



**INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DA IRRIGAÇÃO COM  
HIPOCLORITO DE SÓDIO NA INTEGRIDADE DA  
CAMADA HÍBRIDA EM RESTAURAÇÕES PRÉ-  
ENDODONTICAS COM RECURSO A MICROSCOPIA  
ELETRÓNICA DE VARRIMENTO (MEV) E RESSONÂNCIA  
MAGNÉTICA NUCLEAR (RNRMN)**

Trabalho submetido por

**Maria do Mar Gomes Ferreira de Sá Machado**

para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**novembro de 2020**





# **INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

## **MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

### **AVALIAÇÃO DO EFEITO DA IRRIGAÇÃO COM HIPOCLORITO DE SÓDIO NA INTEGRIDADE DA CAMADA HÍBRIDA EM RESTAURAÇÕES PRÉ-ENDODONTICAS COM RECURSO A MICROSCOPIA ELETRÓNICA DE VARRIMENTO (MEV) E RESSONÂNCIA MAGNÉTICA NUCLEAR (RNRMN)**

Trabalho submetido por

**Maria do Mar Gomes Ferreira de Sá Machado**

para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por

**Prof. Doutora Alexandra Pinto**

Trabalho coorientado por

**Mestre Inês Carpinteiro**

Trabalho coorientado por

**Mestre Tomás Amorim Afonso**

**novembro 2020**



## **Agradecimentos**

À Prof. Doutora Alexandra Pinto por toda a disponibilidade, paciência e motivação ao longo deste ano de incertezas.

À Mestre Inês Carpinteiro por toda ajuda e orientação e por me incentivar a chegar mais longe.

Ao Mestre Tomás Amorim por me mostrar o melhor da Medicina Dentária, por puxar por mim desde o primeiro dia e por toda a disponibilidade e empenho.

Ao Professor António Alves de Matos pelo ensino e confiança com o Microscópio Eletrónico de Varrimento.

À box 29, Bela, por tudo o que me ensinou e por ter estado sempre presente nos bons e maus momentos.

Ao António Delgado, Matilde Almiro, Teresa Pinheiro de Melo por toda a ajuda e motivação não só nestes meses de tese como ao longo de todo o curso.

Aos meus pais, pela oportunidade de tirar este curso, pela força constante ao longo dele e por acreditarem sempre em mim.

Às BB pela amizade, por serem sempre o meu porto seguro em todas as dúvidas e inseguranças, por puxarem por mim e por serem as “melhores amigas dentistas”.

À box 38, Catarina e Madalena, pela alegria no trabalho, por tirarem sempre o melhor de mim e pelo apoio constante ao longo destes últimos dias.

Ao meu querido irmão Manel pela sua preciosa ajuda na elaboração digital deste trabalho.



## Resumo

**Objetivos:** Analisar o efeito da irrigação com hipoclorito de sódio sobre a camada híbrida em restaurações pré-endodônticas através da Microscopia Eletrônica de Varrimento (MEV) e Ressonância Magnética Nuclear (RMRM)

**Materiais e métodos:** Selecionaram-se 5 molares hígidos, extraídos há menos de 6 meses do Banco de Dentes da Clínica Universitária Egas Moniz, que posteriormente foram seccionados a nível das raízes, 2 a 3 mm abaixo da junção amelocementária e de seguida seccionados a 4 mm da superfície oclusal com o intuito de expor dentina. A *smear layer* foi simulada pelo polimento da superfície com um disco SiC (600 grit). Sobre a dentina exposta foi executada uma restauração pré-endodôntica. Em todos os dentes foi utilizado o sistema adesivo Optibond FL™ (Kerr,USA) e a resina composta utilizada foi Filtek™ Z250 (3M ESPE).

Com uma broca diamantada (ISO 524) com irrigação foi simulada uma abertura endodôntica de 3mm de largura mesio-distal e 3mm vestíbulo-lingual e profundidade de 6mm.

Através de uma broca de corte, em cada um dos dentes foi cortado 1 espécimen com dimensões padronizadas para efetuar a amostra E1 ou amostra de controlo. Posteriormente a este corte, foi realizada uma restauração direta com resina Filtek™ Z250 sem sistema adesivo para substituir o espécimen removido para controlo.

Para a amostra E2 e E3 as restaurações pré-endodônticas foram irrigadas com hipoclorito de sódio a 1% segundo o protocolo de irrigação da Endodontia IUEM.

O espécimen E3, para além do mesmo protocolo de irrigação foi posteriormente desgastado com broca diamantada (ISO 504).

Todos os espécimens foram cortados com as mesmas dimensões e analisados através de MEV.

Os resultados foram sujeitos a uma análise descritiva.

**Resultados:** Verificaram-se diferenças significativas entre o grupo controlo (E1) e o grupo dos irrigados com NaOCl (E2) devido à presença de um *gap* na interface da restauração. O mesmo não se verificou no grupo de irrigados com NaOCl e desgastados com broca (E3)

**Conclusão:** O hipoclorito de sódio afeta a interface de restaurações pré-endodônticas afetando a camada híbrida superficialmente, pois após o seu desgaste com broca a presença de um *gap* já não se verifica.

**Palavras-chave:** Hipoclorito de sódio, restaurações pré-endodônticas, dentina, microscopia eletrônica de varrimento



## **Abstract**

**Purpose:** To study the effect of sodium hypochlorite irrigation on the integrity of the hybrid layer in pre endodontic restorations using Scanning Electron Microscopy (SEM) and Nuclear Magnetic Resonance (NMR)

**Materials and methods:** 5 human molars, caries-free, extracted less than 6 months ago, were selected from Egas Moniz Human Teeth Bank, sectioned by the roots, 2 a 3 mm below the amelocemental joint and sectioned 4mm from the occlusal surface so that dentin can be observed. Dentin was then polished with a SiC disk to simulate the *smear layer*. A pre endodontic restoration was produced over the disk of exposed dentin. The adhesive system used was Optibond FL™ (Kerr, USA) and the restoration was performed with Filtek™ Z250 (3MESPE) resin in 2mm increments.

With a medium grain diamond drill (ISO 524) one simulated an endodontic opening with 3mm wide on the mesial-distal direction, and 3mm wide on the buccal-lingual direction, and 6mm of depth.

With a cutting drill, each tooth was cut with padronized dimensions and called sample E1 or control group. After this cut, a direct restoration was performed with Filtek™ Z250 without adhesive system to replace the sample cut for control.

For samples E2 and E3 the pre endodontic restorations were irrigated with sodium hypochlorite solution at 1%, following the Egas Moniz Endodontic Protocol.

Sample E3, also irrigated following the same protocol, was also cut with the same dimensions and then wore out with a drill (ISO 504).

All the specimens were cut and analyzed by SEM.

All the results were submitted to a descriptive analysis.

**Results:** This investigation resulted in significant differences observed by SEM images between the control group (E1) and the irrigated with NaOCl group (E2) since a *gap* was present between the bonding interface. In comparison with group E3 the gap was not present, but one could observe surface roughness.

**Conclusion:** NaOCl affects the bonding interface of pre-endodontic restorations, affecting the hybrid layer superficially, as after the use of a drill the existence of a gap can no longer be seen.

**Key words:** sodium hypochlorite, pre-endodontic restorations, dentin, scanning electron microscope

## Índice

<b>I. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>13</b>
1. Endodontia.....	13
1.1 Hipoclorito de Sódio .....	13
1.1.1 Aplicação e Mecanismo de Ação .....	13
1.2 Restaurações pré-endodônticas .....	15
2. Adesão .....	16
2.1 Mecanismos primários de adesão.....	18
2.2 Sistemas Adesivos.....	19
2.2.1 Sistema Adesivo <i>Etch-and-Rinse</i> .....	20
2.2.2 Sistema Adesivo <i>Self-etch</i> .....	22
2.2.3 Sistemas Adesivos Universais ou Multimodo .....	23
2.3 Camada híbrida .....	24
3. Resinas Compostas.....	25
4. Efeito do NaOCl na dentina.....	27
5. Influência de NaOCl na resistência adesiva .....	27
6. Microscopia Eletrônica de Varrimento - MEV .....	28
7. Ressonância Magnética Nuclear - RNMN.....	29
8. Enquadramento do estudo .....	31
<b>II. OBJETIVOS DO ESTUDO.....</b>	<b>33</b>
<b>III. HIPÓTESES DE ESTUDO .....</b>	<b>33</b>
<b>IV. MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>35</b>
1. Amostra de estudo .....	35
2. Materiais .....	35
3. Preparação das amostras.....	37
4. Preparação das amostras para análise no MEV .....	43
5. Análise Elementar por Difração de Raio-X.....	45
<b>V. RESULTADOS.....</b>	<b>47</b>
6. Microscopia Eletrônica de Varrimento.....	47
7. Análise Elementar por Difração de Raio-X.....	50
<b>VII. CONCLUSÃO.....</b>	<b>63</b>
1. Relevância Clínica.....	63

2. Perspetivas Futuras.....	63
<b>VIII. BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>65</b>

## Índice de Figuras

Figura 1 - Equação que ilustra a dissociação de NaOCl em meio aquoso .....	14
Figura 2 - Figura esquemática de MEV e os princípios de interação dos elétrons.....	29
Figura 3 - Espectroscopia RNRMN.....	30
Figura 4 – Imagem da amostra .....	35
Figura 5 – Corte dos dentes .....	37
Figura 6 - Microtomo de tecidos duros – Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark ...	37
Figura 7 – LabolPol-4, Struers A/S, Ballerup, Denmark .....	38
Figura 8 - Simulação da smear layer .....	38
Figura 9 – Restaurações pré-endodonticas .....	38
Figura 10 – Simulação da abertura endodontica .....	39
Figura 11 – Abertura endodontica.....	39
Figura 12 – Simulação do corte.....	39
Figura 13 – Espécimen E1 removido para controlo .....	40
Figura 14 – Espécimen E3 de cada um dos 5 dentes anteriormente ao desgaste .....	40
Figura 15 – Máquina de evaporação a vácuo JEE-400 .....	44
Figura 16 – Amostras no suporte.....	44
Figura 17 – Amostras no suporte metálico depois do recobrimento .....	44
Figura 18 – SEM- JSM-5400 18 .....	44
Figura 19 – Grupo controlo (500x).....	48
Figura 20 – Grupo controlo (1500x).....	48
Figura 21 – Grupo irrigados com NaOCl (500x) .....	48
Figura 22 – Grupo irrigados com NaOCl (1500x) .....	49
Figura 23 – Grupo irrigados com NaOCl e desgastados (1000x).....	50
Figura 24 - Grupo irrigados om NaOCl e desgastados (1000x).....	50
Figura 25 - Análise elementar da resina composta do grupo irrigados com NaOCl e desgastados com broca (1000x).....	51
Figura 26 Análise elementar do sistema adesivo dos grupos irrigados com NaOCl e desgastados com broca (1000x).....	52

Figura 27 - Análise elementar da dentina do grupo irrigados com NaOCl e desgastados com broca (1000x)..... 52

## Índice de Tabelas

Tabela 1 – Materiais utilizados – Composição e especificações técnicas .....	35
Tabela 2 – Protocolo de irrigação com Hipoclorito de Sódio IUEM .....	42
Tabela 3 – Protocolo de utilização <i>Etch-and-Rinse</i> – Optibond FL.....	42
Tabela 4 – Instruções do fabricante para a Resina Composta Filtek™ Z250 .....	42
Tabela 5 – Protocolo de preparação das amostras para visualização do MEV .....	43
Tabela 6 – Grupos experimentais para o presente estudo .....	47





## **Lista de Abreviaturas**

10-MDP- 10-Metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato

Bis-EMA- Bisfenol A glicidil dimetacrilato etoxilado

Bis-GMA – Bisfenol A glicidil dimetacrilato

DME- *Deep Margin Elevation*

HEMA- 2-Hidroxietil metacrilato

JAC- Junção amelocementária

MEV- Microscopia Eletrônica de Varrimento

MMP- Metaloproteinases

NaOCl- Hipoclorito de Sódio

RNRMN- Ressonância Magnética Nuclear

SEM- Scanning Electron Microscope

TEGDMA- Trietileno glicol dimetacrilato

UDMA- Uretano dimetacrilato



## **I. INTRODUÇÃO**

### **1. Endodontia**

A Endodontia é um dos ramos da Medicina Dentária que se dedica à morfologia, fisiologia e patologia da polpa dentária e tecidos perirradiculares. O seu estudo e prática abrange a biologia da polpa sã, o seu diagnóstico, prevenção e tratamento das doenças e lesões pulpares, assim como a dos tecidos perirradiculares associados (AAE, 2020). O tratamento endodôntico inclui a erradicação de microorganismos presentes nos canais radiculares, prevenindo a reinfeção (Haapasalo et al., 2010). As bactérias são reconhecidas como o principal fator etiológico no desenvolvimento de lesões pulpares e periapicais, sendo o tratamento endodôntico o tratamento de eleição para a resolução destas lesões (Basrani & Haapasalo, 2012). Através de instrumentos manuais e rotativos, sob irrigação constante, os canais radiculares são conformados de modo a remover tecido inflamado e necrótico, microorganismos, biofilmes entre outros detritos presentes. (Haapasalo et al., 2010). O principal objetivo da instrumentação é facilitar a irrigação, a desinfecção e a obturação. Através de vários estudos que utilizaram técnicas avançadas, como a tomografia computadorizada, demonstrou-se que áreas proporcionalmente grandes presentes nas paredes principais dos canais, permanecem intocadas pelos instrumentos, enfatizando a importância da necessidade de utilização de irrigantes endodônticos para limpeza e desinfecção de todas as áreas dos canais radiculares (Haapasalo et al., 2010; Hulsmann et al., 2007).

#### **1.1 Hipoclorito de Sódio**

##### **1.1.1 Aplicação e Mecanismo de Ação**

O hipoclorito de sódio é um composto químico que se designa pela fórmula NaOCl. Também conhecido como lixívia, é frequentemente utilizado como irrigante em Medicina Dentária. O NaOCl é o irrigante de eleição durante tratamentos endodônticos devido à sua excelente eficácia contra microorganismos patogénicos e remoção de tecidos remanescentes da polpa (Basrani & Haapasalo, 2012; Hulsmann et al., 2007). Para além das características descritas o hipoclorito é um bom solvente da matéria orgânica da dentina, nomeadamente das fibras de colagénio. É lubrificante e tem um efeito eficaz num curto período de tempo

(Basrani & Haapasalo, 2012). Como limitação, tem o facto de ser tóxico, o que leva por vezes a alguns efeitos indesejados na cavidade oral (Hulsmann et al., 2007). Outra das suas limitações é a sua capacidade de remover apenas a parte orgânica da *smear layer* (Basrani & Haapasalo, 2012).

O NaOCl é utilizado em Medicina Dentária em concentrações de 0,5% a 6% (Haapasalo et al., 2010). A concentração em que o hipoclorito mantém uma boa eficácia antimicrobiana, uma dissolução eficaz e menos dano aos tecidos moles é 2,5%. (Karunanayake et al., 2019). Para alguns autores é difícil imaginar a irrigação de canais radiculares sem o NaOCl. Apesar do hipoclorito não remover a *smear layer* na sua totalidade, esta pode ser totalmente removida quando combinada com *EDTA* ou ácido cítrico. O seu PH é de 11 nas várias concentrações acima descritas (Haapasalo et al., 2010; Hulsmann et al., 2007).

Quando em contacto com tecidos com teor proteico o seu mecanismo de ação passa pela formação de azoto, formaldeído e acetaldeído, após pouco tempo de contacto. As ligações peptídicas são quebradas para dissolver as proteínas. Durante este processo o hidrogénio dentro do grupo amino (-NH-) é substituído por cloro (-N.Cl), formando cloraminas que têm um papel importante para a eficácia antibacteriana. Assim sendo, o tecido necrótico é dissolvido e o efeito antimicrobiano pode chegar mais longe e limpar melhor certas áreas infetadas. O NaOCl também é utilizado para desproteinar tecidos duros em aplicações biomédicas (Basrani & Haapasalo, 2012; Clarkson & Moule, 1998).



Figura 1 - Equação que ilustra a dissociação de NaOCl em meio aquoso

## 1.2 Restaurações pré-endodônticas

As restaurações pré-endodônticas são restaurações realizadas anteriormente ao tratamento endodôntico, com o intuito de facilitar um dos elementos mais importantes neste tratamento: o isolamento absoluto (Heydrich, 2005). Existem dentes que requerem tratamento endodôntico e que se encontram numa das seguintes categorias: previamente restaurado, cariado, fraturado, ou uma combinação dos três. Anteriormente ao começo do tratamento endodôntico o mais importante é a remoção da lesão de cárie ou da restauração infiltrada, com o intuito deste meio ficar isento de bactérias, que possivelmente poderiam contaminar os canais durante o tratamento (Heydrich, 2005). A falta de adesão e selamento entre estruturas restauradoras e estruturas dentárias reduzem o prognóstico de tratamentos endodônticos devido à penetração de microrganismos a nível coronal, fazendo com que haja reinfeção do canal radicular. A qualidade da restauração deve ser um fator crucial para o prognóstico do dente (Ozturk & Özer, 2004).

Quando é impossibilitada a colocação de retentores para tratar defeitos coronários ou radiculares o dente é considerado intratável endodonticamente (Hargreaves & Berman, 2008). Muitas vezes a estrutura dentária remanescente é tão pouca que a colocação de retentores não é possível. Assim sendo, é necessária a reposição da estrutura dentária ausente, evitando a contaminação para o interior da cavidade pulpar durante o tratamento endodôntico (Hargreaves & Berman, 2008). Ocasionalmente ocorre a reconstrução das paredes da coroa, repondo as estruturas perdidas com o intuito de reter o retentor e permitir o tratamento de dentes com estrutura debilitada (Ingle et al., 2008).

Vários procedimentos têm sido utilizados para ultrapassar o problema do isolamento, entre eles a utilização de *deep reaching clamps*, utilização de retentores em dentes adjacentes para isolamento múltiplo, colocação de retentores na gengiva, colocação de uma coroa provisória ou banda ortodôntica, entre outros (Ingle et al., 2008). Todos estes procedimentos podem ser considerados instáveis, complexos e têm uma duração prolongada (Heydrich, 2005; Ingle et al., 2008).

Apesar de as opiniões variarem, muitos autores concordam que uma restauração pré-endodôntica ou um *build up* endodôntico é menos uma variável a considerar antes, durante e após o tratamento, tendo sempre em mente que este necessita de uma restauração definitiva

após o tratamento. No tratamento endodôntico há várias variáveis que podem afetar o seu desfecho. O uso desta técnica vai diminuir as probabilidades de haver contaminação durante e após o tratamento, facilitando a endodontia e aumentando a área de superfície do dente para estabilidade do retentor, prevenindo futuramente lesão de cárie ou fracturas. (Heydrich, 2005).

## **2. Adesão**

A adesão é constituída pela atração molecular ou atômica entre duas superfícies em contacto, promovida pela força de atração interfacial entre moléculas ou átomos de duas diferentes espécies (Eick et al., 1997; Hilton et al., 2006; Marshall et al., 2010). Esta adesão é conseguida através de vários processos mecânicos, físicos ou químicos (Marshall et al., 2010). Em Medicina Dentária os processos mecânicos e químicos são utilizados dependendo do tipo de adesivo ou material restaurador (Özcan et al., 2012).

A adesão mecânica é o tipo de adesão mais comum em Medicina Dentária (Marshall et al., 2010). Esta é conseguida devido ao posicionamento de um material sobre outro através de forças de atrito entre superfícies que estão em contacto próximo (Hilton et al., 2006). A adesão mecânica geralmente envolve a penetração do adesivo no substrato, resultando de uma ligação micromecânica. A heterogeneidade da microestrutura do substrato, contribui para uma grande variedade de opções de adesão mecânica (Marshall et al., 2010).

Por outro lado, a adesão química pode resultar da formação de ligações químicas primárias, como as ligações covalentes, iónicas e metálicas (Eick et al., 1997). Também pode resultar de forças químicas secundárias, através da formação de ligações de hidrogénio e de forças de *Van der Waal*, geralmente de menor durabilidade que as ligações primárias. Independentemente de as ligações serem primárias ou secundárias, a adesão depende de fortes interações moleculares e ambos os tipos de interações são evidentes nos materiais adesivos (Hilton et al., 2006).

Comparando a adesão química com a mecânica, a química ocorre em menor quantidade pois existe interferência de agentes contaminantes na adaptação necessária para haver adesão.

Por outro lado, a densidade da adesão química é pouca e por isso é ultrapassada pela adesão mecânica (Marshall et al., 2010).

Em Medicina Dentária os conceitos de adesão requerem compreensão das propriedades do substrato, métodos de condicionamento da superfície, interações químicas, e da formação de uma interface entre diferentes materiais restauradores (Özcan et al., 2012).

Em 1955 Buonocore descobriu que a utilização do condicionamento ácido do esmalte com ácido fosfórico melhorava a adesão, tornando-se possível aderir resinas sintéticas a tecidos dentários. Esta técnica é vantajosa em relação à preparação mecânica tradicional, pois não é efetuada a remoção desnecessária de estrutura sã para receber os materiais restauradores (Buonocore, 1955). Após alguns estudos na área verificou-se que a dentina não produzia uma ligação estável comparada ao esmalte, quando utilizada a técnica do ataque ácido a ambas as estruturas. Como resultado, apenas o condicionamento do esmalte se tornou uma rotina (Vaidyanathan & Vaidyanathan, 2009). No entanto, com o estudo realizado por Fusayama em 1979, verificou-se que é mais importante utilizar o condicionamento ácido tanto no esmalte como na dentina, do que manter a preparação tradicional da cavidade, de forma a promover a adesão total (Fusayama et al., 1979). Em 1982, perto do período que Fusayama estudou este fenómeno, Nakabayashi demonstrou a verdadeira formação da camada híbrida em dentina condicionada por ácido (Nakabayashi et al., 1982). Nakabayashi mostrou que a remoção da fase mineral da camada superficial da dentina, através do condicionamento ácido, vai expor a sua matriz de colagénio, permitindo a penetração do adesivo e a formação de *resin tags* (Nakabayashi et al., 1982; Nakabayashi et al., 1991; Vaidyanathan & Vaidyanathan, 2009). Nakabayashi estudou e verificou que havia formação de uma estrutura nova, composta de monómeros de resina nas fibras de colagénio da dentina. Por esse motivo chamou a esta nova estrutura camada híbrida (Pashley et al., 2011). Conclui-se então nos dias de hoje que a adesão química através da técnica do *etch-and-rinse* é uma abordagem prática e segura para melhorar a adesão à dentina (Vaidyanathan & Vaidyanathan, 2009).

## **2.1 Mecanismos primários de adesão**

Os mecanismos primários de adesão de qualquer material que se pretende aderir a tecido dentário, particularmente através de sistemas adesivos, envolve 3 conceitos: (1) molhabilidade da superfície, (2) micro-retenção e (3) interação química. Para ser possível obter uma ligação estável e com durabilidade deve-se, a nível clínico, fazer uso otimizado destes três mecanismos básicos de ligação (Van Meerbeek et al., 2020).

A molhabilidade é a capacidade que um líquido tem para se difundir pelo substrato (Eick et al., 1997). Em Medicina Dentária falamos na capacidade que o adesivo tem de se espalhar pela dentina. Uma molhabilidade adequada de uma superfície é um dos requisitos primários para podermos alcançar um bom contacto entre as interfaces (adesivo e substrato), (Van Meerbeek et al., 2020) ou seja, para a adesão ocorrer é necessário que o adesivo molhe o substrato (Marshall et al., 2010). Se há boa molhabilidade, o adesivo é capaz de se espalhar pela dentina formando a camada híbrida. A molhabilidade é melhorada pela presença de microrugosidades na superfície dentária (Marshall et al., 2010). Através do condicionamento ácido do esmalte temos um aumento da molhabilidade sendo a retenção mecânica promovida por esta (Eick et al., 1997). Os monómeros dissolvidos em solventes como água, etanol ou acetona substituem a água presente e promovem a molhabilidade, expandindo a rede de colagénio da dentina e aumentando a adesão (Marshall et al., 2010).

A microretenção é o mecanismo mais provável de ocorrer devido à sua ligação a tecidos mineralizados como o esmalte e a dentina. A microretenção consegue ser alcançada através de duas formas: mecanicamente pela instrumentação manual, ou quimicamente, através do condicionamento ácido, ambos produzindo microrugosidades (Van Meerbeek et al., 2020). No esmalte instrumentado, o condicionamento ácido promove, por si só, uma microretenção suficiente para obter uma ligação estável (Van Meerbeek et al., 2003). O condicionamento do esmalte com ácido fosfórico remove qualquer interferência da *smear-layer* (Eick et al., 1997). Simultaneamente há formação de cavidades profundas nas quais a resina vai fluir, permanecendo selada e ligada micromecanicamente (Van Meerbeek et al., 2020). A adesão micromecânica é a base da maior parte da adesão em Medicina Dentária e esta ligação ocorre a dois níveis: primeiro através da formação de *resin tags* à volta dos prismas de esmalte ou dos túbulos dentinários, e em segundo lugar envolve a penetração de *nanotags* do adesivo



em volta dos cristais de esmalte e das fibras de colagénio da dentina (Eick et al., 1997; Marshall et al., 2010).

A interação química é o contacto mais íntimo possível entre átomos e moléculas e acredita-se que contribui bastante para a durabilidade da adesão. Este tipo de adesão não se traduz numa resistência adesiva maior, mas evita a redução de forças de união após o envelhecimento das estruturas (Van Meerbeek et al., 2020). A adesão química deve ter como alvo a parte inorgânica da hidroxiapatite na dentina que vai interagir ionicamente se houver a utilização de um adesivo *self-etch*. Os adesivos *self-etch* e universais contêm na sua constituição monómeros funcionais, como o 10-MDP, que têm sido bastante investigados devido ao seu potencial a nível da adesão química. Este monómero vai interagir ionicamente através do seu grupo fosfato com o cálcio da hidroxiapatite (Van Meerbeek et al., 2020).

## 2.2 Sistemas Adesivos

Para possibilitar a existência de uma interface adesiva estável às estruturas dentárias são utilizados os sistemas adesivos (Özcan et al., 2012). Um sistema adesivo é um material que serve de união criando uma interface resistente entre o compósito restaurador e o substrato dentário, capaz de suportar forças mecânicas e resistir ao stress da polimerização (Hilton et al., 2006).

Os sistemas adesivos podem ser classificados de acordo com a sua atuação na *smear layer* (Sezinando, 2014). Quando um dente é mecanicamente preparado com um instrumento rotatório, a superfície fica coberta de debris e bactérias. Dá-se a esta camada o nome de *smear layer* (Anusavice et al., 2012; Sezinando, 2014) A *smear layer* é formada por cristais de hidroxiapatite e colagénio desnaturado, fazendo com que haja o preenchimento dos túbulos dentinários com *smear plugs*. Esta camada age como uma barreira física reduzindo a permeabilidade da dentina por 96%. Apesar de isto ocorrer ela é permeável devido aos seus canais, conseguindo que haja fluxo do fluido dentinário presente nos mesmos (Anusavice et al., 2012).

As estratégias adesivas contemporâneas dependem da interação do adesivo com a *smear layer*: dissolvendo-a ou tornando-a permeável (Sezinando, 2014). Esta camada deve ser removida, como ocorre nos sistemas adesivos *etch-and-rinse* ou tornada permeável como nos

*self-etch*, de forma a haver interação entre os monómeros e a superfície dentinária (Hilton et al., 2006). Nos sistemas adesivos *etch-and-rinse* a utilização do ácido fosfórico para condicionar a dentina remove a *smear layer*, desmineralizando 4 a 6  $\mu\text{m}$  dos túbulos dentinários. Nos sistemas adesivos *self-etch* há utilização de monómeros acídicos que dispensam a fase da lavagem, dissolvendo a camada superficial da *smear layer* tanto no esmalte como na dentina. Este sistema adesivo torna a *smear layer* permeável aos monómeros em vez de ser totalmente removida (Hilton et al., 2006). A estas duas categorias adiciona-se a dos sistemas adesivos universais ou multimodo, que são sistemas simplificados, com múltiplas utilizações clínicas e possíveis de utilizar com ambas as técnicas, *self-etch* ou *etch-and-rinse* (Hilton et al., 2013; Alex, 2015).

### **2.2.1 Sistema Adesivo *Etch-and-Rinse***

O sistema adesivo *etch-and-rinse* é um sistema adesivo que pode ser utilizado em 2 ou 3 passos, dependendo se o *primer* e o *bond* são utilizados em conjunto ou em separado (Van Meerbeek et al., 2020). Esta estratégia adesiva requer sempre a utilização do ácido em separado (Silva E Souza et al., 2010). Através da técnica dos 3 passos com a correta aplicação do ácido, é seguida a aplicação do *primer*, um agente promotor de adesão e posteriormente é aplicado o adesivo. A versão do *etch-and-rinse* simplificada de 2 passos mantém sempre o ácido em separado e combina a utilização do segundo passo, o *primer*, e do terceiro passo, o adesivo. Ao manter os passos de utilização em separado (técnica dos 3 passos, ácido, *primer* e *bond*), podemos obter múltiplos objetivos terapêuticos, (Pashley et al., 2011) pois foi estudado que há uma melhor performance dos sistemas adesivos quando utilizados na sua forma *multi-step*, em comparação com os que são simplificados e reduzidos a menos passos (Hilton et al., 2006). Os adesivos *etch-and-rinse* que utilizam os 3 passos têm maior longevidade, comprovado em estudos, em comparação com os de 2 passos (Pashley et al., 2011). A classificação dos sistemas adesivos *etch-and-rinse*, tal como o nome indica, destaca a importância clínica da fase de lavagem e em particular da tão crítica secagem após a lavagem (Van Meerbeek et al., 2020).

A técnica *etch-and-rinse* é a técnica mais eficaz para se obter uma adesão forte, duradoura e estável ao esmalte (Moszner & Hirt, 2012). O principal mecanismo do sistema adesivo *etch-and-rinse* pode ser descrito e baseado numa ligação micromecânica. A dentina é desmineralizada a uma profundidade de 4 a 6  $\mu\text{m}$ , expondo a rede de colagénio. A *smear layer* é corretamente removida após este passo (Van Meerbeek et al., 2020). Através do condicionamento ácido deste sistema adesivo, 50% do volume da superfície mineral é dissolvida e substituída por água (Moszner & Hirt, 2012).

A adesão à dentina é um desafio (Van Meerbeek et al., 2020). Se utilizarmos um adesivo *etch-and-rinse*, o ácido fosfórico deve ser utilizado num máximo de 15 segundos, de modo a não sobre condicionar a dentina (Breschi et al., 2018). Quanto maior for a profundidade de dentina desmineralizada através do condicionamento ácido, mais difícil será para o adesivo infiltrar-se até à profundidade de dentina desmineralizada. Após a aplicação do ácido a dentina é lavada e seca. Esta não deve ser seca durante muito tempo, devido ao possível colapso das fibras de colagénio, onde posteriormente se torna difícil a penetração das resinas (Pashley et al., 2011; Van Meerbeek et al., 2020). Após uma secagem cuidadosa deve ser aplicado um *primer* que vai novamente molhar as fibras da rede de colagénio, facilitando a infiltração da resina. O *primer* deve ser aplicado pelo menos durante 15 segundos nunca sendo aplicado em excesso. A sua aplicação deve ser ativa e a superfície da dentina deve ser pressionada com um microbrush de modo a intensificar a interação dos monómeros funcionais do *primer* com a dentina. Esta aplicação vai promover uma ótima infiltração da resina (Van Meerbeek et al., 2020). O último passo do sistema adesivo *etch-and-rinse* passa por aplicar o adesivo, numa camada espessa, que deve ser utilizado em separado. O adesivo é imediatamente polimerizado para haver estabilização na interface adesiva. Após a polimerização, a resina fluída ou adesivo, é ligada micromecanicamente às estruturas dentárias, onde há consequentemente formação de *resin tags* nos túbulos dentinários, sem nenhuma reação química envolvida (Van Meerbeek et al., 2020).

O sistema adesivo *etch-and-rinse* é considerado o *gold standard* dos sistemas adesivos. O sistema adesivo *Optibond FL*, no mercado há mais de 25 anos, é um *etch-and-rinse* de 3 passos que mostra ter uma grande e imediata adesão à dentina (Van Meerbeek et al., 2020).

### **2.2.2 Sistema Adesivo *Self-etch***

Os sistemas adesivos *self-etch* podem ser classificados em 1 ou 2 passos. Na utilização do sistema adesivo de 2 passos há a combinação entre o ácido e o primer (*primer* ácido) aplicados no esmalte e dentina. Posteriormente a esta aplicação o *primer* ácido é seco, seguido da aplicação do adesivo e subsequente polimerização dos dois, *in situ*. Na utilização do sistema num só passo há a combinação do condicionamento ácido, do *primer* e do adesivo numa só aplicação. Muitos dos sistemas de um passo não são soluções “*all-in-one*” e requerem misturas de materiais de dois ou mais frascos antes da sua aplicação. Apesar desta manipulação, este sistema adesivo é aplicado como 1 passo no esmalte e dentina (Hilton et al., 2006).

A adesão à dentina é simplificada nos sistemas adesivos *self-etch* (Inoue et al., 2005). Este sistema adesivo é baseado na utilização de monómeros ácidos que dispensam lavagem, e que simultaneamente condicionam e impregnam o primer nos tecidos dentários (Silva E Souza et al., 2010). A superfície da dentina é só parcialmente desmineralizada após a utilização de um sistema adesivo *self-etch*. Como consequência temos microretenção e as fibras de colagénio vão permanecer envolvidas e protegidas pela hidroxiapatite (Yoshida et al., 2015). Após a infiltração pelos monómeros de resina há a formação de uma camada híbrida rica em hidroxiapatite, produzindo ligações micromecânicas com potenciais ligações químicas, devido à presença abundante do cálcio como recetor, reagindo com os monómeros funcionais infiltrados na camada híbrida (Inoue et al., 2005; Van Meerbeek et al., 2020).

Os adesivos *self-etch* contêm na sua constituição monómeros funcionais que determinam a sua performance adesiva. Estes monómeros possuem grupos ácidos funcionais que desmineralizam tecidos duros e co-polimerizam com os co monómeros das resinas (Özcan et al., 2012). Potenciais grupos de monómeros funcionais ácidos são o grupo fosfato, fosfonato e o grupo carboxil, que ou desmineralizaram a hidroxiapatite ou se ligam quimicamente a ela, definido como o conceito de adesão/descalcificação (Yoshida et al., 2015). Entre muitos monómeros funcionais, o 10-MDP é considerado hoje um dos monómeros mais eficazes devido à sua forte ligação iónica à hidroxiapatite, formando

ligações 10-MDP-Ca estáveis (Carrilho et al., 2019; Inoue et al., 2005; Van Meerbeek et al., 2020). Esta ligação resulta numa maior resistência à degradação da interface adesiva ao longo do tempo (Sezinando, 2014). O monómero 10-MDP e a sua ligação química à hidroxiapatite contribuem para a longevidade da adesão, evidenciado tanto em laboratório como em clinica através de resultados obtidos pelo *gold standard* dos *self-etch*: o Clearfil SE da Kuraray (Van Meerbeek et al., 2020).

A utilização de um *self-etch* no esmalte não dissolve superficialmente os cristais de hidroxiapatite como o ácido fosfórico e não produz uma microretenção profunda. O efeito do *self-etch* é insuficiente no esmalte para se conseguir uma adesão duradoura. Assim sendo, atualmente recomenda-se que o sistema adesivo *self-etch* seja utilizado precedido da aplicação do ácido fosfórico através da técnica seletiva do esmalte, seguido da aplicação do sistema adesivo mencionado acima (Van Meerbeek et al., 2020).

### 2.2.3 Sistemas Adesivos Universais ou Multimodo

Há uma nova geração de adesivos de um frasco, a serem atualmente estudados e utilizados (Perdigão & Loguercio, 2014). Estes sistemas adesivos começaram devido à expiração da patente do monómero 10-MDP da Kuraray, criando uma nova família de sistemas adesivos com a vantagem da adesão química. Estes são chamados de universais ou multimodo devido à versatilidade de utilização (Sezinando, 2014). Estes sistemas adesivos podem ser utilizados através da estratégia *self-etch* ou *etch-and-rinse*. Se utilizado através da estratégia *etch-and-rinse*, o ácido pode ser aplicado através da técnica do condicionamento seletivo do esmalte, ou através da técnica *total-etch*, onde se condiciona tanto o esmalte como a dentina (Alex, 2015; Van Meerbeek et al., 2020). Se for utilizada a técnica de *self-etch* utiliza-se apenas um passo (Sezinando, 2014; Van Landuyt et al., 2007).

Os adesivos simplificados através da estratégia *self-etch*, e agora os universais, devem conter água, pois esta é necessária para haver ionização com monómeros acídicos, hidrofílicos (Van Landuyt et al., 2007). O comportamento hidrofílico destes adesivos simplificados, faz com que estes ajam como membranas semipermeáveis, permitindo a passagem de fluídos na interface dentina/resina. Esta presença faz com que haja degradação

do adesivo. Os sistemas adesivos universais mostram sinais de degradação depois de 12 meses, quando guardados em água, independentemente da estratégia de aplicação, aplicando através de qualquer uma das técnicas *self-etch* ou *etch-and-rinse* (Perdigão & Loguercio, 2014).

A técnica do condicionamento seletivo do esmalte é utilizada condicionando só as margens de esmalte presentes, de preferência com um ácido mais espesso que não escorra para a dentina. Após o condicionamento por 10 segundos, este é lavado e secado. Posteriormente é aplicado o adesivo universal, esfregando-o por 15 segundos tanto na dentina como no esmalte. Aplicações dinâmicas melhoram a adesão e diminuem a presença de infiltrações. A aplicação ativa também aumenta a resistência adesiva ao esmalte. Posteriormente, é levemente seco com ar por 15 segundos, seguindo as instruções do fabricante (Perdigão & Loguercio, 2014). Há estudos que demonstram que é recomendado secar mais tempo do que as instruções do fabricante. (Feitosa et al., 2016; Luque-Martinez et al., 2014).

### **2.3 Camada híbrida**

A camada híbrida ideal é definida pela completa polimerização tridimensional entre polímeros na rede de colagénio, fornecendo uma ligação estável entre adesivo e dentina. Há estudos que indicam que esta camada ideal é utópica e não é atualmente atingida (Spencer et al., 2019).

Nakabayashi foi o primeiro a estudar a verdadeira formação da camada híbrida em dentina condicionada por ácido, demonstrando que os monómeros de resina se podem infiltrar na dentina e formar uma nova estrutura, composta de uma matriz resinosa reforçada por fibras de colagénio (Eick et al., 1997). Nakabayashi chamou a este bio compósito camada híbrida (Nakabayashi et al., 1982; Pashley et al., 2011).

A composição da dentina mineralizada é aproximadamente 50% de volume mineral, 30% de colagénio e 20% de água. Durante o condicionamento ácido 50% do volume da superfície mineral é solubilizado e substituído por água. Combinando esta substituição com os 20% de água anteriormente presentes, há a formação de uma nova percentagem de água de 70%, e

cerca de 30% de fibras de colagénio que permanecem expostas na dentina mineralizada. Idealmente durante a infiltração das resinas, 70% do volume de água, deve ser substituído por 70% de volume de resina. Esta resina deve ser polimerizada *in situ* para produzir um bio-compósito híbrido, reforçado por fibras de colagénio, conhecido como a zona interdifusa da dentina ou camada híbrida (Pashley et al., 2011). No entanto, devido à presença de solventes residuais e devido ao movimento de fluído para fora dos túbulos dentinários, a substituição da água pelos monómeros de resina e a formação da camada híbrida ideal, quase nunca acontece (Pashley et al., 1993). A interface dentina/adesivo é praticamente inalcançável devido à alta permeabilidade da dentina, estando presentes inúmeros túbulos dentinários a formar uma conexão direta com a polpa (Van Meerbeek et al., 2020). Sendo assim, há uma infiltração incompleta dos monómeros nos espaços interfibrilares da rede de colagénio exposta. A presença de água extra pode penetrar na matriz desmineralizada através dos túbulos dentinários, durante a evaporação dos solventes na fase da utilização do *bond* (no caso dos *etch-and-rinse* de dois passos) (Hashimoto et al., 2004). Este procedimento vai criar pequenas regiões na camada híbrida polimerizada, ricas em água e escassas em resina (Tay et al., 2003). Numa situação ideal toda a água seria substituída por resina. Após a polimerização iríamos ter uma resina selada e trancada nas fibras de colagénio, formando assim uma camada híbrida tridimensional ideal (Pashley et al., 2011).

### 3. Resinas Compostas

As resinas compostas são usadas em variados campos da Medicina Dentária incluindo restaurações diretas e indiretas, selantes de fissura entre outras aplicações (Moszner & Hirt, 2012). O comportamento mecânico, físico e estético das resinas compostas depende da constituição da sua estrutura (Özcan et al., 2012). As resinas compostas são constituídas no geral por uma matriz orgânica ou fase orgânica, matriz inorgânica ou fase de preenchimento ou dispersão, e um organo-silano ou agente de união, que adere a matriz inorgânica à resina orgânica (Özcan et al., 2012; Zhou et al., 2019). Os monómeros presentes na matriz orgânica das resinas compostas são o bisfenol A glicidil dimetacrilato (Bis-GMA), trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA), uretano dimetacrilato (UDMA), 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) ou o Bisfenol A glicidil dimetacrilato etoxilado (Bis-EMA) (Zhou et al., 2019). A

matriz inorgânica depende do tamanho das suas partículas e foi reforçada nestes monómeros para se conseguir obter melhor estética e propriedades mecânicas dos materiais dentários (Pratap et al., 2019). Estas partículas podem ser chamadas de “vidros duros” ou “vidros moles” e entre elas temos o quartzo, zinco, bário, estrôncio, silicato de alumínio, entre outros (Anusavice et al., 2012; Zhou et al., 2019). Estes influenciam diretamente propriedades como a radiopacidade, resistência à abrasão, translucidez, módulo de flexão, coeficiente de expansão térmica e a rugosidade da superfície das resinas compostas (Moszner & Hirt, 2012).

Os diferentes tipos de resinas compostas podem ser distinguidos pela sua viscosidade, a sua carga e o tipo de resina (Moszner & Hirt, 2012). Em termos de viscosidade temos as resinas compostas compactáveis (*packable*) e fluídas (*flowable*) para além das convencionais (Moszner & Hirt, 2012; Zhou et al., 2019). Esta é a classificação dos compósitos de acordo com as suas características de manipulação (Anusavice et al., 2012). As resinas compactáveis apresentam maior viscosidade, são condensáveis, mas não escoam para contactos mais apertados. Estas foram produzidas com o intuito de diminuir a contração das resinas durante o processo de polimerização e aumentar a resistência e a rigidez do material não polimerizado, produzindo uma consistência semelhante à da amalgama, facilitando a execução do ponto de contacto (Anusavice et al., 2012; Moszner & Hirt, 2012). As resinas fluídas são menos viscosas, pois geralmente têm menor teor de partículas de carga e podem ser utilizadas em reentrâncias mais pequenas onde há maior escoamento (Anusavice et al., 2012; Moszner & Hirt, 2012). Sendo assim, há uma maior conservação da estrutura dentária pois não é necessária a remoção adicional de estrutura para haver escoamento da resina (Moszner & Hirt, 2012).

Também podemos classificar as resinas de acordo com o tamanho das partículas de carga, dividindo-se em:

- Resinas Macroparticuladas, (10 a 50  $\mu\text{m}$ )
- Microparticuladas, (40 a 50  $\mu\text{m}$ )
- Híbridas, (10-50 $\mu\text{m}$  e 10-50nm)
  - Microhíbridas



- Nanohíbridas
- Nanoparticuladas (10-100nm) (Zhou et al., 2019).

#### **4. Efeito do NaOCl na dentina**

Tanto o tratamento endodôntico como a irrigação com NaOCl podem potencializar o enfraquecimento físico dos dentes pela alteração das propriedades da dentina (Karunanayake et al., 2019). Como anteriormente mencionado, a dentina é composta aproximadamente por 22% de matéria orgânica e tem como o seu maior constituinte o colagénio tipo I, que contribui consideravelmente para as suas propriedades mecânicas (Basrani & Haapasalo, 2012). Segundo alguns autores, o NaOCl tem um efeito proteolítico inespecífico capaz de dissolver componentes orgânicos da dentina, entre eles as fibras de colagénio (Nima et al., 2020). O seu objetivo passa por remover a componente orgânica da dentina intertubular e peritubular. Ao remover, vai haver um aumento da abertura dos túbulos dentinários e dos seus canais laterais, permitindo, segundo alguns autores, uma maior penetração dos monómeros adesivos nos túbulos, com formação de ramos laterais de resina polimerizada (Nima et al., 2020).

Quando há exposição das fibras de colagénio da dentina, o NaOCl pode interferir na adesão por dois mecanismos reconhecidos. O primeiro mecanismo promove a desproteinização da dentina como estratégia de adesão, e o segundo mecanismo age ao envelhecer a camada híbrida removendo as fibras da rede de colagénio que estão desprotegidas (Nima et al., 2020). Quando ocorre a aplicação de NaOCl num tratamento endodôntico, além de realizar o desbridamento, lubrificação, destruição de microorganismos e de tecidos, também provoca a remoção de fibras de colagénio e uma desidratação da dentina (Ozturk & Özer, 2004).

#### **5. Influência de NaOCl na resistência adesiva**

A irrigação com NaOCl pode diminuir a resistência adesiva entre a dentina e os compostos resinosos devido à sua habilidade de afetar a polimerização dos mesmos (Basrani & Haapasalo, 2012). Alguns estudos reportaram que o NaOCl pode interferir com a

polimerização das resinas compostas pois interrompe a reação e compete com os radicais livres de vinil gerados durante a polimerização, resultando no fim prematuro da cadeia e produzindo uma polimerização incompleta. O NaOCl é um oxidante biológico potente em solução aquosa e forma radicais superóxidos, responsáveis por comprometer a reação de polimerização e adesão à dentina (Nima et al., 2020). O NaOCl tem demonstrado através de vários estudos afetar a resistência adesiva das resinas compostas, quando aderidas à dentina, após o tratamento endodôntico (Ozturk & Özer, 2004).

## **6. Microscopia Eletrônica de Varrimento - MEV**

A microscopia eletrônica de varrimento (MEV) é a principal técnica na produção de informações sobre a topografia, composição morfológica, análise química e cristalográfica em investigações na área dos materiais dentários (Chomette et al., 1986; Marshall et al., 2010). A MEV tem em sua vantagem a profundidade de campo, produzindo as imagens topográficas e a análise química, onde são analisados os raios-x que são libertados pelos elétrons (Marshall et al., 2010).

Após a sua criação e introdução na pesquisa em Medicina Dentária, a microscopia eletrônica mostra ter uma ampla gama de aplicações envolvendo materiais dentários pois, não só analisa tecidos duros como também os tecidos moles. Dentro das suas aplicações avalia: (1) microfissuras e deformidades em biomateriais ou tecidos duros dentários; (2) detalhes da superfície topográfica e presença de rugosidades em diferentes biomateriais ou tecidos duros dentários; (3) detalhes da estrutura de biomateriais ou tecidos duros dentários e (4) avalia as ligações entre os biomateriais e as suas estruturas (Chomette et al., 1986). Através de métodos de microscopia imagiológica como a MEV, são avaliados os tecidos duros dentários, identificando alterações da superfície da interface entre o esmalte ou a dentina e um biomaterial como o compósito dentário (Chomette et al., 1986).

Em adesão é muito utilizada para observação da união de estruturas como o esmalte, a dentina, resina composta, sistemas adesivos assim como a avaliação de *cracks/gaps* presentes nestes biomateriais e tecidos duros.

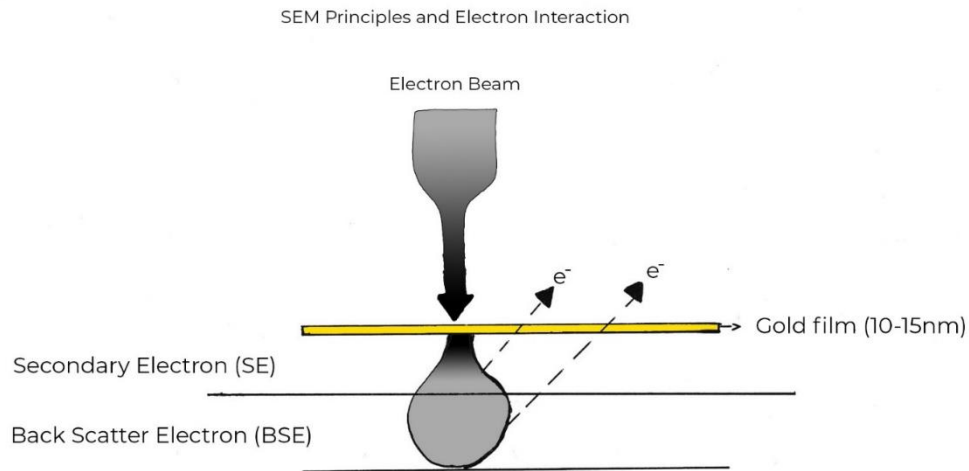


Figura 2 - Figura esquemática de MEV e os princípios de interação dos eletrões

## 7. Ressonância Magnética Nuclear - RMR

A RMR foi descoberta pela primeira vez na década de 1940. Esta, utiliza propriedades magnéticas dos núcleos atômicos e é amplamente utilizado nas áreas da física e química (Darbeau, 2006). Em Medicina Dentária esta técnica é predominantemente benéfica para explorar a estrutura de materiais como os vidros, os cimentos dentários, a interação de vidros bioativos com os tecidos orais e na identificação de metabolitos na saliva para detetar doenças periodontais através da análise de biomarcadores do fluido gengival. Também é muito utilizada para verificar a fluoretação das superfícies de cristais de apatite na estrutura dentária. (Katsavochristou & Koumoulis, 2020; Zia et al., 2019)

Em Medicina Dentária, o objetivo do tratamento é preservar os tecidos e reconstruir o tecido que foi perdido com a ajuda de biomateriais. Estes biomateriais são estudados por muitas máquinas de caracterização, como testes mecânicos, testes físicos e testes de biocompatibilidade. Para isso, a espectroscopia de RMR é uma máquina bastante utilizada para compreender a reação química dos materiais e os seus efeitos nos tecidos naturais. Os cimentos dentários como o ionómero de vidro, resinas compostas, e mesmo

tecidos como membranas periodontais são materiais que têm sido estudados através de RNRMN. (Zia et al., 2019)

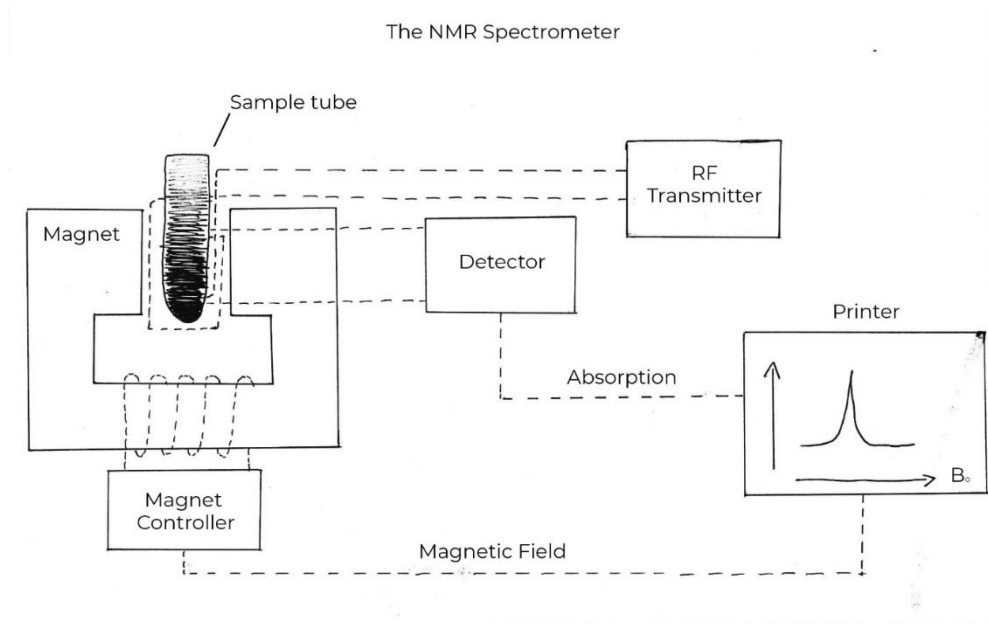


Figura 3 - Espectroscopia RNRMN

## 8. Enquadramento do estudo

Durante o tratamento endodôntico, quando as condições mais favoráveis passam pela remoção de cárie e posterior restauração pré-endodôntica para o seguimento do tratamento endodôntico, a questão que se põe é se a irrigação com hipoclorito de sódio durante a instrumentação, afetou ou não a camada híbrida na interface adesiva da restauração. Visto que as restaurações pré-endodônticas são um requisito essencial para um bom tratamento endodôntico devido à necessidade de utilização do isolamento absoluto, e visto que o hipoclorito de sódio é o irrigante mais utilizado para estes tratamentos, é importante perceber se é necessária a remoção da restauração pré-endodôntica, afetada ou não pelo hipoclorito, para execução de uma restauração definitiva. Muitas vezes a restauração pré-endodôntica é de difícil execução sendo necessário realizar a elevação da margem com a técnica *Deep Margin Elevation (DME)*, de forma a ser possível a utilização de um retentor de isolamento. A colocação da matriz pode ser de difícil execução quando existe pouco remanescente dentário, fazendo com que o isolamento seja muito desafiante. Se não for estritamente necessária a remoção da restauração pré-endodôntica após a irrigação com hipoclorito de sódio, deve-se então manter esta restauração e reabilitar apenas o acesso endodôntico após o tratamento. Atualmente alguns Médicos Dentistas optam pela remoção da restauração pré-endodôntica para execução de uma nova restauração definitiva, outros optam por mantê-la na totalidade ou quase, mas não existem bases científicas que corroborem uma, ou outra opção.

Devido ao contexto atual de pandemia não foi possível analisar as amostras de hipoclorito de sódio com recurso à Ressonância Magnética Nuclear (RMRM). As amostras foram devidamente preparadas para a sua posterior análise na Faculdade de Ciências e Tecnologia (FCT) mas esta Instituição não conseguiu analisá-las em tempo útil.

*Avaliação do efeito da irrigação com hipoclorito de sódio na integridade da camada híbrida em restaurações pré-endodônticas com recurso a Microscopia Eletrônica de Varrimento (MEV) e Ressonância Magnética Nuclear (RNRMN)*

## **II. OBJETIVOS DO ESTUDO**

Avaliar o efeito da irrigação com NaOCl a 1% na interface resina/dentina de restaurações pré-endodônticas com recurso a uma análise qualitativa de MEV e RNRMN.

## **III. HIPÓTESES DE ESTUDO**

Hipótese nula ( $H_{10}$ ): A irrigação com hipoclorito de sódio não altera a qualidade da interface adesiva.

Hipótese alternativa ( $H_{11}$ ): A irrigação com hipoclorito de sódio altera a qualidade da interface adesiva.

Hipótese nula ( $H_{20}$ ): A instrumentação mecânica não altera a qualidade da interface adesiva.

Hipótese alternativa ( $H_{21}$ ): A instrumentação mecânica altera a qualidade da interface adesiva.

*Avaliação do efeito da irrigação com hipoclorito de sódio na integridade da camada híbrida em restaurações pré-endodônticas com recurso a Microscopia Eletrônica de Varrimento (MEV) e Ressonância Magnética Nuclear (RNRMN)*



## IV. MATERIAIS E MÉTODOS

### 1. Amostra de estudo

O presente estudo obteve aprovação pela Comissão de Ética do Instituto Universitário Egas Moniz (processo nº 851). Foram selecionados 5 molares humanos extraídos há menos de 6 meses (figura 4), sem lesões de cárie, fraturas ou restaurações e doados pelo Banco de Dentes da Clínica Universitária Egas Moniz. Após a sua extração, estes foram lavados com água corrente para eliminar sangue e tecidos que estivessem aderidos. Posteriormente, foi realizada a remoção de resíduos orgânicos com curetas periodontais. Subsequentemente, os dentes foram armazenados para desinfecção numa solução de cloramina T a 1%, armazenada a 4°C durante uma semana, de acordo com a norma ISO/TS 11405:2015. Após a sua desinfecção e limpeza, os dentes foram colocados em água destilada a 4°C. Todos os procedimentos experimentais foram executados pelo mesmo operador, num ambiente de temperatura e humidade controladas [(23 ± 2) °C + HR (50 ± 10)] (Armstrong et al., 2017).







Figura 4 – Imagem da amostra

### 2. Materiais

Os materiais utilizados estão descritos na Tabela 1.

**Tabela 1** – Materiais utilizados – Composição e especificações técnicas

Material	Composição	Lote	Validade	Imagem
Ácido Ortofosfórico (Octacid)	37.5% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> pH= 0,1-0,4	C053793	12/2022	

Hipoclorito de Sódio	1%	-	-	
Optibond FL™ (Kerr, USA)	<p>Primer: HEMA, GPDM, MMEP, PAMM, water, ethanol, CQ, BHT Apply with light brushing motion for 15 s. Dry for 5 s.</p> <p>Bonding: bis-GMA, HEMA, GDMA, CQ, EDMAB, filler (fumed SiO<sub>2</sub>, barium, aluminoborosilicate, NaSiF<sub>6</sub>), coupling factor A174</p>	7205784	31/05/2021	
Resina Composta Filtek z250 (3M ESPE)	<p>Resina composta cor A2</p> <p>Composição: Bis-GMA, UDMA, bisEMA, partículas de carga aprox. 60%</p>	1939308	03/2022	

	peso (zirconia e sílica)			
--	--------------------------	--	--	--

### 3. Preparação das amostras

Numa primeira fase os dentes foram seccionados nas suas raízes a 2/3 mm da junção amelocementária (JAC) com um disco diamantado num micrótopo de tecidos duros (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark) sob refrigeração constante de água e a baixa rotação. De seguida, a coroa dentária foi seccionada a 4 mm da superfície oclusal, perpendicular ao longo eixo do dente, com o intuito de expor dentina com recurso ao disco diamantado, no micrótopo de tecidos duros (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark) (figura 5 e 6).



Figura 5 – Corte dos dentes



Figura 6 - Microtopo de tecidos duros  
– Accutom-50, Struers A/S, Ballerup,  
Denmark

A *smear layer* foi simulada pelo polimento da superfície com um disco de papel de carvão de silício de grão médio (SiC 600 grit) com água. (Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA) (figura 7 e 8)



Figura 7 – LabolPol-4, Struers A/S, Ballerup, Denmark

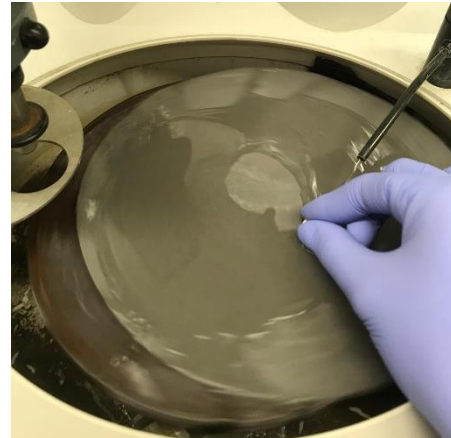


Figura 8 - Simulação da *smear layer*

Sobre a dentina exposta foi simulada uma restauração pré-endodôntica. (figura 9). Em todos os dentes foi utilizado o sistema adesivo Optibond FL™ (Kerr, USA) segundo as instruções do fabricante que estão referidas na Tabela 3. A restauração foi efetuada com resina Filtek™ Z250 cor A2 (3M ESPE), numa matriz composta de 6 mm, previamente medida com uma régua e marcada de 2 em 2 mm. A restauração foi realizada em incrementos de 2 mm, com a altura final de 4 mm segundo as instruções do fabricante referidas na tabela 4. Foi utilizado um aparelho de luz para fotopolimerizar a restauração durante 20s. A luz foi calibrada com um radiómetro de 5 em 5 utilizações. O fotopolimerizador utilizado foi o Elipar™ DeepCure S (3M, St. Paul, MN, USA) que apresenta uma luz LED com uma potência de 1,470 mW/cm<sup>2</sup> (- 10%/+20%), de acordo com o fabricante, e um comprimento de onda entre os 430 nm e os 480 nm.

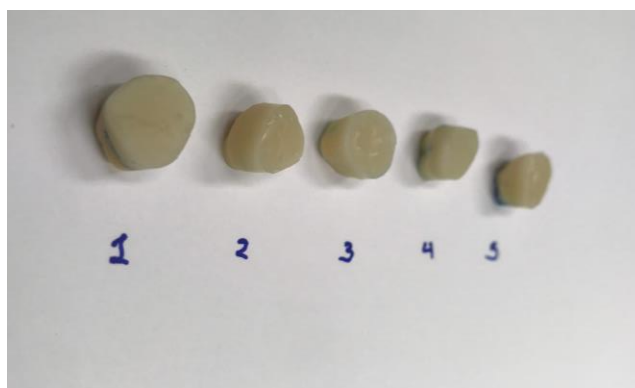


Figura 9 – Restaurações pré-endodonticas

Com uma broca esférica diamantada de grão médio (ISO 524) foi simulada uma abertura endodôntica com 3mm no sentido vestibulo-lingual e 3mm no sentido mesio-distal (figura 10 e 11). Foi utilizada a mesma broca para os 5 dentes. A profundidade da abertura endodôntica foi efetuada até atingir a coroa clínica do dente, medida com uma sonda periodontal aproximadamente 6mm para todos os dentes. A entrada dos canais foi tapada com cola de cianocrilato de modo a que o irrigante não extravasasse na altura de irrigação.

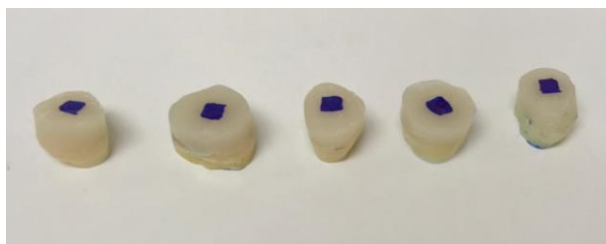


Figura 10 – Simulação da abertura endodôntica

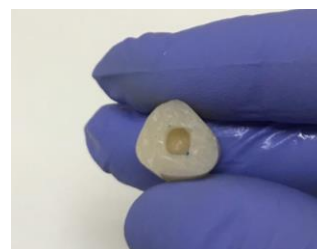


Figura 11 – Abertura endodôntica

Com um disco diamantado num micrótopo de tecidos duros (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark) sob refrigeração constante de água e a baixa rotação, em cada um dos 5 dentes foi cortado 1 espécimen com dimensões padronizadas, 4mm no perímetro do contorno do dente, e 2mm no perímetro da abertura coronária, para efetuar a amostra E1 (figura 12 e 13). Estas amostras foram utilizadas para controlo, sendo analisadas através do MEV. Posteriormente a este corte, foi novamente colocada uma matriz metálica e realizada uma restauração direta com resina Filtek z250 (3M ESPE) sem sistema adesivo para substituir o espécimen removido para controlo.



Figura 12 – Simulação do corte

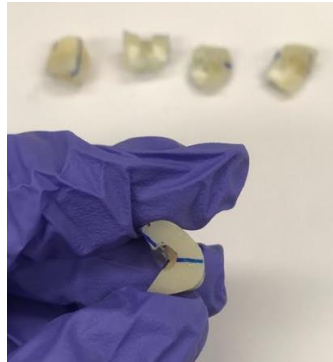


Figura 13 – Espécimen E1 removido para controlo

Para a amostra E2 e E3 as restaurações pré-endodônticas foram irrigadas com hipoclorito de sódio a 1% segundo o protocolo de irrigação da Endodontia IUEM referido na tabela 2.

O espécimen E2 foi posteriormente cortado com as mesmas dimensões, 4mm no perímetro do contorno do dente, e 2mm no perímetro da abertura coronária, para serem analisadas através do MEV.

O espécimen E3, também irrigado segundo protocolo de irrigação de Endodontia com hipoclorito de sódio a 1% foi cortado com as mesmas dimensões, pintado com uma caneta de acetato (figura 14) e posteriormente desgastado com broca diamantada chama de vela (ISO 504) até desaparecer a parte pintada, e analisados através do MEV.

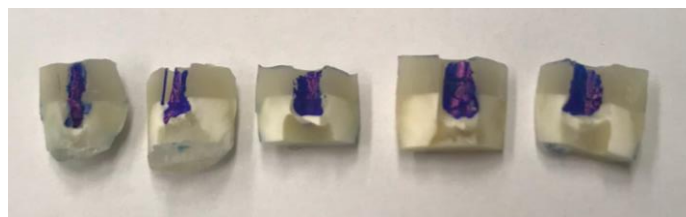


Figura 14 – Espécimen E3 de cada um dos 5 dentes anteriormente ao desgaste

Dos 5 dentes restaurados obtiveram-se 15 cortes que foram distribuídos por 3 grupos experimentais.

O grupo E1 representa o grupo controlo, o grupo E2 representa os espécimens irrigados de acordo com o protocolo de irrigação com hipoclorito de sódio a 1%, e o E3 representa os espécimens irrigados de acordo com o protocolo de irrigação com hipoclorito de sódio a 1% e posterior desgaste com broca diamantada.

<b>Grupo E1: controlo (n=5)</b>	<b>Grupo E2: irrigados com NaOCl (n=5)</b>	<b>Grupo E3: irrigados com NaOCl e desgastados (n=5)</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Sem tratamento</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Aplicação de NaOCl durante 60 minutos trocando em períodos de 2 em 2 minutos</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Aplicação de NaOCl durante 60 minutos trocando em períodos de 2 em 2 minutos</li> <li>Posteriormente desgastado com broca ISO (504)</li> </ul>

Em cada grupo foram avaliados 5 espécimens e em cada um dos espécimens foi avaliada a sua interface adesiva, num total de 15 interfaces adesivas para observação de MEV. De cada espécimen foram recolhidas 2 imagens, uma a 500x e outra a 1000x ou 1500x.

**Tabela 2** – Protocolo de irrigação com Hipoclorito de Sódio IUEM

---

**Técnica de Aplicação**

---

- 1) Utilização de 10 a 20 ml de NaOCl por canal
  - 2) NaOCl a 1% de 2 em 2 minutos durante 60 minutos (de modo a simular a instrumentação)
  - 3) Protocolo de irrigação final - Agitação sónica ou ultrassónica do NaOCl durante 30 segundos
  - 4) Irrigação com NaOCl a 1% durante 30 segundos
- 

**Tabela 3** – Protocolo de utilização Etch-and-Rinse – Optibond FL™

---

**Técnica de Aplicação**

---

- 1) Aplicar ácido fosfórico a 37,5% no esmalte e na dentina por 15 segundos; lavar abundantemente por 15 segundos e secar sem desidratar
  - 2) Aplicar primer (frasco 1) na dentina durante 15 segundos; secar 5 segundos
  - 3) Aplicar adesivo (frasco 2) sobre dentina durante 15 segundos e aplicar levemente ar por 3 segundos
  - 4) Fotopolimerizar 10 segundos
- 

**Tabela 4** – Instruções do fabricante para a Resina Composta Filtek™ Z250

---

**Técnica de Aplicação**

---

- 1) Colocar o material restaurador por incrementos até 2mm;
  - 2) Fotopolimerizar durante 20 segundos
-



#### **4. Preparação das amostras para análise no MEV**

Posteriormente aos cortes, cada amostra é submetida a um protocolo de preparação, descrito na tabela 5, de modo a desidratar a dentina ao máximo para possível visualização no microscópio eletrónico.

**Tabela 5 – Protocolo de preparação das amostras para visualização do MEV**

---

##### **Técnica de Aplicação**

---

- 1) Lavar as amostras em água destilada durante 1 minuto
  - 2) Imergir as amostras em etanol a 25% durante 15 minutos
  - 3) Imergir as amostras em etanol a 50% durante 15 minutos
  - 4) Imergir as amostras em etanol a 75% durante 15 minutos
  - 5) Imergir as amostras em etanol a 95% durante 30 minutos
  - 6) Imergir as amostras em etanol a 100% durante 60 segundos
  - 7) Imergir as amostras em 1,1,1,3,3,3-hexametildisilizano durante 15 minutos dentro de uma HOTTE.
  - 8) Deixar as amostras a secar num papel
-

Após a preparação das amostras, estas são colocadas num suporte metálico para se efetuar o recobrimento metálico para visualização no MEV (ver figura 15). As amostras foram colocadas no interior de uma máquina de evaporação a vácuo, JEE400, onde foram recobertas com partículas de ouro, de forma a permitir a visualização das amostras com recurso ao MEV (figura 16 & 17).

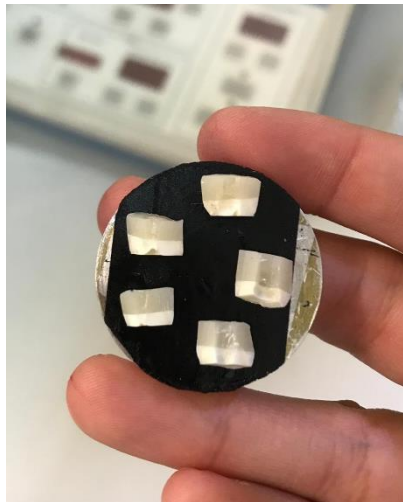


Figura 15 – Amostras no suporte



Figura 16 – Máquina de evaporação a vácuo JEE-400



Figura 17 – Amostras no suporte metálico depois do recobrimento



Figura 18 – SEM- JSM-5400 18

Posteriormente ao recobrimento as amostras estão prontas para observação ao MEV – JSM-5400 18. (figura 18). As amostras foram observadas com a uma magnificação de 500x, 1000x, e 1500x com uma distância de trabalho de 14mm e com alta voltagem de 25Kv.

As fotografias foram extraídas através do QUANTAX EDS do programa *Bruker*.

## **5. Análise Elementar por Difração de Raio-X**

Foi realizada uma análise elementar com o espectrofotômetro do MEV em todas as amostras para a correta identificação das estruturas a analisar.

A análise elementar foi realizada com X-ray Diffraction & Elemental Analysis do programa *Bruker*.

*Avaliação do efeito da irrigação com hipoclorito de sódio na integridade da camada híbrida em restaurações pré-endodônticas com recurso a Microscopia Eletrônica de Varrimento (MEV) e Ressonância Magnética Nuclear (RNRMN)*

## V. RESULTADOS

### 6. Microscopia Eletrónica de Varrimento

Foram obtidas imagens ao microscópio eletrónico de varrimento (MEV) das amostras dos respetivos grupos de estudo (ver Tabela 6-Grupos de estudo)

**Tabela 6** – Grupos experimentais para o presente estudo

<b>Grupo E1: controlo (n=5)</b>	<b>Grupo E2: irrigados com NaOCl (n=5)</b>	<b>Grupo E3: irrigados com NaOCl e desgastados (n=5)</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Sem tratamento</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Aplicação de NaOCl durante 60 minutos trocando em períodos de 2 em 2 minutos</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Aplicação de NaOCl durante 60 minutos trocando em períodos de 2 em 2 minutos</li> <li>Posteriormente desgastado com broca ISO (504)</li> </ul>

Na figura 19 podemos observar o **grupo controlo (E1)** com uma ampliação de 500x. Este grupo não sofreu a aplicação com NaOCl. Nesta figura vemos uma imagem compatível com a interface adesiva, onde se consegue observar da esquerda para a direita a presença de resina composta, sistema adesivo (Optibond FL™), a camada híbrida e a dentina. Na figura 20 observam-se os mesmos componentes referidos, mas com uma ampliação de 1500x. Na dentina é possível observar os cortes transversais dos túbulos dentinários. Avaliando pela imagem o sistema adesivo utilizado tem uma profundidade de cerca de 30µm, enquanto que a camada híbrida apenas tem uma extensão de cerca de 5µm (figura 20).

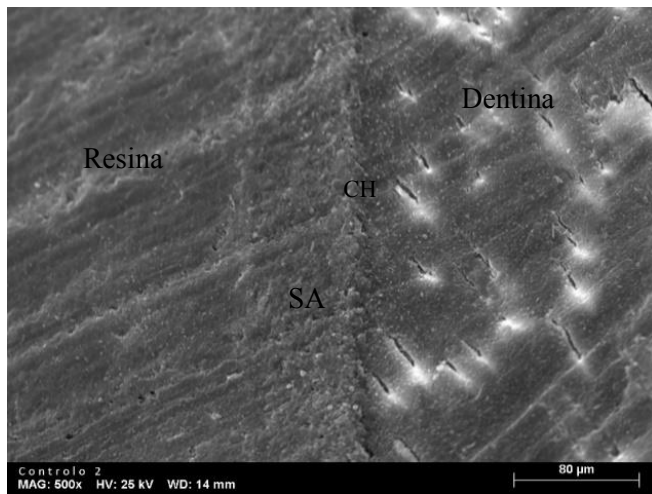


Figura 19 – Grupo controlo (500x)

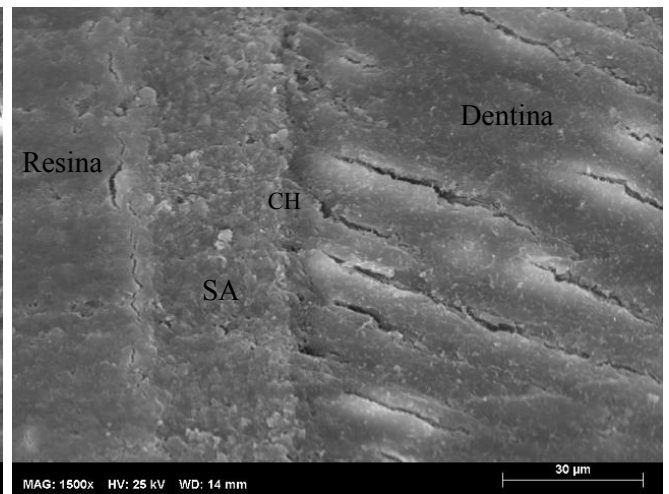


Figura 20 – Grupo controlo (1500x)

Na figura 21 conseguimos observar a interface adesiva pertencente ao **grupo E2** após ter sofrido ação da solução NaOCl a 1% onde podemos observar um *gap* na camada híbrida, com muito poucos *tags* de resina em união com a dentina. Foram observados *gaps* neste grupo em 4 dos 5 espécimens fotografados. Na figura 22, com uma ampliação de 1500x conseguimos observar a presença do *gap*, onde da esquerda para a direita observamos resina composta, o sistema adesivo, a presença de um *gap* onde deveria de estar apenas a camada híbrida e a dentina. Observando a figura 22 em comparação com o grupo controlo na figura 20 conseguimos concluir que para além da presença de *gaps* à superfície, a interface adesiva parece ter sofrido alterações morfológicas estruturais, na matriz orgânica da resina e do sistema adesivo, e na integridade da camada híbrida. Não é possível observarem-se *tags* de resina neste grupo. Avaliando pela imagem o sistema adesivo utilizado tem uma profundidade de cerca de 15µm, enquanto que a camada híbrida apenas tem uma extensão de cerca de 3µm (figura 22).

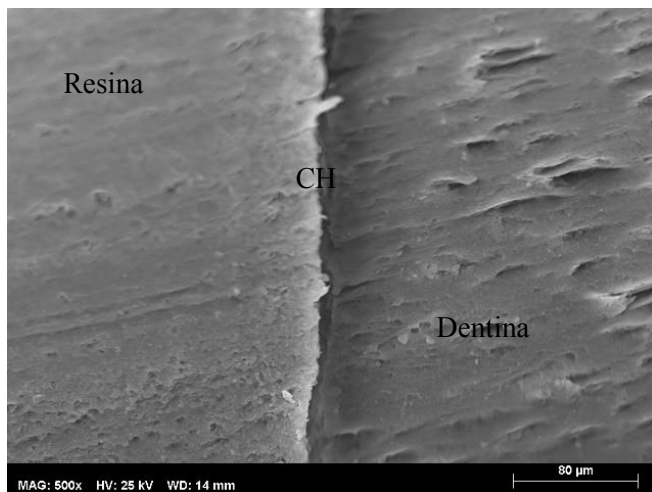


Figura 21 – Grupo irrigados com NaOCl (500x)

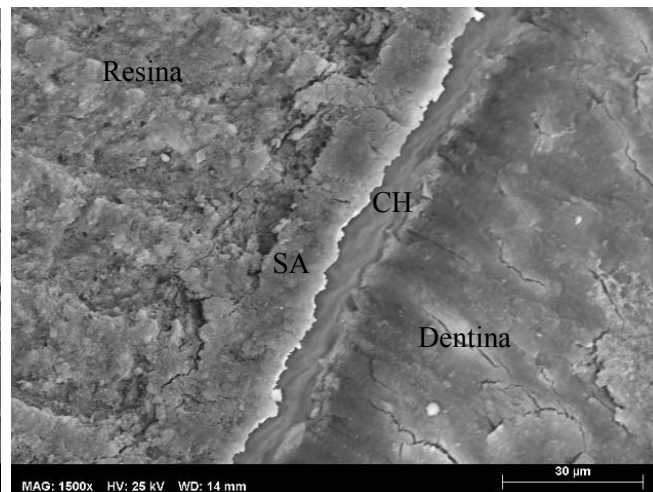


Figura 22 – Grupo irrigados com NaOCl (1500x)

Na figura 23 pode-se observar a superfície de uma interface adesiva pertencente ao **grupo E3** após ter sofrido ação da solução NaOCl e um posterior desgaste com recurso a uma broca chama de vela (ISO 504). Tal como referido no grupo controlo estas superfícies parecem estar intactas, descrevendo de cima para baixo a presença de resina composta, uma camada espessa de sistema adesivo (Optibond FL<sup>TM</sup>) a camada híbrida com ausência do *gap* e a superfície dentinária, onde a superfície apresenta estrias compatíveis com a ação mecânica e uma superfície topográfica com rugosidade de superfície acentuada em comparação com o grupo controlo, possivelmente pela ação do NaOCl e desgaste com broca.

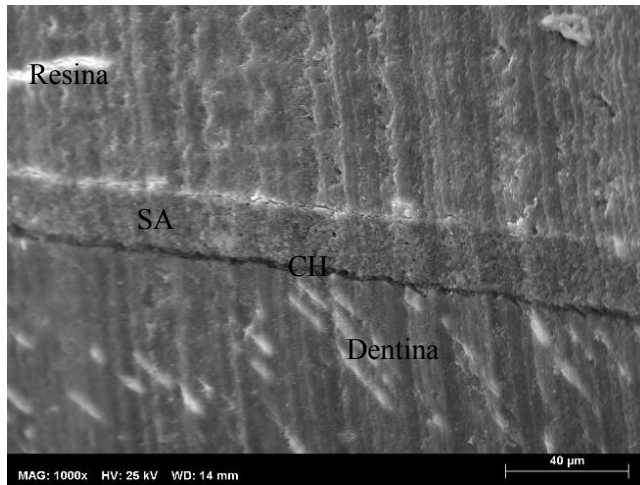


Figura 23 – Grupo irrigados com NaOCl e desgastados (1000x)

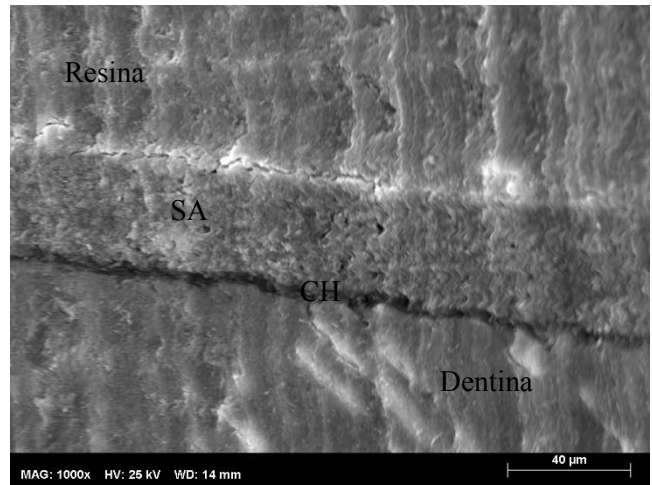


Figura 24 - Grupo irrigados om NaOCl e desgastados (1000x)

## 7. Análise Elementar por Difração de Raio-X

Na figura 25 a 27 podemos observar a análise elementar das variadas estruturas relativamente à figura 23.

No dente do grupo E3, na zona da resina composta foram detetados os seguintes elementos: Carbono (C), Oxigénio (O), Alumínio (Al) e Sílicio (Si) – figura 25. Estes elementos são constituintes dos monómeros e partículas de carga presentes na resina composta utilizada – Filtek Z250<sup>TM</sup> (3M ESPE).



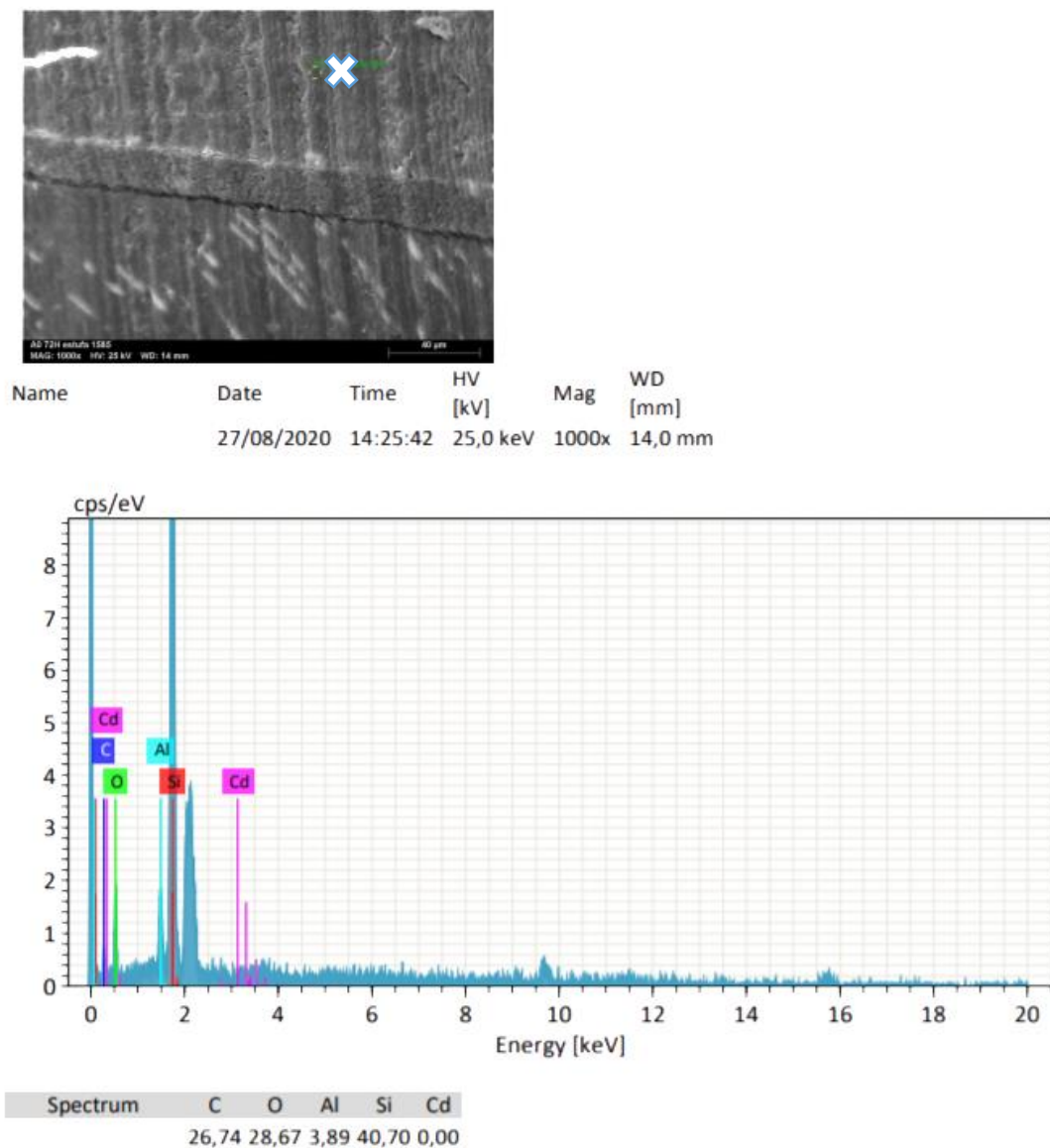


Figura 25 - Análise elementar da resina composta do grupo irrigados com NaOCl e desgastados com broca (1000x)

No dente do grupo E3, na zona do sistema adesivo foram detetados os seguintes elementos: Carbono (C), Alumínio (Al), Silício (Si), Bário (Ba) e Ouro (Au) – figura 26. Estes elementos são constituintes dos monómeros e partículas de carga presentes no sistema adesivo utilizado – Optibond FL™ (Kerr, USA). O ouro deve-se provavelmente à preparação do espécimen para análise com MEV.

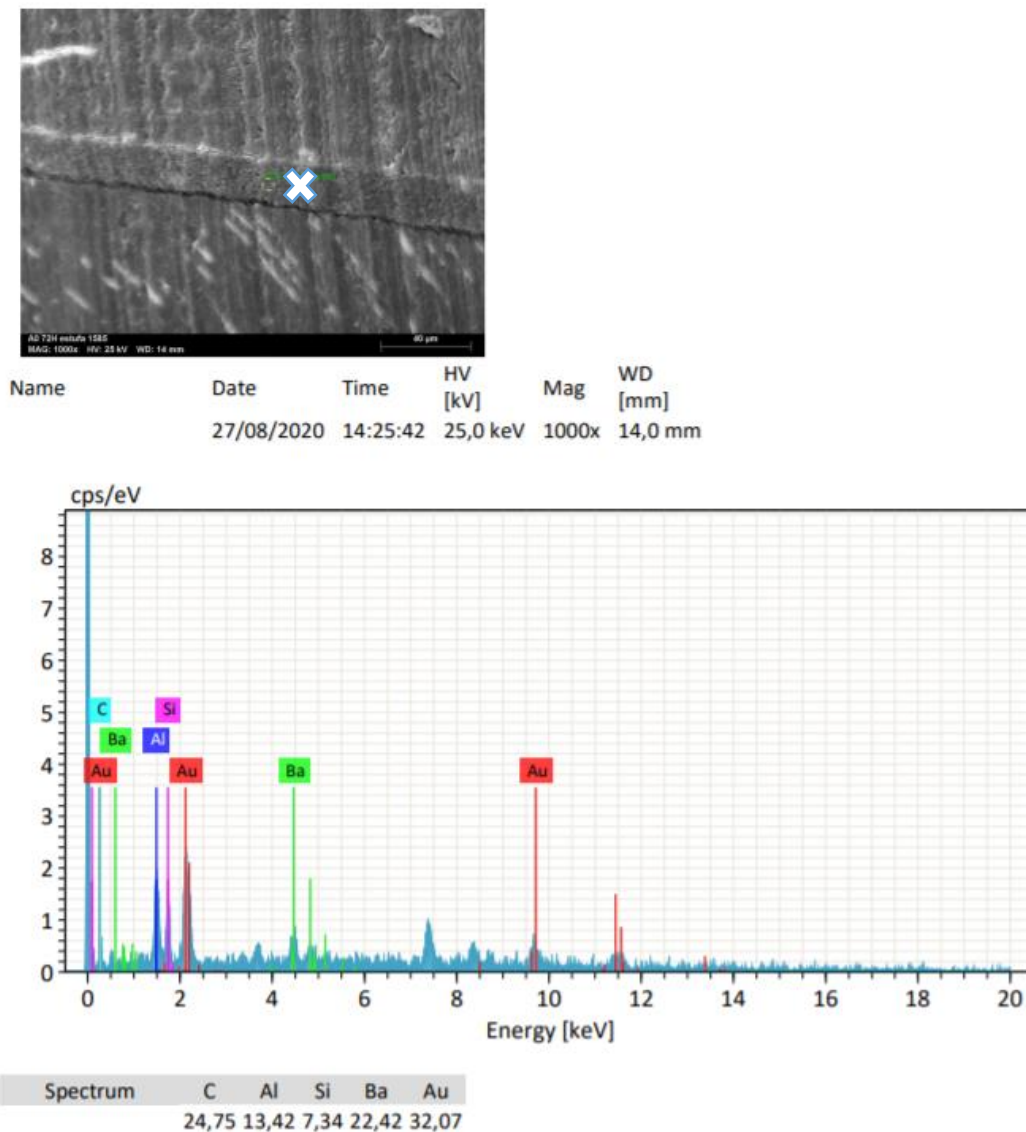
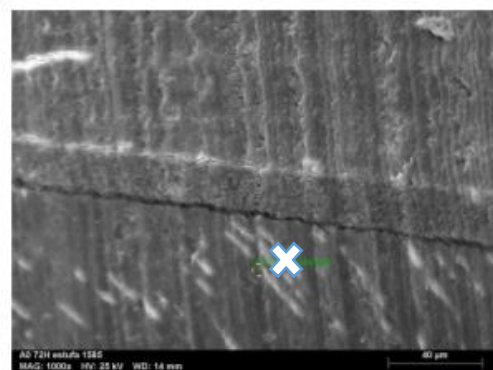
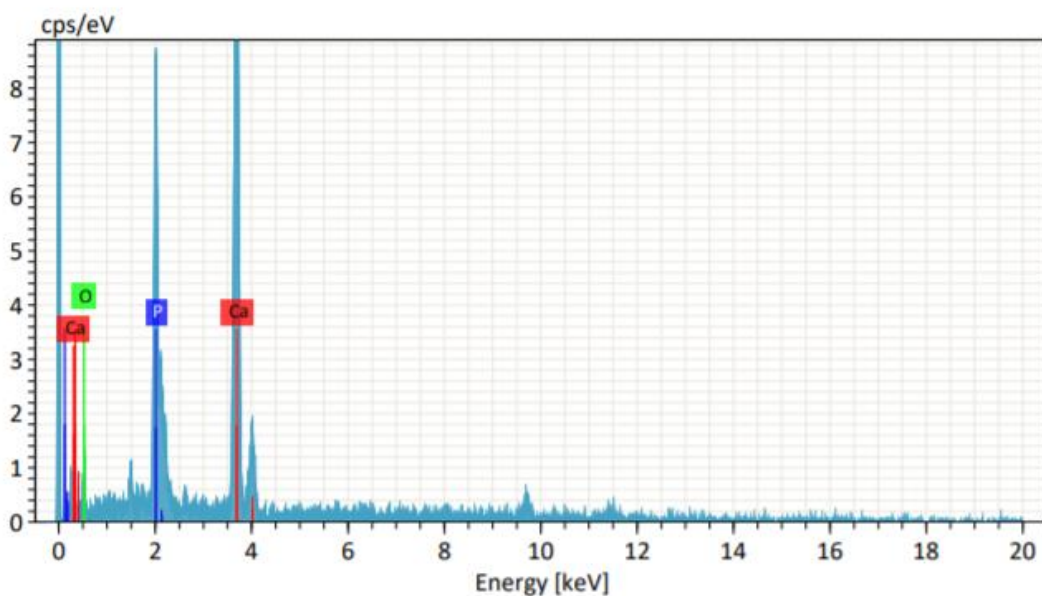


Figura 26 - Análise elementar do sistema adesivo dos grupos irrigados com NaOCl e desgastados com broca (1000x)

No dente do grupo E3, na zona do sistema adesivo foram detetados os seguintes elementos: Oxigênio (O), Fósforo (P) e Cálcio (Ca) – figura 27. Estes elementos são parte da unidade básica da dentina.



Name	Date	Time	HV [kV]	Mag	WD [mm]
	27/08/2020	14:25:42	25,0 keV	1000x	14,0 mm



Spectrum	O	P	Ca
	31,39	12,36	56,25

Figura 27 - Análise elementar da dentina do grupo irrigados com NaOCl e desgastados com broca (1000x)

Na figura 26 observamos alguns dos elementos básicos do sistema adesivo Optibond FL™, entre eles alguns constituintes do HEMA ( $\text{CCO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ) presente no primer e adesivo assim como GDMA ( $\text{H}_2\text{C}=\text{C}(\text{CH}_3)\text{CO}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ ) presente no adesivo.

Na figura 27 podemos observar vários elementos da unidade básica da dentina  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ .

## VI. DISCUSSÃO

O presente estudo teve como objetivo avaliar a qualidade da interface adesiva dentina/resina em restaurações pré-endodônticas, quando irrigadas com NaOCl durante o tratamento endodôntico, através de uma análise descritiva das imagens de MEV. Os resultados levaram a que as hipóteses nulas sejam rejeitadas, visto que se observaram diferenças na análise descritiva feita, com recurso a imagens, verificando que a irrigação com NaOCl afeta a camada híbrida das restaurações pré-endodônticas quando comparadas com o grupo controlo (E1) e o grupo de irrigados com NaOCl e desgastados (E3).

A eficácia da adesão e a integridade da camada híbrida garantem a longevidade de restaurações diretas e indiretas quando utilizados sistemas adesivos *etch-and-rinse*. Quando há degradação da interface adesiva há deterioração da adesão, o que leva à formação de *gaps* e consequente infiltração de microorganismos (Nima et al., 2020). A colocação de uma restauração direta após um tratamento endodôntico pode ser um problema devido ao facto de se saber que a irrigação com NaOCl pode interferir na adesão à dentina (Togay et al., 2006). A presença do NaOCl pode interferir na adesão através de vários mecanismos reconhecidos:

- (a) NaOCl como promotor da deproteinização da dentina, agindo como uma estratégia de adesão
- (b) envelhecendo a camada híbrida por remoção de fibras de colagénio desprotegidas
- (c) afetando a reação de polimerização dos monómeros do adesivo (Nima et al., 2020).

Em 2020, Nima *et al.* concluíram através de testes de resistência adesiva à microtração que a colocação de espécimens de dentina/resina em NaOCl durante 3 horas diminuía a sua resistência adesiva. No estudo de Nima, os autores mostraram através da análise de MEV que os *tags* de resina tendem a parecer mais porosos e frágeis após a irrigação com NaOCl. Devido à remoção das fibras de colagénio da dentina, não foi esperada a formação da camada híbrida na maioria das faces avaliadas através de MEV. Combinando a ausência da camada híbrida com os efeitos deletérios do NaOCl na reação de polimerização em monómeros do

adesivo os autores concluíram que houve comprometimento da resistência adesiva (Nima et al., 2020). No presente estudo as restaurações também foram submetidas à irrigação com NaOCl, num período mais curto (60 minutos) que no estudo de Nima. No entanto, na análise de MEV o mesmo se verificou, pois, após a irrigação com NaOCl a camada híbrida apresentava um *gap* comprometendo a resistência adesiva das restaurações.

Mais cedo que Nima, Arashiro *et al.* avaliaram a influência de soluções irrigadoras endodônticas, (NaOCl a 1% e 2,5%) e o seu efeito na resistência adesiva de dentina/resina. Estes autores concluíram que estatisticamente os valores de resistência adesiva não apresentavam diferenças, mas que a análise fratógráfica em MEV revelou a ocorrência de múltiplas fraturas mistas envolvendo a camada híbrida como também fraturas em mais de um substrato (fratura coesiva em resina, fratura coesiva em dentina) (Arashiro et al., 2010).

Yamauti *et al.*, estudaram a resistência adesiva de dois sistemas adesivos (*etch-and-rinse* e *self-etch*) após o seu armazenamento em NaOCl a 10% durante períodos diferentes, mostrando que existiram diferenças significativas na resistência adesiva após o tempo de armazenamento. Neste estudo concluiu-se que o aumento de tempo de armazenamento em NaOCl é diretamente proporcional à diminuição da resistência adesiva. Imagens fratógráficas do estudo de Yamauti revelaram a presença de uma camada híbrida em dissolução, da periferia para o centro da interface resina/dentina (Yamauti et al., 2003).

No estudo de Deng *et al.*, através de imagens representativas de MEV a baixa ampliação (100x) e a alta ampliação (2500x) observou-se a presença de espécimens fraturados na interface adesiva nos grupos armazenados com NaOCl a 10% durante 60 minutos, concluindo que a durabilidade da união não se verifica a curto prazo. No presente estudo a irrigação com NaOCl na restauração pré endodôntica também foi realizada num período de 60 minutos onde através de imagens fratógráficas de MEV se observou um *gap* na interface adesiva da restauração do grupo irrigado com NaOCl (Deng et al., 2014).

É importante salientar que nos estudos referidos anteriormente o NaOCl foi aplicado após a polimerização das resinas compostas e união da camada híbrida (Arashiro et al., 2010; Deng et al., 2014; Nima et al., 2020; Yamauti et al., 2003) onde os resultados obtidos nos testes de

microtração e nas caracterizações morfológicas de MEV demonstraram a diminuição da resistência adesiva nos grupos que tinham sido irrigados com NaOCl.

Ao contrário dos estudos referidos anteriormente onde a resistência adesiva diminuiu com a aplicação de NaOCl, Siqueira *et al.* em 2018 avaliaram o uso de NaOCl em interfaces de resina/dentina erodida, concluindo que a aplicação de NaOCl pode manter a estabilidade a longo prazo de adesivos *etch-and-rinse* e *self-etch*. Este estudo foi realizado com o intuito de estudar se a irrigação com NaOCl seria uma alternativa para minimizar a degradação de adesivos *etch-and-rinse* e *self-etch* em interfaces de resina/dentina. A conclusão deste estudo não está de acordo com os resultados desta investigação, pois no estudo presente foi utilizado um sistema adesivo *etch-and-rinse* onde não se verificou a estabilidade da camada híbrida a curto prazo. A presença de dentina erodida no estudo de Siqueira *et al.* pode ter influenciado os resultados, sendo que as superfícies de dentina erodida diferem de superfícies dentinárias sãs. A erosão remove os *smear plugs* presentes nos túbulos dentinários, assim como a remoção de matéria orgânica presente nos túbulos, resultando num maior diâmetro tubular (Siqueira *et al.*, 2018).

Em 2006, Togay *et al.* estudaram a microfiltração de interfaces resina/dentina seguindo diferentes protocolos de irrigação endodôntica. Estes autores concluíram que algumas soluções irrigantes como o NaOCl podem causar significativamente mais microfiltração nas margens gengivais (resina-dentina) de resina aderida quando comparadas com margens de esmalte. No entanto, estes autores também concluíram que a diferença entre a adesão pode depender do tipo de adesivo ou material restaurador utilizado e não da solução irrigante presente em cada protocolo (Togay *et al.*, 2006).

Outros autores não encontraram diferenças estatisticamente significantes no grupo de estudo irrigado com NaOCl. Em alguns estudos verificou-se ainda um aumento na resistência adesiva (Tanaka & Nakai, 1993; Vargas *et al.*, 1997).

A presença de proteínas de Cloramina derivadas dos radicais do NaOCl resultam numa cadeia de terminação prematura fazendo com que haja incompleta polimerização do adesivo (Hawkins & Davis 1999). Dito isto, podemos concluir que o NaOCl interfere nos radicais livres da polimerização das resinas e da sua interface. Outra possível causa para a redução da força adesiva é a presença de irrigantes e/ou os seus produtos dentro dos túbulos dentinários,

fazendo com que haja contaminação da dentina, o que pode interferir com a penetração do adesivo resinoso ou na polimerização dos monómeros resinosos (Nikaido et al., 1999). A solução de NaOCl ataca diretamente as fibras de colagénio expostas que estão presentes na camada híbrida e este problema aumenta em áreas onde há infiltração incompleta do adesivo, podendo também diminuir esta resistência adesiva através de uma reação de polimerização fraca dos monómeros (Nima et al., 2020). A irrigação com NaOCl após a polimerização das resinas é útil para testar a capacidade que os monómeros da resina têm em proteger a matriz de colagénio das interfaces, e a diminuição da resistência adesiva pode ser explicada pela degradação agressiva do colagénio que não foi incorporado com a camada híbrida. (Nima et al., 2020). O colapso das fibras de colagénio como suporte da camada híbrida pode comprometer a força de adesão (Deng et al., 2014).

Como mencionado anteriormente, a solução de NaOCl tem um efeito proteolítico inespecífico, removendo efetivamente os componentes orgânicos das restaurações em dentes onde a resina não está totalmente envolvida com o substrato dentário. Assim sendo, esta solução tem sido muito utilizada como substituta de enzimas proteolíticas. Segundo esta evidência o NaOCl é um possível meio de teste para analisar a durabilidade das ligações devido à capacidade de hidrólise das mesmas (Yamauti et al., 2003).

Visto que o NaOCl é um composto químico instável, sendo uma solução que se dissocia facilmente, este não consegue manter as mesmas propriedades e características do que quando processado (ex: identidade, concentração, qualidade, pureza e propriedades físicas e químicas) (Nicoletti et al., 2009). A sua degradação química é muitas vezes despercebida pois apenas pode ser determinada por uma análise quantitativa do seu princípio ativo ou através de outros componentes da solução. Através de estudos que determinaram a atividade do NaOCl como solvente tecidual e bactericida os autores chegaram à conclusão que o cloro é altamente instável nestas soluções principalmente devido a fatores como a presença de matéria orgânica, pH, temperatura e presença de oxigénio e luz (Nicoletti & Magalhaes, 1996). O presente estudo reuniu condições de armazenamento do NaOCl num ambiente de temperatura controlado [ $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ ] durante a sua utilização como irrigante, e armazenado numa temperatura de [ $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$ ], podendo estas temperaturas influenciar o seu comportamento e validade.



A ação do NaOCl poderá ser possível reverter com o desgaste da superfície afetada por broca, como se pode encontrar no presente estudo. Este papel negativo do NaOCl na resistência adesiva também poderá ser revertido através de antioxidantes naturais como o ácido ascórbico, ascorbato de sódio, ácido rosmarínico, extratos de chá verde e proantocianidina (extrato de semente de uva) (Abuhaimed & Neel, 2017). Estes antioxidantes podem melhorar a resistência adesiva de restaurações irrigadas com NaOCl estabilizando a interface de resina/dentina, agindo também através da remoção do reminescente de NaOCl pela da ação de oxidação/redução, introduzida como um agente facilitador de polimerização (Prasansuttiorn et al., 2011).

O ácido ascórbico, (vitamina-C solúvel em água) assim como o ascorbato de sódio, (o sal do ácido ascórbico) são ambos conhecidos pelo seu poder antioxidante. Através de estudos experimentais, como o estudo de Vongphan em 2005, concluiu-se que a aplicação de ascorbato de sódio a 10% durante 10 minutos em dentina irrigada por NaOCl pode repôr a resistência adesiva de adesivos *total-etch* (Vongphan et al., 2005). A redução da resistência adesiva através do NaOCl também foi observada nos estudos de Morris, Prasansuttiorn e Weston onde a aplicação de 10% de ácido ascórbico ou 10% de ascorbato de sódio reverteu esta diminuição adesiva (Morris et al., 2001; Prasansuttiorn et al., 2011; Weston et al., 2007). Comparando o ascorbato de sódio com o ácido ascórbico, o ascorbato de sódio é mais efetivo no aumento da resistência adesiva (Morris et al., 2001). A ação do ascorbato de sódio também tem demonstrado promover a reação de polimerização do adesivo resinoso sem a terminação prematura causada através da ação do NaOCl (Lai et al., 2001).

O extrato de ácido rosmarínico é um composto polifenólico obtido através do alecrim, contendo uma grande ação antioxidante. Para além da ação antioxidante é também inibidor das metaloproteinasas (MMP) envolvidas no processo de degradação da camada híbrida, ativadas pela ação do ácido, degradando por hidrólise tanto os monómeros como as fibras de colagénio de dentina que ficam expostas (Abuhaimed & Neel, 2017; Khoroushi & Kachuei, 2014). No estudo de Kachuei, a aplicação de 10% de ácido rosmarínico durante 2 minutos foi efetivo na redução da ação de NaOCl, mas quando comparada com outro antioxidante como o ácido ascórbico a 10%, este último foi muito mais efetivo (Khoroushi & Kachuei, 2014).

O extrato de chá verde derivado da planta *Camellia sinensis* é composto por polifenóis denominados de catequinas (ex: epicatequina, epigalocatequina, epicatequina galato). O galato de epigalocatequina e o galato de epigalocatequina são caracterizados pela sua ação de inibição das MMP (Demeule et al., 2000). Devido ao facto de também ter uma ação antibacteriana foi proposto como irrigante de canais radiculares (Pujar et al., 2011). Em 2016, Carvalho estudou a aplicação de 2% de extrato de chá verde durante 60s concluindo que esta aplicação aumentava a durabilidade da adesão à dentina em sistemas adesivos *etch-and-rinse* (Carvalho et al., 2016).

É importante comparar imagens fractográficas do presente estudo (grupo controlo) com imagens de estudos que também utilizaram o sistema adesivo Optibond FL, como é o caso do estudo de Gateva em 2012, onde podemos identificar através de magnificações semelhantes às utilizadas (750x vs 500x) que identificamos todas as estruturas referidas nesta investigação. Nas imagens de MEV observamos uma camada híbrida com cerca de 5µm onde a mesma espessura se verificou no estudo de Gateva. Em comparação com o sistema adesivo (Optibond FL), o presente estudo obteve cerca de 30µm de espessura enquanto que no estudo de Gateva obtiveram cerca 25µm de espessura. Concluimos assim que existem variadas semelhanças entre estas imagens. (Gateva, 2012)

É sabida a necessidade de utilização do isolamento absoluto durante uma endodontia onde a restauração pré-endodôntica é um requisito para a colocação do retentor. Sabe-se que o NaOCl é um composto que é utilizado rotineiramente durante a irrigação dos canais de um tratamento endodôntico, com um papel antimicrobiano, com a possibilidade de dissolver remanescentes pulpares assim como a dissolução da componente orgânica da dentina. Este químico usado durante a preparação canalar pode alterar a composição e a interação da superfície dentinária e afetar a adesão de materiais restauradores (Abuhaimed & Neel, 2017; Haapasalo et al., 2010).

Segundo o presente estudo, o efeito do NaOCl aparenta ser prejudicial para a camada híbrida, podendo pelas imagens fractográficas retiradas de MEV observar vários *gaps* nas interfaces adesivas. É importante referir que o grupo E3, em que os espécimens para além de irrigados com NaOCl foram desgastados com broca, observamos que este irrigante afeta a camada híbrida superficialmente, mas não em profundidade. Numa perspetiva futura seria

importante analisar a mesma superfície irrigada com NaOCl, mas com cortes de diferentes profundidades, ou seja, do centro para a periferia, para podermos avaliar até que profundidade o NaOCl afeta a camada híbrida. Sendo o efeito do NaOCl prejudicial para as restaurações pré-endodônticas, observamos através deste estudo que o efeito pode ser revertido desgastando a superfície das mesmas de modo a conservar a camada híbrida da melhor forma.

*Avaliação do efeito da irrigação com hipoclorito de sódio na integridade da camada híbrida em restaurações pré-endodônticas com recurso a Microscopia Eletrônica de Varrimento (MEV) e Ressonância Magnética Nuclear (RNRMN)*

## VII. CONCLUSÃO

Dos resultados obtidos nesta investigação, podemos inferir que irrigação com NaOCl afeta a adesão de restaurações pré-endodônticas, afetando a camada híbrida devido à presença de *gaps* na sua interface.

Com o presente estudo também se pode afirmar que a qualidade da camada híbrida não é comprometida quando a superfície desta interface é desgastada, concluindo que o NaOCl não afeta a camada híbrida em profundidade, mas sim superficialmente.

### 1. Relevância Clínica

O NaOCl é o irrigante mais utilizado em tratamentos endodônticos e até hoje não foi encontrado nenhum outro irrigante com as mesmas características, que o substitua. A irrigação com este soluto é constante ao longo de uma Endodontia, e por vezes as restaurações pré-endodônticas são um requisito para a colocação do retentor e isolamento absoluto. Havendo resultados semelhantes ao deste estudo, onde se conclui que o NaOCl afeta a qualidade da camada híbrida de restaurações, neste estudo complementamos também que a utilização deste irrigante pode ser realizado em restaurações pré-endodônticas pois apenas a superfície irrigada pelo NaOCl é afetada.

### 2. Perspetivas Futuras

Em investigações futuras será relevante:

- Testar a resistência adesiva de restaurações pré endodônticas submetidas a irrigação com NaOCl através de testes de microtração;
- Avaliar a ação do NaOCl na microinfiltração de restaurações pré endodônticas após envelhecimento;

- Testar a eficácia de concentrações mais altas de NaOCl na integridade da camada híbrida e da resistência adesiva;
- Avaliar a eficácia de vários agentes antioxidantes para neutralizar o efeito negativo do NaOCl;
- Avaliar a adesão de resinas compostas à superfície de restaurações pré endodônticas através de Microscopia Eletrônica de Varrimento;
- Avaliar a dissolução do irrigante NaOCl em diferentes meios ambientais

## VIII. BIBLIOGRAFIA

- AAE, American Association of Endodontics (2020). Glossary of Endodontic Terms 2020. *Glossary of Endodontic Terms*, 9, 43. <http://www.nxtbook.com/nxtbooks/aae/endodonticglossary2016/#/0>
- Abuhaimed, T. S., & Neel, E. A. A. (2017). Sodium Hypochlorite Irrigation and Its Effect on Bond Strength to Dentin. *BioMed Research International*, 2017. <https://doi.org/10.1155/2017/1930360>
- Alex, G. (2015). Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry? *Compendium of Continuing Education in Dentistry (Jamesburg, N.J. : 1995)*, 36(1).
- Anusavice, K., Shen, C., & Rawls, H. . (2012). *Materiais Dentários Phillips 12ª Ed. completo.pdf*.
- Arashiro, F., Figueiredo, J., Guerisoli, D., Pereira, K., Silva, P., & Yoshinari, H. (2010). *Avaliação da Influência das Soluções Irrigadoras Endodônticas na Resistência Adesiva Sobre a Dentina Superficial Coronária de Dentes Bovinos Analisadas em Microscópio Eletrônico de Varredura Evaluation the Influence of Endodontic Irrigants on Bond Strengt*. 8(1997), 314–318.
- Armstrong, S. R., Boyer, D. B., Keller, J. C., & Park, J. B. (1998). Effect of hybrid layer on fracture toughness of adhesively bonded dentin-resin composite joint. *Dental Materials*, 14(2), 91–98. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(98\)00014-1](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(98)00014-1)
- Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength ( $\mu$ TBS) approach. *Dental Materials*, 33(2), 133–143. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.11.015>

- Basrani, B., & Haapasalo, M. (2012). Update on endodontic irrigating solutions. *Endodontic Topics*, 27(1), 74–102. <https://doi.org/10.1111/etp.12031>
- Breschi, L., Maravic, T., Cunha, S. R., Comba, A., Cadenaro, M., Tjäderhane, L., Pashley, D. H., Tay, F. R., & Mazzoni, A. (2018). Dentin bonding systems: From dentin collagen structure to bond preservation and clinical applications. *Dental Materials*, 34(1), 78–96. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.11.005>
- Broome, J. C., Chung, K., Diefenderfer, K. E., Gonzalez-cabezas, C., Katz, B., Kelsey, W. P., McComb, D., Neme, A., Peters, T., & Vargas, M. (2003). (*issn 0361-7734*). 28(3).
- Buonocore, M. (1955). A SIMPLE METHOD OF INCREASING THE ADHESION OF ACRYLIC FILLING MATERIALS TO ENAMEL SURFACES. *Eastman Dental Dispensary*, 849–853.
- Carrilho, E., Cardoso, M., Ferreira, M. M., Marto, C. M., Paula, A., & Coelho, A. S. (2019). 10-MDP based dental adhesives: Adhesive interface characterization and adhesive stability-A systematic review. *Materials*, 12(5), 1–18. <https://doi.org/10.3390/ma12050790>
- Carvalho, A. O., Bacelar-Sá, R., Wodevotzky, O., Ambrosano, G. M. B., Magne, P. C., & Giannini, M. (2016). Bond strength and micromorphology of resin-dentin interface of etch-and-rinse dentin bonding agents after 1-year of water storage. *Applied Adhesion Science*, 4(1). <https://doi.org/10.1186/s40563-016-0073-5>
- Carvalho, C., Fernandes, F. P., Freitas, V. da P., França, F. M. G., Basting, R. T., Turssi, C. P., & do Amaral, F. L. B. (2016). Effect of green tea extract on bonding durability of an etch-and-rinse adhesive system to caries-affected dentin. *Journal of Applied Oral Science*, 24(3), 211–217. <https://doi.org/10.1590/1678-775720150518>
- Chomette, G., Auriol, M., & Vaillant, J. M. (1986). Scanning electron microscopy in oral cytology. *Diagnostic Cytopathology*, 2(2), 110–117. <https://doi.org/10.1002/dc.2840020204>



- Clarkson, R. M., & Moule, A. J. (1998). Annual costs of hypochlorite used for endodontic irrigation exclusively were obtained from general and specialist endodontic practices to give some idea. *Australian Dental Journal*, 43(4), 1–7.
- Darbeau, R. (2006). Nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy: A review and a look at its use as a probative tool in deamination chemistry. *Applied Spectroscopy Reviews*, 41(4), 401–425. <https://doi.org/10.1080/05704920600726175>
- Demeule, M., Brossard, M., Pagé, M., Gingras, D., & Béliveau, R. (2000). Matrix metalloproteinase inhibition by green tea catechins. *Biochimica et Biophysica Acta-Protein Structure and Molecular Enzymology*, 1478(1), 51–60. [https://doi.org/10.1016/S0167-4838\(00\)00009-1](https://doi.org/10.1016/S0167-4838(00)00009-1)
- Deng, D., Yang, H., Guo, J., Chen, X., Zhang, W., & Huang, C. (2014). Effects of different artificial ageing methods on the degradation of adhesive-dentine interfaces. *Journal of Dentistry*, 42(12), 1577–1585. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.09.010>
- Ding, C., Chen, Z., & Li, J. (2017). From molecules to macrostructures: Recent development of bioinspired hard tissue repair. *Biomaterials Science*, 5(8), 1435–1449. <https://doi.org/10.1039/c7bm00247e>
- Eick, J. D., Gwinnett, A. J., Pashley, D. H., & Robinson, S. J. (1997). Current concepts on adhesion to dentin. *Critical Reviews in Oral Biology and Medicine*, 8(3), 306–335. <https://doi.org/10.1177/10454411970080030501>
- Feitosa, S. A., Moura, I. G., Corazza, P. H., Bergolli, C. D., Pagani, C., Souza, R. O. A., & Valandro, L. F. (2016). Influence of drying time of adhesive systems on the bond strength between resin cement and feldspathic ceramic. *Brazilian Dental Science*, 19(1), 88. <https://doi.org/10.14295/bds.2016.v19i1.1194>
- Fusayama, T., Nakamura, M., Kurosaki, N., & Iwaku, M. (1979). Non-Pressure Adhesion of a New Adhesive Restorative Resin. *Journal of Dental Research*, 58(4), 1364–1370. <https://doi.org/10.1177/00220345790580041101>

- Gateva, N. (2012). Hybrid Layer Thickness in Primary and Permanent Teeth – a Comparison Between Total Etch Adhesives. *Journal of IMAB - Annual Proceeding (Scientific Papers)*, 18, 2(2012), 191–199. <https://doi.org/10.5272/jimab.2012182.191>
- Haapasalo, M., Shen, Y., Qian, W., & Gao, Y. (2010). Irrigation in Endodontics. *Dental Clinics of North America*, 54(2), 291–312. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2009.12.001>
- Handy, D. E., Castro, R., & Loscalzo, J. (2011). Epigenetic modifications: Basic mechanisms and role in cardiovascular disease. *Circulation*, 123(19), 2145–2156. <https://doi.org/10.1161/CIRCULATIONAHA.110.956839>
- Hargreaves, K., & Berman, L. (2008). Cohen’s Pathways of the Pulp. In *Journal of Chemical Information and Modeling* (Vol. 53, Issue 9). <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- Hashimoto, M., Ito, S., Tay, F., NR, S., Sano, H., Kaga, M., & DH, P. (2004). *Fluid Movement across the resin dentin interface during and after bonding*.
- Hawkins, C. L. & Davies, M. J. (1999) “Hyochlorite-induced oxidation of proteins in plasma: Formation of chloramines and nitrogen-centred radicals and their role in protein fragmentation,” *Biochemical Journal*, vol.340,no. 2,pp.539–548
- Heydrich, R. W. (2005). Pre-endodontic treatment restorations: A modification of the “donut” technique. *Journal of the American Dental Association*, 136(5), 641–642. <https://doi.org/10.14219/jada.archive.2005.0236>
- Hilton, T. J., Ferracane, J. L., & Broome, J. C. (2006). *Summits Fundamentals of Operative Dentistry* (M. Thomas J. Hilton, DMD, Alumni Centennial Professor in Operative Dentistry, D. of R. Dentistry, S. of Dentistry, O. H. and S. University, O. Portland, P. Jack L. Ferracane, P. and Chair, D. of R. Dentistry, B. and B. Division Director, S. of Dentistry, O. H. and S. University, O. Portland, M. James C. Broome, DDS, P. and A. D. for C. Affairs, D. of R. Sciences, S. of Dentistry, U. of A. at Birmingham, & A. Birmingham (eds.); fourth edi). Quintessence Publishing Co, Inc.

- Hulsmann, M., RÖDIG, T., & NORDMEYER, S. (2007). Complications during root canal irrigation. *Endodontic Topics*, 16(1), 27–63. <https://doi.org/10.1111/j.1601-1546.2009.00237.x>
- Ingle, J., Bakland, L., & Baumgartner, J. C. (2008). *Endodontics - Principles and Practice*.
- Inoue, S., Koshiro, K., Yoshida, Y., De Munck, J., Nagakane, K., Suzuki, K., Sano, H., & Van Meerbeek, B. (2005). Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *Journal of Dental Research*, 84(12), 1160–1164. <https://doi.org/10.1177/154405910508401213>
- Karunanayake, G., Ng, Y. L., Knowles, J. C., Delgado, A. H. S., Young, A. M., Gulabivala, K., & Nazhat, S. N. (2019). The effect of NaOCl and heat treatment on static and dynamic mechanical properties and chemical changes of dentine. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 97(January), 330–338. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.05.042>
- Katsavochristou, A., & Koumoulis, D. (2020). Current Status of Magnetic Resonance on Saliva for Oral and Dental Health Early Diagnosis. *Magnetochemistry*, 6(2), 18. <https://doi.org/10.3390/magnetochemistry6020018>
- Khoroushi, M., & Kachuei, M. (2014). Pull-out bond strength of a self-adhesive resin cement to NaOCl-treated root dentin: effect of antioxidizing agents. *Restorative Dentistry & Endodontics*, 39(2), 95. <https://doi.org/10.5395/rde.2014.39.2.95>
- Lai, S. C. N., Mak, Y. F., Cheung, G. S. P., Osorio, R., Toledano, M., Carvalho, R. M., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2001). Reversal of compromised bonding to oxidized etched dentin. *Journal of Dental Research*, 80(10), 1919–1924. <https://doi.org/10.1177/00220345010800101101>
- Łukomska-Szymańska, M., Sokołowski, J., & Łapińska, B. (2017). Degradation of a hybrid layer – Review of literature. *Journal of Stomatology*, 70(1), 88–94. <https://doi.org/10.5604/01.3001.0010.1775>

- Luque-Martinez, I. V., Perdigão, J., Minoz, M. A., Sezinando, A., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2014). Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dental Materials*, 30(10), 1126–1135. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.07.002>
- Marshall, S. J., Bayne, S. C., Baier, R., Tomsia, A. P., & Marshall, G. W. (2010). A review of adhesion science. *Dental Materials*, 26(2), 11–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.157>
- Morris, M. D., Lee, K.-W., Kelli A. Agee, B., Bouillaguet, S., & Pashley, D. H. (2001). Effects of sodium hypochlorite and RC-prep on bond strengths of resin cement to endodontic surfaces. *Journal of Endodontics*, 27(12), 753–757. <https://doi.org/10.1097/00004770-200112000-00010>
- Moszner, N., & Hirt, T. (2012). New polymer-chemical developments in clinical dental polymer materials: Enamel-dentin adhesives and restorative composites. *Journal of Polymer Science, Part A: Polymer Chemistry*, 50(21), 4369–4402. <https://doi.org/10.1002/pola.26260>
- Nakabayashi, N., Kojima, K., Matsuhara, E. (1982). Promotion of adhesion by infiltration monomers into tooth substrates. *J Biomed Mat Res.*, 16, 265–273.
- Nakabayashi, N., Nakamura, M., & Yasuda, N. (1991). Hybrid Layer as a Dentin-Bonding Mechanism. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 3(4), 133–138. <https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.1991.tb00985.x>
- Nakatani, H., Mine, A., Matsumoto, M., Tajiri, Y., Hagino, R., Yumitate, M., Ban, S., Miura, J., Minamino, T., & Yatani, H. (2020). Effectiveness of pretreatment with phosphoric acid, sodium hypochlorite and sulfinic acid sodium salt on root canal dentin resin bonding. *Journal of Prosthodontic Research*, 64(3), 272–280. <https://doi.org/10.1016/j.jpjpor.2019.08.003>

- Nicoletti, M. A., & Magalhaes, J. F. (1996). Influencia del envase y de factores ambientales en la estabilidad de la solución de hipoclorito sódico. *Boletín de La Oficina Sanitaria Panamericana*, 121(4), 301–309.
- Nicoletti, Siqueira, E. L., Bombana, A. C., & de Oliveira, G. G. (2009). Shelf-life of a 2.5% sodium hypochlorite solution as determined by Arrhenius equation. *Brazilian Dental Journal*, 20(1), 27–31. <https://doi.org/10.1590/s0103-64402009000100004>
- Nikaido, T., Takano, T., Sasafuchi, Y., Burrow, M. F. & Tagami, J. (1999) “Bond strengths to endodontically-treated teeth,” *American Journal of Dentistry*, vol.12, no.4, pp. 177-180
- Nima, G., Cavalli, V., Bacelar-Sá, R., Ambrosano, G. M. B., & Giannini, M. (2020). Effects of sodium hypochlorite as dentin deproteinizing agent and aging media on bond strength of two conventional adhesives. *Microscopy Research and Technique*, 83(2), 186–195. <https://doi.org/10.1002/jemt.23401>
- Özcan, M., Dündar, M., & Erhan Çömlekoğlu, M. (2012). Adhesion concepts in dentistry: Tooth and material aspects. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 26(24), 2661–2681. <https://doi.org/10.1080/01694243.2012.691038>
- Özcan, M., Dündar, M., & Erhan Çömlekoğlu, M. (2012). Adhesion concepts in dentistry: Tooth and material aspects. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 26(24), 2661–2681. <https://doi.org/10.1080/01694243.2012.691038>
- Ozturk, B., & Özer, F. (2004). Effect of NaOCl on bond strengths of bonding agents to pulp chamber lateral walls. *Journal of Endodontics*, 30(5), 362–365. <https://doi.org/10.1097/00004770-200405000-00013>
- Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016>

- Pashley, D., Ciucchi, B., Sano, H., & Horner, J. A. (1993). Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence International (Berlin, Germany: 1985)*, 24(9), 618–631. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/8272500>
- Perdigão, J., & Loguercio, A. D. (2014). Universal or Multi-mode Adhesives: Why and How? *The Journal of Adhesive Dentistry*, 16(2), 193–194. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a31871>
- Perdigão, J., Lopes, M., Geraldeli, S., Lopes, G. C., & García-Godoy, F. (2000). Effect of a sodium hypochlorite gel on dentin bonding. *Dental Materials*, 16(5), 311–323. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(00\)00021-X](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(00)00021-X)
- Prada, I., Micó-Muñoz, P., Giner-Lluesma, T., Micó-Martínez, P., Muwaquet-Rodríguez, S., & Albero-Montegudo, A. (2019). Update of the therapeutic planning of irrigation and intracanal medication in root canal treatment. A literature review. *Journal of Clinical and Experimental Dentistry*, 11(2), e185–e193. <https://doi.org/10.4317/jced.55560>
- Prasansuttiorn, T., Nakajima, M., Kunawarote, S., Foxton, R. M., & Tagami, J. (2011). Effect of reducing agents on bond strength to NaOCl-treated dentin. *Dental Materials*, 27(3), 229–234. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.007>
- Pratap, B., Gupta, R. K., Bhardwaj, B., & Nag, M. (2019). Resin based restorative dental materials: characteristics and future perspectives. *Japanese Dental Science Review*, 55(1), 126–138. <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2019.09.004>
- Prati, C., Chersoni, S., & Pashley, D. H. (1999). Effect of removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding. *Dental Materials*, 15(5), 323–331. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(99\)00052-4](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(99)00052-4)
- Pujar, M., Patil, C., & Kadam, A. (2011). Comparison of antimicrobial efficacy of Triphala , ( GTP ) Green tea polyphenols and 3 % of sodium hypochlorite on *Enterococcus faecalis* biofilms formed on tooth substrate : in vitro . *J. Int Oral Health*, 3(2), 23–30.

- Saber, S. E. M. & El-Askary, F. S. (2009) “The outcome of immediate or delayed application of a single-step self-etch adhesive to coronal dentin following the application of different endodontic irrigants,” *Eur J Dent*, vol.3, pp. 83–89
- Sasaki, K., Yamamoto, T., Ikawa, T., Shigeta, Y., Shigemoto, S., Ando, E., Ogawa, T., & Ihara, K. (2018). Pre-endodontic post and core technique for endodontic and prosthodontic treatment. *Journal of Contemporary Dental Practice*, 19(1), 117–122. <https://doi.org/10.5005/JP-JOURNALS-10024-2223>
- Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive - A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentaria e Cirurgia Maxilofacial*, 55(4), 194–206. <https://doi.org/10.1016/j.rpemd.2014.07.004>
- Silva E Souza, M. H., Carneiro, K. G. K., Lobato, M. F., Silva E Souza, P. A. R., & de Goes, M. F. (2010). Adhesive systems: Important aspects related to their composition and clinical use. *Journal of Applied Oral Science*, 18(3), 207–214. <https://doi.org/10.1590/s1678-77572010000300002>
- Siqueira, F. S. F., Cardenas, A. F. M., Gomes, G. M., Chibinski, A. C., Gomes, O. M. M., Bandeca, M. C., Loguercio, A. D., & Gomes, J. C. (2018). Three-Year effects of deproteinization on the in vitro durability of resin/dentin-eroded interfaces. *Operative Dentistry*, 43(1), 60–70. <https://doi.org/10.2341/16-308-L>
- Spencer, P., Ye, Q., Song, L., Parthasarathy, R., Boone, K., Misra, A., & Tamerler, C. (2019). Threats to adhesive/dentin interfacial integrity and next generation bio-enabled multifunctional adhesives. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials*, 107(8), 2673–2683. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.34358>
- Takamizawa, T., Imai, A., Hirokane, E., Tsujimoto, A., Barkmeier, W. W., Erickson, R. L., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2019). SEM observation of novel characteristic of the dentin bond interfaces of universal adhesives. *Dental Materials*, 35(12), 1791–1804. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.10.006>

- Tanaka, J., & Nakai, H. (1993). Application of Root Canal Cleaning Agents having Dissolving Abilities of Collagen to the Surface Treatment for Enhanced Bonding of Resin to Dentin. *Dental Materials Journal*, 12(2), 196–208. <https://doi.org/10.4012/dmj.12.196>
- Tay, F. R., Hashimoto, M., Pashley, D. H., Peters, M. C., Lai, S. C. N., Yiu, C. K. Y., & Cheong, C. (2003). Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *Journal of Dental Research*, 82(7), 537–541. <https://doi.org/10.1177/154405910308200710>
- Togay, B., Ataç, A., & Cehreli, Z. C. (2006). Microleakage and micromorphology of the resin-dentin interface in primary molars following different endodontic irrigation regimens. *Journal of Clinical Pediatric Dentistry*, 31(2), 98–103. <https://doi.org/10.17796/jcpd.31.2.qx391743g32v586r>
- Vaidyanathan, T. K., & Vaidyanathan, J. (2009). Recent advances in the theory and mechanism of adhesive resin bonding to dentin: A critical review. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials*, 88(2), 558–578. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.31253>
- Van Landuyt, K. L., Snauwaert, J., De Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., Coutinho, E., Suzuki, K., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 28(26), 3757–3785. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2007.04.044>
- Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (2003). Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. *Operative Dentistry*, 28(3), 215–235.
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Van Landuyt, K., Yoshida, Y., & Peumans, M. (2020). From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 22(1), 7–34. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43994>

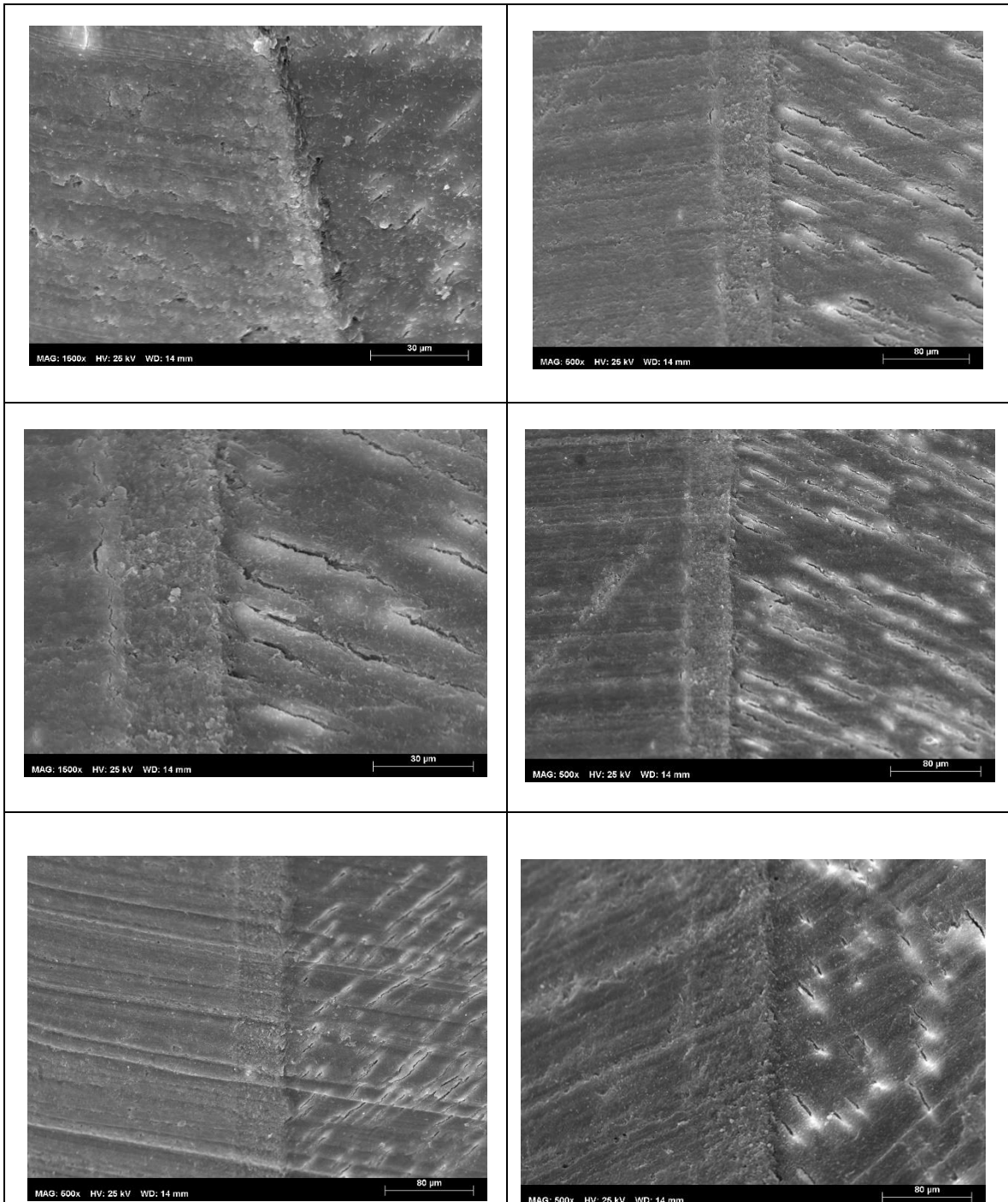


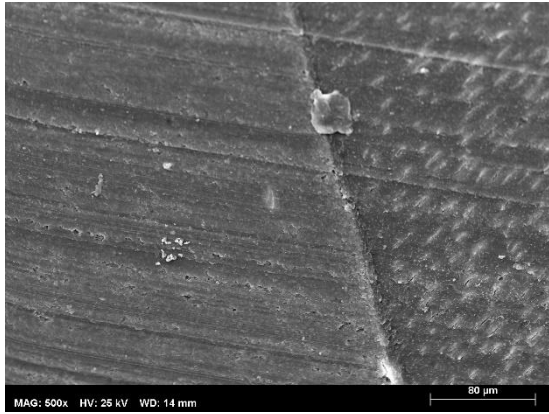
- Vargas, M. A., Cobb, D. S., & Armstrong, S. R. (1997). Resin-dentin shear bond strength and interfacial ultrastructure with and without a hybrid layer. *Operative Dentistry*, 22(4), 159–166.
- Vongphan, N., Senawongse, P., Somsiri, W., & Harnirattisai, C. (2005). Effects of sodium ascorbate on microtensile bond strength of total-etching adhesive system to NaOCl treated dentine. *Journal of Dentistry*, 33(8), 689–695.  
<https://doi.org/10.1016/j.jdent.2005.01.008>
- Wakabayashi Y.,Kondou,Y.,Suzuki K., Yatani, H., & Yamashita, A. (1994) “Effect of dissolution of collagen on adhesion to dentin,” *International Journal of Prosthodontics*,vol.7,no. 4,pp. 302–306
- Weston, C. H., Ito, S., Wadgaonkar, B., & Pashley, D. H. (2007). Effects of Time and Concentration of Sodium Ascorbate on Reversal of NaOCl-Induced Reduction in Bond Strengths. *Journal of Endodontics*, 33(7), 879–881.  
<https://doi.org/10.1016/j.joen.2007.04.004>
- Yamauti, M., Hashimoto, M., Sano, H., Ohno, H., Carvalho, R. M., Kaga, M., Tagami, J., Oguchi, H., & Kubota, M. (2003). Degradation of resin-dentin bonds using NaOCl storage. *Dental Materials*, 19(5), 399–405. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(02\)00083-0](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(02)00083-0)
- Yoshida, Y., Nagakane, K., Nakayama, Y., Okazaki, M., & Shintani, H. (2015). *Comparative Study on Adhesive Performance of Functional Monomers*. 454–458.
- Zhou, X., Huang, X., Li, M., Peng, X., Wang, S., Zhou, X., & Cheng, L. (2019). Development and status of resin composite as dental restorative materials. *Journal of Applied Polymer Science*, 136(44), 1–12. <https://doi.org/10.1002/app.48180>
- Zia, K., Siddiqui, T., Ali, S., Farooq, I., Zafar, M. S., & Khurshid, Z. (2019). Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy for Medical and Dental Applications: A Comprehensive Review. *European Journal of Dentistry*, 13(1), 124–128.  
<https://doi.org/10.1055/s-0039-1688654>

*Avaliação do efeito da irrigação com hipoclorito de sódio na integridade da camada híbrida em restaurações pré-endodônticas com recurso a Microscopia Eletrônica de Varrimento (MEV) e Ressonância Magnética Nuclear (RNRMN)*

# ANEXOS

## MEV- fotografias do Grupo Controlo

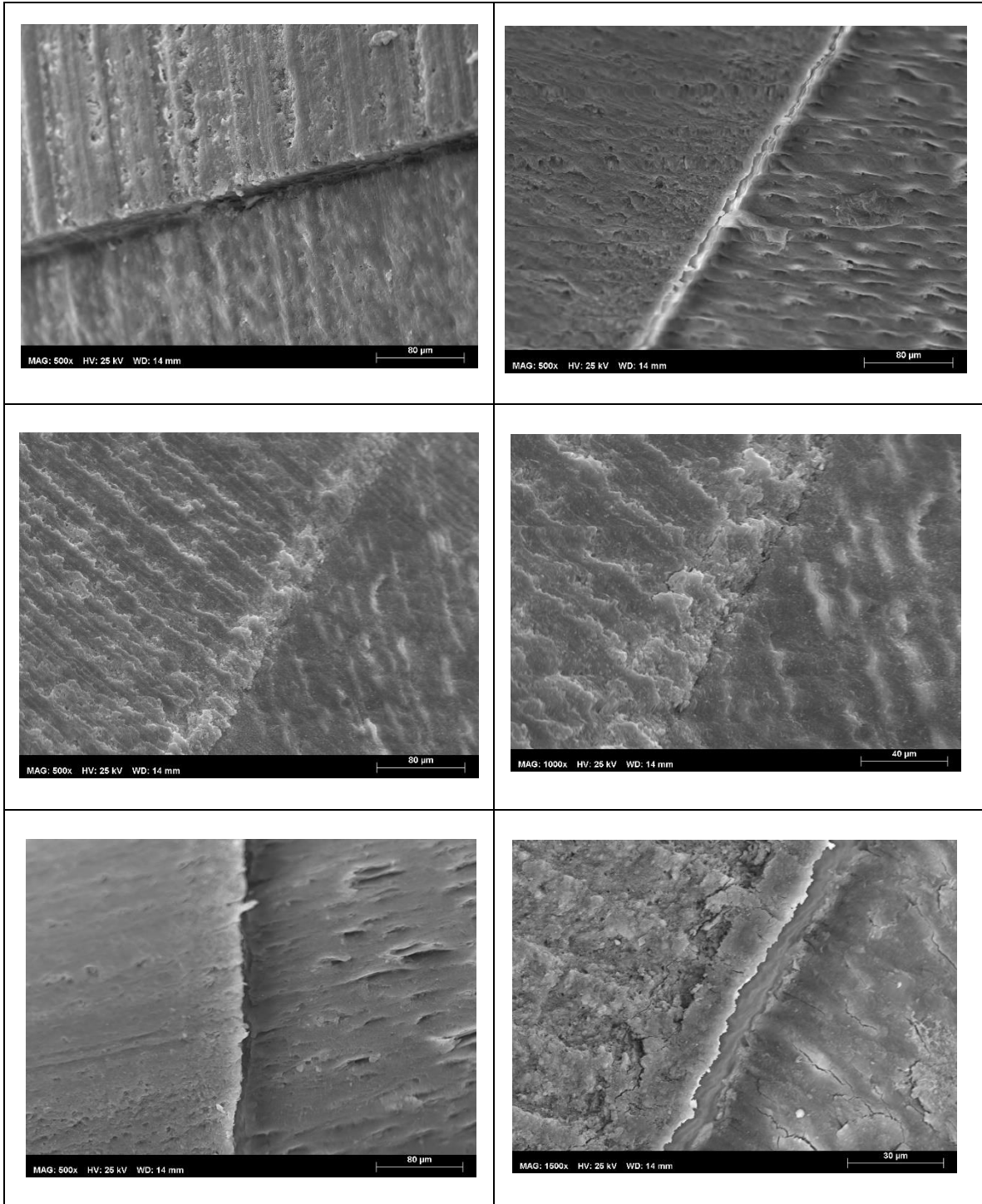


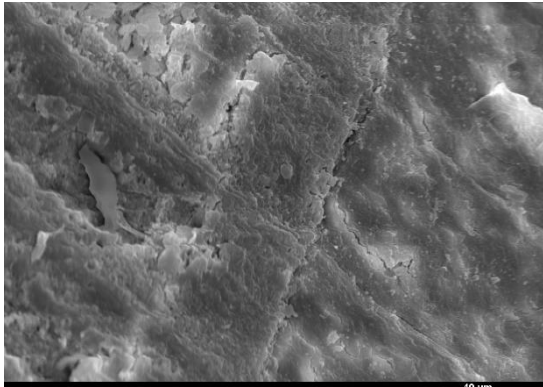


MAG: 500x HV: 25 kV WD: 14 mm

80 μm

Fotografias MEV do Grupo 2 – Irrigados com NaOCl

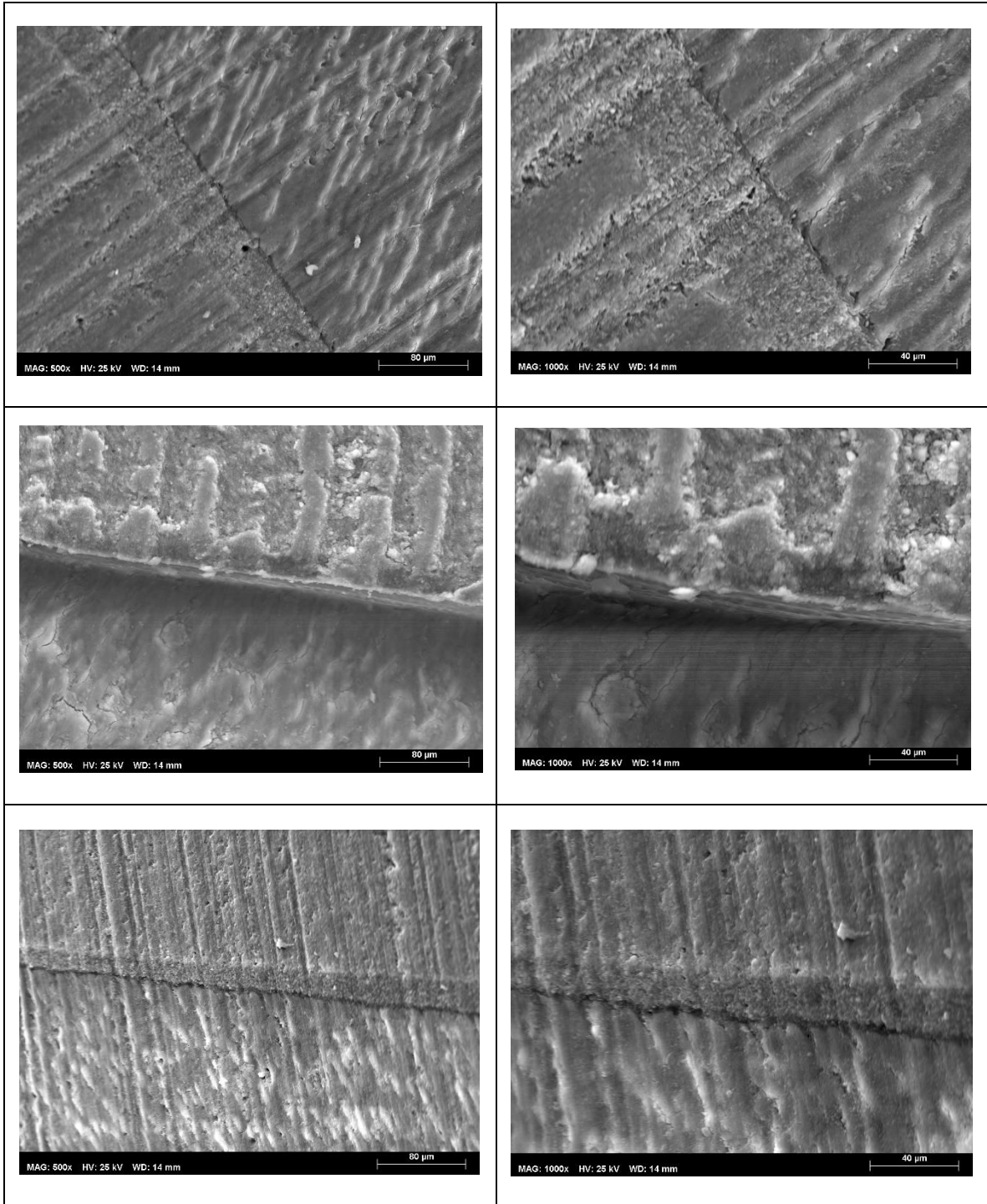


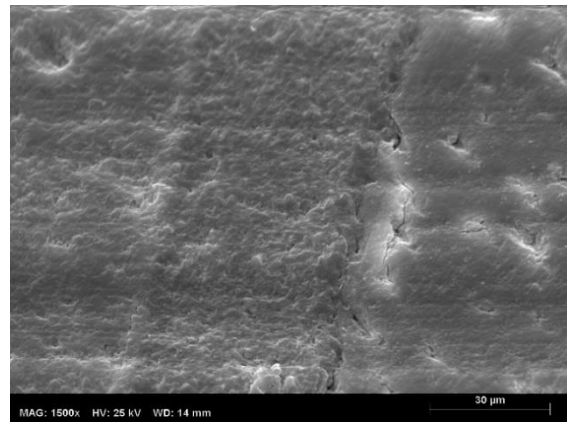
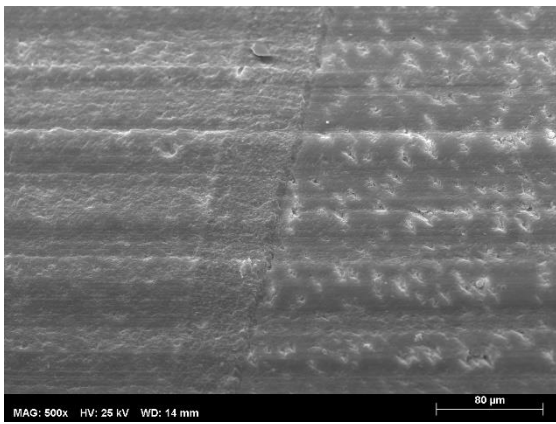
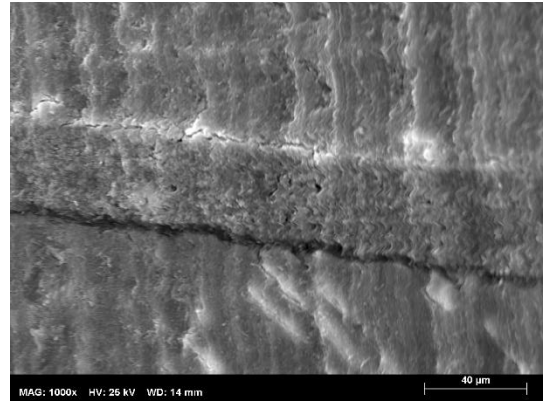
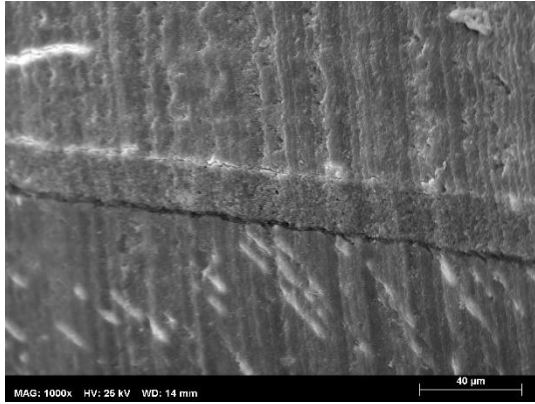


MAG: 1000x HV: 25 kV WD: 14 mm

40 μm

Fotografias MEV do Grupo 3 – Irrigados com NaOCl e desgastados









Proc. Interno nº 851

Ex.ma Senhora  
**Maria do Mar Machado**

Monte de Caparica, 20 de fevereiro de 2020

Ex.ma Senhora,

Em resposta ao Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado "Avaliação do efeito da irrigação com Hipoclorito de sódio na integridade da camada hidrídica em restaurações pré-endonticas com recurso a microscopia eletrónica de varrimento (MEV) e ressonância, foi aprovado por unanimidade.

Com os melhores cumprimentos,

A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz

  
Prof. Doutora Maria Fernanda de Mesquita



## Declaração da Direção Clínica para cedência de dentes do BDH para realização do trabalho de projeto final do Mestrado Integrado de Medicina Dentária

Código | IMP.CDEM.04\_01

IDENTIFICAÇÃO DO ESTUDANTE: Maria do Mar Gomes Ferreira de Sá Machado

TÍTULO DO TRABALHO: Avaliação da Irrigação com Hipoclorito de Sódio e o seu efeito na camada híbrida de restaurações pré endodónticas com recurso a Microscopia Eletrónica de Varrimento (MEV) e Ressonância Magnética Nuclear (RNMN)

Excelentíssima Professora Doutora Fernanda de Mesquita – Presidente da Comissão de Ética,

O(a) aluno(a) Maria do Mar Sá Machado pode utilizar dentes molares do Banco de Dentes Humanos (BDH) da Clínica Dentária Egas Moniz (CDEM).

Aguardo a aprovação da Comissão Científica e da Comissão de Ética, para cedência dos dentes.

Atenciosamente, com os melhores cumprimentos

Monte da Caparica, 9 de janeiro de 2020

Direção Clínica