



UNIVERSIDADE DE RIBEIRÃO PRETO

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

**Efeito da Clorexidina e Proantocianidina na durabilidade da resistência de
união de cimentos endodônticos resinosos à dentina radicular**

Thaís Fantinato Trindade

Orientador: *Prof. Dr. Walter Raucci Neto*

Ribeirão Preto

2017

Thaís Fantinato Trindade

Efeito da Clorexidina e Proantocianidina na durabilidade da resistência de união de cimentos endodônticos resinosos à dentina radicular

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto, como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Odontologia, área de concentração Endodontia.

Orientador: *Prof. Dr. Walter Raucci Neto*

Ribeirão Preto

2017

Ficha catalográfica preparada pelo Centro de Processamento
Técnico da Biblioteca Central da UNAERP

- Universidade de Ribeirão Preto -

Trindade, Thaís Fantinato, 1991-
T833e Efeito da Clorexidina e Proantocianidina na durabilidade da
resistência de união de um cimentos endodônticos resinosos à
dentina radicular / Thaís Fantinato Trindade. - - Ribeirão Preto, 2017.
52 f.: il. color.

Orientador: Prof. Dr. Walter Raucci Neto.

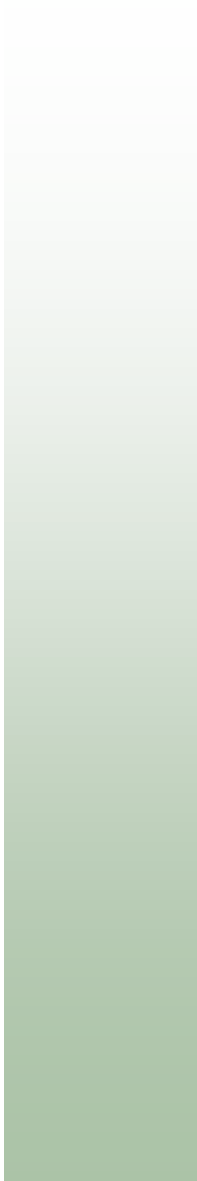
Dissertação (mestrado) – Universidade de Ribeirão Preto,
UNAERP, Odontologia, área de concentração: Endodontia. Ribeirão
Preto, 2017.

1. Dentina. 2. Degradação da interface. 3. Colágeno dentinário. 4.
Proantocianidina. I. Título.

CDD 617.6342



Este trabalho foi realizado no Laboratório de Pesquisas em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto, com colaboração do Laboratório de Pesquisas em Endodontia da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo; e apoio financeiro da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES – PROSUP.



Dedicatórias

A **Deus**, por ter me dado saúde e chance de conquistar muitas coisas na vida, por abrir o meu caminho e iluminar a minha mente, por conversar comigo todas as noites e me acalmar, por ter feito com que a minha esperança jamais acabasse, por ter me ensinado, através das dificuldades, o valor de todas as coisas, e, acima de tudo, por ter me dado uma família perfeita e amigos fantásticos que me ajudaram a passar por todos os obstáculos.

À minha mãe, **Rosângela Valéria Fantinato**, pelo exemplo de mulher guerreira e batalhadora, por todo o amor dedicado a mim e a meus irmãos, por abdicar de seus sonhos para que os meus pudessem ser realizados, por acreditar, incentivar e sempre apoiar tudo que eu fiz. Obrigada mãe, por ter sido esse ser humano tão magnífico que só com um olhar conseguiu transmitir serenidade, paz e amor, amor esse que, muitas vezes falta no dia a dia e que é lembrado a cada ligação, encontro e a cada volta para casa. Agradeço a Deus por ter me dado uma mãe tão boa e mais ainda por deixar que eu compartilhasse de tantos momentos incríveis com ela.

Ao meu pai, **Flávio Sérgio Trindade**, por toda a dedicação, afeto, generosidade, apoio e confiança em mim depositada. Obrigada por ter me dado a chance de fazer o que eu sempre sonhei.

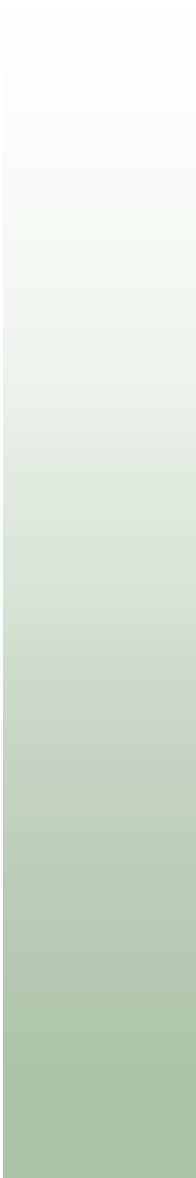
À minha avó, **Nair Claros Fantinato**, pela cumplicidade, amor e amizade. Por ter me dado conselhos e colo nas fases difíceis da minha vida, por estar sempre ao meu

lado incentivando. Obrigada minha querida avó, meu exemplo de amor, de carinho e convicção. Jamais me esquecerei da sua felicidade em saber que eu havia passado no vestibular para Odontologia.

À minha tia, **Renata Vanessa Fantinato**, por toda a confiança depositada em mim, por estar ao meu lado todas as vezes que precisei, por me escutar nos momentos de angústia, por se preocupar comigo, pela amizade e pelos conselhos que me deu ao longo desses anos, obrigada por ter sido sempre uma irmã.

Aos meus irmãos, **Thales Fantinato Trindade e Thiago Fantinato Trindade** que sempre compartilharam todos os momentos bons e ruins que passei, por serem exemplos de homens honestos, que sempre lutaram por seus objetivos, que tiveram força e coragem para enfrentar seus limites e me mostraram que nada é impossível quando realmente queremos. Agradeço a Deus diariamente por ter me dado irmãos que mesmo agora longe, estão sempre perto.

Ao meu namorado, **Társis Galvão dos Santos Miranda**, por ter me ensinado que precisamos rir mais da vida e aproveitá-la, que o amor está, principalmente, no cuidado e preocupação que existe com o companheiro. Obrigada por ter me incentivado a ser uma pessoa e profissional melhor, pelos consolos, pelas alegrias e por todos os momentos de angústia depositados no seu ombro, obrigada por ter estado sempre perto.



Agradecimento Especial

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Walter Raucci Neto**, por todo o conhecimento compartilhado, pela disponibilidade de ajudar em cada momento e pelo seu profissionalismo. Obrigada por ter mantido a calma mesmo com todos os obstáculos que enfrentamos durante o trabalho. O professor Walter me ensinou desde o primeiro instante a ser uma pessoa mais serena, resiliente e otimista. Obrigada pela confiança depositada em mim e pela amizade. Hoje eu acredito em um mundo onde ainda há pessoas como o senhor, ser humano de coração puro, honesto e de dedicação extrema com tudo o que faz.



Agradecimentos

À Universidade de Ribeirão Preto, na pessoa da sua Magnífica Reitora **Profa. Dra. Elmara Lúcia de Oliveira Bonini**, personalidade constante e pioneira na educação nacional. Obrigada pela oportunidade de poder concretizar mais esse sonho.

À Coordenadora do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto, **Profa. Dra. Yara T. C. Silva Sousa**, que desde a Graduação me incentivou a buscar conhecimentos, que apoiou a minha decisão de continuar na área acadêmica e que sempre foi uma mãe para todos os alunos da Pós-Graduação, ajudando de todas as formas possíveis a resolver problemas de maneira simples e eficiente. Obrigada por ser um dos meus exemplos como profissional e mulher.

Aos Professores do Curso de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade de Ribeirão Preto: **Profa. Dra. Andrea Marcia Marcaccini, Prof. Dr. Carlos Eduardo Saraiva Miranda, Prof. Ms. Celso Bernardo de Souza Filho, Prof. Dr. Edson Alfredo, Profa. Dra. Érica Alves Gomes, Profa. Dra. Larissa Moreira Spinola de Castro Raucci, Prof. Dr. Paulo Esteves Pinto Faria, Prof. Dr. Sílvio Rocha Correa da Silva e Prof. Dr. Walter Martins Júnior**, pela presteza, dedicação, atenção e suporte à aprendizagem de todos os alunos do curso, estando sempre à disposição para transmitir os seus conhecimentos.

Aos meus colegas de pós-graduação, **Bárbara Furtado Masalkas, Geraldo Monteiro Ribeiro, Luciana Martins Domingues de Macedo, Mariana Carvalho**

de A. Amaral, Paula Guimarães, Silas Monteiro e Tarcísio Quaranta por todos os momentos passados juntos.

À minha amiga de pós-graduação **Ana Flávia Simões Barbosa**, por me mostrar que no mundo ainda existem pessoas de grande coração, assim como o seu, que sempre está disposta a ajudar a todos, que passa por muitas coisas e sempre está com um sorriso no rosto. Obrigada por ter ficado sempre ao meu lado, pelos conselhos, pelos momentos compartilhados e por ser sempre uma grande amiga.

À minha colega de pós-graduação **Natália Spadini de Faria**, pelas conversas, por compartilhar seu conhecimento e sempre estar à disposição para ajudar no que fosse. Obrigada pelos conselhos e pela amizade.

À **Profa. Dra. Vivian Colucci**, por ter sido a minha orientadora durante a graduação, por ter me feito pegar gosto pela pesquisa, ter me ensinado e mostrado que a Odontologia vai muito além da parte clínica. Por ter sido uma mãe, dado conselhos, ajudado em todos os momentos que precisei e ter sido um dos meus maiores exemplos de profissionalismo e amor à profissão.

À **Profa. Dra. Danielle Cristine Furtado Messias**, por ter sido um exemplo de pessoa, professora e cirurgiã-dentista, por ter me dado a oportunidade de aprender cada vez mais e ter disponibilizado tempo para colaborar com o meu trabalho.

Ao **Prof. Dr. Fuad Jacob Abi Rached Júnior**, pelo suporte na formatação do trabalho e por ter se disponibilizado a ajudar sempre que necessário, e também, por ter sido um grande professor e amigo.

Ao **Prof. Dr. Manoel Damião de Sousa Neto**, coordenador do curso de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, por disponibilizar a máquina de ensaios necessária para o desenvolvimento dos testes de *push-out*.

Aos meus amigos, **Fábio Maurício Batel, Jéssica Galvão, Priscila Reis e Walner Dias**, pelo companheirismo, parceria, pela amizade e principalmente por serem pessoas maravilhosas, que sempre me ajudaram e que fazem parte da minha vida. Obrigada por serem simplesmente sensacionais.

Ao doutorando **Jardel Francisco Mazzi Chaves**, da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, pelo auxílio do desenvolvimento nos testes de *push-out* que foram imprescindíveis para o desenvolvimento deste estudo.

Às secretárias da pós-graduação, **Joana Néia Vieira, Patrícia Machado e Marcela Euzébio Berti**, pela atenção, amizade e convívio que dispensaram a mim durante esses anos.

Às secretárias do curso de graduação, **Fabíola Domenes Souza** e **Joice Cerri**, por toda a atenção que sempre tiveram comigo, pela paciência e amizade que sempre estiveram presentes durante esses anos.

A todos os funcionários da Universidade de Ribeirão Preto, em especial, por todos os bons momentos em que estivemos juntos, pela atenção e carinho que tiveram por mim durante esses anos de convívio, desde a graduação.

Aos funcionários da Universidade de São Paulo, pelo auxílio do desenvolvimento do teste de resistência de união e microscopia eletrônica de varredura.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo auxílio financeiro para o desenvolvimento deste projeto.

À Ultradent, pelo auxílio e disponibilização do cimento EndoRez, que foi utilizado no desenvolvimento deste projeto.

*"Há uma força motriz mais poderosa que o vapor,
a eletricidade e a energia atômica: a vontade".*

Albert Einstein



Resumo

O objetivo neste estudo foi avaliar o efeitos do tratamento de superfície da dentina radicular, com Clorexidina (CHX) a 2% ou Proantocianidina (PA) 15%, na resistência de união (RU) de dois cimentos endodônticos, EndoRez ou AHPlus, após 24 horas ou 6 meses de imersão em água. Para isso, cento e vinte raízes de incisivos bovinos foram divididas em seis grupos de acordo com o cimento e tratamento empregados (AH-Plus, CHX+AH-Plus, PA+AH-Plus, EndoRez, CHX+EndoRez e PA+EndoRez) e posteriormente subdivididos de acordo com período de análise (24 horas ou 6 meses) (n=10). O preparo biomecânico dos condutos radiculares foi padronizado com o sistema Protaper Universal até o instrumento F5. A CHX 2% foi aplicada por 1 minuto, enquanto que a PA 15% foi aplicada por 5 minutos, nos respectivos grupos. O grupo controle (sem tratamento) foi mantido em umidade relativa. Após a obturação, os espécimes foram mantidos em água destilada por períodos de até 6 meses, com renovação semanal. Discos obtidos a partir das raízes foram submetidos ao teste de *push-out* e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os dados obtidos em cada período foram submetidos ao teste ANOVA a dois critérios, seguido por pós-teste de Tukey se apropriado, enquanto que a comparação dos valores de RU nos diferentes períodos foi realizada por teste t ($\alpha=0,05$). Em 24 horas, foram observadas diferenças significantes entre os valores de RU dos cimentos, com AH Plus > EndoRez ($p<0,001$), independentemente do tratamento utilizado, não sendo, neste período observada qualquer influência dos tratamentos sobre a RU destes cimentos ($p>0,05$). Aos 6 meses, houve interação entre os fatores em estudo ($p=0,012$). Nos espécimes obturados com AH Plus, observou-se semelhança ($p>0,05$) entre os tratamentos da dentina (controle=CHX=PA). Quando EndoRez foi empregado para obturar os canais, observou-se que os tratamentos da dentina com CHX e PA favoreceram a RU, quando comparados com o grupo controle ($p<0,05$) (CHX=PA > Controle). Neste mesmo período, na comparação intragrupos de tratamento, observou-se, para o Controle: AH Plus > EndoRez ($p<0,001$) e, para CHX e PA: AH Plus = EndoRez ($p>0,05$). A MEV mostrou a presença de *tags* de cimento infiltrados na dentina radicular, com aspectos semelhantes em todos os grupos analisados. Com base nos resultados, conclui-se que o cimento AH Plus exibe RU superior a do EndoRez em dentina não tratada, e que a estratégia de se tratar previamente a dentina com CHX ou PA favorece a RU a longo prazo para o cimento EndoRez. Houve predominância de falhas mistas e coesivas para todos os grupos.

Palavras-chave: Dentina, degradação da interface, colágeno dentinário, proantocianidina.



Summary

The aim on this study was to evaluate the effects of Proanthocyanidin (PA) and Chlorhexidine (CHX) on the short and long term bond strength (BS) of two endodontics sealers, EndoRez or AH Plus, after 24 hours or 6 months of water immersion. For this, one hundred and twenty roots of bovine incisors were divided into six groups according to the cement and treatment used (AH-Plus, CHX+AH-Plus, PA+AH-Plus, EndoRez, CHX+EndoRez and PA+EndoRez) and subdivided according to the storage mode (immediate and degraded) (n=10). The biomechanical preparation was performed with Protaper Universal system. CHX 2% was applied for 1 minute while PA 15% was applied for 5 minutes. The control group (without treatment) was maintained at relative humidity. After filling, the specimens were kept in distilled water for periods of up to 6 months, with weekly renewal. Slices obtained from the roots submitted to the push-out test and scanning electron microscopy (SEM). The data obtained in each period were submitted to two-way ANOVA, followed by Tukey's post-test if appropriate, while the comparison of the BS values in the different periods was performed by t-test ($\alpha = 0.05$). In the 24 hours, significant differences were observed between the values of BS of the cements, with AH Plus > EndoRez ($p < 0.001$), regardless of the treatment used. At 6 months, there was interaction between the factors under study ($p = 0.012$). In the specimens obturated with AH Plus, similarity ($p > 0.05$) was observed between dentin treatments (control=CHX=PA). When EndoRez was used to fill the canals, it was observed that dentin treatments with CHX and PA favored BS, when compared to the control group ($p < 0.05$) (CHX=PA > Control). In the same period, in the comparison intra-group of treatment, for Control: AH Plus > EndoRez ($p < 0.001$) and, for CHX and PA: AH Plus = EndoRez ($p > 0.05$). SEM showed the presence of cement tags infiltrated in the root dentin, with similar aspects in all groups analyzed. Based on the results, it is concluded that the AH Plus cement exhibits higher BS than that of EndoRez in untreated dentin, and that the strategy of previously treating dentin with CHX or PA favors long-term BS for EndoRez cement. There was a predominance of mixed and cohesive failures for all groups.

Keywords: Dentin, dentin interface degradation, dentinal collagen, proanthocyanidin.



Sumário

Resumo

Summary

Introdução	01
Proposição.....	07
Material e Métodos.....	09
Resultados.....	25
Discussão.....	33
Conclusões.....	41
Referências Bibliográficas.....	43



Introdução

O tratamento endodôntico tem por objetivos, a remoção da polpa infectada ou por indicação protética, desinfecção, modelagem e obturação tridimensional dos canais radiculares (ABDO; ELDARRAT, 2013; TEDESCO et al., 2014; LANGALIA et al., 2015). O sucesso da terapêutica endodôntica é diretamente relacionado ao material obturador dos canais radiculares, pois a vedação hermética garante que não haja recontaminação e favorece o reparo da região periapical (KHAN et al., 2015).

Para garantir a homogeneidade e o preenchimento tridimensional do sistema de canais radiculares, cimentos obturadores em estado plástico são utilizados em conjunto com materiais sólidos, como cones de guta-percha (ORMIGA et al., 2016), para aumentar as taxas de sucesso do tratamento (VIAPIANA et al., 2016). Dentre os materiais obturadores levados ao canal radicular em estado plástico, pode-se destacar os cimentos a base de resina, óxido de zinco e eugenol, a base de hidróxido de cálcio e os a base de silício (TEDESCO et al., 2014; SADR et al., 2015). Os cimentos a base de resina apresentam evidências clínicas e científicas para sua utilização na obturação de canais radiculares, como a sua capacidade de reduzir a microinfiltração do canal dentinário, graças ao seu potencial adesivo e de penetração nos túbulos dentinários (PRADO et al., 2014).

Os cimentos resinosos autoadesivos utilizados na obturação do sistema de canais radiculares foram desenvolvidos baseados na tecnologia de adesão dentinária da Odontologia Restauradora (NEELAKANTAN et al., 2011). Os cimentos endodônticos a base de resina epóxica, como o AH Plus, tem como propriedades físicas, grande capacidade de vedamento apical, biocompatibilidade e capacidade de retenção à dentina radicular, possuem também, baixa solubilidade e estabilidade dimensional (RAZMI et al., 2016). Os cimentos a base resina metacrilato foram desenvolvidos para se aderirem as paredes do canal, devido à formação de camada híbrida, que une o material ao substrato dentinário, diminuindo a infiltração e aumentando a vedação entre o canal radicular e o material obturador. Entretanto, estes cimentos podem apresentar sensibilidade técnica, limitando a hibridização completa do tecido, além de sofrer

contração durante o processo de polimerização, o que interfere negativamente na sua capacidade seladora e adesiva (NEELAKANTAN et al., 2011). Estas características, associadas à possibilidade de adesão dentinária estável, levaram a uma intensa busca por protocolos e técnicas que favoreçam sua união à dentina radicular (DOYLE et al., 2006; KALRA et al., 2013; AYRANCI; KOSEOGLU, 2014; CECCHIN et al., 2015a; KHOROUSHI et al., 2016).

A adesão dos cimentos endodônticos à dentina radicular é uma propriedade necessária, porque ela impede a infiltração de fluidos que podem comprometer a vedação hermética do canal radicular (AYRANCI; KOSEOGLU, 2014) e, mantém a interface de união íntegra, especialmente em procedimentos pós-operatórios, como preparo para instalação de pinos de fibra (TEDESCO et al., 2014). Não existe um consenso com relação à resistência de união mínima necessária para os cimentos endodônticos, uma vez que, existem variações morfológicas e/ ou estruturais entre a dentina de diferentes espécimes, ou entre diferentes regiões da mesma raiz, presença ou não da camada de *smear layer* e a composição química dos cimentos podem resultar em mudança nas propriedades de união do cimento à dentina, e, portanto, a resistência de união tem sido objeto de muitos estudos (BARBIZAM et al., 2011; HARAGUSHIKU et al., 2012; NEELAKANTAN et al., 2015; ARAÚJO et al., 2016).

A dificuldade de obtenção de uma camada híbrida estável nos tecidos dentinários está relacionada à complexidade da dentina, de natureza hidrofílica e estrutura orgânica, que pode interferir na interação do cimento a este substrato (TRINDADE et al., 2016). A interação da água residual nos túbulos dentinários, o

colágeno e os cristais de hidroxiapatita formam a camada híbrida, que une o material ao substrato dentinário, no entanto, a hibridização do tecido na interface adesiva e a infiltração incompleta de monômeros resinosos nas fibras colágenas dentro da camada híbrida favorecem a hidrólise e a degradação do colágeno por metaloproteinases (MMPs), diminuindo a longevidade do tratamento restaurador (PERDIGÃO et al., 2013). As MMPs são endopeptídeos cálcio e zinco dependentes que ficam aprisionadas na matriz dentinária mineralizada durante o desenvolvimento dentário de forma inativa. A ativação dessas enzimas pode ocorrer, após exposição do colágeno, pela quebra de ligações de zinco e cálcio e é considerada uma das principais causas de falha de união dos materiais resinosos à dentina (LONGHI et al., 2014).

Os cimentos *self-etch* foram desenvolvidos para reduzir a sensibilidade da técnica, principalmente no terço apical, onde, muitas vezes, a aplicação do *primer* ou adesivo não são feitas adequadamente (SHRESTHA et al., 2010). A formação da interface adesiva entre o material obturador e a dentina é obtido após a remoção e/ou alteração da camada de *smear layer* e a desmineralização da dentina subjacente (DO AMARAL et al., 2009). O processo de desmineralização da dentina obtido neste cimento está diretamente relacionado aos efeitos das MMPs na degradação do colágeno e redução de sua resistência de união (KALRA et al., 2013). Entretanto, existem cimentos como o EndoRez, pertencente à segunda geração dos cimentos endodônticos a base de resina metacrilato, que apresentam um *primer* hidrofílico, e portanto, dispensam o uso do condicionamento ácido, sendo utilizado nos canais radiculares úmidos, formando *tags* para a retenção nos túbulos dentinários (KIM et al., 2010).

É digno de nota ressaltar que todos os fabricantes de cimentos a base de metacrilato recomendam como protocolo final de limpeza o uso do ácido etilenodiaminotetracético (EDTA) para expor as fibras colágenas dentinárias e melhorar a infiltração dos monômeros resinosos nesta matriz. Entretanto, este processo, independente da composição do cimento, deixa a matriz colágena vulnerável à degradação ao longo tempo (KALRA et al., 2013). Assim, pesquisas têm sido realizadas para avaliar o uso de soluções inibidoras de MMPs que podem neutralizar a atividade gelatinolítica e colagenolítica da dentina, reduzindo o envelhecimento da interface adesiva e aumentando a estabilidade da camada híbrida (HARAGUSHIKU et al., 2012; LONGHI et al., 2014).

A Clorexidina (CHX) tem sido estudada como uma solução inibidora de proteases que neutraliza a ação das MMPs e da Catepsina Cisteína, preservando a camada híbrida (PERDIGÃO et al., 2013). Estudos *in vitro* e *in vivo*, demonstram que quando a CHX é aplicada à dentina desmineralizada pode adiar a degradação da interface adesiva (CECCHIN et al., 2015b). MOREIRA et al. (2009) afirmam que a qualidade do substrato dentinário se mantém após a obturação do dente com materiais resinosos porque a CHX não promove alterações na estrutura morfológica da matriz orgânica da dentina intrarradicular, diferentemente do que ocorre com o EDTA, que inibe a ação das MMPs, porém altera a morfologia da dentina com sua ação quelante (PERDIGÃO et al., 2013). LIU et al. (2014) relatam que a CHX é a única substância eficaz comprovadamente que reduz a degradação da interface adesiva, pois atua inibindo as MMPs, mas a sua ação dura alguns meses e enfraquece ao longo do tempo.

O uso de agentes biomodificadores é um método que vem sendo estudado para melhorar e estabilizar a resistência do colágeno à degradação, dentre esses agentes, a Proantocianidina tem sido usada, por melhorar a resistência de união final, a estabilidade e rigidez do colágeno dentinário a longo prazo (PERDIGÃO et al., 2013; LONGHI et al., 2014). A Proantocianidina (PA) é um composto flavonoide encontrado em frutas, legumes, sementes e flores que tem mostrado capacidade antioxidante (KALRA et al., 2013) e de inibição da atividade catalítica de MMPs como a MMP-1 e MMP-9 (LONGHI et al., 2014; KHADDAM et al., 2014).

Há um consenso que relata que a adesão da interface dentina/resina criada com os sistemas adesivos contemporâneos se deteriora com o tempo. A desorganização do colágeno da matriz dentinária e a infiltração incompleta da resina são as principais causas de insucesso dos procedimentos adesivos (LIU et al., 2011).

Considerando que os produtos finais de limpeza dos canais radiculares previamente à cimentação e/ou obturação podem comprometer a longevidade e retenção dos cimentos resinosos, estudos investigando o uso da solução inibidora de MMPs e de solução ativadora de ligações cruzadas podem contribuir na obtenção de protocolos que favoreçam a resistência de união a curto e longo prazo de cimentos endodônticos resinosos.



Proposição

O objetivo no presente estudo foi avaliar o efeito de tratamentos de superfície da dentina radicular, com Proantocianidina ou Clorexidina, sobre a resistência de união de dois cimentos endodônticos, EndoRez ou AH Plus, após 24 horas ou 6 meses de imersão em água, por meio de teste de *push-out*.

A hipótese nula a ser testada foi a de que não existe diferença na resistência de união entre os cimentos endodônticos e/ou tratamentos de superfície dentinária, após 24 horas ou 6 meses de imersão em água.



Material e Métodos

Delineamento experimental

Os fatores de estudo envolvidos neste trabalho foram: o tratamento da dentina, em três níveis (sem tratamento, CHX e PA); tipo de cimentos, em dois níveis (cimento a base de resina epóxica e cimento a base de resina metacrilato); e armazenamento, em dois níveis (24 horas e 6 meses). A amostra do experimento foi composta por 120 raízes divididas de acordo com o tipo de cimento obturador, tratamento superficial da dentina e o tempo de armazenamento em água (Figura 1). A variável de resposta quantitativa

analisada por meio de teste de *push-out* foi a resistência de união do material obturador à dentina intrarradicular após o tratamento. As variáveis de respostas qualitativas foram: avaliação da interface adesiva por meio de microscopia eletrônica de varredura e análise do padrão de falha por imagens capturadas através de lupa estereoscópica.

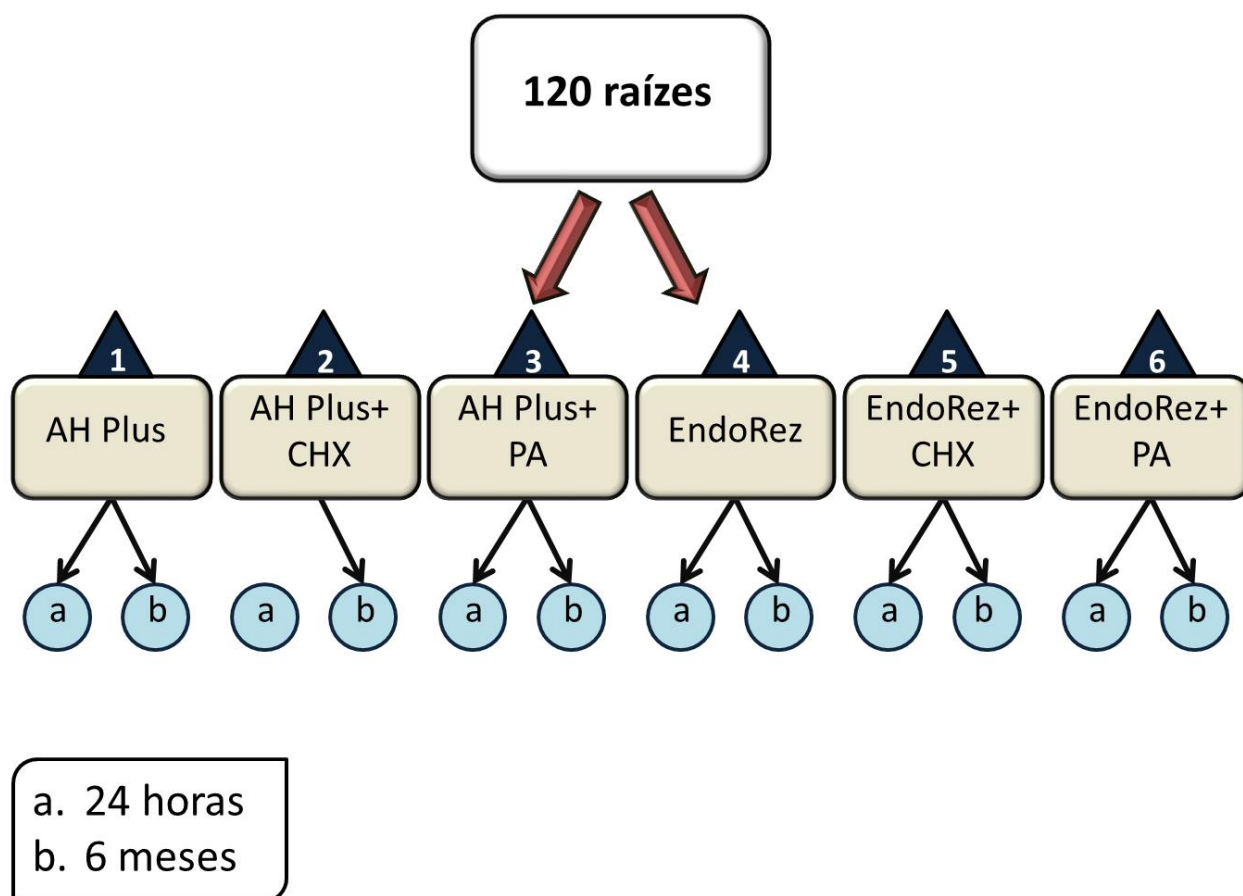


Figura 1. Ilustração da distribuição dos espécimes em grupos.

Seleção e preparo dos espécimes

Incisivos bovinos foram radiografados e as porções cervical, média e apical foram mensuradas através da radiografia. Uma média dos valores foi obtida e os incisivos com medidas discrepantes foram descartados. Através de uma lupa estereoscópica os dentes

foram analisados, sendo descartados os que possuíam trincas ou anomalias de estrutura.

Cento e vinte incisivos bovinos (Figura 2), armazenados em solução de timol 0,1% a 4°C, foram limpos utilizando curetas periodontais e submetidos a profilaxia com pedra pomes (SS White, Nova Jersey, EUA) e água, aplicada com escovas tipo Robinson, montadas em baixa rotação (Intramatic 2068, Kavo do Brasil Ind. Com. LTDA., Joinville, SC, Brasil). Para a obtenção de raízes com comprimento padronizado de 17 mm, os dentes foram seccionados para separar a porção radicular da coronária em cortadeira elétrica de precisão a 375 rpm (Isomet 1000, Buehler, Alemanha), com disco diamantado dupla-face sob irrigação constante de água (Figura 3). Após a secção, as raízes foram avaliadas quanto às medidas méso-distal e vestibulo-lingual dos condutos na região cervical para selecionar uma amostra com diâmetros médios de 1,5 e 2,5 mm, respectivamente.



Figura 2. Incisivo Bovino



Figura 3. Secção do espécime e padronização do comprimento da raiz em 17 mm.

Preparo biomecânico dos espécimes

A exploração do canal e a detecção do comprimento de trabalho foram realizados através da inserção da lima 15 tipo K (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) até ultrapassar o forame apical recuando-se 1 mm do comprimento total (Figura 4), obtendo-se 16 mm de comprimento de trabalho.



Figura 4. Identificação do forame apical com a lima 15 tipo K.

O preparo biomecânico foi realizado com sistema rotatório Protaper Universal (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) iniciando-se pelo preparo do terço cervical com instrumento SX. Posteriormente, foram utilizados os instrumentos S1 e S2 inicialmente no terço médio das raízes, e posterior preparo no comprimento de trabalho seguindo a

seqüência de instrumentos F1, F2, F3, F4 e F5 (Figura 4). Os instrumentos de NiTi foram adaptados à um contra-ângulo 6:1 do motor VDW Silver (VDW GnbHm Munique, Alemanha) com 350 rpm e torque 3 N.cm.

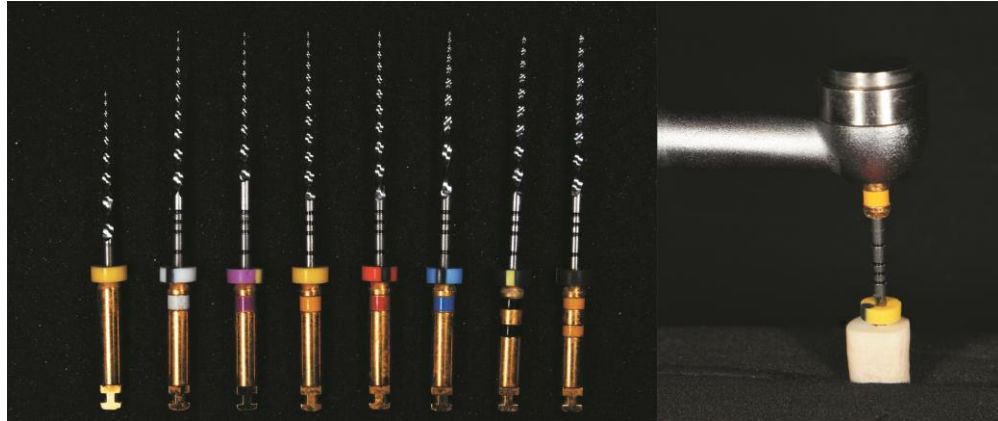


Figura 4. Instrumentos utilizados no preparo do conduto radicular instrumentação dos espécimes.

Os canais foram irrigados com 2 mL de NaOCl 2,5% com auxílio de uma seringa e uma ponta Navitip amarela 30 ga de 21 mm (Ultradent, South Jordan, EUA) após o uso de cada instrumento, com irrigação e aspiração contínua. O ápice das raízes foi selado com cera utilidade. A irrigação final foi realizada com 5 mL de EDTA 17% (Da Terra, Ribeirão Preto, SP, Brasil) durante 3 minutos e, então, as raízes foram lavadas com 10 mL de água destilada e secas com cones de papel absorvente esterilizados (#50) (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça).

Tratamento da Dentina

Após o preparo biomecânico, as raízes foram divididas de acordo com as soluções empregadas para o tratamento da dentina. Para os grupos tratados com CHX 2% (Da Terra, Ribeirão Preto, SP, Brasil), foi realizada a aplicação de 1 mL da solução durante 1 minuto. durante 1 minuto (Figura 5).

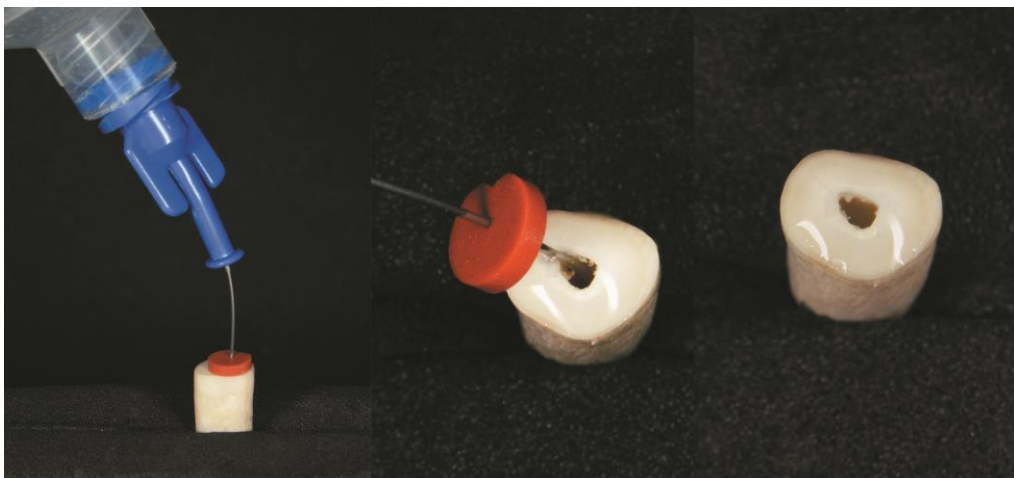


Figura 5. Irrigação do espécime por 1 min utilizando Clorexidina.

Para os espécimes tratados com PA foi obtida a solução a 15% a partir de cápsulas de extrato de semente de uva (Luna Ervas, Caieiras, SP, Brasil) diluídas através de solubilização simples. A solução foi agitada com agitador magnético (Biovera, Rio de Janeiro, RJ, Brasil), filtrada e utilizada imediatamente após a solubilização utilizando 1 mL durante 5 minutos (Figura 6).

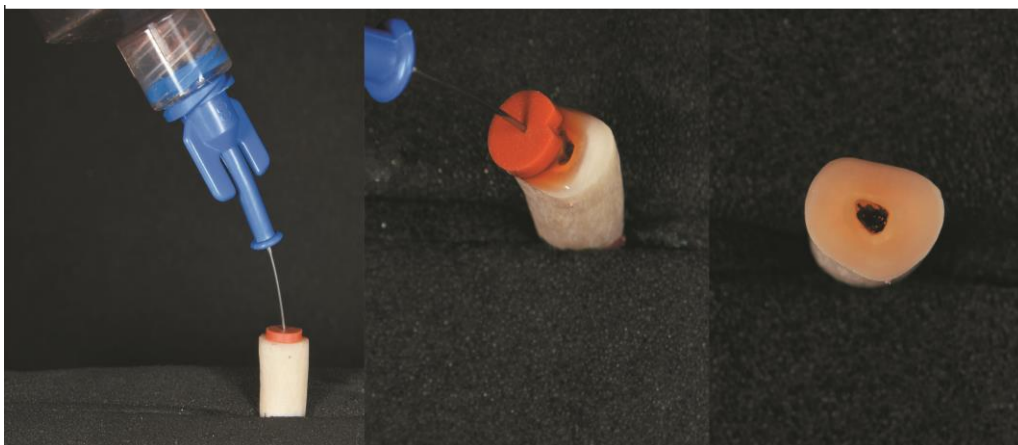


Figura 6. Irrigação do espécime por 5 min utilizando Proantocianidina.

Os canais foram aspirados e secos com papel absorvente estéril (#50) (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça). Os espécimes sem tratamento da dentina foram mantidos em umidade relativa a 37 °C.

Obturação dos espécimes

A obturação das raízes foi realizada através da técnica do cone único empregando-se cones de guta-percha F5 do sistema Protaper Universal (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) e cimento AH Plus ou EndoRez. A pasta base e a pasta catalizadora do cimento AH Plus foram dispensadas em uma placa de vidro e misturadas até obter-se uma mistura homogênea e consistência ideal para a obturação, o cone de guta-percha foi carregado com o cimento e inserido no canal radicular (Figura 7).

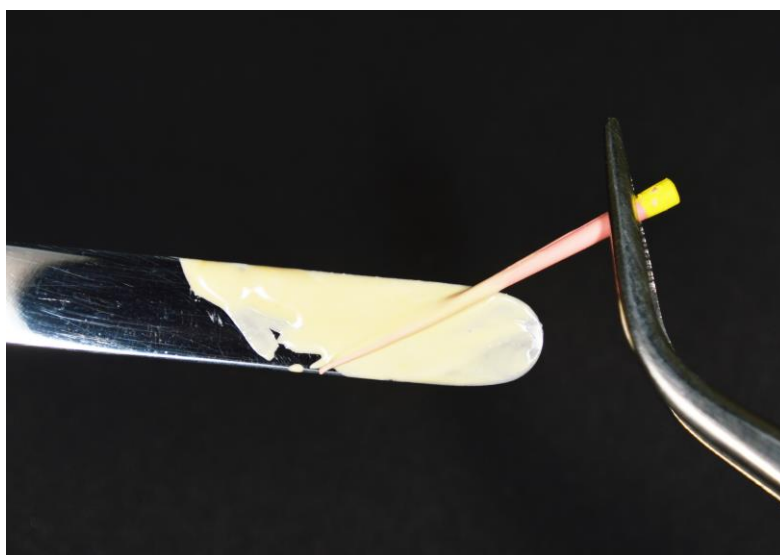


Figura 7. Carregamento do cone de guta percha com o cimento AH Plus.

Nos grupos obturados com EndoRez, o cimento foi injetado através de sua ponta de auto mistura em uma seringa aplicadora (Figura 8) e, em seguida, foi inserido no canal utilizando pontas Navitip amarelas 30 ga de 21 mm (Figura 9) até o seu completo preenchimento. O cone de guta-percha foi inserido no canal radicular após o preenchimento com o cimento.



Figura 8. Injeção do cimento EndoRez através de ponta misturadora na seringa aplicadora.

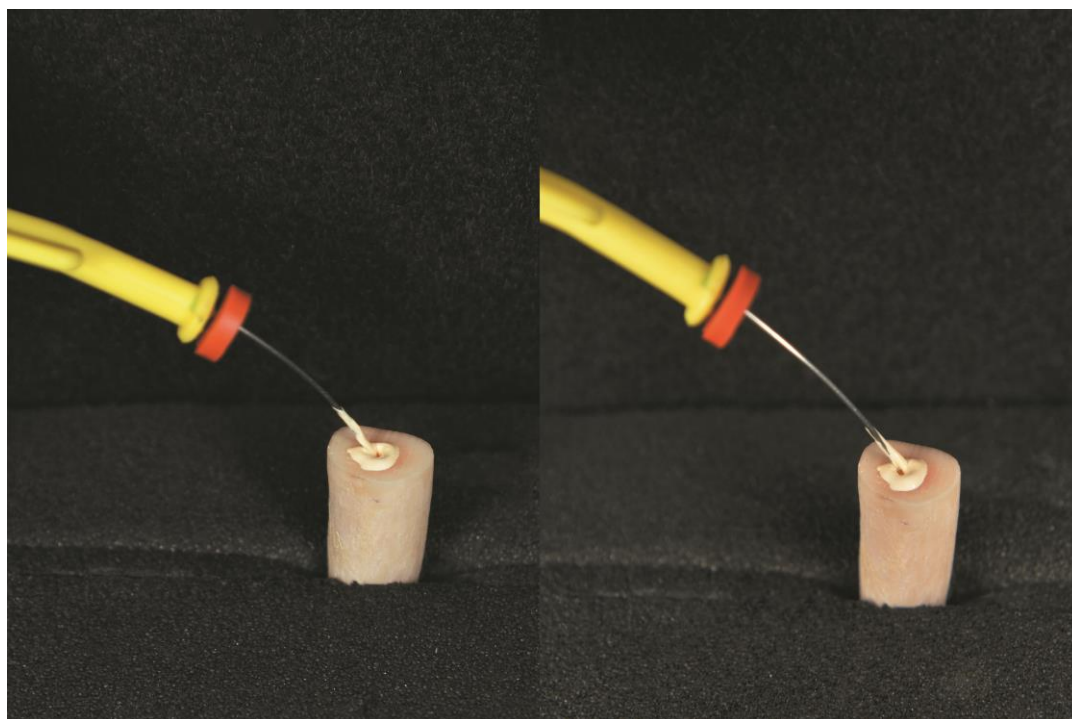


Figura 9. Inserção do cimento EndoRez através da seringa aplicadora e ponta Navitip.

Para todos os espécimes obturados, os cones de guta percha foram cortados com instrumento cortante aquecido (Figura 10) e condensados verticalmente com condensadores tipo Paiva número 3 (Duflex, SS White, Nova Jersey, EUA).

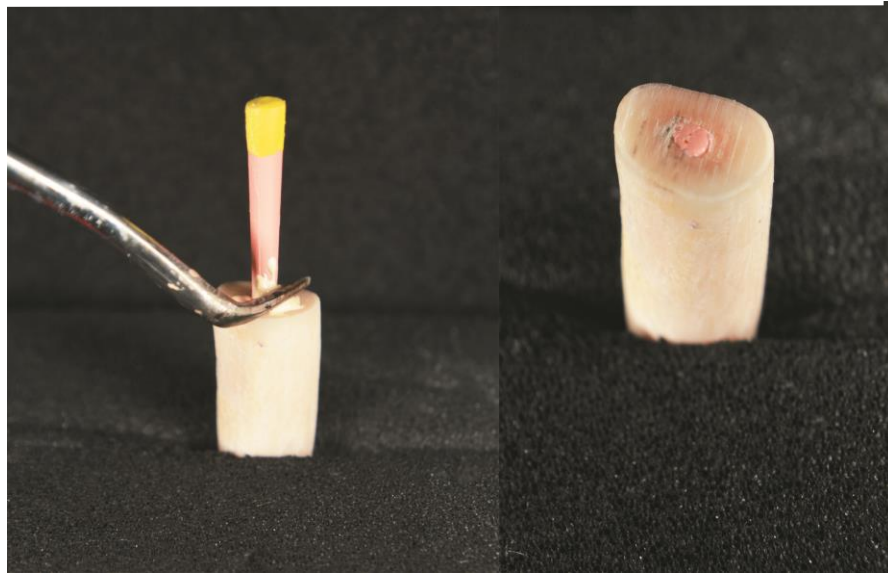


Figura 10. Corte do cone de guta percha com instrumento aquecido.

Após a obturação, os espécimes obturados com EndoRez foram fotopolimerizados durante 40 s (Figura 11) e todos os espécimes foram selados com material restaurador provisório sem eugenol (Figura 12) (Villevie, Nova Brasília, Joinville, SC, Brasil).

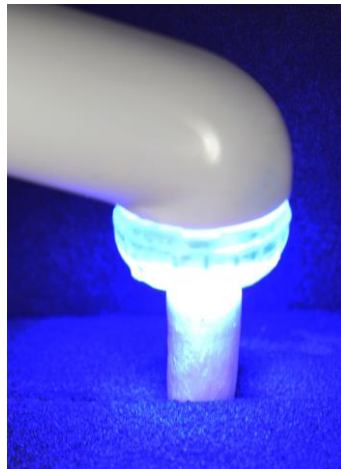


Figura 11. Polimerização da amostra obturada com cimento EndoRez.



Figura 12. Selamento do espécime com material restaurador provisório sem eugenol.

Armazenamento em água

Os corpos-de-prova dos grupos foram subdivididos em dois subgrupos de acordo com o tempo de armazenamento em água empregados: a. 24 horas e b. 6 meses. As raízes foram mantidas em *Eppendorfs* com 1,5 mL de água destilada a 37 °C, que para o grupo degradado, foi trocada semanalmente (Figura 13) (COLUCCI et al., 2013).



Figura 13. *Eppendorf* contendo 1,5 mL de água destilada e o espécime para degradação durante 6 meses.

Teste de resistência de união (Push-Out)

Os espécimes foram seccionados em máquina de corte, sob refrigeração de água destilada e deionizada, para obtenção de *slices* de 1,5 mm de espessura de todo o comprimento radicular (Figura 14). Um *slice* de cada terço da raiz foi utilizado para o teste.

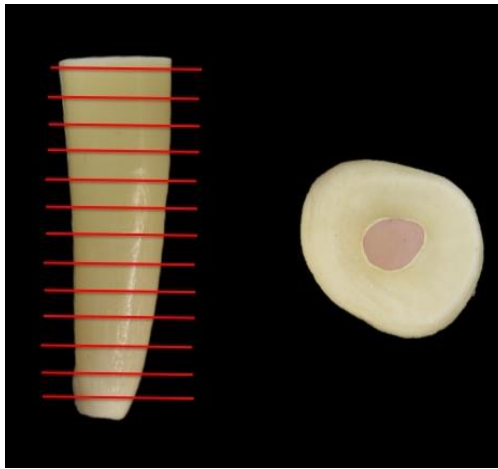


Figura 14. Ilustração da secção dos espécimes em slices de 1,5 mm de espessura.

Foi aplicada uma força, deslocando a massa obturadora dos *slices*, utilizando a máquina universal de ensaios Instron 3345 (Instron Corporation, Canton, MA, EUA) com velocidade de 0,5 mm/min.

Para padronização da posição dos corpos de prova na máquina de ensaios, um dispositivo de aço inoxidável foi utilizado, de modo que a face com menor diâmetro do preparo ficasse voltado para cima e centralizado em relação à haste empregada para pressionar o material até que o mesmo seja deslocado do corpo de prova. Foram utilizadas hastes de 4 mm de comprimento com 0,4 mm, 0,6 mm e 0,8 mm de diâmetro, para o deslocamento dos corpos de prova dos terços apical, médio e cervical

respectivamente. A seleção do diâmetro da haste foi baseada na média do diâmetro da obturação, para evitar que a haste tocasse a dentina durante o teste (Figura 15).

A força necessária para o deslocamento do material (F), foi medida em quilonewtons (kN) e transformada em tensão (σ), expresso em megapascal (MPa), de acordo com a fórmula: $\sigma = F / A$, para a qual A: área de adesão do cimento. Considerando-se que A foi obtido por meio da fórmula: $A = 2 \pi Re h$, sendo $Re = (Rm + rm)/2$, então: $A = \pi (Rm + rm) h$, para a qual:

$$\pi = 3,14$$

Re = raio equivalente do canal

Rm = raio médio do canal coronário calculado por: $Rm = (Rc + rc) / 2$

rm = raio médio do canal apical calculado por: $rm = (Ra + ra) / 2$

Rc = raio maior do canal coronário

rc = raio menor do canal coronário

Ra = raio maior do canal apical

ra = raio menor do canal apical

h = espessura da secção



Figura 15. Espécime adaptado à mesa e haste para aplicação de força de deslocamento do cimento.

Análise do padrão de fratura

Foi realizada análise da interface e tipo de falha utilizando lupa estereoscópica em aumento de 25 ×. A partir das imagens obtidas, o padrão de falha após o teste *push-out* foi classificado em: a) adesiva, quando ocorreu o deslocamento do cimento sem resíduos na dentina; b) coesiva, quando ocorreu somente a fratura do material com remanescente de cimento em toda a extensão de dentina; c) mista, quando ocorreu simultaneamente remanescente do material e paredes de dentina livre de cimento. O tipo de falha dos espécimes após o teste de *push-out* está representado na Figura 16.

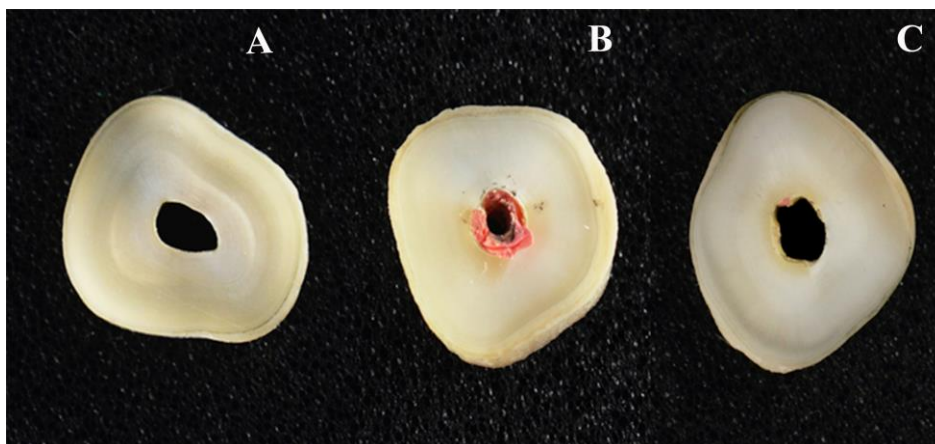


Figura 16. Imagem representativa da classificação da falha após o teste de *push-out*. A – Adesiva; B – Coesiva; C – Mista.

Microscopia eletrônica de varredura

Um *slice* de cada grupo que não foi utilizado para o teste de resistência de união foi deixado em solução de glutaraldeído 2,5% tamponado com solução de cacodilato de sódio 0,1 Mol/litro (pH=7,4) (Dermus, Florianópolis, SC, Brasil) por 12 h a 4°C. Na sequência, os espécimes foram submetidos a três lavagens com solução de cacodilato de sódio 0,1 mol/L em pH=7,4 (por 20 min cada). Posteriormente, foram lavados em água corrente e colocados em ultrassom (ECEL, Alpha 3L Plus, Ribeirão Preto, SP, Brasil) com água destilada durante 10 min. Em seguida foram desidratados em soluções com crescente graduação de etanol (Dermus, Florianópolis, SC, Brasil) 25%, 50%, 75%, 95% (por 20 min de imersão em cada solução) e 100% por 1 h. Após este período, os espécimes permaneceram imersos em solução de hexametildisilizano (HMDS, Ted Pella, Redding, CA, EUA) por 10 min, completando o processo de desidratação e fixação. Os espécimes foram mantidos em estufa seca a 37 °C por 24 horas, fixados individualmente com fita adesiva dupla face em *stub* metálico circular (10 mm de diâmetro e 5 mm de altura) e levados ao aparelho metalizador (Bal Tec – SCD 005,

Sputter Coater, Fürstentum, Listenstaine), onde foram recobertos por fina camada de liga de ouro-paládio por 250 s. O Microscópio Eletrônico de Varredura JSM T330A (JEOL Ltd, Tóquio 190-0012, Japão) foi utilizado para este experimento, operando em 20 kv. Foi realizada a varredura de toda a superfície com aumento de 50 × e obtenção de imagens em aumento de 500 ×.

Análise estatística

Os dados obtidos no teste de *push-out* foram submetidos a testes estatísticos preliminares, com objetivo de verificar a distribuição amostral. Após verificação da homogeneidade (teste de Levene) e normalidade (teste de Kolmogorov-Smirnov), foi aplicado o teste de Análise de Variância (ANOVA) dois fatores para verificar a existência de interação entre os fatores cimento e tratamento com nível de significância de 0,1% ($\alpha = 0,001$) e teste complementar de Tukey, para verificar a diferença entre os grupos, com nível de significância de 5% ($\alpha = 0,05$). Para verificar a diferença entre os grupos para os tempos de 24 horas e 6 meses de imersão em água foi utilizado o teste *t* student, com nível de significância de 5% ($\alpha = 0,05$). A análise estatística foi realizada com auxílio do software SPSS (Statistical Package for the Social Sciences; SPSS Inc., III., EUA). As análises em MEV e o padrão de falha dos espécimes foram avaliadas qualitativamente.



Resultados

Não foi observada interação entre os fatores cimento e tratamento neste período ($p=0,784$; Figura 17, Tabela 1). De modo geral, a análise dos resultados do ensaio de *push-out* no tempo experimental de 24 horas mostrou que, independentemente do tratamento utilizado, houve diferenças estatisticamente significantes entre os cimentos utilizados (ANOVA dois fatores, $p<0,001$). Porém, não foram observadas diferenças significantes entre os tratamentos utilizados, independentemente do cimento aplicado ($p=0,930$).

Na comparação entre os cimentos, observou-se que AH Plus exibiu maiores valores de resistência de união quando comparado ao cimento EndoRez ($p < 0,05$). Na análise intragrupo, para ambos os cimentos, não houve diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos Controle, CHX ou PA neste período ($p > 0,05$; Figura 17, Tabela 1).

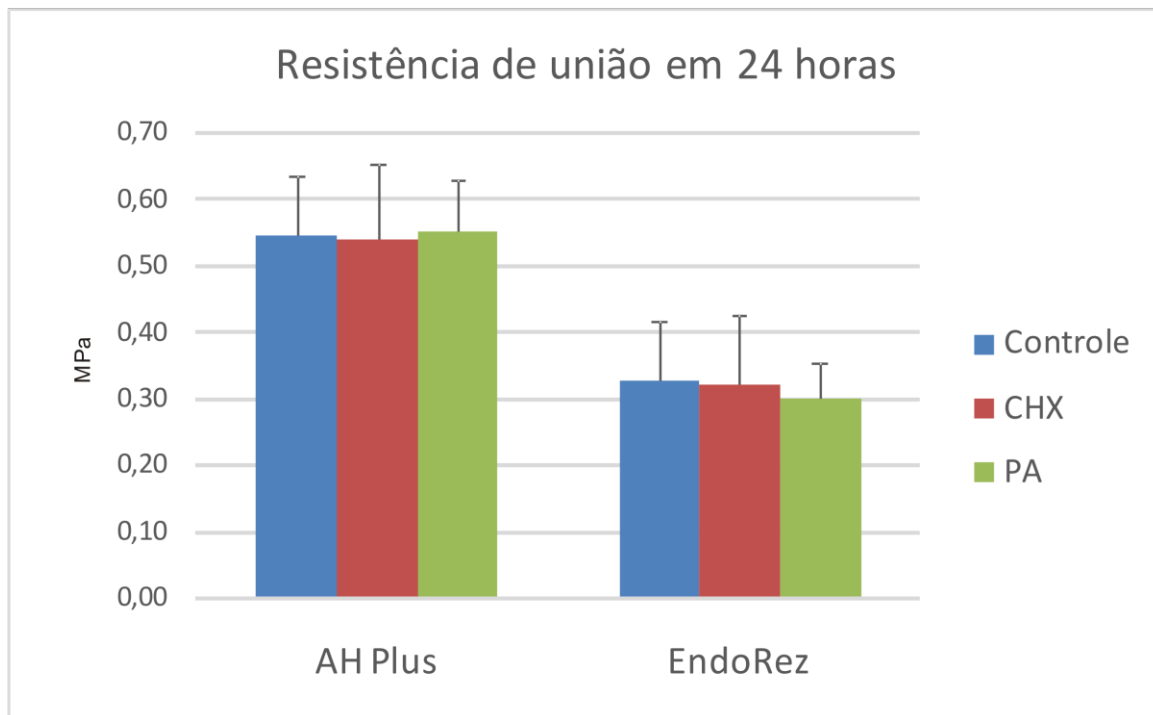


Figura 17. Resistência de união dos diferentes grupos experimentais após imersão em água por 24 horas.

Tabela 1. Valores de média e desvio-padrão da resistência de união obtida nos diferentes grupos experimentais após 24 horas de imersão em água.

	AH Plus	EndoRez	Grande Média
Controle	0,54±(0,09)	0,33±(0,08)	0,43±(0,08)A
CHX	0,53±(0,11)	0,32±(0,10)	0,42±(0,10)A
PA	0,55±(0,07)	0,30±(0,05)	0,42±(0,06)A
Grande Média	0,54±(0,09)a	0,32±(0,08)b	

letras maiúsculas = diferenças entre valores da mesma coluna.

letras minúsculas = diferenças entre valores da mesma linha.

No tempo experimental de 6 meses, observou-se interação entre os fatores em estudo, ou seja, o efeito do tipo de cimento variou em função do tipo de tratamento utilizado ($p=0,012$). De modo geral, na comparação entre os cimentos, observou-se que o AH Plus exibiu maiores valores de resistência de união do que o EndoRez, independentemente do tratamento utilizado ($p<0,05$). Contudo, na comparação entre os tratamentos, para o cimento AH Plus, não foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre Controle, CHX e PA ($p>0,05$) diferentemente do que aconteceu para o cimento EndoRez, em que $CHX=PA>Controle$ ($p<0,05$) (Figura 18, Tabela 2).

Na comparação intragrupos de cimento, observou-se para AH Plus: $Controle=CHX=PA$ ($p>0,05$) e para EndoRez: $CHX=PA>Controle$ ($p<0,05$). Na comparação intragrupos de tratamento, observou-se, para o Controle: AH

Plus>EndoRez ($p < 0,001$) e, para CHX e PA: AH Plus = EndoRez ($p = 0,332$ e $p = 0,089$, respectivamente; Figura 18, Tabela 2).

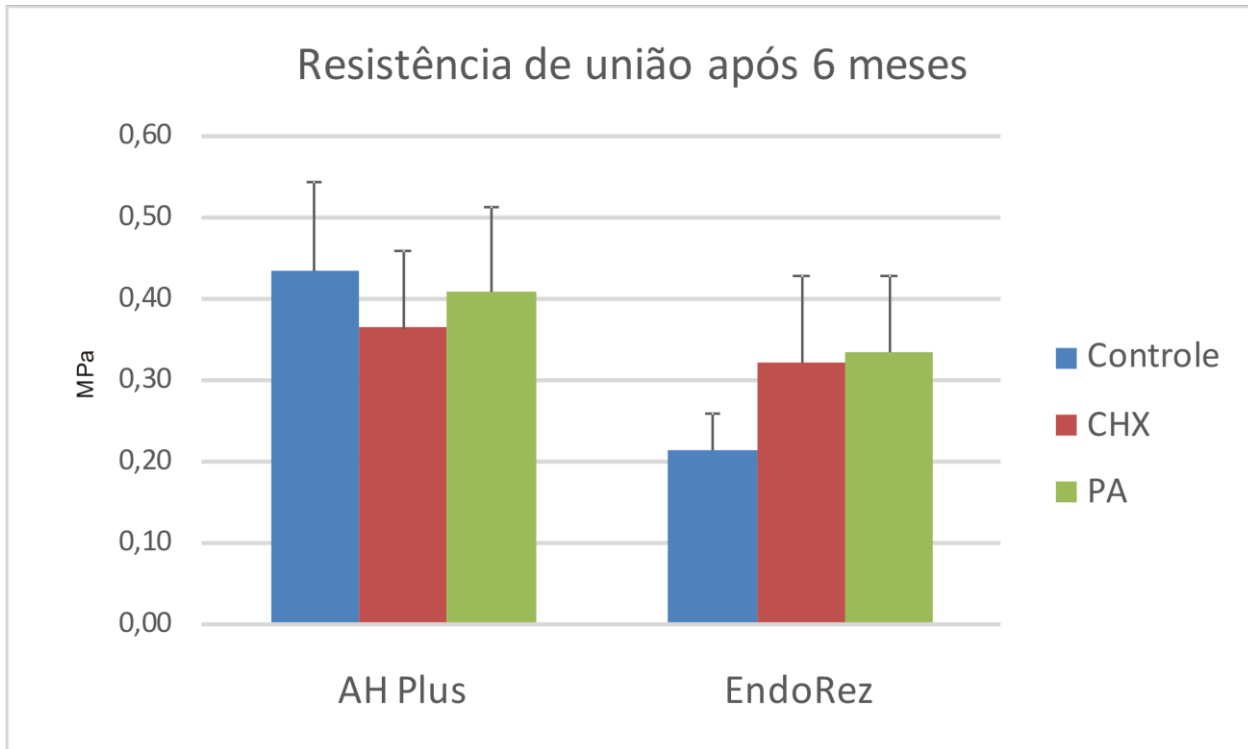


Figura 18. Resistência de união dos diferentes grupos experimentais após imersão em água por 6 meses.

Tabela 2. Valores de média e desvio-padrão da resistência de união obtida nos diferentes grupos experimentais após 6 meses de imersão em água.

	AH Plus	EndoRez
Controle	0,43±0,11 Aa	0,21±0,04 Ab
CHX	0,36±0,09 Aa	0,32±0,10 Ba
PA	0,41±0,10 Aa	0,33±0,09 Ba

letras maiúsculas = diferenças entre valores da mesma coluna.

letras minúsculas = diferenças entre valores da mesma linha.

Na comparação intragrupos para 24 horas e 6 meses, observou-se que para o cimento EndoRez os tratamentos CHX e PA não apresentaram diferença

estatisticamente significativa para os valores de resistência de união nos dois períodos de avaliação ($p=0,981$ e $p=0,337$, respectivamente). Contudo, para os demais grupos foram observadas diferenças estatisticamente significantes entre 24 horas e 6 meses, sendo que os maiores valores foram observados para os grupos em 24 horas de imersão em água ($p<0,05$, Figura 19).

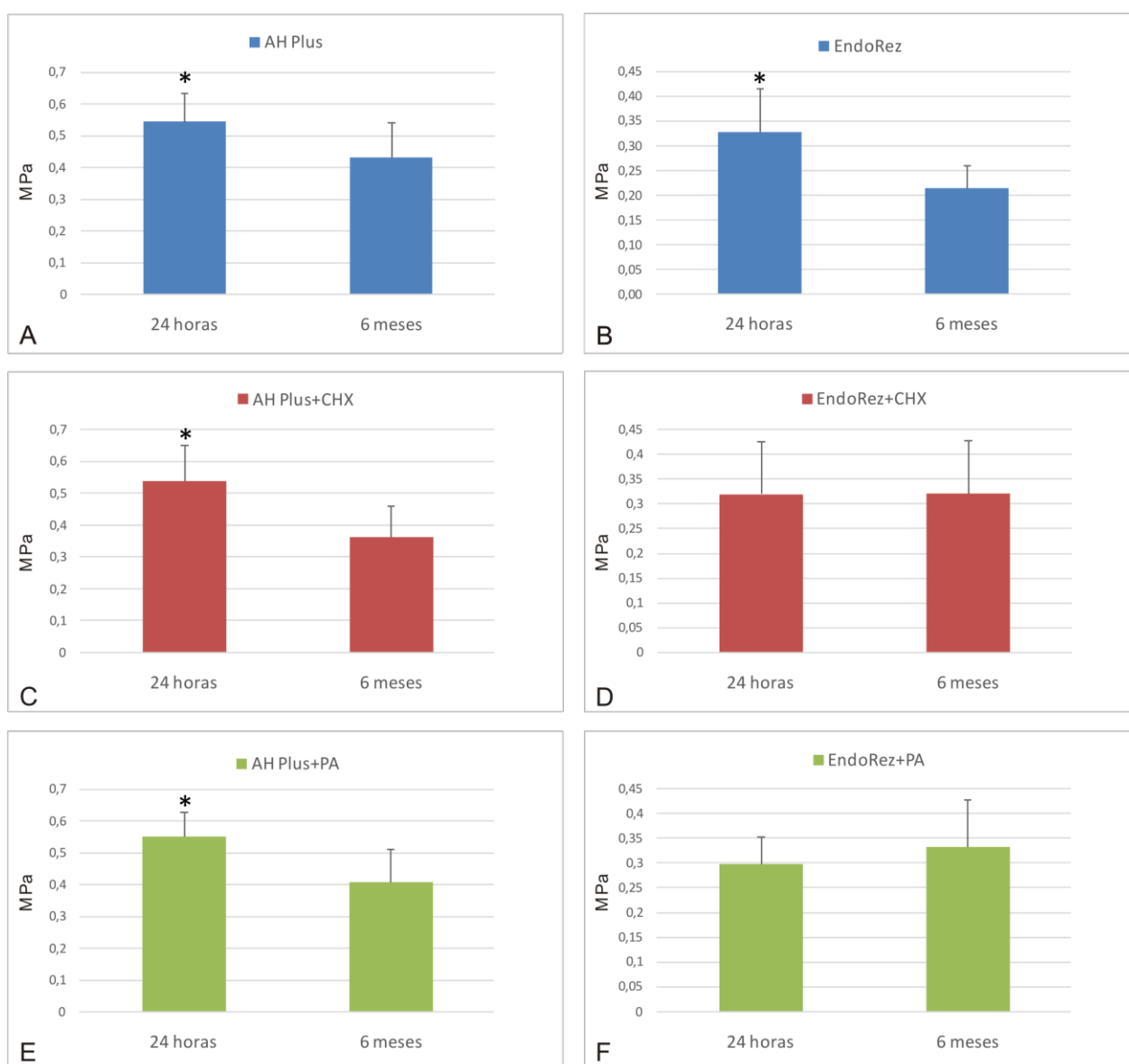


Figura 19. Comparações intragrupos da resistência de união obtida após imersão em água por 24 horas e após 6 meses. **A:** grupo AH controle. **B:** grupo ENDOREZ controle. **C:** grupo AH+CHX. **D:** grupo ENDOREZ+CHX. **E:** grupo AH+PTC. **F:** grupo ENDOREZ+PTC. Asteriscos indicam significância estatística (teste *t* student, $p<0,05$).

A análise do tipo de falha após 24 horas de imersão em água demonstrou predominância de falhas coesivas (47,2%) em todos os grupos estudados, exceto para os grupos (AH Plus sem tratamento) e (AH Plus + CHX), no qual pode-se observar maior percentual de falhas mistas (56,7%) e (76,7%), respectivamente. Falhas mistas (40,5%) e coesivas (47,2%) foram mais comuns para os dois cimentos (AH Plus e EndoRez) (Tabela 3).

A análise do tipo de falha para os grupos analisados após 6 meses de imersão em água demonstrou predominância de falhas mistas (68,9%) em todos os grupos estudados (Tabela 4). Falhas mistas (68,9%) e coesivas (27,8%) foram mais comuns para os dois cimentos em 24 horas (AH Plus e EndoRez).

Tabela3: Distribuição do tipo de falha após o deslocamento do cimento do conduto radicular durante o teste de *push-out* após 24 horas de imersão em água.

Cimento/tratamento	Adesiva	Mista	Coesiva
AH Plus	20	56,7	23,3
AH Plus+CHX	3,3	76,7	20
AH Plus+PA	3,3	40	56,7
EndoRez	30	20	50
EndoRez+CHX	16,7	20	63,3
EndoRez+PA	0	30	70
Total	12,2	40,5	47,2

Tabela4: Distribuição do tipo de falha após o deslocamento do cimento do conduto radicular durante o teste de *push-out* após 6 meses de imersão em água.

Cimento/tratamento	Adesiva	Mista	Coesiva
AH Plus	0	70	30
AH Plus+CHX	6,7	63,3	30
AH Plus+PA	0	60	40
EndoRez	6,7	73,3	20
EndoRez+CHX	0	63,3	36,7
EndoRez+PA	6,7	83,3	10
Total	3,3	68,9	27,8

Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A análise morfológica foi realizada a partir de imagens obtidas da interface material obturador / canal radicular com aumento de 500 ×. Foi possível observar a formação dos longos *tags* na interface adesiva para todos os cimentos, entretanto, para algumas amostras do cimento AH Plus esta característica não foi observada (Figura 20).

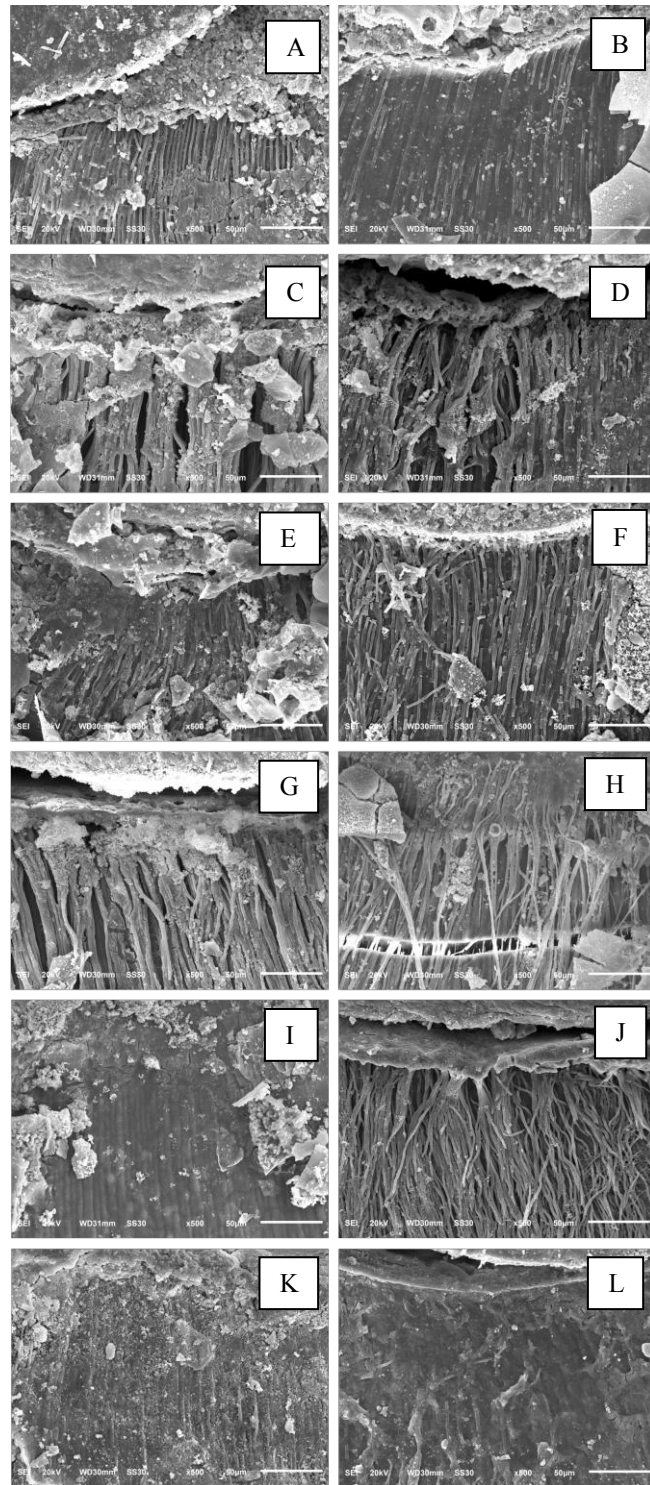


Figura 20. Imagens obtidas em MEV com aumento de 500 ×. Formação de *tags* para todos os cimentos avaliados. A,C, E, G, I, K: Nível imediato; AH Plus, AH Plus+CHX, AH Plus+PA, EndoRez, EndoRez+CHX, EndoRez+PA. B, D, F, H, J, L: Nível degradado; AH Plus, AH Plus+CHX, AH Plus+PA, EndoRez, EndoRez+CHX, EndoRez+PA.



Discussão

O presente estudo avaliou o efeito do tratamento de superfície da dentina radicular com CHX e PA sobre a resistência dos cimentos AH Plus e EndoRez, após 24 horas ou 6 meses. De acordo com os resultados obtidos, a hipótese nula foi rejeitada, pois observou-se diferenças na resistência de união entre os grupos de cimento e/ ou tratamento nos períodos avaliados. De modo geral, o cimento AH Plus exibiu maiores valores na resistência de união do que o EndoRez quando nenhum tratamento prévio foi

aplicado, e que, a CHX e ou PA favorecem a resistência de união apenas do cimento EndoRez no período de 6 meses.

A escolha do cimento endodôntico utilizado para preencher o sistema de canais radiculares deve ponderar além da sua biocompatibilidade, citotoxicidade, radiopacidade, a sua capacidade de selamento hermético, adaptação marginal e resistência de união às paredes dentinárias, propriedades indispensáveis para um prognóstico adequado do tratamento (MARQUES et al., 2015). Considerando essas características, foram selecionados para este estudo os cimentos AH Plus e EndoRez, cujo componente resinoso garante maior escoamento e, conseqüentemente, maior capacidade de selamento e resistência de união à estrutura dentinária (HARAGUSHIKU et al., 2012; SILVA et al., 2016).

Particularmente, o cimento AH Plus é considerado atualmente o padrão ouro na obturação dos canais radiculares em função de sua baixa solubilidade, alta capacidade de selamento, ligação química ao colágeno e estabilidade dimensional em longo prazo (ZHOU et al., 2016; PRADO et al., 2014; SILVA et al., 2016). Por outro lado, o EndoRez é um cimento a base de resina metacrilato, que agrega a vantagem da formação de camada híbrida entre a dentina e o cimento endodôntico, favorecendo seu embricamento mecânico com a dentina (ARAÚJO et al., 2016). Além disso, o cimento EndoRez apresenta um *primer* hidrofílico que dispensa o condicionamento ácido prévio para a formação de camada híbrida (SUNGUR et al., 2016), embora agregue a necessidade do tratamento prévio da dentina com EDTA. De acordo com o fabricante, este tratamento tem a finalidade de expor as fibras colágenas dentinárias e melhorar a

infiltração dos monômeros resinosos nesta matriz, entretanto, este processo deixa a matriz colágena vulnerável à degradação ao longo do tempo (KALRA et al., 2013). Nesse sentido, o presente estudo avaliou o efeito do tratamento prévio da dentina com duas substâncias para a conservação do colágeno dentinário, CHX e PA.

A CHX, além de sua conhecida ação antibacteriana (STELZER et al., 2014), exibe capacidade de inibir a atividade catalítica de MMPs (KUL et al., 2016), estabilizando a interface de união de materiais adesivos após o processo de desmineralização, o que evita sua degradação em longo prazo (STELZER et al., 2014; SILVA et al., 2015). Especificamente, demonstra-se na literatura que a concentração de 2% de CHX empregada neste estudo para o tratamento da dentina promove a inibição da ação das MMPs e aumento da durabilidade das restaurações adesivas (NAWAREG et al., 2016; TECÇE et al., 2016), além de reduzir a microinfiltração (PRADO et al., 2014).

A PA, por sua vez, é um polifenol pertencente à classe dos flavonoides (PHANSALKAR et al., 2015) obtida de fontes naturais como casca de pinheiro, árvore de limão, folhas de avelã e semente de uva, com potencial de inibir MMPs e eliminar radicais livres do oxigênio, além de ser um agente biomodificador que favorece as propriedades mecânicas do colágeno tipo I (ARUMUGAM et al., 2014). Kalra et al. (2013) demonstraram que o tratamento da dentina com PA reduz a perda de hidroxiprolina, um excelente captador de ligação de hidrogênio, promovendo a estabilização das fibras de colágeno expostas e formando ligações mais estáveis que aumentam a sua resistência à biodegradação. Além disso, a PA apresenta capacidade de desidratação das fibras colágenas e efeito hidrofóbico, o que diminui a absorção de

água e fluidos, aumentando a capacidade de infiltração de monômeros e estabilizando a camada híbrida (SABATINI, et al., 2014; HASS et al., 2016b). Para este estudo, optou-se pelo uso da PA obtida a partir de extrato de uva (ARUMUGAM et al., 2014) utilizada a 15%, por ser esta a concentração que confere o maior grau de ligação cruzada no colágeno dentinário (LIU et al., 2011).

Quanto à variável quantitativa avaliada neste estudo, a literatura preconiza que a resistência de união entre o material obturador e a dentina radicular deve ser a mais alta possível para garantir, em longo prazo, o sucesso do tratamento endodôntico (FRANCESCHINI et al., 2016), impedindo a penetração de fluidos que comprometam o selamento hermético (AYRANCI; KOSEOGLU, 2014; VIVAN et al., 2016b). Além disso, a interface de união deve se manter íntegra em função do tempo para não comprometer procedimentos clínicos, como a remoção de parte da obturação para instalação de retentores intrarradiculares, em que os dentes são submetidos à forças mecânicas que podem deslocar o material obturador do canal radicular (MARQUES et al., 2015; VIVAN et al., 2016a). Nesse sentido, optou-se por avaliar esse parâmetro em dois períodos, sendo um imediato, de 24 horas, e outro mais tardio, após 6 meses.

Dentre os ensaios utilizados para determinar a resistência de união, está o teste de *push-out*, que simula condições clínicas, além de ser um método reprodutível e de fidelidade nos resultados (NEELAKANTAN et al., 2015; GANDHI et al., 2016; RACHED-JÚNIOR et al., 2016; VIVAN et al., 2016a). Uma limitação deste tipo de avaliação está relacionada ao posicionamento dos espécimes, cuja padronização é imprescindível para a reprodutibilidade dos resultados (KHOROUSHI et al., 2016). No presente estudo, os

espécimes foram posicionados perpendicularmente aos túbulos dentinários, que atuam como força dentro do canal radicular (SOUSA-NETO et al., 2005), e além disso, a haste de aplicação de força foi posicionada no centro da massa obturadora, evitando contato com a dentina (CECCHIN et al., 2015a) e favorecendo uma aferição mais precisa da retenção do material.

Os resultados do ensaio de *push-out* no tempo imediato, de 24 horas mostraram que a resistência de união de ambos os cimentos não foi influenciada pelo tratamento de superfície dentinária. Resultados semelhantes foram relatados por Kalra et al. (2013), que após a aplicação de PA a 6,5% como pré-tratamento da dentina na obturação com cimento autocondicionantes, não observaram diferenças nos valores de resistência de união no período de 1 semana de armazenamento. Paralelamente, Cecchin et al. (2014) também relataram não haver efeito significativo, no nível imediato, do tratamento da dentina com CHX a 2% sobre a resistência de união de um cimento resinoso. Estes achados podem estar relacionados à falta de tempo para a ativação das MMPs neste período, uma vez que a matriz colágena dentinária exposta é degradada lentamente por enzimas proteolíticas (LONGHI et al., 2014).

No tempo experimental de 6 meses, observou-se que, tanto o tratamento com CHX quanto com PA, proporcionaram aumento dos valores de resistência de união somente pra o cimento EndoRez em relação ao controle, sem tratamento. Nos espécimes obturados pelo EndoRez, o tratamento prévio da dentina com CHX ou PA proporcionaram a manutenção da resistência de união em função do tempo, enquanto que, para o controle, esse parâmetro foi reduzido aos 6 meses. Corroborando com esses

achados, Kalra et al. (2013) observaram que o uso de PA promoveu aumento na resistência à biodegradação na interface do cimento a base de resina metacrilato RealSeal SE e este processo promoveu a manutenção dos valores de resistência de união, com valores semelhantes após 1 semana ou 3 meses de armazenamento. Os efeitos da PA também foram investigados por Hass et al. (2016a), os quais observaram que o uso de PA 2% associado ao ácido fosfórico 10% reduziu a atividade das MMPs em relação ao uso isolado de ácido fosfórico 35%. Os autores afirmam que a PA enrijeceu os polipeptídeos do colágeno, e inativou a atividade catalítica das proteases, criando ligação peptídica com os peptídeos adjacentes. Quanto aos resultados do tratamento com CHX, outros trabalhos demonstraram vantagens em sua aplicação, como o de Cecchin et al. (2015b), em que o tratamento da dentina radicular com CHX 2% antes da cimentação de pinos de fibra de vidro promoveu a manutenção da resistência de união após 12 meses, e de Nawareg et al. (2016), no qual a CHX 2% manteve os valores de resistência de união da resina composta à dentina após o armazenamento em água durante 6 e 12 meses. Ambos os autores relacionam esses resultados à inibição de MMPs promovida pela CHX, que favorece a estabilização da camada híbrida (PERDIGÃO et al., 2013; LIU et al., 2014; CECCHIN et al., 2015b).

Para os grupos obturados com AH Plus, não foram observados efeitos da CHX ou PA sobre a resistência de união após 6 meses, sendo todos os valores inferiores aos de 24 horas. Estes resultados não eram esperados uma vez que, tanto a CHX como a PA, reduzem os efeitos da biodegradação do colágeno dentinário (KALRA et al., 2013; CECCHIN et al., 2015a) o que manteria as ligações covalentes com o cimento estáveis

ao longo do tempo. Para este cimento, outras variáveis que não a degradação do colágeno poderiam interferir na sua resistência de união à dentina, como a solubilidade em meio úmido e a desestabilização das ligações covalentes formadas entre o cimento AH Plus e o colágeno dentinário (SILVA et al., 2016).

Na comparação entre os grupos de cimento, observou-se, em 24 horas, maior resistência de união nos espécimes obturados com AH Plus em relação ao EndoRez, independentemente do tratamento. Após 6 meses, essas diferenças se mantiveram nos espécimes controle, sem tratamento, sendo a resistência de união do cimento EndoRez equivalente a do AH Plus nos espécimes submetidos a tratamento com PA ou CHX. A estabilidade dimensional do cimento AH Plus (PRADO et al., 2014; SILVA et al., 2016) pode ser um dos fatores que permite a obtenção de valores satisfatórios de resistência, mesmo após efeito de armazenamento ao longo do tempo. De fato, na comparação entre os cimentos, resultados semelhantes foram descritos por Haragushiku et al. (2012), que especularam serem menores os valores de resistência de união do cimento EndoRez, resultado de sua incompleta polimerização e da contração de polimerização inerentes a este cimento.

Outro fator que tem sido avaliado quanto à influência na resistência de união dos cimentos endodônticos ao canal radicular é a penetração dos cimentos nos túbulos dentinários (CAKICI et al., 2016). No presente estudo, a análise por MEV revelou a formação de longos *tags* para ambos os cimentos utilizados, o que poderia indicar a ausência de relação da formação de *tags* com a resistência de união dos cimentos. Corroborando com esta hipótese, Neelakantan et al. (2015), observaram que a

penetração dos *tags* não apresentou relação com a capacidade seladora e a resistência de união do cimento AH Plus. Ainda, segundo Doyle et al. (2006), a formação de longos *tags* resinosos pode não proporcionar força suficiente para resistir ao processo de contração de polimerização sofrida pelo EndoRez.

De modo geral, com relação ao padrão de falha, foi observado no presente estudo predominância de falhas mistas e coesivas. O menor número de falhas adesivas nos períodos de avaliação pode refletir uma tendência da interação química e mecânica de todos os cimentos utilizados (ARAÚJO et al., 2016).

Considerando a proposta inicial do presente estudo, foi observado que o tratamento da dentina radicular com PA e CHX, proporcionou resistência de união estável para o cimento EndoRez e não afetou este parâmetro de avaliação no cimento AH Plus. Entretanto, estudos ainda são necessários para avaliar a estabilidade química das ligações entre o material obturador e a dentina radicular e a sua capacidade de selamento do sistema de canais radiculares em longo prazo.



Conclusões

Baseado nos resultados do presente estudo, concluiu-se que:

- A resistência de união do cimento AH Plus foi superior a do cimento EndoRez quando nenhum tratamento foi utilizado, após 24 horas de imersão em água.
- A imersão em água por 6 meses reduziu a resistência de união de ambos os cimentos estudados, quando nenhum tratamento foi utilizado.
- O tratamento com CHX e PA, nas concentrações utilizadas, proporcionaram resistência de união estável do cimento EndoRez, após imersão em água por 6 meses.

- A resistência de união do cimento AH Plus não foi influenciada pela CHX e PA, nas concentrações utilizadas.



Referências Bibliográficas

ABDO, S. B.; ELDARRAT, A. H. Fracture resistance of overtly flaring root canals filled with resin-based obturation material. **Dent. Res. J. (Isfahan)**, v. 10, n. 1, p. 59-64, 2013.

ARAÚJO, C. C. C.; BRITO-JÚNIOR, M.; FARIA-E-SILVA, A. L.; PEREIRA, R. D.; SILVA-SOUSA, Y. T. C.; CRUZ-FILHO, A. M.; SOUSA-NETO, M. D. Root filling bond strength

using reciprocating file-matched single-cones with different sealers. **Braz, Oral Res.**, v. 30, n. 1, 2016.

ARUMUGAM, M. T.; NESAMANI, R.; KITTAPPA, K.; SANJEEV, K.; SEKAR, M. Effect of various antioxidants on the shear bond strength of composite resin to bleached enamel: Na *in vitro* study. **J. Conserv. Dent.**, v. 17, n. 1, p. 22-26, 2014.

AYRANCI, L. B.; KOSEOGLU, M. The evaluation of the effects of different irrigating solutions and laser systems on adhesion of resin-based root canals sealers. **Photomed. Laser Surg.**, v. 32, n. 3, p. 152-159, 2014.

BARBIZAM, J. V. B.; TROPE, M.; TANOMARU-FILHO, M.; TEIXEIRA, E. C. N.; TEIXEIRA, F. B. Bond Strength of different endodontic sealers to dentin: push-out test. **J. Appl. Oral. Sci.**, v. 19, n. 6, p. 644-647, 2011.

CAKICI, F.; CAKICI, E. B.; CEYHANLI, K. T.; CELIK, E.; KUCUKEKENCI, F. F.; GUNSEREN, A. O. Evaluation of bond strength of various epoxy resin based sealers in oval shaped root canals. **BMC Oral Health.**, v. 16, n. 1, p. 106-110, 2016.

CECCHIN, D.; FARINA, A. P.; GIACOMIN, M.; VIDAL, C. M. P.; CARLINI-JÚNIOR, B.; FERRAZ, C. C. R. Influence of chlorhexidine application time on the bond strength between fiber posts and dentin. **J. Endod.**, v. 40, n. 12, p. 2045-2048, 2015b.

CECCHIN, D.; FARINA, A. P.; GIACOMIN, M.; VIDAL, C. M. P.; CARLINI-JÚNIOR, B. Influence of chlorhexidine application time on the bond strength between fiber posts and dentin. **J. Endod.**, v. 40, n. 12, p. 2045-2048, 2014.

CECCHIN, D.; PIN, L. C.; FARINA, A. P.; SOUZA, M.; VIDAL, C. M. P.; BELLO, Y. D.; FERRAZ, C. C. R.; BEDRAN-RUSSO, A. K. Bond strength between fiber posts and root dentin treated with natural cross-linkers. **J. Endod.**, v. 40, n. 10, p. 1667- 1671, 2015a.

COLUCCI, V.; LOIOLA, A. B. A.; MOTTA, D. S.; AMARAL, F. L. B.; PÉCORÁ, J. D.; CORONA, S. A. M. Influence of long-term water storage and thermocycling on shear bond strength of glass-ionomer cement to Er:YAG laser-prepared dentin. **J. Adhes. Dent.**, v. 16, n. 1, p. 35-39, 2013.

DO AMARAL, R. C.; STANISLAWCZUK, R.; ZANDER-GRANDE, C.; MICHEL, M. D.; REIS, A.; LOGUERCIO, A. D. Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin. **J. Dent.**, v. 37, n. 1, p. 82-90, 2009.

DOYLE, M. D.; LOUSHINE, R. J.; AGEE, K. A.; GILLESPIE, W. T.; WELLER, R. N.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Improving the performance of EndoRez root canal sealer with a dual-cured two-step self-etch adhesive. I. Adhesive strength to dentin. **J. Endod.**, v. 32, n. 8, p. 766-770, 2006.

FRANCESCHINI, K. A.; SILVA-SOUSA, Y. T. C.; LOPES, F. C.; PEREIRA, R. D.; PALMA-DIBB, R. G.; SOUSA-NETO, M. D. Bond strength of epoxy resin-based root canal sealer to human root dentin irradiated with Er,Cr: YSGG laser. **Lasers Surg. Med.**, 2016, *in press*.

GANDHI, B.; BOLLINENI, S.; JANGA, R. K.; SARASWATI, D.; BASBU, M. R. Evaluating the effect of CPP-ACP as a final irrigant in improving the microhardness of erosive root

dentin and its influence on the bond strength of self-etch resin sealer- an *in vitro* study.

J. Clin Diagn. Res., v. 10, n. 8, p. ZC53- ZC56, 2016.

HARAGUSHIKU, G. A.; TEIXEIRA, C. S.; FURUSE, A. Y.; SILVA-SOUSA, Y. T. C.; SOUSA-NETO, M. D.; SILVA, R. G. Analysis of the interface and bond strength of resin-based endodontic cements to root dentin. **Microsc. Res. Tech.**, v. 75, n. 5, p. 655-661, 2012.

HASS, V.; LUQUE-MARTINEZ, I. V.; GUTIERREZ, F.; MOREIRA, C. G.; GOTTI, V. B.; FEITOSA, V. P.; KOLLER, G.; OTUKI, M. F.; LOGUERCIO, A. D.; REIS, A. Collagen cross-linkers on dentin bonding: Stability of adhesive interfaces, degree of conversion of the adhesive, cytotoxicity and *in situ* MMP inhibition. **Dent. Mater.**, v. 32, n. 6, p. 732-741, 2016b.

HASS, V.; LUQUE-MARTINEZ, I.; MUÑOZ, M. A.; REYES, F. G.; ABUNA, G.; SINHORETI, M. A. C.; LIU, A. Y.; LOGUERCIO, A. D.; WANG, Y.; REIS, A. The effect of proanthocyanidin-containing 10% phosphoric acid on bonding properties and MMP inhibition. **Dent. Mater.**, v. 32, n. 3, p. 468-475, 2016a.

KALRA, M.; IQBAL, K.; NITISUSANTA, L. I.; DAOOD, U.; SUM, C. P.; FAWZY, A. S. The effects of proanthocyanidins on the bond strength and durability of resin sealer to root dentine. **Int. Endod. J.**, v. 46, n. 2, p. 169-178, 2013.

KHADDAM, M.; SALMON, B.; LE DENMAT, D.; TJADERHANE, L.; MENASHI, S.; CHAUSSAIN, C.; ROCHEFORT, G. Y.; BOUKPESSI, T. Grape seed extracts inhibit dentin matrix degradation by MMP-3. **Front. Physiol.**, v. 5, n. 1, p. 1-8, 2014.

KHAN, S.; INAMDAR, M. N.; MUNAGA, S.; ALI, S. A.; RAWTIYA, M.; AHMAD, E. Evaluation of fracture resistance of endodontically treated teeth filled with gutta-percha and resilon obturating material: an in vitro study. **J. Int. Oral Health.**, v. 7, n. 2, p. 21-25, 2015.

KHOROUSHI, M.; SHEIKHI, M.; KHALILIAN-GOURTANI, A.; SOLEIMANI, B. Effect of root canal rinsing protocol on dentin bond strength of two resin cements using three different method of test. **J. Clin. Exp. Dent.**, v. 8, n. 3, p. e246-e254, 2016.

KIM, Y. K. GRANDINI, S.; AMES, J. M.; GU, L. S.; KIM, S. K.; PASHLEY, D. H.; GUTMANN, J. L.; TAY, F. R. Critical review on methacrylate resin-based root canal sealers. **J. Endod.**, v. 36, n. 3, p. 383-399, 2010.

KUL, E.; YETER, K. Y.; ALADAG, L. I.; AYRANCI, L. B. Effect of different post space irrigation procedures on the bond strength of a fiber post attached with a self-adhesive resin cement. **J. Prosthet. Dent.**, v. 115, n. 5, p. 601-605, 2016.

LANGALIA, A. K.; DAVE, B.; PATEL, N.; THAKKAR, V.; SHETH, S.; PAREKH, V. Comparative evaluation of fracture resistance of endodontically treated teeth obturated with resin based adhesive sealers with conventional obturation technique: an in vitro study. **J. Int. Oral. Health.**, v. 7, n. 2, p. 6-12, 2015.

LIU, R. R.; FANG, M.; ZHANG, L.; TANG, C. F.; DOU, Q.; CHEN, J. H. Anti-proteolytic capacity and bonding durability of proanthocyanidin-biomodified demineralized dentin matrix. **Int. J. Oral. Sci.**, v. 6, n. 3, p. 168-174, 2014.

LIU, Y.; TJADERHANE, L.; BRESCHI, L.; MAZZONI, A.; LI, N.; MAO, J.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies, to prevent bond degradation. **J. Dent. Res.**, v. 90, n. 8, p. 953-968, 2011.

LONGHI, M.; CERRONI, L.; CONDÒ, S. G.; ARIANO, V.; PASQUANTONIO, G. The effects of hosts derived metalloproteinases on dentin bond and the role of MMPs inhibitors on dentin matrix degradation. **Oral. Implantol (ROME)**., v. 7, n. 3, p. 71-79, 2014.

MARQUES, J. H. S.; SILVA-SOUSA, Y. T. C.; RACHED-JÚNIOR, F. J. A.; MAZZI-CHAVES, J. F.; MIRANDA, C. E. S.; SILVA, S. R. C.; STEIER, L.; SOUSA-NETO, M. D. New methodology to evaluate bond strength of root-end filling materials. **Braz. Dent. J.**, v. 26, n. 3, p. 288-291, 2015.

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

NAWAREG, M. A.; ELKASSAS, D.; ZIDAN, A.; ABUELENAIN, D.; HAIMED, T. A.; HASSAN, A. H.; CHIBA, A.; BOCK, T.; AGEE, K.; PASHLEY, D. H. Is chlorhexidine-methacrylate as effective as chlorhexidine digluconate in preserving resin dentin interfaces?. **J. Dent.**, v. 45, n. 1, p. 7-13, 2016.

NEELAKANTAN, P.; SHARMA, S.; SHEMESH, H.; WESSELINK, P. R. Influence of irrigation sequence on the adhesion of root canal sealers to dentin: A Fourier Transform Infrared Spectroscopy and Push-out bond strength analysis. **J. Endod.**, v. 41, n. 7, p. 1108-1111, 2015.

NEELAKANTAN, P.; SUBBARAO, C.; SUBBARAO, C. V.; DE-DEUS, G.; ZEHNDER, M. The impact of root dentine conditioning on sealing ability and push-out bond strength of an epoxy resin root canal sealer. **Int. Endod. J.**, v. 44, n. 6, p. 491-498, 2011.

ORMIGA, F.; ASSIS, F. D.; RISSO, P. A. Ability of three endodontic sealers to fill the root canal system in association with gutta-percha. **Open. Dent. J.**, v. 10, n. 1, p. 12-18, 2016.

PERDIGÃO, J.; REIS, A.; LOGUERCIO, A. D. Dentin adhesion and MMPs: a comprehensive review. **J. Esthet. Restor. Dent.**, v. 25, n. 4, p. 219-241, 2013.

PHANSALKAR, R. S.; NAM, J. W.; CHEN, S. N.; McALPINE, J. B.; NAPOLITANO, J. G.; LEME, A.; VIDAL, C. M. P.; AGUIAR, T.; BEDRAN-RUSSO, A. K.; PAULI, G. F. A galloylated dimeric proanthocyanidin from grape seed exhibits dentin biomodification potencial. **Fitoterapia**, v. 101, n. 1, p. 169-178, 2015.

PRADO, M.; SIMÃO, R. A.; GOMES, B. P. A microleakage study of gutta-percha/ AH Plus and Resilon/ Real self-etch systems after different irrigation protocols. **J. Appl. Oral. Sci.**, v. 22, n. 3, p. 174-179, 2014.

RACHED-JÚNIOR, F. J. A.; SOUZA, A. M.; MACEDO, L. M. D.; RAUCCI-NETO, W.; BARATTO-FILHO, F.; SILVA, B. M.; SILVA-SOUSA, Y. T. C. Effect of root canal filling techniques on the bond strength of epoxy resin-based sealers. **Braz. Oral. Res.**, 2016, *in press*.

RAZMI, H.; BOLHARI, B.; DASHTI, N. K.; FAZLYAB, M. The effect of canal dryness on bond strenght of bioceramic and epoxy-resin sealers after irrigation with sodium hypochlorite or chlorexidine. **Iran. Endod. J.**, v. 11, n. 2, p. 129-133, 2016.

SABATINI, C.; PASHLEY, D. H. Mechanisms regulating the degradation of dentin matrices by endogenous dentin proteases and their role in dental adhesion. A review. **Am. J. Dent.**, v. 27, n. 4, p. 203-214, 2014.

SADR, S.; GOLMORADIZADEH, A.; RAOOF, M.; TABANFAR, M. J. Microleakage of single-cone gutta-percha obturation technique in combination with different types of sealers. **Iran. Endod. J.**, v. 10, n. 3, p. 199-203, 2015.

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

SILVA, E. J.; PEREZ, R.; VALENTIM, R. M.; BELLADONNA, F. G.; DE-DEUS, G. A.; LIMA, I. C.; NEVES, A. A. Dissolution, discocation and dimensional changes of endodontic sealers after a solubility challenge: A micro-CT approach. **Int. Endod. J.**, 2016, *in press*.

SILVA, R. M.; GLIR, D. H.; GILL, A. W. M. C.; GIOVANINI, A. F.; FURUSE, A. Y.; GONZAGA, C. C. Effect of chlorheridine on dentin bond strength of two adhesive systems after storage in different media. **Braz. Dent. J.**, v. 26, n. 6, 642-647, 2015.

SOUSA-NETO, M. D.; SILVA-COELHO, F. I.; MARCHESAN, M. A.; ALFREDO, E.; SILVA-SOUSA, Y. T. C. *Ex vivo* study of the adhesion of on epoxy-based sealer to human

dentine submitted to irradiation with Er: YAG and Nd: YAG lasers. **Int. Endod. J.**, v. 38, n. 12, p. 866-870, 2005.

STELZER, R.; SCHALLER, H. G.; GERNHARDT, C. R. Push-out bond strength of RealSeal SE and AH Plus after using different irrigation solutions. **J. Endod.**, v. 40, n. 10, p. 1654-1657, 2014.

SUNGUR, D. D.; PURALI, N.; COSGUN, E.; CALT, S. Push-out bond strength and dentinal tubule penetration of different root canal sealers used with coated core materials. **Restor. Dent. Endod.**, v. 41, n. 2, p. 114-120, 2016.

TECÇE, N.; TUNCER, S.; DEMIRCI, M.; BALCI, S. Do matrix metalloproteinases inhibitors improve the bond durability of universal dental adhesives?. **Scanning.**, 2016, *in press*.

TEDESCO, M.; FELIPPE, M. C.; FELIPPE, W. T.; ALVES, A. M.; BORTOLUZZI, E. A.; TEIXEIRA, C. S. Adhesive interface and bond strenght of endodontic sealers to root canal dentine after immersion in phosphate-buffered saline. **Microsc. Res. Tech.**, v. 77, n. 12, p. 1015-1022, 2014.

TRINDADE, T. F.; MOURA, L. K.; RAUCCI-NETO, W.; MESSIAS, D. C. F.; COLUCCI, V. Bonding effectiveness of universal adhesive to intracoronar bleached dentin treated with sodium ascorbate. **Braz. Dent. J.**, v. 27, n. 3, p. 303-308, 2016.

VIAPIANA, R.; MOINZADEH, A. T.; CAMILLERI, L.; WESSELINK, P. R.; TANOMARU-FILHO, M.; CAMILLERI, J. Porosity and sealing ability of root fillings with gutta-percha

and BioRoot RCS or AH Plus sealers. Evaluation by three ex vivo methods. **Int. Endod. J.**, v. 49, n. 8, p. 774-782, 2016.

VIVAN, R. R.; GUERREIRO-TANOMARU, M.; BERNARDES, R. F.; REIS, J. M. S. N.; DUARTE, M. A. H.; TANOMARU-FILHO, M. Effect of ultrasonic tip and root-end filling material on bond strength. **Clin. Oral Invest.**, v. 20, n. 8, p. 2007-2011, 2016b.

VIVAN, R. R.; GUERREIRO-TANOMARU, M.; BOSSO-MARTELO, R.; COSTA, B. C.; DUARTE, M. A. H.; TANOMARU-FILHO, M. Push-out bonds strength of root-end filling materials. **Braz. Dent. J.**, v. 27, n. 3, p. 332-335, 2016a.

ZHOU, J.; CHIBA, A.; SCHEFFEL, D. L. S.; HEBLING, J.; AGEE, K.; TAGAMI, J.; TAN, J.; ABUELENAIN, D.; NAWAREG, M. A.; HASSAN, A. H.; BRESCHI, L.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Cross-linked dry bonding: A new etch-and-rinse technique. **Dent. Mater.**, v. 32, n. 9, p. 1124-1132, 2016.