5 | EDTA17% | Água | NaOCl 5,25 % | Água destilada |

| | | | | |
|----------------|---------|-----------|--------|----------------|
| (n=6) | 5 min. | destilada | | |
| Grupo 6 | EDTA17% | Água | CHX 2% | Água destilada |
| (n=6) | 5 min. | destilada | | |

As amostras foram divididas aleatoriamente para a análise com cada cimento, sendo três amostras utilizadas para cada um dos materiais. Os cimentos AH Plus® (Dentsply, Petrópolis, Rio de Janeiro) e Real Seal SE® (SybronEndo, Orange, Califórnia, EUA) foram manipulados de acordo com as especificações de cada fabricante e foi depositada uma gota (0,1mL) de cada cimento sobre a superfície das amostras, com o auxílio de uma seringa BD ultrafine (0,5 mL). O goniômetro Ramé-Hart foi utilizado para realizar as medidas. Um total de três medidas para cada material foi realizada para cada tratamento descrito.

Os dados foram computados no Microsoft Excel®. Para a análise estatística, o programa SPSS® foi utilizado. Para testar a normalidade dos dados, foi empregado o teste de Kolmogorov-Smirnov. A análise estatística foi realizada com os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ($p < 0,05$).

Resultados e discussão:

A tabela 9 abaixo exibe os valores de ângulo de contato dos cimentos endodônticos com a superfície dentinária com e sem a *smear layer*.

Tabela 9: Valores do ângulo de contato dos cimentos com a superfície dentinária

| | Ângulo de contato | |
|-------------------|-------------------|------------------|
| | AH Plus® | Real Seal SE® |
| Água | c 35,82 ± 1,02 B | a 61,54 ± 0,8 B |
| NaOCl | b 34,37 ± 0,62 A | b 62,03 ± 0,58 B |
| CHX | a 33,78 ± 1,04 B | b 62,21 ± 0,49 B |
| EDTA | b 34,29 ± 0,46 A | c 58,98 ± 1,1 A |
| EDTA/NaOCl | c 34,64 ± 0,4 A | b 53,67 ± 0,24 A |
| EDTA/CHX | a 32,37 ± 1,64 A | a 52,85 ± 0,76 A |

Para o cimento AH Plus® dentre os tratamentos sem a remoção da *smear layer*, a irrigação com clorexidina resultou em menores valores de ângulo de contato, seguido do NaOCl e do grupo controle. Quando a *smear layer* foi removida, a lavagem final com clorexidina resultou no melhor tratamento, seguido do grupo controle e do grupo com irrigação final com hipoclorito de sódio. A remoção da *smear layer* resultou em redução do ângulo de contato de maneira significativa para o grupo do EDTA e para o grupo seguido de irrigação com clorexidina ($p < 0,05$).

Já para o cimento Real Seal SE®, os grupos com a *smear layer* tratados com NaOCl e CHX não exibiram diferença significativa entre si. Todavia, ambos aumentaram os valores de ângulo de contato em relação ao grupo controle ($p < 0,05$). Quando a *smear layer* foi removida, todos os valores foram diminuídos significativamente, sendo o tratamento com EDTA/Clorexidina o melhor, seguido do EDTA/NaOCl e do regime somente com EDTA.

O ângulo de contato, em geral, apresenta uma relação inversa com a energia de superfície (molhabilidade) de um sólido, isto é, quanto maior a energia de superfície, menor o ângulo de contato e maior a adesão (MILOSEVIC, 1992; O'KANE *et al.*, 1993). Esta visão é bastante simplificada, visto que não leva em conta as características químicas do fluido de trabalho e às especificidades da superfície. No nosso caso, quando os valores de ângulo de contato dos cimentos foram contrastados com os achados para a energia de superfície da dentina, os dados foram conflitantes.

O ângulo de contato pode ser afetado por mudanças na porosidade do sólido, como resultado de mudanças na rugosidade e na energia de superfície, causados pelas alterações tridimensionais na estrutura molecular na superfície de um sólido (ICHIMARU *et al.*, 1989). A molhabilidade de uma superfície depende das duas componentes da energia de superfície: a dispersiva e a polar. A componente dispersiva é referente às forças apolares, e fornecem informações sobre as interações hidrofóbicas. A componente polar diz respeito às interações polares. (ARMENGOL *et al.*, 2003).

Dentre outros fatores, a molhabilidade também depende da interação química e física do líquido com o sólido (WENZEL, 1936). Neste aspecto, se encaixa o caráter físico e químico dos cimentos endodônticos utilizados neste estudo. O cimento AH Plus® é um cimento hidrofóbico (HASHEM *et al.*, 2009) e o cimento Real Seal SE®, hidrofílico (STIEGEMEIER *et al.*, 2010). Essa diferença na propriedade destes materiais irá influenciar no espalhamento destes na dentina (EVANGELOS *et al.*, 2007).

Para a melhor discussão desses aspectos, a tabela 10, exhibe os valores obtidos de energia de superfície da dentina, com os valores de suas duas componentes, e os valores do ângulo de contato dos dois cimentos empregados neste estudo para cada tratamento sofrido pela superfície dentinária:

Tabela 10: Energia de superfície da dentina e ângulos de contato dos cimentos endodônticos com a dentina

| Tratamento | Energia de superfície (mN/m) | Comp. Polar (mN/m) | Comp. dispersiva (mN/m) | Ângulo de contato AH Plus® | Ângulo de contato Real Seal® |
|----------------|------------------------------|--------------------|-------------------------|----------------------------|------------------------------|
| Água | 38,3 ± 0,04 | 0,96 ± 0,04 | 36,9 ± 0,04 | 35,52 ± 1,02 | 61,54 ± 0,8 |
| NaOCl | 46,3 ± 0,37 | 0,71 ± 0,31 | 45 ± 0,09 | 34,37 ± 0,62 | 62,03 ± 0,58 |
| CHX | 44,6 ± 0,21 | 0,11 ± 0,1 | 44,7 ± 0,08 | 33,78 ± 1,04 | 62,21 ± 0,49 |
| EDTA | 43,43 ± 0,04 | 4,5 ± 0,07 | 39,4 ± 0,03 | 34,29±0,46 | 58,98 ± 1,1 |
| EDTA/ NaOCl | 46,46 ± 0,24 | 12 ± 0,13 | 34,4 ± 0,13 | 34,64 ± 0,4 | 53,67 ± 0,24 |
| EDTA/CHX | 49,63 ± 0,36 | 8,6 ± 0,05 | 41 ± 0,08 | 32,37 ± 1,64 | 52,85 ± 0,76 |

Para o cimento AH Plus®, os tratamentos sem remoção da *smear layer* diferiram estatisticamente entre si ($p < 0,05$). O grupo da clorexidina obteve um maior espalhamento do cimento devido à menor componente polar encontrada. Os grupos com remoção da *smear layer* também diferiram estatisticamente ($p < 0,05$). As componentes polares desses grupos foram aumentadas consideravelmente. Esse aumento pode ser atribuído ao aumento do diâmetro dos túbulos dentinários, o que aumentou a permeabilidade da dentina e a exposição de matriz colágena e a presença de fluido intertubular (HASHIM *et al.* 2009). Este aumento na componente polar na dentina pode explicar porque o cimento AH Plus® não se espalhou de maneira mais pronunciada nesses tratamentos (em relação aos tratamentos sem remoção da *smear layer*).

No tratamento com EDTA/ NaOCl, o ângulo de contato foi ligeiramente aumentado, devido ao maior aumento da componente polar. Há também a degradação das fibras colágenas pelo hipoclorito e o aumento da rugosidade, o que pode contribuir para a diminuição do ângulo de contato (WENZEL, 1936). Porém, neste caso, é possível que um aumento demasiado da rugosidade, como encontrado no capítulo III, tenha atrapalhado o molhamento deste material na superfície (YLMAZ *et al.*, 2011).

Já para o tratamento com EDTA e clorexidina, apesar da alta componente polar encontrada nos grupos onde a *smear layer* foi removida, a componente dispersiva é a mais alta dentre esses, sendo o ângulo o menor encontrado.

Para o cimento hidrofílico Real Seal SE®, nos grupos onde a *smear layer* foi retida, foram encontrados valores mais altos de ângulo de contato, em comparação aos grupos com ausência desta camada. O aumento do ângulo de contato pode ser devido à diminuição da componente polar encontrada, o que diminui a afinidade

destas superfícies com este material. Os tratamentos com hipoclorito de sódio e clorexidina aumentaram os valores de ângulo de contato em relação ao grupo controle, porém não diferiram estatisticamente entre si. Este comportamento também pode ser explicado devido aos baixos valores da componente polar encontrada nestes grupos.

Nos grupos sem camada residual, os valores de ângulo de contato diminuíram significativamente, sendo o tratamento com EDTA e CHX o que resultou em melhor molhamento do cimento. Para o grupo irrigado com EDTA e hipoclorito de sódio, a superfície mais polar, resultou em maior diminuição em relação ao grupo tratado somente com EDTA, devido ao caráter polar do cimento.

No grupo irrigado com EDTA/CHX, os valores de ângulo de contato foram menores em comparação ao grupo irrigado com EDTA/NaOCl. Isto ocorreu apesar da componente polar estar diminuída e a dispersiva aumentada em relação a este grupo citado. Este comportamento pode ser novamente explicado pela maior rugosidade encontrada no tratamento com EDTA/NaOCl, o que pode ter comprometido o molhamento deste material na dentina (YLMAZ, *et al.*, 2011).

5.6- Capítulo VI - Ângulo de contato dos cimentos endodônticos com o material obturador

A interface cimento endodôntico e material obturador também é importante para o sucesso da terapia endodôntica. Como esses materiais necessitam de desinfecção química previamente ao seu emprego no momento da obturação, o ângulo de contato dos cimentos endodônticos testados será avaliado com seu respectivo material obturador para avaliar se esta etapa do tratamento influencia o comportamento do cimento endodôntico em se espalhar pela superfície do cone obturador.

Materiais e métodos:

Cones acessórios de tamanho médio, de guta-percha (Odous De-Deus, Odous, Minas Gerais) e Resilon® (SybronEndo, Orange, Califórnia, EUA), foram colocados entre duas lâminas de vidro sobre uma plataforma aquecida e prensados para formarem uma lâmina plana de cada material (4 X 4 mm). Um total de 9 lâminas de cada material foi empregado, que foram divididas aleatoriamente em 6 grupos, segundo a tabela 11:

Tabela 11: Tratamentos realizados no material sólido obturador

| Grupos | Tratamentos empregados |
|----------------------|---|
| Grupo 1 (n=3) | Guta-percha imersa em água ultrapura por 1 minuto |
| Grupo 2 (n=3) | Guta-percha imersa CHX 2% por 1 minuto |
| Grupo 3 (n=3) | Guta-percha imersa em NaOCl 5,25% por 1 minuto |
| Grupo 4 (n=3) | Resilon® imerso em água ultrapura por 1 minuto |
| Grupo 5 (n=3) | Resilon® imerso em CHX 2% por 1 minuto |
| Grupo 6 (n=3) | Resilon® imerso em NaOCl 5,25% por 1 minuto |

Todas as amostras foram lavadas com água destilada e secas com gazes estéreis.

Em seguida, os cimentos AH Plus® (Dentsply, Petrópolis, Rio de Janeiro) e Real Seal SE® (SybronEndo, Orange, Califórnia, EUA) foram manipulados de acordo com as especificações de cada fabricante e foi depositada uma gota (0,1mL)

de cada cimento sobre as superfícies de cada material, com o auxílio de uma seringa BD ultrafine (0,5 mL). O goniômetro Ramé-Hart foi utilizado para realizar as medidas.

Os dados foram computados no Microsoft Excel®. Para a análise estatística, o programa SPSS® foi utilizado. Para testar a normalidade dos dados, foi empregado o teste de Kolmogorov-Smirnov. A análise estatística foi realizada com os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ($p < 0,05$).

A tabela 12 indica a variação dos valores de ângulo de contato obtidos nos diferentes tratamentos realizados. As superfícies tratadas com clorexidina apresentaram menores valores de ângulo de contato, seguida do tratamento com NaOCl e com a água ultrapura.

Tabela 12: Valores de ângulo de contato dos cimentos endodônticos com material obturador

| Tratamento | Guta-percha AH Plus® (média ± DP) | Resilon® Real Seal SE® (média ± DP) |
|-------------------|--|--|
| Água | c 68,3 ± 0,39 | c 69,49 ± 0,12 |
| NaOCl | b 58,49 ± 0,48 | b 62,92 ± 0,13 |
| CHX | a 48,29 ± 0,99 | a 53,89 ± 0,8 |

A análise do ângulo de contato dos cimentos endodônticos com o material sólido obturador tem sido pouco estudada na literatura. EVANGELOS *et al.* (2007) avaliaram o ângulo de contato formado entre quatro diferentes cimentos endodônticos e lâminas de guta-percha, porém estes autores não realizaram qualquer tratamento no material obturador e os quatro cimentos empregados foram diferentes dos materiais testados neste estudo. Não há relatos na literatura de pesquisas que avaliaram o ângulo de contato dos cimentos endodônticos com o material sólido obturador após estes terem sido desinfetados com as soluções de clorexidina e hipoclorito de sódio.

Estes achados podem ser correlacionados com os resultados dos estudos de PRADO (2009) que pesquisou a energia de superfície dos materiais sólidos obturadores quando submetidos ao processo de desinfecção com as mesmas soluções empregadas neste estudo. O autor encontrou que quando a guta-percha e o Resilon® eram desinfetados pela solução de clorexidina, em comparação à solução de NaOCl, ambos os materiais apresentavam maiores valores de energia de superfície, supondo-se que estas superfícies poderiam se tornar mais reativas quando empregadas juntamente com o cimento endodôntico no momento da obturação do SCR.

A energia de superfície de um sólido pode ser definida como a medida da reatividade dessa superfície ao meio em que ela se encontra, ou seja, a sua adesividade (BUZOGLU *et al.*, 2007). Existe uma relação inversa entre o ângulo de contato e a energia de superfície de um sólido, ou seja, quanto menor o ângulo de contato, maior a energia de superfície e melhor a adesão.

Como as soluções utilizadas para a desinfecção do material obturador não resultaram em alterações na rugosidade de ambos os materiais, este fator não influenciou o espalhamento dos cimentos na superfície da guta-percha e Resilon®. A ausência de irregularidades na superfície e de fluidos, ao contrário da superfície dentinária, faz com que a interpretação dos valores de ângulo de contato seja mais simples, sendo atribuída ao aumento da energia de superfície destes materiais quando tratados com as soluções testadas.

Ainda analisando a energia de superfície dos materiais obturadores, observando suas componentes polar e dispersiva, pode-se notar que como a superfície dos materiais obturadores não apresenta as características mais complexas da dentina, também é possível assumir que o caráter físico-químico dos cimentos testados não foi determinante no espalhamento destes no material sólido obturador. A tabela 13 abaixo, extraída do trabalho de PRADO (2009) ilustra a energia de superfície dos materiais testados e suas componentes polar e dispersiva:

Tabela 13: Valores de energia de superfície dos materiais sólidos obturadores (PRADO, 2009)

| | Guta-percha | | | Resilon® | | |
|----------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------------------|-------------------|-------------------|
| | Água | NaOCl | CHX | Água | NaOCl | CHX |
| Energ. Sup. (mN/m) | 47,22 (± 4,21) | 47,82 (±3,07) | 50,86 (± 2,17) | 50,9 (± 2,89) | 49,8 (± 1,08) | 53,67 (± 5,06) |
| Comp. Polar (48n/m) | 6,52 (± 0,04) | 8,79 (± 0,03) | 10,98 (± 0,09) | 12,5 (± 0,06) | 10,12 (± 0,03) | 14,27 (± 0,04) |
| Comp. disp. (mN/m) | 40,7 (± 0,04) | 39,02 (± 0,08) | 39,87 (± 0,07) | 38,4 (± 0,05) | 39,68 (± 0,03) | 39,41 (± 0,02) |

O presente estudo confirmou as afirmações acima, pois os valores de ângulo de contato formados entre os cimentos utilizados e seu respectivo material obturador foram menores quando estes foram desinfetados pela solução de clorexidina.

5.7- Capítulo VII – Medidas de força de adesão da dentina com os cimentos endodônticos empregados

Cimentos endodônticos são usualmente testados utilizando-se testes de força de adesão (*push-out*) e de infiltração (microbiana, de corante, filtração de fluidos), não havendo evidências que, entre essas metodologias, uma seja a melhor para avaliar a efetividade de um material obturador endodôntico (SLY *et al.*, 2007). O objetivo deste capítulo é obter informações sobre a força de adesão dos cimentos endodônticos com a dentina após esta sofrer os diferentes regimes de irrigação final.

Materiais e métodos:

A análise da curva de força entre a dentina e os cimentos endodônticos AH Plus® e Real Seal SE® foi realizada em um microscópio de força atômica JPK (JPK Instruments – Nanotechnology for Life Science) do laboratório de Superfícies e Filmes Finos do PEMM, sob condições ambientais, umidade relativa do ar entre 45 e 55%.

Foram utilizados 12 terceiros molares inferiores permanentes que foram preparados como descrito para os experimentos anteriores. Para esta análise, o segmento distal da raiz foi cortado na Isomet 1000, em cortes de aproximadamente 3mm X 5mm, o que forneceu um total de 36 fragmentos. Cada fragmento foi previamente tratado com 40mL de solução de NaOCl 5,25% para simular a irrigação durante o tratamento endodôntico. Cada fragmento corresponderá a uma amostra, que será dividida em 12 grupos (n=3), de acordo com a tabela 14. Cada amostra será irrigada com 10mL das soluções descritas.

Tabela 14: Regimes de irrigação e cimentos endodônticos empregados

| Grupos | Remoção da <i>smear layer</i> | Irrigação | Tratamento | Irrigação Final | Cimento |
|--------|-------------------------------|-----------|----------------|-----------------|----------|
| G 1 | ----- | ----- | Água destilada | Água destilada | AH Plus® |

| | | | | | |
|-------------|----------|----------------|----------------|----------------|---------------|
| G 2 | ----- | ----- | CHX 2% | Água destilada | AH Plus® |
| G 3 | ----- | ----- | NaOCl 5,25% | Água destilada | AH Plus® |
| G 4 | EDTA 17% | Água destilada | ----- | ----- | AH Plus® |
| G 5 | EDTA 17% | Água destilada | CHX 2% | Água destilada | AH Plus® |
| G 6 | EDTA 17% | Água destilada | NaOCl 5,25% | Água destilada | AH Plus® |
| G 7 | ----- | ----- | Água destilada | Água destilada | Real Seal SE® |
| G 8 | ----- | ----- | CHX 2% | Água destilada | Real Seal SE® |
| G 9 | ----- | ----- | NaOCl 5,25% | Água destilada | Real Seal SE® |
| G 10 | EDTA 17% | Água destilada | ----- | ----- | Real Seal SE® |

| | | | | | |
|-------------|-------------|-------------------|----------------|-------------------|------------------|
| G 11 | EDTA 17% | Água destilada | CHX 2% | Água destilada | Real Seal SE® |
| G 12 | EDTA 17% | Água destilada | NaOCl 5,25% | Água destilada | Real Seal SE® |

Os cimentos foram manipulados e colocados sobre uma lâmina de vidro. Essa lâmina foi levada ao microscópio de força atômica JPK, para a realização do *tip approach* da ponteira do AFM, que é o contato da ponteira com a amostra, com o intuito de carrear cimento para a ponteira de AFM. Foi empregado um *cantilever* CONTR, com formato triangular, recoberto por alumínio, com frequência de ressonância 14 kHz e constante de mola de 0,2 N/m (Nanoworld AG, Neuchâtel, Suíça). Foram realizadas fotomicrografias das ponteiros utilizadas com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo JEOL, JSM 6460 LV SEM (Tóquio, Japão) do PEMM, na magnificação X9000, para constatar a presença de cimento nas ponteiros de AFM. Análise de espectroscopia de dispersão em energia de Raios-X (EDS) também foi realizada para identificar os elementos químicos presentes na ponta de prova. As figuras 2 e 3 são correspondentes às imagens obtidas no MEV e a análise de EDS, respectivamente, da ponta de prova sem nenhum dos materiais testados. Já as figuras 4 e 5 corresponde à mesma análise descrita, porém feitas com a ponta de prova contendo o cimento AH Plus®. Novamente, as figuras 6 e 7 exibem as mesmas análises realizadas com uma ponta de prova contendo o cimento Real Seal SE®.

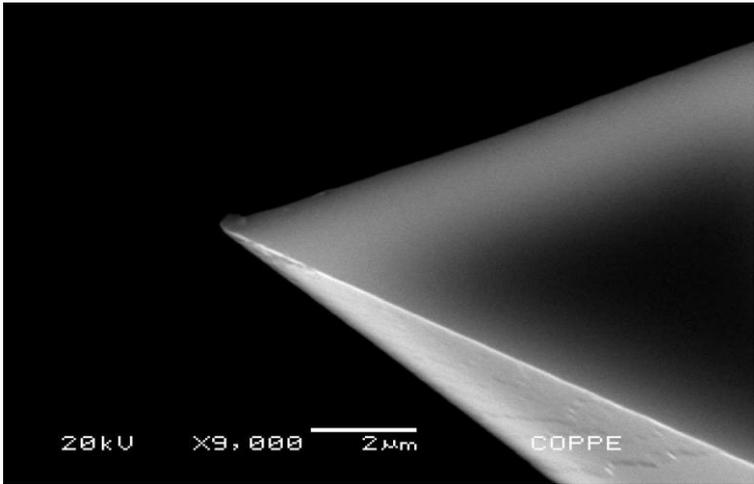
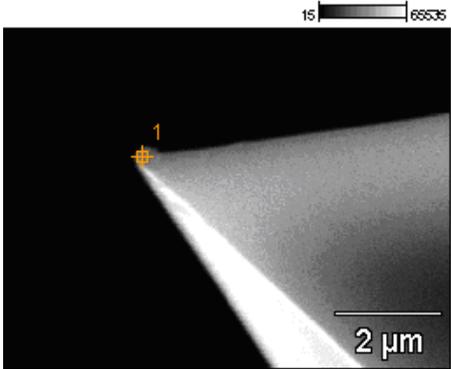


Figura 2: Ponta de prova sem cimento



Full scale counts: 2003

10 15k 1 _pt1

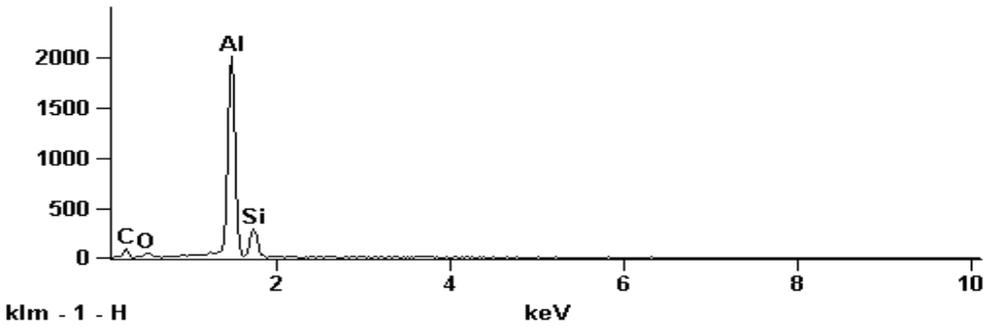


Figura 3: EDS ponteira sem cimento

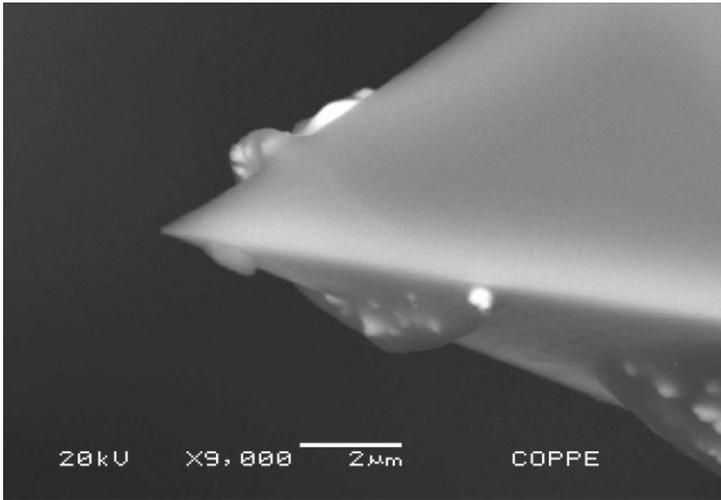
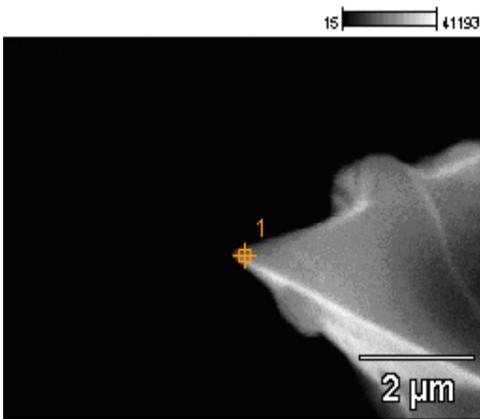


Figura 4: Ponta de prova com cimento AH Plus®



Full scale counts: 2000

8 5k 1_pt1

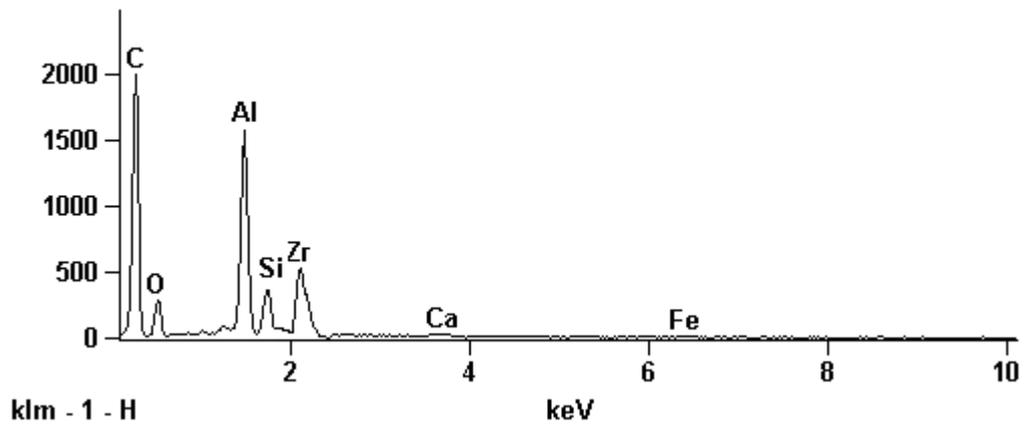


Figura 5: EDS da ponta de prova com cimento AH Plus®

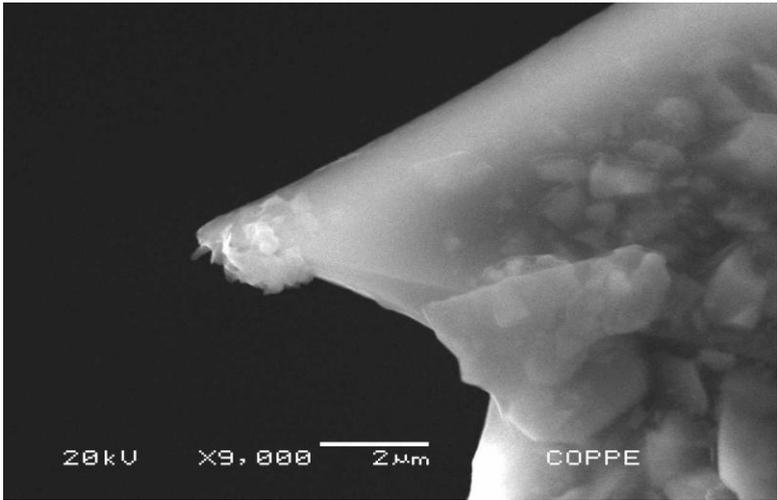
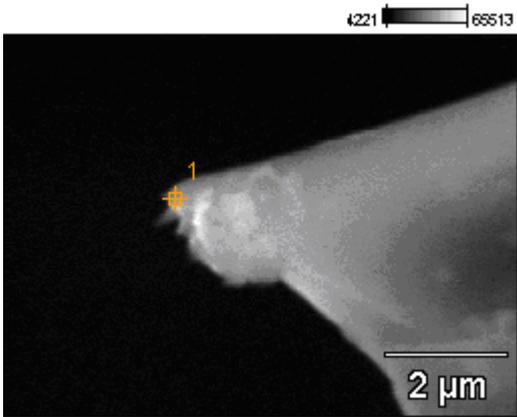


Figura 6: Ponta de prova com cimento Real Seal SE®



Full scale counts: 2000

7 11k 1_pt1

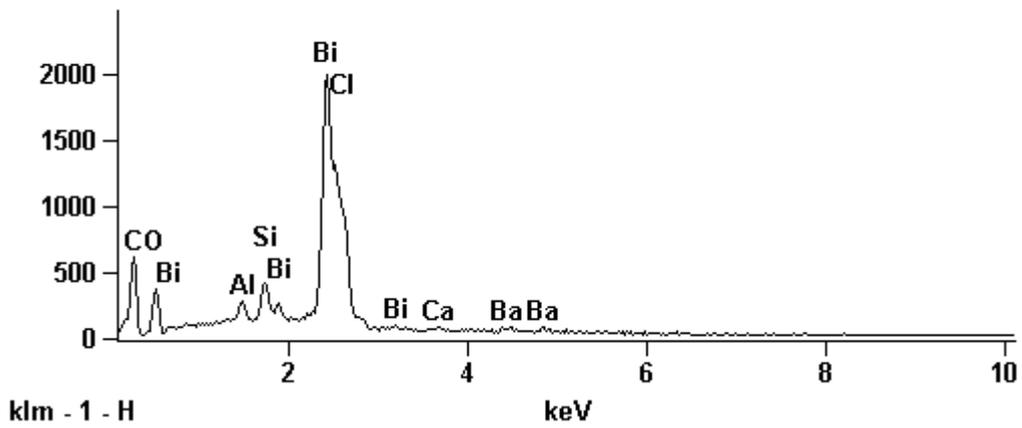


Figura7: EDS ponta de prova com cimento Real Seal SE®

Através desses dados é possível confirmar a presença de cimento das pontas quando se compara a composição de ambos os materiais na tabela 15 abaixo:

Tabela 15: Composição dos cimentos utilizados

| Material obturador | Composição |
|----------------------|---|
| AH Plus® | <p>Pasta A: resina epóxi, tungstato de cálcio, óxido de zircônio, aerosil e óxido de ferro</p> <p>Pasta B: amina adamantana; dibenzil-diamina; TCD-diamina, tungstato de cálcio; óxido de zircônio; aerosil e óleo de silicone</p> |
| Real Seal SE® | <p>UDMA, PEGDMA, EBPADMA, BISGMA, partículas de carga de sulfato de bário, vidro tratado com silano, sílica, hidróxido de cálcio, oxiclreto de bismuto, óxido de alumínio, aminas, peróxido, fotoiniciador, estabilizadores e pigmentos</p> |

Os fragmentos dentários foram posicionados na mesma lâmina de vidro no AFM, e a ponteira contendo o cimento manipulado foi operada no modo contato para a obtenção das curvas de forças entre o cimento endodôntico e a superfície dentinária após esta sofrer os diferentes tratamentos químicos. Após o contato da ponteira de AFM com a amostra, a retração desta ponteira foi realizada após 10 segundos, para permitir a interação do cimento com a superfície. Foram realizadas cinco medidas para cada corpo de prova. O cálculo da força de adesão e a análise das curvas de força foram realizados pelo programa do equipamento (JPK Image Processing).

Os dados foram computados no Microsoft Excel®. Para a análise estatística, o programa SPSS® foi utilizado. Para testar a normalidade dos dados, foi empregado o teste de Kolmogorov-Smirnov. A análise estatística foi realizada com os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ($p < 0,05$).

Resultados e discussão:

A tabela 16 a seguir mostra os valores de adesão encontrados entre os cimentos testados e a superfície dentinária na presença e ausência da *smear layer*.

Tabela 16: Forças de adesão do cimento endodôntico com a dentina

| | Força de adesão (nN) | |
|------------|----------------------|------------------|
| | AH Plus® | Real Seal SE® |
| Água | b 9,29 ± 0,72 B | b 7,39 ± 0,74 B |
| NaOCl | a 14,32 ± 1,18 B | a 12,62 ± 1,08 B |
| CHX | a 14,48 ± 1,81 B | a 13,69 ± 1,44 B |
| EDTA | c 16,74 ± 0,92 A | c 14,99 ± 0,95 A |
| EDTA/NaOCl | a 24 ± 2,05 A | b 17,58 ± 1,5 A |
| EDTA/CHX | b 19,43 ± 1,73 A | a 25,02 ± 2,15 A |

Para o cimento AH Plus®, a remoção da *smear layer* resultou em maiores forças de adesão ($p < 0,05$). Dentre os regimes que mantiveram essa camada, as irrigações com hipoclorito de sódio e clorexidina resultaram em maior força de adesão em comparação com o grupo controle ($p < 0,05$), sendo que a diferença entre os grupos não foi estatisticamente significativa ($p > 0,05$). Quando a *smear layer* foi removida, o tratamento com EDTA/NaOCl resultou na melhor adesão, seguido do tratamento EDTA/CHX e EDTA ($p < 0,05$).

O comportamento do cimento Real Seal SE® se mostrou semelhante para os grupos sem remoção da camada residual. Quando a *smear layer* foi removida, também houve aumento da força de adesão, porém a melhor irrigação final para este material foi EDTA/CHX, seguida de EDTA/NaOCl e EDTA ($p < 0,05$).

Não há relatos na literatura de pesquisas que avaliaram a força de adesão dos cimentos endodônticos utilizando curvas de força de AFM.

Levando em conta a irrigação final dos canais radiculares, STRATTON *et al.* (2006), utilizando teste de filtração de fluidos, concluíram que diferentes regimes de irrigação final (NaOCl 5,25%; 0,012% CHX e 2% CHX) não resultaram em melhor desempenho dos cimentos AH Plus® e Epiphany® (Pentron Technologies, Wallingford, EUA). Estes achados estão de acordo com os de HASHEM *et al.* (2009), que utilizaram ensaios de *push-out* e constataram que a última irrigação com EDTA 17% e clorexidina 2%, empregados individualmente ou em conjunto, não alteraram a força de adesão do cimento AH Plus®.

Estes resultados estão em desacordo com o presente estudo, que apesar da diferente metodologia empregada, encontrou influências na última irrigação para a adesão dos cimentos testados. Esta diferença entre os resultados para as diferentes análises pode estar relacionada à rugosidade dos materiais. No caso da força adesiva medida por curvas de força em AFM, a rugosidade superficial local pode não afetar os

resultados já que a medida é pontual e, em caso de grandes rugosidades, a área de contato entre a agulha e a amostra pode aumentar significativamente.

SALEH *et al.* (2002) afirmaram que diferentes tipos de cimentos necessitam de diferentes tratamentos para melhorar a adesão. Ainda afirmou que há dois mecanismos de adesão definidos: a adesão química e mecânica. No caso da adesão química, uma superfície mais lisa geralmente resulta em melhor adesão. A adesão micromecânica, por outro lado, necessita da presença de irregularidades na superfície do substrato onde o aderente possa ancorar.

Quando a *smear layer* foi removida, a adesão do cimento AH Plus® foi maior em todos os grupos, especialmente para o grupo com tratamento com EDTA/NaOCl. Com a dissolução da dentina peritubular e remoção de colágeno pela ação conjugada destas soluções (MARSHALL *et al.*, 1995), há o aumento da área da superfície dentinária (ROSALES *et al.*, 1999; ARMENGOL *et al.*, 2003) o que pode ter aumentado a área de interação da ponta de prova com o cimento AH Plus® resultando em maiores forças de adesão deste cimento com a dentina.

Na análise de ângulo de contato do cimento AH Plus®, este aumento da área de contato no tratamento com EDTA/NaOCl comprometeu o espalhamento deste material na dentina, por isso maiores valores de ângulo de contato foram encontrados para este tratamento em comparação à irrigação final com EDTA/CHX. Para a análise de AFM, o aumento da rugosidade para o tratamento com EDTA seguido de NaOCl foi expressivo (como visto no capítulo III), e a análise pontual da curva de força resultou em maior força de adesão.

A estrutura porosa com múltiplas irregularidades e diâmetro tubular aumentado permite uma boa retenção mecânica (VARGAS *et al.* 1997). A presença de matriz colágena pode resultar em incompleta penetração do AH Plus® (HASHEM *et al.*, 2009). Neste sentido, uma irrigação final com EDTA e NaOCl parece ser um bom condicionante da dentina para o emprego deste cimento. Porém, até que ponto a rugosidade criada com esta irrigação pode comprometer ou ajudar o desempenho deste cimento ainda é uma questão que merece mais investigação. Neste trabalho, vimos que a rugosidade da dentina aumentou consideravelmente neste tratamento, o espalhamento deste material foi comprometido pela rugosidade resultante desta irrigação final (quando foi analisado o ângulo de contato deste cimento com a dentina) e na análise de AFM houve uma maior força de adesão para este cimento quando este regime de irrigação foi empregado.

Os diferentes resultados encontrados para o ângulo de contato e curvas de força de AFM do AH Plus® com dentina possivelmente se explicam pela diferente análise de ambos os equipamentos. A análise por AFM, sendo uma análise pontual,

pode não ter sido afetada pela rugosidade superficial, e mostra a afinidade do substrato de interagir com a ponta de prova, neste caso, contendo cimento endodôntico. Já a análise de ângulo de contato é diretamente influenciada pela rugosidade.

No momento da obturação endodôntica, é preciso salientar que este aumento da rugosidade pode sim ser benéfica, aumentando a ancoragem mecânica do material obturador. Porém, bolhas de ar podem ser geradas (YLMAZ *et al.*, 2011), ou o cimento pode não se espalhar de maneira satisfatória na dentina, gerando espaços vazios na obturação dos canais radiculares. Estes espaços podem comprometer o sucesso a longo prazo da terapia endodôntica, podendo permitir infiltração bacteriana (ARI *et al.*, 2004).

Os agentes empregados para a remoção da *smear layer* podem aumentar os efeitos destrutivos da solução de hipoclorito de sódio (OYARZUN *et al.*, 2002). PASCON *et al.* (2009) afirma que os profissionais devem selecionar soluções auxiliares para o tratamento endodôntico que causem o mínimo efeito nas propriedades da dentina, mas que ainda assim, realizem a limpeza efetiva dos canais radiculares. Desta maneira, estas soluções poderão influenciar minimamente no processo de adesão de materiais obturadores.

O cimento Real Seal SE® apresentou maiores valores de adesão quando o tratamento empregado foi EDTA/CHX, provavelmente devido a falta de ação proteolítica da clorexidina (NAENNI *et al.*, 2004), deixando esta superfície mais propensa a adesão deste material hidrofílico. A exposição de fibras colágenas oferece a possibilidade de hibridização dentinária com materiais hidrofílicos (SHOKOUHINEJAD *et al.*, 2010). ERDEMIR *et al.* (2004) afirmaram que a solução de clorexidina pode incorporar partículas adesivas de cimento à base de metacrilatos, resultando em maior adesão. Como este material obturador apresenta uma adesão química, a superfície mais lisa encontrada após o tratamento com esta solução pode ter contribuído para a maior força de adesão (SALEH *et al.*, 2002) deste cimento com este regime.

Apesar da irrigação com EDTA/CHX aparentou ser o melhor condicionante da dentina para a utilização do cimento Real Seal SE®, é preciso atentar para a importância da adesão micromecânica em associação com a porção inorgânica da dentina, pois a ligação dessas resinas com colágeno é instável ao longo do tempo (GWINETT, 1993).

5.8- Capítulo VIII – Medidas de força de adesão dos materiais obturadores com os cimentos endodônticos empregados:

Como as interfaces dentina-cimento e material obturador-cimento são de primeira importância para a prática clínica endodôntica, os materiais obturadores também foram submetidos à análises de força de adesão com os cimentos endodônticos AH Plus® e Real Seal SE®, para avaliar possíveis efeitos do processo de desinfecção da guta-percha e Resilon® na sua interação com estes materiais.

Materiais e métodos:

A análise da curva de força entre a dentina e os cimentos endodônticos AH Plus® e Real Seal SE® foi realizada em um microscópio de força atômica JPK (JPK Instruments – Nanotechnology for Life Science) do laboratório de Superfícies e Filmes Finos do PEMM, sob condições ambientais, umidade relativa do ar entre 45 e 55%.

Para a análise da curva de força dos cimentos endodônticos com o material sólido obturador, foram confeccionadas lâminas planas de cada material (guta-percha e Resilon®) como descrito anteriormente para a análise do ângulo de contato. As lâminas foram divididas em grupos, descritos na Tabela 17:

Tabela 17: Tratamentos empregados no material sólido obturador

| Grupos | Tratamentos empregados |
|----------------------|---|
| Grupo 1 (n=3) | Guta-percha imersa em água ultrapura por 1 minuto |
| Grupo 2 (n=3) | Guta-percha imersa CHX 2% por 1 minuto |
| Grupo 3 (n=3) | Guta-percha imersa em NaOCl 5,25% por 1 minuto |
| Grupo 4 (n=3) | Resilon® imerso em água ultrapura por 1 minuto |
| Grupo 5 (n=3) | Resilon® imerso em CHX 2% por 1 minuto |
| Grupo 6 (n=3) | Resilon® imerso em NaOCl 5,25% por 1 minuto |

As amostras foram posicionadas no AFM para o mesmo procedimento de *tip approach* que carregou cimento para a ponteira do AFM, possibilitando a obtenção da curva de força entre esses materiais, sendo realizadas cinco curvas de força para cada amostra.

Os dados foram computados no Microsoft Excel®. Para a análise estatística, o programa Spss® foi utilizado. Para testar a normalidade dos dados, foi empregado

o teste de Kolmogorov-Smirnov. A análise estatística foi realizada com os testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney ($p < 0,05$).

Resultados e discussão:

A tabela 18 mostra os valores de força de adesão para os cimentos AH Plus®/guta-percha e Real Seal SE®/Resilon® para os tratamentos de desinfecção efetuados com as soluções de NaOCl e CHX:

Tabela 18: Força de adesão do material sólido obturador com os cimentos

| Tratamento | AH Plus® Guta-percha | Real Seal SE® Resilon® |
|------------|-------------------------|---------------------------|
| Água | 14,03 ± 1,17 b | 26,55 ± 1,84 b |
| NaOCl | 15,18 ± 2,26 b | 25,95 ± 1,42 b |
| CHX | 25,02 ± 2,15 a | 34,31 ± 2,14 a |

As letras diferentes indicam diferença estatística para o mesmo material obturador diante dos tratamentos empregados.

Os maiores valores foram encontrados na desinfecção realizada com a solução de clorexidina 2% para ambos os pares de materiais testados ($p < 0,05$). O tratamento com hipoclorito de sódio 5,25% não apresentou valores significativos quando comparado ao grupo controle também para ambos os materiais ($p > 0,05$).

Estes resultados estão de acordo com a análise de ângulo de contato apresentada nesta pesquisa, onde, o tratamento com a CHX, resultou em melhor escoamento do cimento endodôntico nestas superfícies, ou seja, estas superfícies apresentaram uma maior afinidade para a combinação com seus cimentos endodônticos. Ainda correlacionando os resultados encontrados neste experimento com os encontrados nesta pesquisa, essas soluções não alteraram a rugosidade destes materiais, não podendo a maior força de adesão encontrada no tratamento com a solução de clorexidina ser relacionada com a rugosidade dos materiais.

Como a imersão em ambas as soluções testadas durante 1 minuto não resulta em alterações topográficas na superfície destes materiais (VALOIS *et al.*, 2005 a; VALOIS *et al.*, 2005 b ; ÍSCI *et al.*, 2006), os maiores valores de força de adesão encontrados podem ser explicados devido ao aumento da energia de superfície encontrados para gutapercha e Resilon® quando estes são tratados com a solução de clorexidina 2% (PRADO, 2009).

6- Conclusões:

De acordo com os resultados obtidos no presente trabalho, conclui-se que:

- A solução de clorexidina 2% apresentou o menor valor de tensão superficial em comparação às outras soluções testadas ($p < 0,05$). A tensão superficial das soluções de NaOCl 5,25% e EDTA 17% não diferiram significativamente entre si ($p > 0,05$).

- Na presença da *smear layer*, a irrigação final com as soluções de hipoclorito de sódio e clorexidina aumentaram a energia de superfície da dentina. A solução de hipoclorito de sódio foi mais eficiente em aumentar a energia de superfície da dentina ($p < 0,05$). Quando a *smear layer* foi removida, a energia de superfície aumentou ainda mais, especialmente para a irrigação final com a solução de clorexidina ($p < 0,05$). Para a irrigação final com o hipoclorito de sódio, a remoção da *smear layer* não alterou a energia de superfície de maneira significativa ($p > 0,05$).

- A remoção da *smear layer* causou aumento da rugosidade da dentina somente quando a irrigação final foi realizada com a solução de hipoclorito de sódio ($p < 0,05$). Os outros regimes de irrigação empregados não alterou os valores de rugosidade final encontrados de maneira estatisticamente significativa ($p > 0,05$).

- As soluções empregadas para a desinfecção dos materiais sólidos obturadores não alteraram a rugosidade da guta-percha e do Resilon® ($p > 0,05$).

- O cimento AH Plus®, nos regimes com *smear layer*, se espalhou melhor no tratamento final com a clorexidina ($p < 0,05$). Quando a *smear layer* foi removida, o tratamento final com a solução de clorexidina apresentou os menores valores de ângulo de contato ($p < 0,05$). Para o cimento Real Seal SE®, a irrigação com hipoclorito de sódio e clorexidina nos grupos com *smear layer* não influenciaram no espalhamento deste material na superfície dentinária ($p > 0,05$). A remoção da *smear layer* permitiu um melhor espalhamento deste cimento, sendo o tratamento com clorexidina, como irrigante final, o melhor para este fim ($p < 0,05$).

- As soluções empregadas para a desinfecção dos materiais obturadores, guta-percha e Resilon®, diminuiram os valores de ângulo de contato dos cimentos endodônticos com seu respectivo material obturador ($p < 0,05$). Esta alteração foi mais pronunciada para ambos os materiais quando a solução de clorexidina foi empregada ($p < 0,05$).

- De acordo com a análise de curva de força, a remoção da *smear layer* resultou em melhor adesão para o cimento AH Plus® ($p < 0,05$). O melhor tratamento final para este material foi solução de EDTA seguida de hipoclorito de sódio ($p < 0,05$). A remoção da *smear layer* também aumentou a força de adesão do cimento Real Seal SE® ($p < 0,05$), sendo o melhor regime a irrigação com EDTA e clorexidina ($p < 0,05$).

- As análises de curvas de força entre os materiais obturadores, após o processo de desinfecção, com os cimentos endodônticos, revelou que o tratamento com a solução de clorexidina aumentou a força de adesão destes materiais com seus respectivos cimentos ($p < 0,05$). Somente no grupo onde o Resilon® foi tratado com hipoclorito de sódio, não houve um aumento significativo da força de adesão em relação ao grupo controle ($p > 0,05$).

7-Considerações finais:

- A menor tensão superficial da solução de clorexidina 2% pode indicar um maior poder de penetração desta solução nas irregularidades do Sistema de Canais Radiculares. Os valores relativamente baixos de tensão superficial apresentados pelas soluções de hipoclorito de sódio e EDTA indicam que estas soluções podem ser efetivas na limpeza dos canais radiculares.

- A rugosidade encontrada pode ter influenciado as análises de energia de superfície da dentina, ângulo de contato dos cimentos endodônticos com a dentina e as análises de curva de força dos cimentos com a dentina. O emprego de substâncias auxiliares no preparo endodôntico com concentrações menores, que não afetem de maneira pronunciada as propriedades da dentina pode ser considerado, a fim de não comprometer o desempenho dos cimentos testados.

- Quando o ângulo de contato dos cimentos endodônticos foi analisado, o caráter físico-químico de cada um pode ter influenciado os resultados encontrados.

- O emprego da solução de clorexidina para a descontaminação do material obturador pode ser mais benéfica para o sucesso da terapia endodôntica, possibilitando um maior desempenho dos materiais obturadores.

- Mais pesquisas são necessárias para determinar se os protocolos de irrigação testados nestes trabalhos resultam em melhor ou pior desempenho destes materiais.

8- Sugestões para trabalhos futuros:

- Analisar a influência das soluções testadas quando empregadas em uma concentração mais fraca, a fim de analisar os efeitos dessas soluções na superfície dentinária. Os mesmo testes realizados neste trabalho podem ser refeitos para esta condição, para então verificar se há mudanças na interação da dentina, tratada com soluções menos agressivas, com diferentes cimentos endodônticos.
- Realizar ensaios mecânicos a fim de analisar a união destes cimentos endodônticos com a superfície dentinária, diante dos tratamentos empregados, para avaliar qual será o melhor tratamento condicionante para a superfície dentinária para cada cimento testado.
- Realizar ensaios mecânicos com a finalidade de constatar se a desinfecção do material sólido obturador com as soluções testadas resulta em uma ligação mais estável deste material com seu cimento endodôntico
- Analisar o desempenho dos materiais testados em dentes obturados endodonticamente para avaliar se os efeitos causados pelos diferentes regimes de irrigação final analisados nesta pesquisa se traduzem em uma obturação endodôntica mais eficiente ou não.

9- Referências bibliográficas:

ARI H, ERDEMIR A, BELLI S, 2004, "Evaluation of the effect of endodontic irrigation solutions on the microhardness and the roughness of root canal dentin", *Journal of Endodontics*, v.30. n.11, pp.792-795.

ARMENGOL V, LABOUX O, WEISS P, JEAN A *et al.*, 2003, "Effects of Er:YAG and Nd:YAP laser irradiation on the surface roughness and free surface energy of enamel and dentin: an in vitro study", *Operative Dentistry*, v.28, n.4, pp.67-74.

ATTAL JP, ASMUSSEN E, DEGRANGE M, 1994, "Effects of surface treatment on the free surface energy of dentin", *Dental Materials*, v.10, n.4, pp. 259-264.

BAYNE S, 2001, "*Bonding to dental substrates*". In: Craig RG, Powers JM, eds. *Restorative Dental Materials*, 11^a ed. St. Louis: Mosby Inc., pp. 260-262.

BUZOGLU DB, CALT S, GUMUSDERELIOGLU M, 2007, "Evaluation of the surface free energy on root canal dentine walls treated with chelating agents and NaOCl", *International Endodontic Journal*, v.40, pp. 18-24.

CALT S, SERPER A, 2002, "Time dependent effects of EDTA on dentin structures", *Journal of Endodontics*, v.28, n.1, pp.17-19.

CAMERON JA, 1986, "The effect of a fluorocarbon surfactant on the surface of endodontic irrigant, sodium hypochlorite. A preliminary report", *Australian Dental Journal*, v. 31, pp. 364-368.

CARRILHO MRO, CARVALHO RM, DE GOES MF, *et al.*, 2007, "Chlorhexidine preserves dentin bond *in vitro*", *Journal of Dental Research*, v.86, n.1, pp.90-94.

CARVALHO AS, CAMARGO CHRC, VALERA MC, *et al.*, 2008, "Smear layer removal by auxiliary chemical substances in biomechanical preparation: a scanning electron microscope study", *Journal of Endodontics*, v.34, n.11, pp.1396-1400).

CLARK-HOLKE D, DRAKE D, WLATON R, *et al.*, 2003, "Bacterial penetration through canals of endodontically treated teeth in the presence or absence of the smear layer", *Journal of Dentistry*, v.31, n.4, pp.275-281.

ÇOBANKARA FK, ADANIR N, BELLI S, 2004, "Evaluation of the influence of smear layer on the apical and coronal sealing ability of two sealers", *Journal of Endodontics*, v.30, n.6, pp.406-409.

COHEN S, HARGREAVES KM, 2007, *Caminhos da polpa*. 9^a ed. Rio de Janeiro, Elsevier LTDA.

DE-DEUS G, PACIORNIK S, MAURICIO PINHO MH, *et al.*, 2006, "Real-time atomic force microscopy of root dentine during demineralization when subjected to chelating agents", *International Endodontic Journal*, v.39, pp. 683-692.

DE-DEUS G, SOARES J, LEAL F, *et al.*, 2008, "Similar glucose leakage pattern on smear-covered, EDTA-treated and BioPure MTAD-treated dentin", *Journal of Endodontics*, v.34, n.4, pp.459-462.

Directions for use Real Seal, SybronEndo, 2005. Disponível em: www.sybronendo.com.br. Acesso em 10 de Nov. 2010, 10:30:30.

DULAC KA, NIELSEN CJ, TOMAZIC TJ, *et al.*, 1999, "Comparison of the obturation of lateral canals by six techniques", *Journal of Endodontics*, v.25, n.5, pp.376-380.

EICK JD, JOHNSON LN, FROMER JR, *et al.*, 1972, "Surface topography: its influence on wetting and adhesion in a dental adhesive system", *Journal of Dental Research*, v.51, n.2, pp.780-788.

ELDENIZ AU, ERDEMIR A, BELLI S, 2005, "Effect of EDTA and citric acid solutions on the microhardness and the roughness of human root canal dentin", *Journal of Endodontics*, v.31, n.2, pp.107-110.

ELDENIZ AU, ERDEMIR A, BELLI S, 2005, "Shear bond strength of three resin based sealers to dentin with and without the smear layer", *Journal of Endodontics*, v.31, n.4, pp.293-296.

ERDEMIR A, ARI H, GUNGUNES H, BELLI S, 2004, "Effect of medications for root canal treatment on bonding to root canal dentin", *Journal of Endodontics*, v.30, n.2, pp.113-116.

EVANGELOS GK, TZANETAKIS GN, LOIZIDES AL, 2007, "A comparative study of contact angles of four different root canal sealers", *Journal of Endodontics*, v.33, n.3, pp. 299-302.

FAWZY AS, FARGHALY AM, 2009, "Probing nano-scale adhesion force between AFM and acid demineralized intertubular dentin: moist versus dry dentin", *Journal of Dentistry*, doi: 10.1016 /j.jdent.2009.08.005.

FERGUSON JW, HATTON JF, GILLESPIE MJ, 2002, "Effectiveness of intracanal irrigants and medications against the yeast *Candida albicans*", *Journal of Endodontics*, v.28, n.2, pp.68-71.

FORNER L, SALMERÓN-SÁNCHEZ M, PALOMARES M, *et al.*, 2009, "The use of atomic force microscopy in determining the stiffness and adhesion force of human dentin after exposure to bleaching agents", *Journal of Endodontics*, v.35, n.10, pp.1384-1386.

FRANCO EB, LOPES LG, D'ALPINO PH, *et al.*, 2002, "Evaluation of compatibility between different types of adhesives and dual-cured resin cements", *Journal of Adhesive Dentistry*, v.4, n.2, pp.271-275.

GIARDINO L, AMBU E, BECCE C, *et al.*, 2006, "Surface tension comparison of four common root canal irrigants and two new irrigants containing antibiotic", *Journal of Endodontics*, v.32, n.11, pp.1091-1093.

GOLDBERG F, MASSONE EJ, PRUSKIN E, *et al.*, 1991, "SEM study of surface architecture of gutta-percha cones", *Endodontic and Dental Traumatology*, v.7, n.1, pp. 15-18.

GOMES BP, FERRAZ CC, VIANNA ME, *et al.*, 2001, "In vitro antimicrobial activity of several concentrations of sodium hypochlorite and chlorhexidine gluconate in the elimination of *Enterococcus faecalis*", *International Endodontic Journal*, v.34, n.6, pp.424-428.

GORMAN MC, STEIMAN HR, GATNER AH, 1995, "Scanning electron microscopic evaluation of root-end preparations", *Journal of Endodontics*, v.21, n.3, pp. 113-7.

GOYA C, YAMAZAKI R, TOMITA, Y, *et al.*, 2000, "Effects of pulsed Nd:YAG laser irradiation on smear layer at the apical stop and apical leakage after obturation", *International Endodontic Journal*, v.33, n.3, pp.266-271.

GROSSMAN LI, MEINAM BW, 1941, "Solution of pulp tissue by chemical agents", *Journal of American Dental Association*, v.28, n.2, pp.223-225.

GROSSMAN LI, 1976, "Physical properties of root canal cements", *Journal of Endodontics*, v.2, n.6, pp.166-175.

GULABIVALA K, PATEL B, EVANS G, NG Y-L, 2005, "Effects of mechanical and chemical procedures on root canal surfaces", *Endodontic Topics* v.10, n.1, pp.103-122.

GWINETT AJ, 1993, "Quantitative contribution of resin/infiltration hybridization to dentin bonding", *American Journal of Dentistry*, v.6, n.10, pp.7-9.

HASHEM AAR, GHONEIM AG, LUTFY RA, *et al.*, 2009, "The effect of different irrigating solutions on bond strength of two root canal-filling systems", *Journal of Endodontics*, v.35, n.4, pp.537-540.

HOLMBERG K, 2002, *Manual de Superfície aplicada e Química de colóides*. 2ª ed., Wiley and Sons, Nova Iorque.

HU X, LING J, GAO Y, 2010, "Effects of irrigation solutions on dentin wettability and roughness", *Journal of Endodontics*, v.36, n.6, pp.1064-1067.

ICHIMARU T, SAITO S, MATSUZAKI A, 1989, "Studies on plaque accumulation (*S.mutans*) in various dental restorative materials and fluoro-resins (*in vitro*)", *Journal of Dental Materials*, v., n.2 pp.337-348.

ÍSCI S, YOLDAS O, DUMANI A, 2006, "Effects of sodium hypochlorite and chlorhexidine solutions on Resilon (synthetic polymer based root canal filling material) cones: an atomic force microscopy study", *Journal of Endodontics*, v.32, n.10, pp. 967-969.

JAINAEN A, PALAMARA JEA, MESSER HH, 2007, "Push-out bond strength of the dentine-sealer interface with and without a main cone", *International Endodontic Journal*, v.40, n. 11, pp.882-890.

JANDT KD, 2001, "Atomic force microscopy of biomaterials surfaces and interfaces", *Surface Science*, 491, pp. 303-332.

KISHEN A, SUM C, MATHEW S, LIM C, 2008, "Influence of irrigation regimens on the adherence of *Enterococcus faecalis* to root canal dentin", *Journal of Endodontics*, v.34, n.7, pp.850-854.

LANGELAND K, 1987, "Tissue response to dental caries", *Endodontics and Dental traumatology*, v.3, pp.149-171.

LEE HJ, MICHELSEN S, 2007, "Preparation of a superhydrophobic rough surface", *Journal of Polymeric Science Bio-Polymer Physiology*, v.45, n.3, pp. 253-261.

LEE KW, WILLIAMS MC, CAMPS JJ, *et al.*, 2002, "Adhesion of endodontic sealers to dentin and gutta-percha", *Journal of Endodontics*, v.28, n.10, pp.684-688.

LESTER KS, BOYDE A, 1977, "Scanning electron microscopy of instrumented, irrigated and filled root canal", *British Dental Journal*, v. 143, pp.359-367.

LOTTANTI S, GAUTSCHI H, SENER B, *et al.*, 2009, "Effects of ethylenediaminetetraacetic, etidronic and peracetic acid irrigation on human root dentine and the smear layer", *International Endodontic Journal*, v.42, n.4, pp.335-343.

LOPES E SIQUEIRA JR., 2010. *Endodontia Biologia e técnica*. 3^a ed. Rio de Janeiro, Guanabara koogan.

MAMOOTIL K, MESSER HH, 2007, "Penetration of dentinal tubules by endodontic sealer cements in extracted teeth and *in vivo*", *International Endodontic Journal*, v.40, n.11, pp.873-881.

MARENDING M, LUDER HU, BRUNNER TJ, *et al.*, 2007, "Effect of sodium hypochlorite on human root dentine-mechanical, chemical and structural evaluation", *International Endodontic Journal*, v.40, n.10, pp.786-793.

MARSHALL GW, BALOOCH M, KINNEY JH, *et al.*, 1993, "Atomic force microscopy of acid effects on dentin", *Dental Materials*, v.9, n.4, pp. 265-268.

MARSHALL GW, BALOOCH M, KINNEY JH, *et al.*, 1995, "Atomic force microscopy of conditioning agents on dentin", *Journal of Biomedical Materials Research*, v.29, n.11, pp.1381-1387.

MARSHALL GW Jr., YUCEL N, BALOOCH M, *et al.*, 2001, "Sodium hypochlorite alterations of dentin and dentin collagen", *Surface Science*, 491, pp. 444-455.

MCCOMB D, SMITH D, 1975, "A preliminary scanning electron microscopic study of root canals after endodontic procedures", *Journal of Endodontics*, v.1, n.7, pp. 238-42.

MILOSEVIC A, 1992, "The influence of surface finish and in vitro pellicle on contact angle measurement and surface morphology of three commercially available composite restoratives", *Journal of Oral Rehabilitation*, v.19, n.1, pp.85-97.

MOHAMMADI Z, ABBOT PV, 2009, "The properties and applications of chlorhexidine in endodontics", *International Endodontic Journal*, v.42, n.4, pp. 288-302.

MORRIS MD, LEE KW, AGEE KA, *et al.*, 2001, "Effects of sodium hypochlorite and RC-Prep on bond strengths of resin cement to endodontic surfaces", *Journal of Endodontics*, v.27, n.12, pp. 753-757.

NAENNI N, THOMA K, ZEHNDER M, 2004, "Soft tissue dissolution capacity of currently used and potencial endodontic irrigants", *Journal of Endodontics*, v.30, n.11, pp.785-787.

NAKABAYASHI N, KOJIMA K, MASUHARA E, 1982, "The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates", *Journal of Biomedical Materials Research*, v.16, n.3, pp.265-269.

NAKASHIMA K, TERATA R, 2005, "Effect of modified EDTA solution to the properties of dentin", *Journal of Endodontics*, v.31, n.1, pp.47-49.

O'KANE C, OLIVER RG, BLUNDEN RE, 1993, "Surface roughness and droplet contact angle measurement of various orthodontic bonding cements", *British Journal of Orthodontics*, v.20, pp.297-305.

OLIVEIRA LD, CARVALHO CAT, NUNES W, *et al.*, 2007, "Effects of chlorhexidine and sodium hypochlorite on the microhardness of root canal dentin", *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology*, v.104, n.4, pp.e125-e128.

ONAY EO, UNGOR M, ARI H, *et al.*, 2009, "Push-out bond strength and SEM evaluation of new polymeric root canal fillings", *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology*, v. 107, n.6, pp.879-885.

OSTBY N, 1957, "Chelating in root canal therapy. Ethylenediamine tetra-acetic acid for cleaning and widening of root canals", *Odontologie Tidskrift*, v.65, n.2, pp.3-11.

OUYANG Q, ISHIDA K, OKADA K, 2001, "Investigation of micro-adhesion by atomic force microscopy", *Applied Surface Science*, 169-170, pp. 644-648.

OYAZUN A, CORDERO AM, WHITTLE M, 2002, "Immunohistochemical evaluation of the effects of sodium hypochlorite on dentin collagen and glycosaminoglycans", *Journal of Endodontics*, v.28, n.3, pp. 152-156.

PANG NS, JUNG IY, BAE KS, *et al.*, 2007, "Effects of short-term chemical disinfection of gutta-percha cones: identification of affected microbes and alterations in surface texture and physical properties", *Journal of Endodontics*, v.33, n.5, pp. 594-598.

PANIGUI M, SELL G, 1992, "Influence of calcium concentration on the dentin wettability by an adhesive", *Journal of Biomedical Materials Research*, v.26, n.8, pp.1081-1089.

PASCON FM, KANTOVITZ KR, SACRAMENTO PA, *et al.*, 2009, "Effect of sodium hypochlorite on dentine mechanical properties. A review.", *Journal of Dentistry*, v.37, n.12, pp.903-908.

PASHLEY DH, OKABE A, PARHAM P, 1985, "The relationship between dentine microhardness and tubular density", *Endodontics and Dental Traumatology*, v.1, n.5, pp.176-179.

PASHLEY DH, TAY FR, YIU C, 2004, "Collagen degradation by host-derived enzymes during aging", *Journal of Dental Research*, v.83, n.3, pp.897-904.

PECORA JD, GUIMARÃES LF, SAVIOLI RN, 1991 " Surface tension of several drugs used in Endodontics", *Brazilian Dental Journal*, v.2, pp. 123-127.

PERDIGÃO J, LOPES M, GERALDELI S, *et al.*, 2000, "Effect of sodium hypochlorite gel on dentin bonding", *Dental Materials*, v.16, n.5, pp.311-323.

PETERS OA, 2004, "Current challenges and concepts in the preparation of root canal system: a review", *Journal of Endodontics*, v.30, n.8, pp.559-567.

PRADO M, 2009, "Ação das soluções irrigadoras na superfície dentinária e de materiais obturadores", Tese de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

RABOCKAI T, 1979, "Físico- química de superfícies", Monografia editada pela Secretaria geral da Organização de Estudos Americanos, Washington, EUA.

ROSALES JI, MARSHALL GW, MARSHALL SJ, *et al.*, 1999, "Acid-etching and hydration influence on dentin roughness and wettability", *Journal of Dental Research*, v.78, n.9, pp.1554-1559.

ROYAL MJ, WILLIAMSON AE, DRAKE DR, 2007, "Comparison of 5,25% sodium hypochlorite, MTAD and 2% chlorhexidine in the rapid disinfection of polycaprolactone-based root canal filling material", *Journal of Endodontics*, v.33, n.1, pp.42-44.

RUEGGERBERG FA, MARGESON DH, 1990, "The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system", *Journal of Dental Research*, v.69, pp.1652-1658.

RUYTER IE, 1992, "The chemistry of adhesive agents", *Operative Dentistry*, v.5, pp.32-43.

SALEH AA, ETTMAN WM, 1999, "Effect of endodontic irrigation solutions on microhardness of root canal dentine", *Journal of Dentistry*, v.27, n.1, pp.43-46.

SALEH IM, RUYTER IE, HAAPASALO M, *et al.*, 2002, "The effects of dentine pretreatment on the adhesion of root-canal sealers", *International Endodontic Journal*, v.35, n.10, pp.859-866.

SALEH IM, RUYTER IE, HAAPASALO M, *et al.*, 2008, "Bacterial penetration along different root canal filling in the presence or absence of smear layer", *International Endodontic Journal*, v.41, n.1, pp.32-40.

SANTOS JN, CARRILHO MRO, DE GOES MF, *et al.*, 2006, "Effect of chemical irrigants on the bond strength of a self-etching adhesive to pulp chamber dentin", *Journal of Endodontics*, v.32, n.11, pp.1088-1090.

SCHILDER H, 1967, "Filling root canals in three dimensions", *Dental Clinic of North America*, v.11, pp. 723-744.

SCHWARTZ RS, 2006, "Adhesive dentistry and endodontics. Part 2: Bonding in the root canal system - the promise and the problems: a review", *Journal of Endodontics*, v.32, n.12, pp. 1125-1134.

SHAHRAVAN A, HAGHDOOST A, ADL A, *et al.*, 2007, "Effect of smear layer on sealing ability of canal obturation: a systematic review and meta-analysis", *Journal of Endodontics*, v.33, n.2, pp.96-105.

SHAW DJ, 1975. *Introdução à química dos colóides e superfície*. 4ªed. Tradução de Marr JH – Instituto de Química da Universidade Estadual de Campinas. Edgar Blucher LTDA.

SHIPPER G, TEIXEIRA FB, ARNOLD RR, *et al.*, 2005, "Periapical inflammation after coronal microbial inoculation of dog roots filled with gutta-percha or Resilon", *Journal of Endodontics*, v.31, n.2, pp.91-96.

SHOKOUHINEJAD N, SHARIFIAN MR, ALIGHOLI M, *et al.*, 2010, "The sealing ability of resilon and gutta-percha following different smear layer removal methods: an ex vivo study", *Oral surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology*, v.110, n1, pp. 45-49.

SILVA LA, LEONARDO MR, ASSED S, *et al.*, 2004, "Histological study of the effect of some irrigating solutions on bacterial endotoxin in dogs", *Brazilian Dental Journal*, v.15, pp.109-114.

SILVER GK, LOVE RM, PURTON DJ, 1999, "Comparison of two vertical condensation obturation techniques: Touch' n heat modifies and System B", *International Endodontic Journal*, v.32, n.4, pp.287-295.

SIQUEIRA JF JR, 2001, "Aetiology of root canal treatment failure and why well-treated teeth can fail", *International Endodontic Journal*, v.34, n.1, pp.1-10.

SLY MM, MOORE BK, PLATT JA, *et al.*, 2007, "Push-out bond strength of a new endodontic obturation system (Resilon/Epiphany)", *Journal of Endodontics*, v.33, n.2, pp.160-162.

STIEGEMEIER D, BAUMGARTNER JC, FERRACANE J, 2010, "Comparison of push-out bond strengths of Resilon with three different sealers", *Journal of Endodontics*, v.36, n.2, pp.318-321.

STRATTON RK, APICELLA MJ, MINES P, 2006, "A fluid filtration comparison of gutta-percha versus Resilon, a new soft resin endodontic obturation system", *Journal of Endodontics*, v.32, n.7, pp.642-645.

TAGAMI J, TAO L, PASHLEY DH, 1990, "Correlation among dentin depth, permeability and bond strength of adhesive resin", *Dental Materials*, v.6, n.1, pp.45-50.

TAGGER M, GREENBERG B, SELA G, 2003, "Interaction between sealers and gutta-percha cones", *Journal of Endodontics*, v.29, n.12, pp.835-837.

TASMAN F, ÇEHRELI ZC, OGAN C, *et al.*, 2000, "Surface tension of root canal irrigants", *Journal of Endodontics*, v.28, n.10, pp. 586-587.

TAY FR, PASHLEY DH, LOUSHINE RJ, *et al.*, 2006, "Ultrastructure of smear layer-covered intraradicular dentin after irrigation with BioPure MTAD", *Journal of Endodontics*, v.32, n.3, pp. 218-221.

TIMPAWAT S, VONGSAVAN N, MESSER HH, 2001, "Effect of removal of the smear layer on apical microleakage", *Journal of Endodontics*, v.27, n.5, pp.351-353.

TOLEDANO M, OSORIO R, PERDIGÃO J, *et al.*, 1999, "Effect of acid etching and collagen removal on dentin wettability and roughness", *Journal of Biomedical Material Research*, v.47, n.2, pp.198-203.

VALERA MC, ANBINDER AL, LEONARDO MR, *et al.*, 2000, "Cimentos endodônticos: análise morfológica imediata e após seis meses utilizando microscopia de força atômica", *Pesquisa Odontológica Brasileira*, v. 14, n.3, pp.199-204.

VALOIS CRA, SILVA LP, AZEVEDO RB, 2005, "Effects of 2% chlorhexidine and 5,25% sodium hypochlorite on gutta-percha cones studied by atomic force microscopy", *International Endodontic Journal*, v.38. pp. 425-429.

VALOIS CRA, SILVA LP, AZEVEDO RB, 2005, "Structural effects of sodium hypochlorite solutions on gutta-percha cones: atomic force microscopy study", *Journal of Endodontics*, v.31, n.10, pp.749-751.

VARGAS MA, COBB DS, ARMSTRONG SR, 1997, "Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybrid layer", *Operative Dentistry*, v.22, n.4, pp.159-166.

VENTURI M, BRESCHI L, 2004, "Evaluation of apical filling after warm vertical gutta-percha compaction using different procedures", *Journal of Endodontics*, v.30, n.6, pp.436-440.

VIANNA ME, GOMES BP, BERBER VB, *et al.*, 2004, "In vitro evaluation of the antimicrobial activity of chlorhexidine and sodium hypochlorite", *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontics*, v.97, pp.79-84.

WACHLAROWICZ A, JOYCE A, ROBERTS S, *et al.*, 2007, "Effect of endodontic irrigants on the shear bond strength of Epiphany sealer to dentin", *Journal of Endodontics*, v.33, n.2, pp.152-155.

WALKER RE, 1936, "A definite and dependable therapy for pulpless teeth", *Journal of American Dental Association*, v.23, n.2, pp.1418-1425.

WENZEL RN, 1936, "Resistance of solid surfaces to wetting behavior", *Industrial & Engineering Chemical Research*, v.28, n.8, pp.988-994.

WU MK, OZOK RA, WESSELINK PR, 2000, "Sealer distribution in root canals obturated by three techniques", *International Endodontic Journal*, v.33, n.4, pp.340-345.

YLMAZ Z, BASBAG B, BUZOGLU DH, *et al.*, 2011, "Effect of low-surface-tension EDTA solutions on the wettability of root canal dentin", *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology*, v. 111, n.1, pp.109-114.

ZAMANI A, SPANGBERG LS, 2003, "The effect of chlorhexidine as an endodontic disinfectant", *Oral Surgery Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology*, v.96, pp.578-581.

ZEHNDER M, 2006, "Root canal irrigants", *Journal of Endodontics*, v.32, n.5, pp.389-398.

Apêndice 1:

Valores dos ângulos de contato das soluções de água, etilenoglicol e diiodometano com a superfície dentinária após os diferentes regimes de irrigação final:

| | Ângulo de contato (°) | | |
|------------|-----------------------|---------------|--------------|
| | Água | Etilenoglicol | Diiodometano |
| Água | 75,08 ± 0,40 | 52,56 ± 0,12 | 44,94 ± 0,02 |
| NaOCl | 71,95 ± 0,10 | 42,43 ± 0,12 | 28,19 ± 0,23 |
| CHX | 48,66 ± 0,11 | 33,29 ± 0,11 | 28,93 ± 0,31 |
| EDTA | 54,38 ± 0,26 | 31,35 ± 0,12 | 47,69 ± 0,06 |
| EDTA/NaOCl | 27,93 ± 0,08 | 13,15 ± 0,17 | 49,77 ± 0,22 |
| EDTA/CHX | 53,29 ± 0,22 | 14,26 ± 0,16 | 37,22 ± 0,17 |

Apêndice 2:

Análise do ângulo de contato dos cimentos com a superfície dentinária e material sólido obturador:

- Perfis das gotas exibidos pelos cimentos AH Plus e Real Seal SE quando depositados na superfície dentinária após diferentes regimes de irrigação final:

- Água:



AH Plus

Real Seal SE

- Hipoclorito de sódio 5,25%:



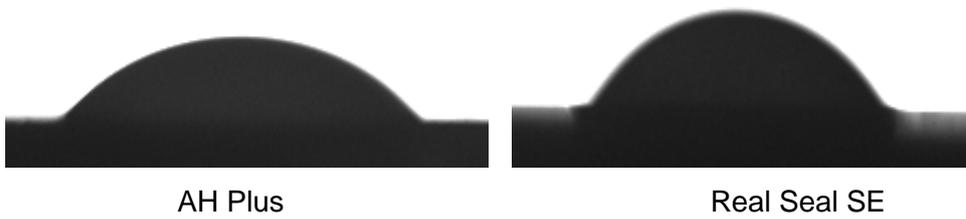
AH Plus

Real Seal SE

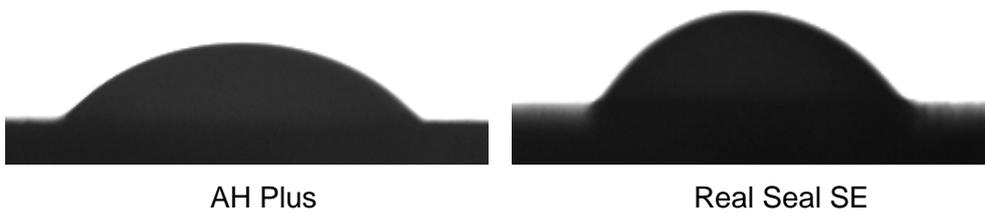
- Clorexidina 2%:



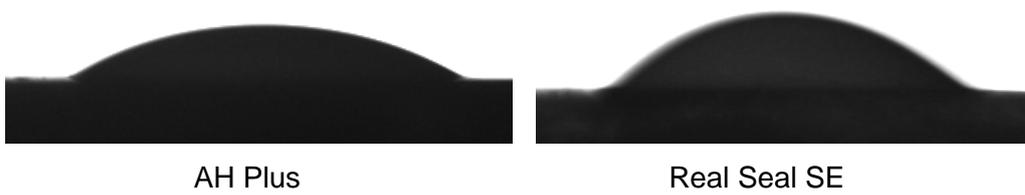
- EDTA 17%:



- EDTA 17%/NaOCl 5,25%:



- EDTA 17%/CHX 2%:



- Perfis das gotas exibidas pelos cimentos AH Plus e Real Seal SE quando depositados, respectivamente, na guta-percha e no Resilon, após o processo de desinfecção pelas soluções de NaOCl 5,25% e CHX 2%:

- Guta-percha/AH Plus:



Água destilada



Hipoclorito de sódio



Clorexidina

- Resilon/Real Seal SE:



Água destilada



Hipoclorito de sódio



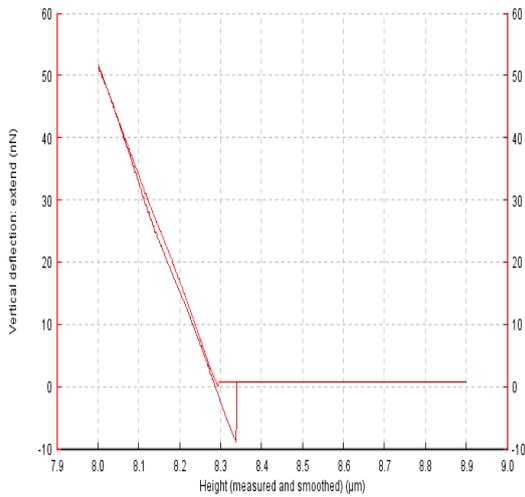
Clorexidina

Apêndice 3:

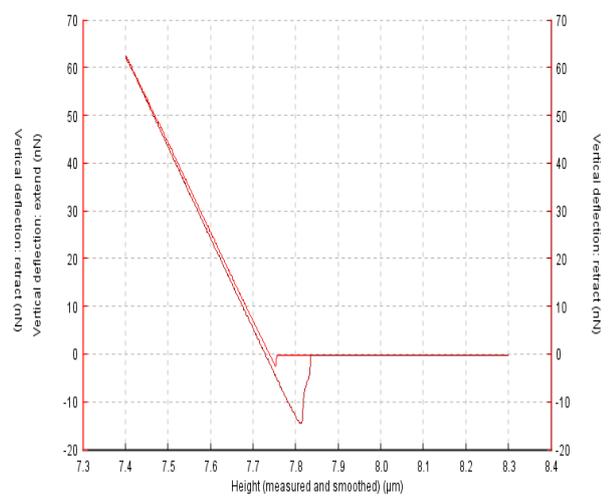
Análises da força de adesão (curvas de força) dos cimentos endodônticos testados coma dentina e material sólido obturador:

- Exemplificação das curvas de força na superfície dentinária com a ponta de prova contendo o cimento AH Plus para as diferentes irrigações finais:

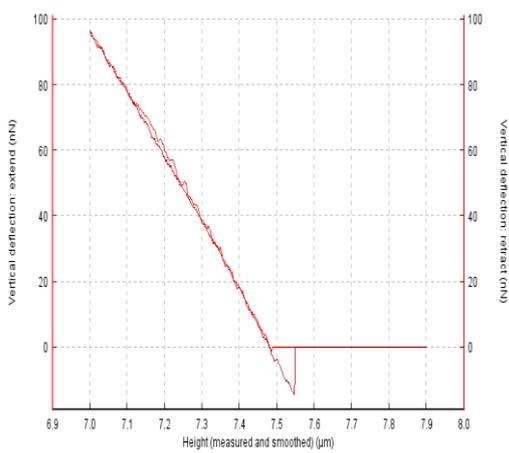
- Água destilada:



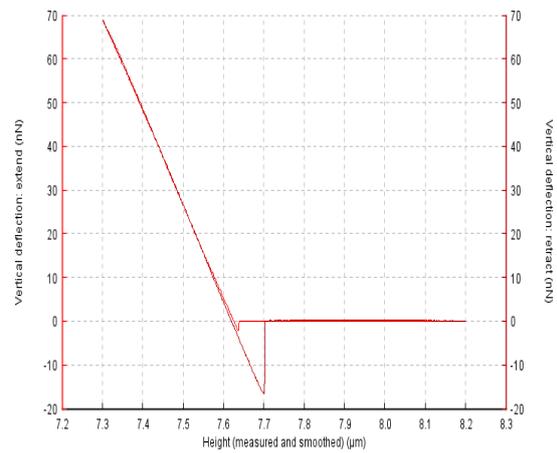
- Hipoclorito de sódio 5,25%:



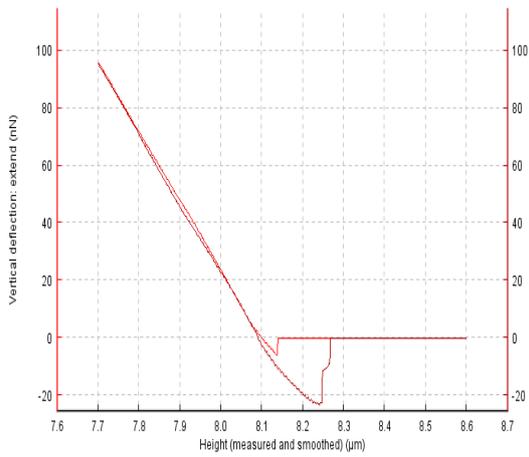
- Clorexidina 2%:



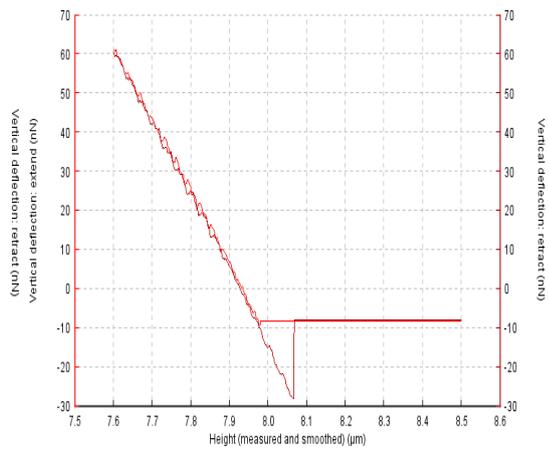
- EDTA 17%:



- EDTA 17%/NaOCl 5,25%:

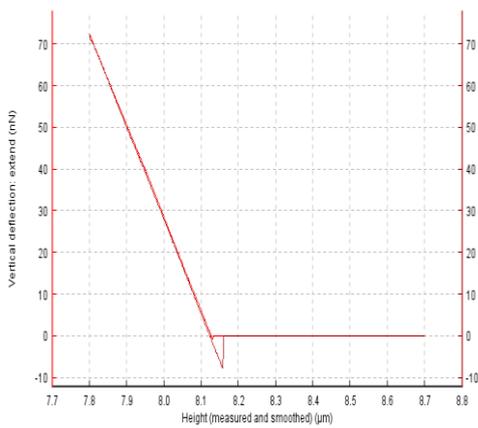


- EDTA 17%/CHX 2%:

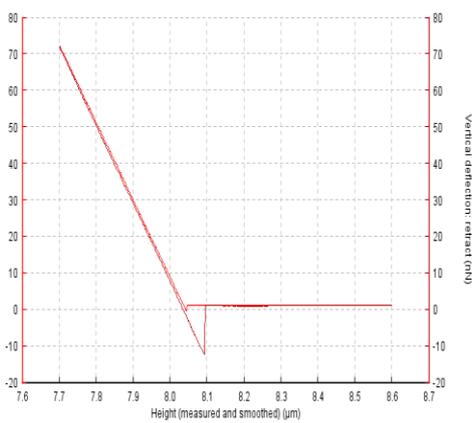


Exemplificação das curvas de força na superfície dentinária com a ponta de prova contendo Real Seal SE para as diferentes irrigações finais:

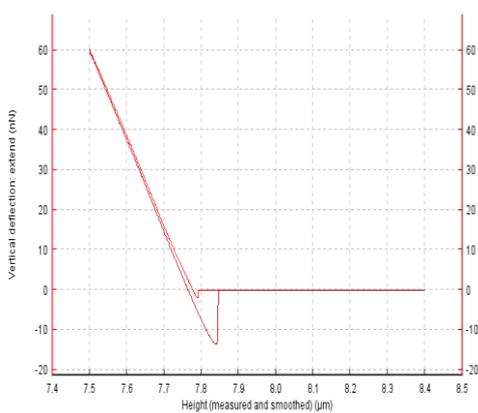
- Água:



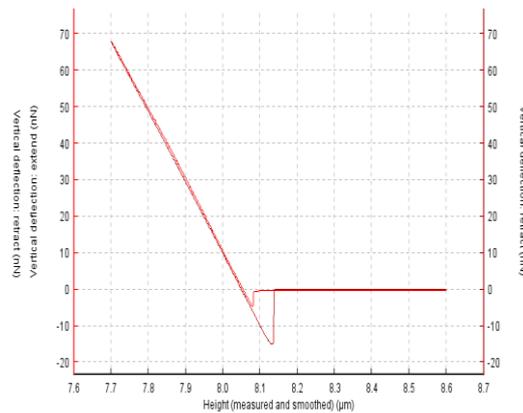
- Hipoclorito de sódio 5,25%:



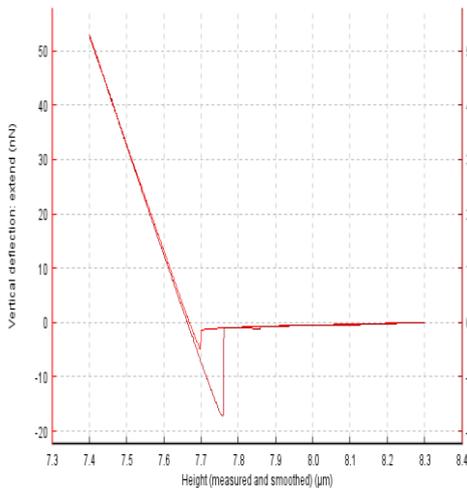
- Clorexidina 2%:



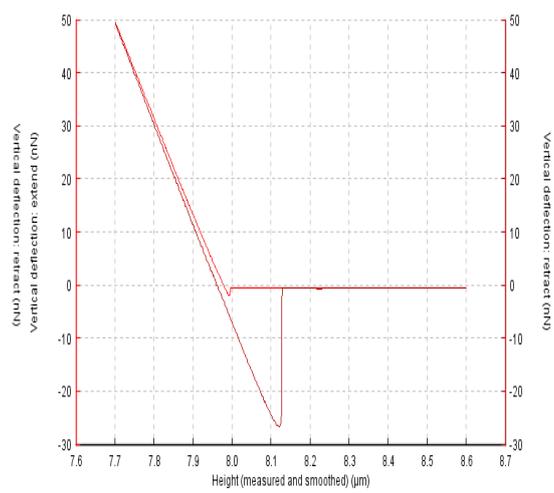
- EDTA 17%:



- EDTA 17%/NaOCl 5,25%:

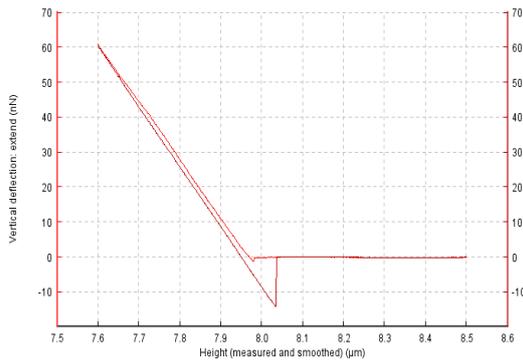


- EDTA 17%/CHX 2%:

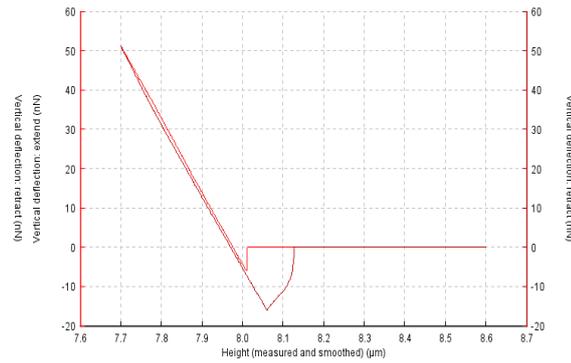


- Exemplificação das curvas de força na guta-percha com a ponta de prova contendo cimento AH Plus tratada com diferentes soluções desinfecção do material sólido:

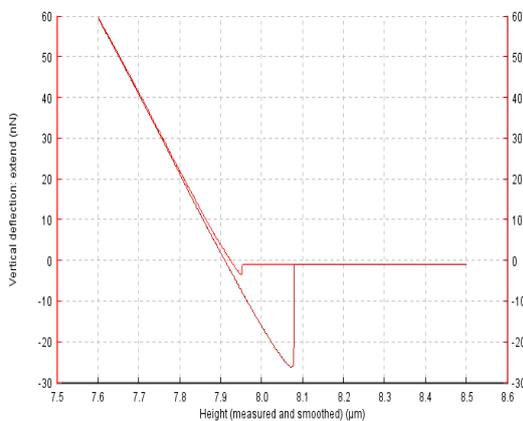
- Água:



- Hipoclorito de sódio 5,25%:

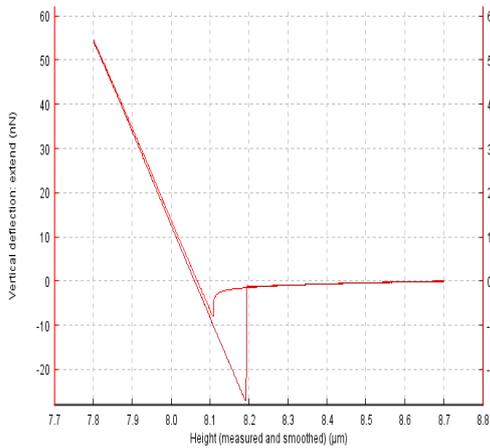


- Clorexidina 2%:

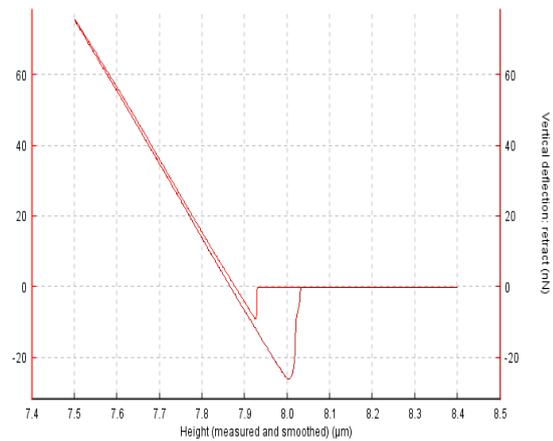


- Exemplificação das curvas de força no Resilon com a ponta de prova contendo cimento Real Seal SE após diferentes tratamentos para desinfecção do material sólido:

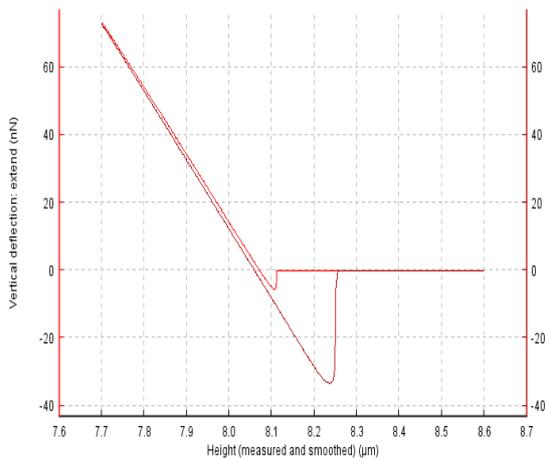
- Água:



- Hipoclorito de sódio 5,25%:



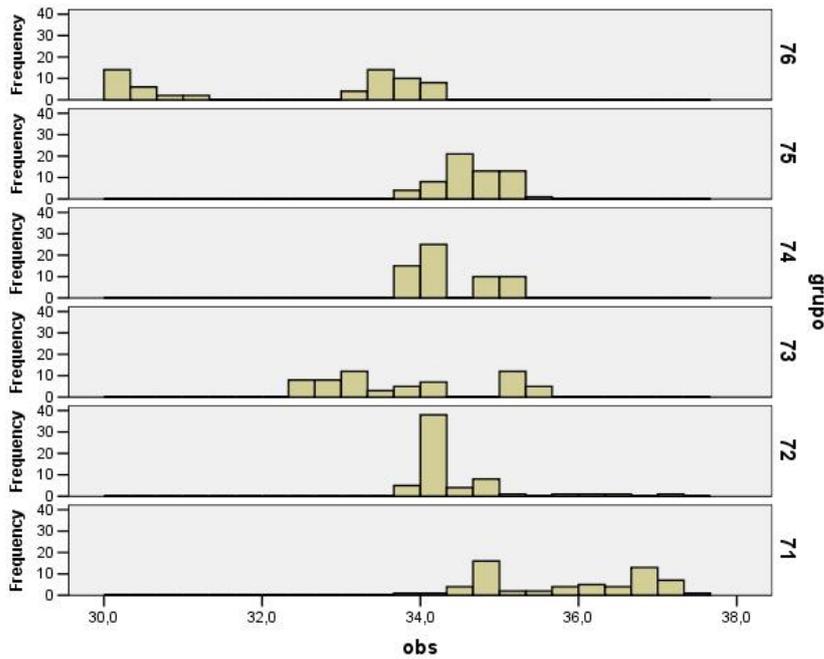
- Clorexidina 2%:



Apêndice 4:

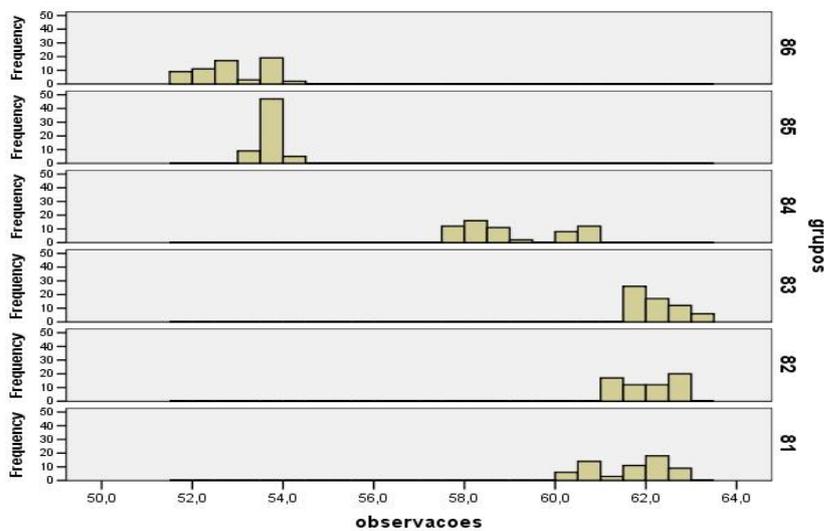
- Histogramas:

- Histograma dos valores de ângulo de contato encontrados para o cimento AH Plus com a dentina:



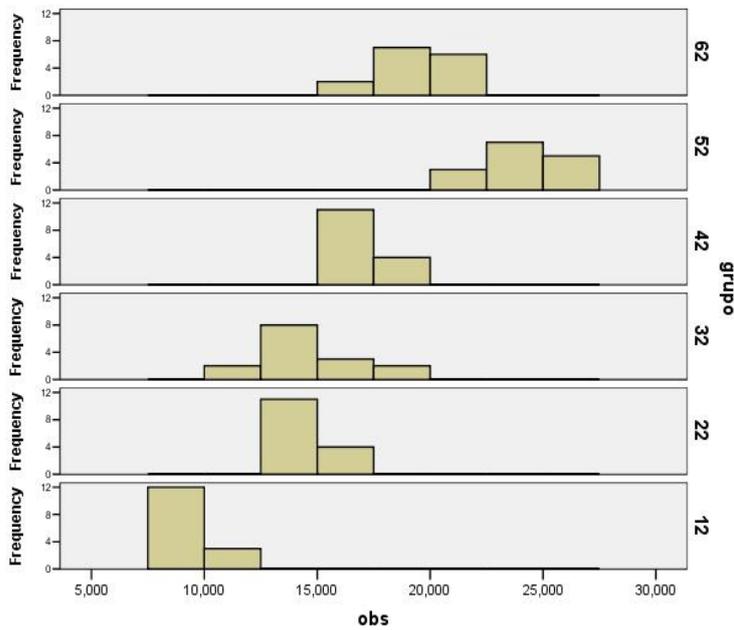
| Legenda | AH Plus |
|---------|------------|
| 71 | Água |
| 72 | NaOCI |
| 73 | CHX |
| 74 | EDTA |
| 75 | EDTA/NaOCI |
| 76 | EDTA/CHX |

- Histograma dos valores de ângulo de contato encontrados para o cimento Real Seal SE e a superfície dentinária:



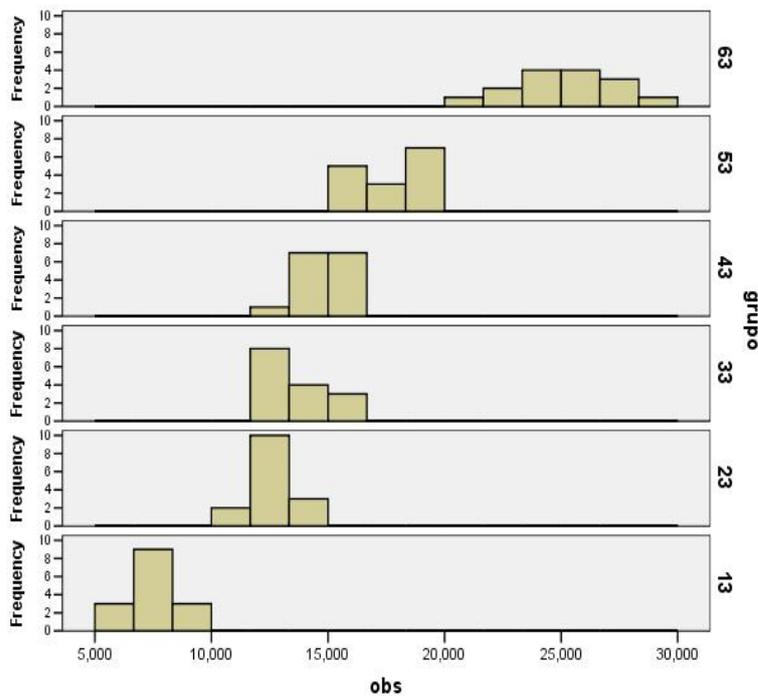
| Legenda | Real Seal |
|---------|------------|
| 81 | Água |
| 82 | NaOCI |
| 83 | CHX |
| 84 | EDTA |
| 85 | EDTA/NaOCI |
| 86 | EDTA/CHX |

- Histograma dos valores encontrados de força de adesão (curva de força) do cimento AH Plus com a dentina:



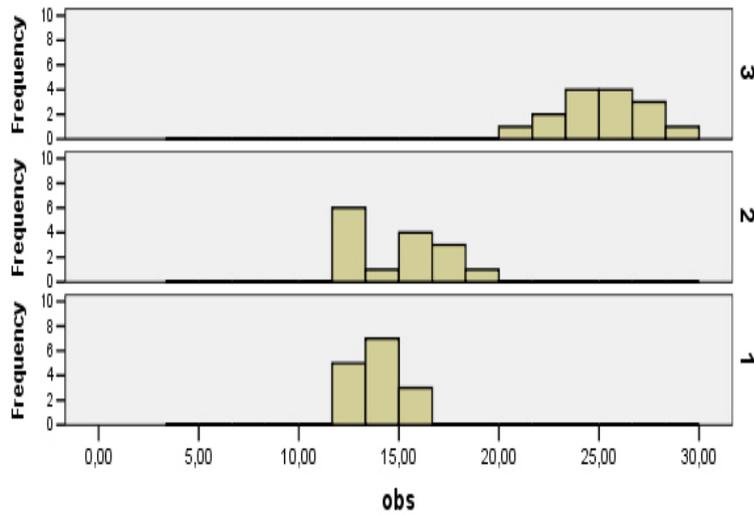
| Legenda | Ah Plus |
|---------|------------|
| 12 | Água |
| 22 | NaOCl |
| 32 | CHX |
| 42 | EDTA |
| 52 | EDTA/NaOCl |
| 62 | EDTA/CHX |

- Histograma dos valores encontrados de força de adesão (curva de força) do cimento Real Seal SE com a dentina:



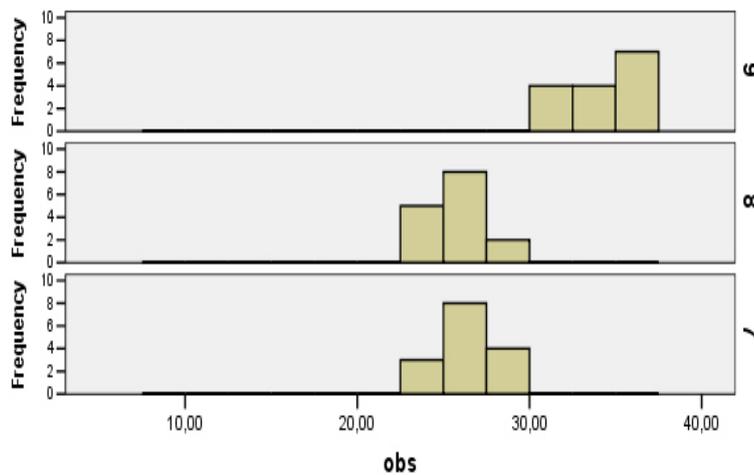
| Legenda | Real Seal |
|---------|------------|
| 13 | Água |
| 23 | NaOCl |
| 33 | CHX |
| 43 | EDTA |
| 53 | EDTA/NaOCl |
| 63 | EDTA/CHX |

- Histograma dos valores encontrados de força de adesão (curvas de força) do cimento AH Plus com a guta-percha:



| Legenda | AH Plus |
|---------|---------|
| 1 | Água |
| 2 | NaOCl |
| 3 | CHX |

- Histograma dos valores encontrados de força de adesão (curvas de força) do cimento Real Seal SE com o Resilon:



| Legenda | Real Seal SE |
|---------|--------------|
| 7 | Água |
| 8 | NaOCl |
| 9 | CHX |

Apêndice 5

- Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa:



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE ESTUDOS DE SAÚDE COLETIVA
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

PARECER Nº108/2010
PROCESSO Nº21/2010

Projeto de pesquisa: Influencia das soluções irrigadoras empregadas em endodontia na adesão de materiais obturadores ao canal radicular.

Pesquisador: Danielle Ferreira de Assis

O Comitê de Ética em Pesquisa, tendo em vista o que dispõe a Resolução 196/96 do Conselho Nacional de Saúde, resolve APROVAR o presente projeto.

Informamos que o CEP está à disposição do pesquisador para quaisquer esclarecimento ou orientação que se façam necessários no decorrer da pesquisa.

Lembramos que o pesquisador deverá apresentar relatório da pesquisa no prazo de um ano a partir desta data.

Cidade Universitária, 08 de outubro de 2010.


Marisa Palácios
Coordenadora CEP/IESC