

## Efeito de diferentes irrigantes finais na resistência união de um cimento de silicato de cálcio – estudo *in vitro*

*Effect of different final irrigants on the bond strength of a calcium silicate cement – in vitro study*

Francisco Baccega<sup>1</sup>  
Yuri Dal Bello<sup>2</sup>

### Resumo

Objetivo: Este estudo teve como objetivo avaliar a resistência de união do cimento Biodentine® à dentina radicular após a utilização de diferentes irrigantes finais. Método: Vinte dentes humanos extraídos tiveram seu terço médio radicular cortado em fatias que foram submersas em hipoclorito de sódio 2,5% e posteriormente divididas aleatoriamente em 4 grupos experimentais (n=15) conforme o irrigante final utilizado (1) água destilada (controle), (2) QMix™, (3) ácido cítrico 10%, (4) EDTA 17%. Após a imersão na substância teste as amostras foram preenchidas com o cimento Biodentine e imersas em solução salina tamponada com fosfato (PBS) por um período de 7 dias. O teste de push out foi realizado e os valores de resistência de união em Mpa foram obtidos. Os dados foram analisados pelos testes de Kruskal Wallis e Student- Newman-Keuls. Resultados: Os piores valores de união foram obtidos após a utilização do EDTA enquanto a água destilada, o QMix e o ácido cítrico apresentaram resultados estatisticamente semelhantes entre si. Conclusão: A remoção da smear layer não resultou em melhora nos resultados de união do cimento Biodentine.

Palavras-chave: silicato de cálcio; ácido etilenodiaminotetracético; dentina; endodontia

<http://dx.doi.org/10.5335/rfo.v28i1.15100>

<sup>1</sup> Aluno de pós-graduação em endodontia, curso de odontologia da Universidade de Passo Fundo.

<sup>2</sup> Professor do curso de odontologia da Universidade de Passo Fundo.

## Introdução

A instrumentação dos canais radiculares produz uma camada de esfregaço nas paredes dentinárias, denominada de *smear layer*, composta por material orgânico e inorgânico além de restos pulpares e microrganismos <sup>1</sup> e sua remoção, é demonstrada como favorável em aspectos como selamento do canal radicular e melhora no efeito antimicrobiano das substâncias químicas auxiliares <sup>2, 3</sup>.

O ácido etilenodiaminotetracético (EDTA) é o irrigante final mais comumente utilizado para a remoção da *smear layer* <sup>4</sup>. Contudo, essa solução, assim como o ácido cítrico, tem demonstrado efeitos deletérios como erosão na dentina radicular <sup>5</sup> além disso, é reportado que o EDTA pode causar efeitos indiretos no metabolismo celular levando a alterações nas funções dos macrófagos <sup>6</sup>. O ácido cítrico, apesar de apresentar efeito antimicrobiano, demonstrou efeito citotóxico mesmo em baixa concentração <sup>7</sup>.

O QMix (Dentsply, Johnson City, EUA) é um irrigante endodôntico composto por EDTA, clorexedina e um detergente. Este composto, apresenta a capacidade de remover *smear layer* dos túbulos dentinários <sup>8</sup>. É relatado que este irrigante tem ação antimicrobiana contra bactérias na forma de biofilme <sup>9</sup> além de apresentar ação quelante semelhante ao EDTA <sup>10</sup>.

O Biodentine (Septodont, Saint-Maur-des-Fossés, França) é um cimento à base de silicato de cálcio que libera hidróxido de cálcio na sua reação de presa, além disso, é relatado que na presença de fluido tecidual uma camada interfacial de hidroxiapatita é formada sugerindo uma união química entre cimento e dentina <sup>11</sup>. Tem sido relatado que a remoção da *smear layer* pode interferir no selamento deste cimento pois o tamanho das partículas destes é maior do que túbulos dentinários impedindo a sua penetração e afetando negativamente a sua capacidade seladora <sup>12, 13</sup>. Contudo, outro estudo demonstrou não haver interferência dos agentes quelantes como EDTA e QMix na resistência de união deste cimento <sup>14</sup>.

Assim, o objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união do cimento Biodentine após a utilização de diferentes substâncias quelantes. A hipótese testada é de que as substâncias quelantes não interferem na resistência de união do material quando submetido ao teste de *push out*.

## Materiais e Métodos

Este projeto foi aprovado pelo comitê de ética em pesquisa da Universidade de Passo Fundo sob número 887.051. Foram utilizados 20 dentes humanos unirradiculares extraídos obtidos do Biobanco de dentes. Os dentes foram limpos e armazenados em ambiente refrigerado até o momento da pesquisa.

As coroas dos dentes foram removidas com utilização de disco dupla face permanecendo um remanescente radicular de 15 mm. A polpa foi removida com utilização de instrumentos manuais

e irrigação com soro fisiológico. Foram realizados dois cortes separando o terço cervical e o terço apical da raiz, sendo utilizados para a sequência do estudo somente o terço médio. Os canais foram ampliados utilizando brocas Gates Glidden números #2 a 5, determinando um diâmetro aproximado de 1,3 mm. Este preparo foi realizado utilizando soro fisiológico como substância química auxiliar.

O terço médio obtido foi cortado em fatias de 1 mm ( $\pm 0,02$ ) em uma cortadora metalográfica (Struers, Copenhagen, Dinamarca) obtendo-se 3 fatias por elemento dental (n=15). Estas fatias foram imersas em hipoclorito de sódio pelo tempo de 30 min<sup>15</sup>. As amostras foram irrigadas com água destilada e posteriormente foram distribuídos aleatoriamente em um dos seguintes grupos, de acordo com a substância quelante utilizada:

Grupo 1- Água destilada (controle).

Grupo 2 – QMix

Grupo 3- Ácido cítrico 10%

Grupo 4 – EDTA 17%

As amostras foram imersas nas substâncias teste pelo tempo de 3 min, foram lavadas com soro fisiológico e deixadas para secar.

O cimento Biodentine (Tabela 1) foi manipulado conforme as instruções do fabricante em um misturador automático e posteriormente inserido nas amostras. Para acomodação correta do material as fatias foram posicionadas sobre uma placa de vidro e o material condensado no interior da amostra com auxílio de condensadores manuais sendo o excesso de material removido com um instrumento afiado.

Tabela 1 – Composição do Biodentine.

Componente	Composição
Pó	Silicato tricálcico Óxido de zircônio Óxido de cálcio Carbonato de cálcio Pigmento amarelo Pigmento vermelho Óxido de ferro marrom
Líquido	Cloreto de cálcio dihidratado Areo Água purificada

Posteriormente à inserção do material, as raízes foram imersas em uma solução salina tamponada com fosfato (*PBS solution*) por um período de 7 dias.

As amostras foram submetidas ao teste de *push out* com uma velocidade de teste de 0,5 mm/min em uma máquina de ensaios universal (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, Brasil). Os resultados da resistência de união foram obtidos em MPa (megapascals) dividindo-se a força em N

(Newtons) obtida no momento da fratura e a área de união: Resistência (Mpa) = F (N)/ A (mm<sup>2</sup>). A área de união foi determinada através das seguintes fórmulas:

$$(\pi r_1 + \pi r_2) \times L$$

Onde L foi calculado através de:

$$\sqrt{(r_1 - r_2)^2 + h^2}$$

Onde  $\pi$  é a constante 3,14,  $r_1$  é o raio menor e  $r_2$  é o raio maior que foram obtidos através da fórmula  $R = P / \pi^2$  onde R é o raio e P o perímetro (P) da luz do canal, h é a altura da amostra medida em mm (Figura 1)

Os resultados apresentaram uma distribuição não paramétrica, desta forma, os testes de Kruskal Wallis e Student- Newman-Keuls foram utilizados para análise.

## Resultados

Os resultados da resistência de união são apresentados no gráfico 1.

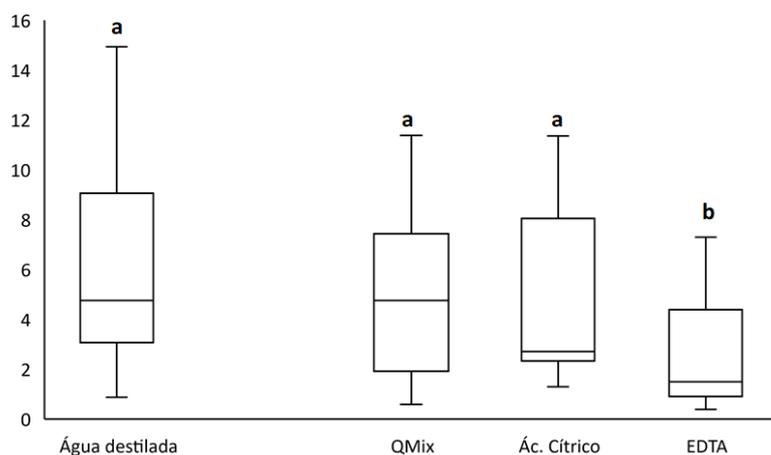


Gráfico 1- Resistência de união (MPa) e os intervalos interquartil dos grupos  
\*letras diferentes representam diferença estatisticamente significativa

Os maiores valores de união foram apresentados pela substância QMix e água destilada seguidos pelo ácido cítrico 10% que não demonstrou diferença estatisticamente significativa dos primeiros. Os menores valores foram obtidos com o uso do quelante EDTA 17%.

## Discussão

A formação de um bom selamento é um dos principais objetivos da obturação do sistema de canais radiculares sendo isso intimamente ligado as substâncias irrigadoras e aos cimentos obturadores utilizados <sup>11</sup>. Os cimentos de silicato de cálcio liberam hidróxido de cálcio durante a sua hidratação e estudos tem demonstrado haver a formação de *tags* destes cimentos na dentina do

canal radicular além de uma interação interfacial na zona mineral de infiltração, sugerindo assim, a formação de união química entre estes cimentos e a dentina radicular <sup>16,17</sup>.

Os resultados do presente estudo demonstraram que o uso do EDTA gerou os menores valores de união quando comparado aos demais grupos, rejeitando parcialmente a hipótese do estudo. Resultados semelhantes foram apresentados por outros estudos onde a remoção da *smear layer* foi prejudicial à união dos cimentos de silicato de cálcio à dentina <sup>12,18,19</sup>. Isso pode ser atribuído principalmente a inabilidade dos cimentos de silicato de cálcio de penetrar nos túbulos dentinários devido ao tamanho das partículas do cimento (2.44 - 3.05  $\mu\text{m}$ ) em comparação aos túbulos dentinários (0.9 – 2.5  $\mu\text{m}$ ) <sup>19</sup>. Apesar disso, o QMix demonstrou resultados estatisticamente superiores ao EDTA e semelhantes ao grupo controle. O estudo de Bidar et al., 2014 <sup>20</sup> comparou os cimentos biocerâmicos MTA Fillapex e o iRoot SP, e demonstrou que a remoção da *smear layer* não teve efeito na resistência de união dos mesmos.

O teste de *push-out* tem por objetivo avaliar a resistência de união do material teste às paredes dentinárias. O presente estudo avaliou a resistência de união do cimento Biodentine à dentina radicular utilizando diferentes irrigantes finais. As amostras foram colocadas em solução salina tamponada com fosfato (*PBS solution*) por um período de 7 dias. É relatado que essa interação pode aumentar a resistência de união dos cimentos de silicato de cálcio pois ocorre uma precipitação de hidroxiapatita formando extensões que penetram nos túbulos dentinários <sup>21</sup>. Os valores de resistência de união apresentados na literatura para o cimento Biodentine variam de 7.18 a 8.79 Mpa <sup>11, 15</sup>, contudo, no presente estudo, apesar de algumas amostras terem atingido valores semelhantes, os valores médios/mediana apresentados foram inferiores aos citados. Resultados semelhantes foram apresentados por um estudo <sup>21</sup>, onde a imersão das amostras em solução de fosfato (PBS) reduziu os valores de união do cimento Biodentine. Segundos os autores, isso ocorre devido a presença de um polímero modificado de policarboxilato presente no líquido do produto que age como um agente redutor de água. Quando misturados, os grãos do cimento tendem a absorver parte do líquido e esse agente redutor impede uma absorção maior de água garantindo maior plasticidade ao cimento. Contudo, quando em contato com o PBS, é possível que o Biodentine tenha maior quantidade de água disponível, conseqüentemente apresentando maior dispersão de partículas, permitindo assim, a incorporação de ar e facilitando a formação de poros.

No presente estudo, o ácido cítrico demonstrou resultados superiores ao EDTA enquanto no estudo de Buldur et al., 2019 <sup>22</sup> o EDTA foi superior. Os autores atribuíram os resultados à maior capacidade do EDTA em remover *smear layer* comparado ao ácido cítrico, contudo, é importante ressaltar que as amostras forma armazenadas em gaze úmida enquanto no nosso estudo as amostras forma armazenadas em uma solução tampão fosfato que pode ter influenciado nos resultados conforme já mencionado previamente.

Os resultados do QMix podem estar associados a presença da clorexedine na sua composição, portanto, mais estudos devem ser desenvolvidos para tentar elucidar melhor estes achados. Outro ponto importante é que os resultados apresentados demonstram que a remoção da *smear layer* não teve influência no caso do QMix e ácido cítrico ou influenciou negativamente nos

valores de união do cimento Biodentine. Desta forma, o uso de substâncias quelantes parece não ser indicado quando este cimento for utilizado.

## Conclusão

Dentro das limitações deste estudo, é possível verificar que a remoção *da smear layer* não resultou em melhora nos resultados de união do cimento Biodentine. O uso do EDTA influenciou negativamente os resultados encontrados, desta forma, a hipótese do estudo foi parcialmente rejeitada.

## Abstract

Objective: This study aimed to evaluate the bond strength of Biodentine® cement to root dentin after the use of different final irrigants. Method: Twenty extracted human teeth had their middle root third cut into slices that were submerged in 2.5% sodium hypochlorite and then randomly divided into 4 experimental groups (n=15) according to the final irrigant used (1) distilled water (control), (2) QMix™, (3) 10% citric acid, (4) 17% EDTA. After immersion in the test substance the samples were filled with Biodentine cement and immersed in phosphate buffered saline (PBS) for a period of 7 days. The push out test was performed and the bond strength values in MPa were obtained. The data were analyzed by Kruskal Wallis and Student- Newman-Keuls tests. Results: The worst bond values were obtained after using EDTA while distilled water, QMix and citric acid showed statistically similar results to each other. Conclusion: Removal of the smear layer did not result in improved bonding results of Biodentine cement.

## Referências

1. Pashley, D. H. Smear layer: overview of structure and function. *Proc. Finn. Dent. Soc.* 88 Suppl 1, 215–224 (1992).
2. Shahravan, A., Haghdoost, A. A., Adl, A., Rahimi, H. & Shadifar, F. Effect of smear layer on sealing ability of canal obturation: a systematic review and meta-analysis. *J. Endod.* 33, 96–105 (2007).
3. Morago, A. *et al.* Influence of Smear Layer on the Antimicrobial Activity of a Sodium Hypochlorite/Etidronic Acid Irrigating Solution in Infected Dentin. *J. Endod.* (2016) doi:10.1016/j.joen.2016.07.023.
4. Çalt, S. & Serper, A. Time-dependent effects of EDTA on dentin structures. *J. Endod.* 28, 17–19 (2002).
5. Qian, W., Shen, Y. & Haapasalo, M. Quantitative analysis of the effect of irrigant solution sequences on dentin erosion. *J. Endod.* 37, 1437–1441 (2011).
6. Segura, J. J. *et al.* The disodium salt of EDTA inhibits the binding of vasoactive intestinal peptide to macrophage membranes: Endodontic implications. *J. Endod.* 22, 337–340 (1996).
7. Giardino, L. *et al.* Can the Concentration of Citric Acid Affect Its Cytotoxicity and Antimicrobial Activity? *Dent. J.* 10, 1–13 (2022).
8. Eliot, C. *et al.* The effect of the irrigant QMix on removal of canal wall smear layer: An ex vivo study. *Odontology* 102, 232–240 (2014).
9. Stojicic, S., Shen, Y., Qian, W., Johnson, B. & Haapasalo, M. Antibacterial and smear layer removal ability of a novel irrigant, QMiX. *Int. Endod. J.* 45, 363–371 (2012).
10. Nogo-Živanović, D., Kanjevac, T., Bjelović, L., Ristić, V. & Tanasković, I. The effect of final irrigation with MTAD, QMix, and EDTA on smear layer removal and mineral content of root canal dentin. *Microsc. Res. Tech.* 82, 923–930 (2019).
11. El-Ma'Aita, A. M., Qualtrough, A. J. E. & Watts, D. C. The effect of smear layer on the push-out bond strength of root canal calcium silicate cements. *Dent. Mater.* 29, 797–803 (2013).
12. Yildirim, T. *et al.* Effect of smear layer and root-end cavity thickness on apical sealing ability of MTA as a root-end filling material: A bacterial leakage study. *Oral Surgery, Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endodontology* 109, 67–72 (2010).
13. Ballal, V. *et al.* Effects of chelating agent and acids on Biodentine. *Aust. Dent. J.* 63, 170–176 (2018).
14. Elnaghy, A. M. Influence of QMix irrigant on the micropush-out bond strength of biodentine and white mineral trioxide aggregate. *J. Adhes. Dent.* 16, 277–83 (2014).
15. Gunecer, M. B., Akbulut, M. B. & Eldeniz, A. U. Effect of various endodontic irrigants on the push-out bond strength of biodentine and conventional root perforation repair materials. *J. Endod.* 39, 380–384 (2013).
16. Sarkar, N. K., Caicedo, R., Ritwik, P., Moiseyeva, R. & Kawashima, I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *J. Endod.* 31, 97–100 (2005).
17. Atmeh, A. R., Chong, E. Z., Richard, G., Festy, F. & Watson, T. F. Dentin-cement interfacial interaction: Calcium silicates and polyalkenoates. *J. Dent. Res.* 91, 454–459 (2012).
18. Estrela, C. *et al.* Microbial leakage of MTA, Portland cement, Sealapex and zinc oxide-eugenol as root-end filling materials. *Med. Oral Patol. Oral Cir. Bucal* 16, 418–424 (2011).
19. do Carmo, S. S. *et al.* Influence of early mineral deposits of silicate- and aluminate-based cements on push-out bond strength to root dentine. *Int. Endod. J.* 1–10 (2017) doi:10.1111/iej.12791.
20. Bidar, M., Sadeghalhoseini, N., Forghani, M. & Attaran, N. Effect of the smear layer on apical seals produced by two calcium silicate-based endodontic sealers. *J. Oral Sci.* 56, 215–219 (2014).
21. Cechella, B. C. *et al.* Influence of phosphate buffered saline on the bond strength of endodontic cement to dentin. *Brazilian J. Oral Sci.* 14, 126–129 (2015).
22. Buldur, B., Öznurhan, F. & Kaptan, A. The effect of different chelating agents on the push-out bond strength of proroot mta and endosequence root repair material. *Eur. Oral Res.* 53, 88–93 (2019).

**Endereço para correspondência:**

Yuri Dal Bello  
Rua Julho de Castilhos, nº 38, Bairro Centro  
CEP 99010-690 – Passo Fundo, RS, Brasil.  
Telefone: (54)996376225  
E-mail: yuri@upf.br

*Recebido em: 10/08/2023. Aceito: 13/08/2023.*