

TAINÁ MACEDO DO VALE

**AVALIAÇÃO DO TEMPO DE PRESA, ALTERAÇÃO DIMENSIONAL E  
SOLUBILIDADE DIFERENTES CIMENTOS ENDODÔNTICOS**

BRASÍLIA - DF  
2014

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS DA SAÚDE**

**TAINÁ MACEDO DO VALE**

**AVALIAÇÃO DO TEMPO DE PRESA, ALTERAÇÃO DIMENSIONAL E  
SOLUBILIDADE DE DIFERENTES CIMENTOS ENDODÔNTICOS**

**Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Ciências da Saúde pelo Programa de Pós-graduação em Ciências da Saúde da Universidade de Brasília.**

**Orientador: Prof. Dr. Jacy Ribeiro de Carvalho Junior**

**BRASÍLIA - DF  
2014**

**TAINÁ MACEDO DO VALE**

**AVALIAÇÃO DO TEMPO DE PRESA, ALTERAÇÃO DIMENSIONAL E  
SOLUBILIDADE DE DIFERENTES CIMENTOS ENDODÔNTICOS**

**Dissertação apresentada como requisito  
parcial para obtenção do título de Mestre  
em Ciências da Saúde pelo Programa de  
Pós-graduação em Ciências da Saúde da  
Universidade de Brasília.**

**Aprovado em 10/12/2014**

**BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Dr. Jacy Ribeiro de Carvalho Junior – (Presidente)  
Universidade de Brasília - UnB**

**Prof. Dr. Laudimar Alves de Oliveira  
Universidade de Brasília - UnB**

**Prof. Dr. Celso de Freitas Pedrosa Filho  
Universidade de Brasília – UnB**

***Dedico este trabalho...***

*A **Deus**, por estar ao meu lado, dando-me força, paciência e, principalmente, sabedoria.*

*Obrigada por dispor pessoas maravilhosas, que contribuíram e contribuirão com a minha vida profissional.*

*Senhor meu Deus, Obrigada!*

*Ao **meu esposo, Aldo de Paiva Rosa**, que esteve presente em todos os momentos.*

*À **minha família**, que me acompanha e sempre torce muito por mim.*

*Devo a vocês, **meu pai, Antônio Carlos e minha mãe, Tereza**, tudo o que sou!  
Obrigada pelos ensinamentos de honestidade, dignidade e, principalmente, de amor e respeito!*

*Às **minhas tias, Angela, Rosangela, Veridiana e Flávia**, que sempre me apoiaram, incentivando a realização dos meus sonhos, principalmente profissionais!*

*Muito obrigada!*

## AGRADECIMENTO ESPECIAL

*Ao meu orientador, Prof. Dr. Jacy Ribeiro de Carvalho Junior, por conceder a oportunidade de conhecer o universo da docência. Pela confiança, pelo incentivo e pela contribuição na minha formação profissional, e principalmente por compartilhar seu conhecimento, sua experiência e profissionalismo em vários momentos. Muito obrigada por ter feito parte desta etapa da minha vida!*

## AGRADECIMENTOS

À **Universidade de Brasília**, na pessoa do Reitor, **Prof. Dr. Ivan Marques de Toledo Camargo**.

À **Faculdade de Ciências da Saúde**, na pessoa da Diretora, **Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Maria Fátima de Sousa**.

Ao **Programa de Pós-Graduação em Ciências da Saúde**, na pessoa da Coordenadora, **Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Eliete Neves da Silva Guerra** e aos **funcionários**.

Ao **Prof. Dr. Edson Dias Costa Júnior**, responsável pelo Laboratório de Biomateriais do Departamento de Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde, UnB, pelo apoio.

Ao **Prof. Dr. Laudimar Alves de Oliveira**, professor da área de Endodontia do Departamento de Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde, UnB, pelo apoio.

Ao técnico do Laboratório de Biomateriais do Departamento de Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde, UnB, **Edivaldo Batista Teles**, pela simpatia com que me acolheu, estando sempre pronto a me ajudar.

A **todos os meus amigos**, que me acompanham em vários momentos da minha vida e que sempre torcem por mim.

A **todos aqueles** que, de alguma forma, contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho, o meu sincero agradecimento.

*“Saber encontrar a alegria na alegria dos outros, é o segredo da felicidade.”  
(Georges Bernanos)*

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar as propriedades físico-químicas de tempo de presa, alteração dimensional e solubilidade dos cimentos endodônticos AH Plus® (AP), Pulp Canal Sealer EWT® (PCS), MTA Fillapex® (MTAF), EndoSequense BC® (BC) e EndoREZ® (ER), segundo a Especificação n° 57 da ANSI/ADA. Também foi realizada a análise química por espectrometria de absorção atômica. Três amostras de cada cimento, obtidas por meio de anéis de aço inoxidável (10 x 2 x 1,5 mm) tiveram seus tempos de presa avaliados com o uso de uma agulha tipo-Gillmore. O tempo de presa foi marcado do início da mistura até que o momento da presa completa fosse alcançado, e o resultado foi a média aritmética das três amostras. Para avaliação da alteração dimensional, cinco amostras de cada cimento, com 12 mm de altura e 6 mm de diâmetro, foram obtidos a partir de moldes de teflon. As amostras foram medidas em seus comprimentos e imersas, em 30 mL de água destilada por trinta dias. Após este período, foram removidas, secas e medidas. Para avaliação da solubilidade, cinco amostras de cada cimento, com 1,5 mm de espessura e 20 mm de diâmetro, foram obtidas a partir de moldes de teflon. As amostras foram pesadas e imersas em 50 mL de água destilada por sete dias. Após este período, foram removidas, secas e pesadas. Os líquidos de imersão foram submetidos à espectrometria de absorção atômica para verificar a presença dos íons  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ , e  $\text{Mg}^{2+}$ . Os dados foram analisados por Análise de Variância e Teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ). Os resultados (em minutos), para o tempo de presa, foram, em ordem decrescente: BC (2429,6  $\pm$  27,96), AP (789,3  $\pm$  52,44), MTAF (252,0  $\pm$  18,58), ER (30,0  $\pm$  0,0) e PCS (22,3  $\pm$  3,52). Para alteração dimensional (em %), foram, em ordem decrescente: ER (1,07  $\pm$  0,04), AP (0,41  $\pm$  0,02), BC (0,41  $\pm$  0,05), PCS (-1,07  $\pm$  0,08) e MTAF (-1,78  $\pm$  0,01). Para solubilidade (em %), os resultados foram, em ordem crescente: AP (0,20  $\pm$  0,07), PCS (3,93  $\pm$  0,11), ER (5,63  $\pm$  0,70), MTAF (15,69  $\pm$  0,86) BC (23,57  $\pm$  0,65). A maior liberação  $\text{Ca}^+$  foi do cimento BC, que apresentou 245 mg/L. Conclui-se que os cimentos que estão de acordo com a Especificação n° 57 são, quanto ao tempo de presa, apenas o PCS e o ER; quanto à solubilidade, apenas o AP. Quanto à alteração dimensional, nenhum dos cimentos enquadraram-se nos parâmetros estabelecidos.

Palavras-chave: cimentos dentários; propriedades físicas e químicas; solubilidade.



## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the physicochemical properties of setting time, dimensional changes and solubility of root canal sealers AH Plus (AP)®, Pulp Canal Sealer EWT® (PCS), MTA Fillapex® (MTAF), EndoSequense BC® (BC) and EndoRez® (ER), according to Specification n° 57 of ANSI/ADA. Chemical analysis by atomic absorption spectrometry was also performed. Three samples of each sealer were mixed and inserted in molds of stainless steel rings (1.5 x 10 x 2 mm) and submitted to the technique with a Gillmore needle. The setting time was marked from the start of mixing until the setting final was reached and the result was the average found in the three samples. For the dimensional change test, five samples of each sealer, 12 mm in height and 6 mm in diameter were made from Teflon molds. The samples were measured for their lengths and immersed in 30 mL of distilled water for thirty days. After this period they were removed, dried and measured. For the solubility test, five samples of each sealer, 1.5 mm thick and 20 mm diameter were made from Teflon molds. The specimens were weighed and immersed in 50 mL of distilled water for seven days. After this period they were removed, dried and weighed. The immersion liquid was subjected to atomic absorption spectrometry to verify the presence of Ca<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, and Mg<sup>2+</sup>. Data were analyzed by ANOVA and Tukey test ( $\alpha = 0.05$ ). The results in relation to the setting time (minutes) were, in descending order: BC (2429.6  $\pm$  27.96), AP (789.3  $\pm$  52.44), MTAF (252.0  $\pm$  18.58), ER (30.0  $\pm$  0.0) and PCS (22.3  $\pm$  3.52). For dimensional change (%), were, in descending order: ER (1.07  $\pm$  0.04), AP (0.41  $\pm$  0.02), BC (0.41  $\pm$  0.05), PCS (-1.07  $\pm$  0.08) and MTAF (-1.80  $\pm$  0.01). For solubility (%), the results were, in ascending order: AP (0.20  $\pm$  0.07), PCS (3.93  $\pm$  0.11), ER (5.63  $\pm$  0.70), MTAF (15.69  $\pm$  0.86) BC (23.57  $\pm$  0.65). And the higher release of Ca<sup>2+</sup> was BC cement, which presented 245 mg/L. It can be concluded that the cements that comply with Specification n° 57 are, as the setting time, only the PCS and the ER; as solubility, only the AP. Neither cement, for dimensional changes, fell into the established parameters.

Keywords: dental cements; physical and chemical properties; solubility.

**LISTA DE ILUSTRAÇÕES**

Figura 1 - Cimentos. A- AH Plus®; B- Pulp Canal Sealer EWT®; C- MTA Fillapex®; D- EndoSequense BC®; E- EndoREZ® .....	37
Figura 2 - Agulha tipo-Gillmore levada verticalmente contra a superfície horizontal do cimento.....	39
Figura 3 - Etapas na análise da alteração dimensional. A - Molde desmontado; B - Molde montado; C - Molde preenchido, celofane e placas de vidros; D - Molde preenchido; E - Molde com o cimento; F- Corpo de prova imerso .....	41
Figura 4 – Conjunto para confecção da amostra de solubilidade.....	42
Figura 5 – Dispositivo confeccionado para remover os corpos de prova; B – Dispositivo desmontado.....	42
Figura 6 – Amostra imersa em água deionizada.....	43

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 - Apresentação da composição e do fabricante dos cimentos estudados.....	37
Tabela 2 - Valores de tempo de presa dos cimentos estudados.....	45
Tabela 3 - Análise da Variância do tempo de presa.....	45
Tabela 4 - Teste de Tukey: Tempo e presa (minutos) dos cimentos estudados....	46
Tabela 5 - Valores originais da alteração dimensional, médias e desvios padrões, em %, de cada cimento estudado.....	46
Tabela 6 - Análise da Variância da alteração dimensional.....	47
Tabela 7 - Teste de Tukey: Alteração Dimensional (%) dos cimentos estudados.....	47
Tabela 8 - Valores originais da solubilidade, médias e desvios padrões, em %, de cada cimento estudado.....	48
Tabela 9 - Análise da Variância da solubilidade.....	48
Tabela 10 - Teste de Tukey: Solubilidade (%) dos cimentos estudados.....	49
Tabela 11 - Concentração de íons metálicos, em mg/L, resultantes no líquido de imersão das amostras do teste de solubilidade.....	49

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	12
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	15
<b>3 OBJETIVO</b> .....	35
3.1 OBJETIVO GERAL.....	35
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	35
<b>4 MÉTODOS</b> .....	36
4.1 CIMENTOS ENDODÔNTICOS ESTUDADOS.....	37
4.2 TESTE DE TEMPO DE PRESA.....	38
4.3 TESTE DE ALTERAÇÃO DIMENSIONAL.....	40
4.4 TESTE DE SOLUBILIDADE.....	41
4.5 ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA.....	43
4.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	44
<b>5 RESULTADOS</b> .....	45
5.1 TEMPO DE PRESA.....	45
5.2 ALTERAÇÃO DIMENSIONAL.....	46
5.3 SOLUBILIDADE.....	48
5.4 ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA.....	49
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	50
<b>7 CONCLUSÃO</b> .....	59
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	60
<b>APÊNDICE</b> .....	68

## 1 INTRODUÇÃO

O tratamento endodôntico tem como objetivo realizar a completa obturação do espaço do canal radicular<sup>(1)</sup>, promovendo o máximo selamento possível do sistema de canais radiculares limpos e modelados<sup>(2)</sup>.

Para se alcançar uma obturação de qualidade, é necessário o emprego de material sólido (guta percha) associado a material plástico (cimento endodôntico), sendo este último responsável por promover o selamento do sistema de canais radiculares, evitando-se assim a microinfiltração<sup>(3)</sup>. O adequado selamento permite ainda o aprisionamento de microrganismos remanescentes e também o preenchimento de áreas inacessíveis ao preparo dos canais radiculares<sup>(4)</sup>.

Grossman, em 1982<sup>(5)</sup>, listou 11 recomendações e características que um cimento endodôntico deve possuir para ser considerado ideal: 1. Ser pegajoso quando misturado para se obter uma boa união entre as paredes do canal após a presa; 2. Promover o selamento hermético; 3. Ser radiopaco, de modo a ser observado radiograficamente; 4. As partículas do pó devem ser muito finas, de modo a conseguir uma fácil mistura com o líquido; 5. Não sofrer contração pós-presa; 6. Não promover alteração na cor do dente; 7. Ser bacteriostático ou pelo menos inibir o crescimento bacteriano; 8. Tomar presa lentamente; 9. Ser insolúvel nos fluidos teciduais; 10. Ser bem tolerado pelos tecidos perirradiculares; e, 11. Ser solúvel em solventes comuns, pois pode ser necessária a sua remoção do interior do canal radicular.

A disponibilidade de cimentos endodônticos com propriedades físico-químicas adequadas representa importante passo rumo ao desejado selamento hermético do sistema de canais radiculares<sup>(6)</sup>.

Para facilitar a padronização dos trabalhos de seus membros e estabelecer os requisitos mínimos que um material obturador deve possuir, a *American National Standard Institute/American Dental Association (ANSI/ADA)*<sup>(7)</sup>, por meio da Especificação n° 57, que apresenta como uma das principais normas de instituições internacionais utilizadas em estudos científicos sobre as propriedades físico-químicas dos materiais obturadores de canais radiculares<sup>(8, 9, 10, 11, 12)</sup>.

Segundo Tronstad<sup>(13)</sup> e Bergenholtz *et al.*<sup>(6)</sup>, são poucos os cimentos endodônticos capazes de se adaptar a toda a extensão do sistema de canais

radiculares e tomar presa apenas após o término da aplicação e do completo preenchimento. Esses autores afirmam ainda que os cimentos encontrados no mercado têm dificuldades para manter a estabilidade dimensional pós-presa (contração), além de sofrer solubilização ou degradação.

O período de tempo necessário, desde o início da manipulação do cimento endodôntico, passando-se por sua aplicação, pelo completo preenchimento do sistema de canais radiculares, até se chegar à presa completa do cimento, é chamado de tempo de presa do cimento<sup>(14)</sup>. A Especificação nº 57 da ANSI/ADA define tempo de presa como o período medido a partir do início da mistura, até que o cimento tome presa. Essa norma não determina um período mínimo necessário (padrão) para a realização de um procedimento obturador. A norma apenas afirma que o tempo de presa de um cimento endodôntico, quando submetido ao método por ela proposto, deve ser diferente no máximo em 10% do valor indicado pelo fabricante. Já para cimentos com tempo de presa superior a 30 minutos e inferior a 72 horas, em que o fabricante cita intervalo ao invés de tempo determinado, esse tempo de presa medido deve estar dentro da faixa indicada pelo fabricante (ANSI/ADA, 2012)<sup>(7)</sup>.

Após a presa completa do cimento endodôntico no interior do sistema de canais radiculares, a manutenção da estabilidade dimensional torna-se fundamental, principalmente no que se refere ao processo de contração e de desadaptação do material junto às paredes do canal radicular, pois esse processo pode favorecer a infiltração marginal de fluidos e microrganismos<sup>(10)</sup>. A contração sofrida pelo cimento endodôntico, no decorrer de um determinado tempo, pode ser responsável pela formação de fendas ao longo da interface cimento/dentina ou cimento/guta-percha<sup>(15)</sup>.

Além disso, como o cimento endodôntico pode estar em contato direto com os tecidos perirradiculares, estes sofrem ação dos fluidos, assim que são aplicados no interior do sistema de canais radiculares<sup>(16, 17, 18, 19, 20, 21, 22)</sup>. A ação desses fluidos teciduais, via forame apical e via ramificações apicais e laterais, pode acarretar a dissolução e a conseqüente perda da integridade da interface cimento obturador/parede dentinária, resultando em selamento ineficiente<sup>(16, 4)</sup>.

Apesar da busca pelo cimento endodôntico ideal<sup>(5)</sup>, este material ideal ainda não foi desenvolvido<sup>(6)</sup>. Segundo Anusavice<sup>(23)</sup>, os cimentos resinosos são os que apresentam propriedades físico-químicas superiores quando comparados a outros

cimentos odontológicos. Essa constatação não difere dos achados da literatura endodôntica, em que os cimentos endodônticos, à base de resina epóxica, e de cura, dual à base de resina de metacrilato, apresentam tempo de presa mais longo, pequena alteração dimensional e baixa solubilidade quando comparados aos cimentos à base de Óxido de Zinco e Eugenol<sup>(24, 10)</sup>. Os cimentos endodônticos mais recentemente lançados no mercado foram à base de silicato de fosfato de cálcio com adição de polímeros, derivados do MTA convencional. A adição de polímeros na composição teve o objetivo de proporcionar ganho quanto às propriedades físico-químicas<sup>(25)</sup>, uma vez que estes já possuem propriedades biológicas e antimicrobianas satisfatórias.

Assim, já que novos tipos de cimentos endodônticos – com base em suas composições – estão constantemente sendo lançados no mercado e que o desempenho clínico desses materiais está diretamente relacionado às suas propriedades físico-químicas, torna-se fundamental a contínua avaliação de propriedades como tempo de presa, alteração dimensional e solubilidade desses cimentos endodônticos.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão bibliográfica deste estudo buscou mostrar pesquisas que relatam o estudo das propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos, entre elas o tempo de presa, a estabilidade dimensional e a solubilidade. Trouxe, também, estudos que utilizaram a espectrometria de absorção atômica como parte da metodologia para a avaliação da solubilidade dos cimentos estudados. Neste capítulo, os estudos foram apresentados em ordem cronológica.

Wiener e Schilder<sup>(26)</sup>, em 1971, investigaram a alteração dimensional, tanto qualitativamente como quantitativamente, de nove cimentos endodônticos. Os cimentos testados foram: Kerr Pulp Canal Sealer®, Kerr Tubli-Seal®, Proco-Sol®, Proco-Sol® com prata, Roth nº 501®, Roth nº 511®, Roth nº 601®, Roth nº 801®, e AH-26®. Os períodos de observação foram sete, 30, e 90 dias. A parte experimental foi conduzida em temperatura ambiente e umidade relativa do ar fixas. Os cimentos foram colocados em pipetas de vidro fabricadas especialmente para esse experimento. A alteração dimensional foi observada em todas as amostras e mudanças volumétricas estatisticamente significantes ocorreram em todos os tipos de cimentos testados. Visualmente, os cimentos que apresentaram curto tempo de presa – Kerr Pulp Canal Sealer®, Tubli-Seal®, e Roth nº 601® – apresentaram os primeiros sinais de contração. O Tubli-Seal®, em particular, pareceu exibir mais contração do que os outros cimentos testados. Os chamados lagos de contração (partes isoladas dos cimentos nas pipetas de vidro), em alguns casos – cimento Kerr®, Roth nº 501® e Roth nº 601® –, foram observados pela primeira vez na porção central da pipeta. Outros cimentos – Tubli-Seal®, Roth nº 601®, AH-26® – começaram esta formação em uma extremidade ou em ambas as extremidades da pipeta. Os valores obtidos nos três períodos de observação para cada um dos cimentos indicam que a mudança volumétrica observada foi uma redução ou perda de volume em vez de um aumento em volume ou expansão. Além disso, esta perda de volume pareceu aumentar com o tempo, isto é, 7 a 90 dias. O Kerr Pulp Canal Sealer® foi o único cimento em que a perda de volume não aumentou entre 30 a 90 dias.



Dessa forma, observa-se que todos os cimentos exibiram contração, podendo ser observada qualitativa e quantitativamente devido à perda de volume. Ademais, outras investigações das propriedades físicas dos cimentos endodônticos são necessárias, especialmente a alteração dimensional durante períodos prolongados pós-presa, além da padronização de métodos para o estudo dessas propriedades de cimentos endodônticos.

Grossman<sup>(27)</sup> analisou os cimentos endodônticos AH26®, Diaket®, Kerr sealer®, Mynol®, N2®, N2® sem chumbo, Procosol®, Roth 801®, Roth 811®, RC2B®, Tubliseal® e o cimento de Óxido de Zinco e Eugenol (OZE) quanto ao tamanho das partículas, ao escoamento, ao tempo de presa, à adesividade e à alteração dimensional. Quanto ao tempo de presa, a sequência dos cimentos na ordem de presa rápida para lenta é a seguinte, em horas: Kerr sealer® (1 h), Tubliseal® (1 h), Mynol® (8 h), RC2B® (4 h), N2® (7 h), N2® sem chumbo (7 h), Diaket® (9 h), Roth 811® (12 h), Roth 801® (20 h), OZE (20 h), AH26® (32 h) e Procosol® (40 h). A menor alteração dimensional de contração ocorreu no cimento o Diaket® de 0,03 mm. Os demais resultados para alteração dimensional (contração) foram: Kerr sealer® (1,4 mm), Procosol® (1,8 mm), Tubliseal® (1,8 mm), Roth 801® (2,0 mm), Roth 811® (1,5 mm) e o RC2B® (1,0 mm). Todos os cimentos endodônticos exibiram maior contração quando expostos à temperatura ambiente no período de cinco a sete dias quando comparado com os mesmos cimentos, expostos a 37 °C e 100% de umidade.

Benatti *et al.*<sup>(28)</sup>, em 1978, estudaram a consistência, o tempo de presa e a alteração dimensional de seis cimentos endodônticos, que foram: Fillcanal®, Endomethasone®, Tricanal®, Alpha Canal®, e o Óxido de Zinco e Eugenol. Neste estudo foram realizadas adaptações da Especificação nº 8 do Grupo Brasileiro de Especificações de Materiais Dentários para Materiais de Moldagem, o que destaca a ausência de um protocolo de pesquisa definido entre pesquisadores. Ao analisar os resultados, o tempo de presa do Alpha Canal® apresentou 1260 minutos, sendo bastante prolongado. Por outro lado, os demais materiais mostram tempo relativamente normal. Foi possível também mostrar que a alteração dimensional (contração) não foi significativa quando se utiliza a consistência clínica ideal. A única exceção, o Alpha Canal®, mostrou uma contração de 0,26 mm, maior em comparação aos demais cimentos testados. Concluiu-se, também, que, quanto

maior o escoamento do cimento, maior a sua contração; e, que, quanto mais espessa a mistura, menor a alteração dimensional.

Grossman<sup>(5)</sup>, em 1982, formulou um estudo para determinar o pH de seis resinas, tanto naturais quanto sintéticas, e o efeito dessas resinas sobre o tempo de presa. O pó usado no cimento endodôntico foi modificado em apenas um aspecto – o conteúdo de resina. O pH das resinas variaram entre 4,5 e 7,9. A observação dos tempos de presa dos cimentos mostraram que o pH das resinas, de fato, tem um efeito sobre o tempo de presa. Em geral, quanto menor o pH da resina menor o tempo de presa. Os cimentos de Óxido Zinco e Eugenol sem resina não tomaram presa em 24 horas e tornaram-se friáveis. No entanto, ao adicionar resina no pó do cimento de óxido de zinco, proporcionou mais corpo e consistência, além de tomar presa em um tempo razoável.

Em 1983, a *American National Standards Institute/American Dental Association* (ANSI/ADA) formulou uma série de normas e protocolos (determinada Propriedades dos cimentos endodônticos), que apresentam os seguintes testes: espessura do filme, tempo de trabalho, tempo de presa, escoamento, radiopacidade, desintegração e solubilidade, e alteração dimensional<sup>(29)</sup>. A ANSI/ADA lançou a edição de 1993<sup>(30)</sup> e, por último, a de 2000<sup>(7)</sup>, que é utilizada até os dias de hoje.

Kazemi, Safavi e Spangberg<sup>(31)</sup>, em 1993, elaboraram um estudo no qual se observou a estabilidade dimensional dos cimentos endodônticos com propriedades físicas divergentes por um determinado período. O método usado foi baseado em uma técnica simples de deslocamento quantitativo da água. Cimentos endodônticos foram preparados, colocados na presença de água, calculados o tempo de presa, e avaliados quanto à evolução da densidade, absorção, desintegração e alteração dimensional. Os cimentos Óxido de Zinco e Eugenol (OZE), AH26®, Endo-Fill® e Endomethasone® foram manipulados em uma sala com temperatura controlada ( $72 \pm 2^\circ\text{F}$ ) de acordo com as recomendações do fabricante. Dessa forma, o Endo-Fill® tomou presa completamente após aproximadamente 2,5 horas do início da mistura e não foi perceptível qualquer alteração dimensional. O OZE e o Endomethasone® tomaram presa dentro de quatro e nove horas, respectivamente. E o AH26® tomou presa cerca de 12 horas após a mistura. O Endo-Fill® apresentou-se mais estável dimensionalmente em todos os momentos que foram analisados. Porém, não houve diferença estatística entre o AH26® e o Endo-Fill® ( $p=0,9$ ). O Endo-Fill® também foi o único cimento que mostrou ausência de absorção de água antes da presa

completa. Já o AH26® apresentou absorção durante a presa do material, porém, não apresentou solubilidade durante esse período. O OZE e o Endomethasone® sofreram dissolução durante a presa, mascarando a absorção de água. Com 180 dias, todos os quatro cimentos mostraram padrões muito semelhantes de alteração dimensional, absorção de água e desintegração.

Sousa-Neto *et al.*<sup>(10)</sup>, em 1999, investigaram a influência de diferentes breus e resinas hidrogenadas sobre as propriedades de solubilidade e desintegração e alteração dimensional do cimento de Grossman. Os experimentos foram realizados de acordo com a Especificação nº 57 da ADA (*American Dental Association*) para cimentos endodônticos, que neste estudo utilizou o cimento de Grossman contendo três tipos de breus (tipos X, WW e WG) e duas resinas hidrogenadas (Staybelite® e Staybelite ester 10®). Após a separação do pó, as medidas pó/líquido e o tempo de espatulação foram determinados pelo método proposto pelos autores. Realizando a comparação aos pares da solubilidade, foi possível verificar que os cimentos obtiveram, usando breus (X, WG, e WW) e resinas hidrogenadas (Staybelite éster 10® e Staybelite®), um resultado que diferiu significativamente, a um nível de 0,1%. Observou-se, claramente, que os cimentos obtidos por meio de breus e das resinas hidrogenadas apresentaram solubilidade e desintegração na seguinte ordem crescente: breu WG, breu X, breu WW, resina hidrogenada Staybelite® e resina hidrogenada Staybelite ester 10®. Os cimentos obtidos a partir dos pós que contêm resina hidrogenada apresentaram valores de contração superiores aos determinados pelas especificações da ADA, com Staybelite éster 10® apresentando -1,9 mm e Staybelite®, -1,3 mm. Os cimentos obtidos a partir de pós que contêm resinas X, WG e WW sofreram expansão, com +1,0 mm, +2,0 mm, +1,4 mm, respectivamente.

Concluiu-se que os cimentos obtidos a partir de pós contendo resina hidrogenada, apresentaram, portanto, valores superiores à contração recomendada pela Especificação da ADA, enquanto os cimentos de breus (X, WG, e WW) sofreram expansão. A solubilidade e a desintegração foram afetadas pelos diferentes tipos de breus e resinas hidrogenadas utilizadas nas formulações de cimento Grossman. Os cimentos com o breu tipo WW (3,14%), resina Staybelite éster 10® (5,09%) e resina Staybelite® (4,19%) mostraram níveis mais elevados de solubilidade e desintegração, e os cimentos obtidos com breu WG (2,79%) mostraram a menor solubilidade e desintegração, seguido de cimento obtido a partir do breu X (2,96%).

McMichen *et al.*<sup>(16)</sup>, em 2003, estudaram a solubilidade, a espessura de película, o escoamento, os tempos de trabalho e de presa dos cimentos Roth 801®, Tubli-Seal EWT®, AH Plus®, Apexit® e Endion®. Nesse estudo não foi citado um padrão normativo para a realização dos testes. O tempo de presa foi realizado com o uso da agulha de Gillmore modificada. Os cimentos apresentaram o tempo de presa na seguinte ordem decrescente: AH Plus®, 500 min; Apexit®, 95 min; Endion®, 80 min; Tubli-Seal EWT®, 70 min, e Roth 801®, que não obteve presa. A solubilidade foi calculada com base no peso dos cimentos pós-presa e após as amostras imersas três meses em água. O valor da solubilidade foi: AH Plus®, 0,32%; Apexit®, 16,43%; Endion®, 8,19% e Tubli Seal EWT®, 1,79%.

Versiani *et al.*<sup>(11)</sup>, em 2006, avaliaram o tempo de presa, a solubilidade e desintegração, o escoamento, a espessura de película e a alteração dimensional entre um cimento resinoso de cura dual (Epiphany®) e outro à base de resina epóxica (AH Plus®), de acordo com a Especificação n° 57 da ANSI/ADA, e também realizaram a análise de absorção atômica do cimento Epiphany® dos seguintes metais: Fe<sup>+</sup>, Ni<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Na<sup>+</sup> e K<sup>+</sup>. Os requisitos de tempo de presa da ANSI/ADA exigem que esse tempo de presa do cimento deva variar apenas em 10% do valor apresentado pelo fabricante. De acordo com o fabricante, o AH Plus® e o Epiphany® têm 8 h (480 min) e 25 min de tempo de presa, respectivamente. Os valores médios de 500 min para AH Plus® e 24,75 min para Epiphany® mostrou concordância com a padronização ANSI/ADA. A solubilidade descrita pela Especificação n° 57 da ANSI/ADA determina que esta, em relação ao cimento endodôntico, não deve exceder em 3% em peso da massa original do material testado. Em contraste com o resultado do AH Plus® (0,21%), a solubilidade do cimento Epiphany® não se enquadrou aos padrões determinados pela ANSI/ADA (3,41%). O teste Mann-Whitney U mostrou uma diferença estatística entre os dois cimentos ( $p < 0,05$ ). De acordo com a alteração dimensional, a ANSI/ADA determina que a contração linear do cimento não deve exceder 1% ou 0,1% em expansão. Os resultados mostraram 1,3% e 8,1% de expansão do AH Plus® e Epiphany®, respectivamente. O teste Mann-Whitney U mostrou diferença estatística ( $p < 0,05$ ). A análise de absorção atômica do cimento Epiphany® encontrou a concentração, em mg/L, dos seguintes metais: Fe<sup>+</sup> (0,56), Ni<sup>+</sup> (0,06), Ca<sup>2+</sup> (41,46), Mg<sup>2+</sup> (0,80), Zn<sup>2+</sup> (0,05), Na<sup>+</sup> (4,11) e K<sup>+</sup> (0,50).

Scelza *et al.*<sup>(32)</sup>, em 2006, avaliaram, comparativamente, as propriedades físicas de solubilidade e desintegração, e escoamento dos seguintes cimentos endodônticos: Sealapex®, Pulp Canal Sealer®, Tubliseal®, AH Plus®, AH 26®, Top Seal®, Sealer Plus®, Sealer 26® e Endofill®. A metodologia empregada foi a preconizada pela Norma ISO 6786 e avalia as propriedades físico-químicas dos materiais endodônticos, sendo utilizado cinco amostras para cada teste. Nos testes de solubilidade, os cimentos apresentaram-se na seguinte ordem decrescente: Endofill® (4,34%), Sealapex® (3,64%), Pulp Canal Sealer® (2,62%), AH 26® (2,25%), Tubliseal® (1,26%), Sealer Plus® (0,54%), AH Plus® (0,3%), Top Seal® (0%) e Sealer 26® (0%). Em relação à desintegração, de acordo com a metodologia empregada, constatou-se que os cimentos testados não apresentaram esta propriedade, pois consideraram que os discos de cimentos não sofreram desintegração visível. A Especificação da ISO nº 6786 corrobora com a Especificação nº 57 da ADA quando determina que a solubilidade e desintegração de um material não devem exceder 3% em peso da massa original.

Carvalho-Junior *et al.*<sup>(12)</sup>, em 2007, avaliaram se a redução do volume de cimento endodôntico necessário para a confecção de amostras para os testes de solubilidade e alteração dimensional possibilitaria a execução dos testes e atenderia às exigências da Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Para isso, foi determinada a densidade das amostras padronizadas (ANSI/ADA), tanto para o teste de solubilidade, quanto para o teste de alteração dimensional. O cimento Endofill® foi utilizado com essa finalidade. Após a determinação da densidade que as amostras deveriam ter para ambos os testes, seis diferentes moldes com dimensões menores foram propostos para cada um dos testes. Para testar a viabilidade da diminuição do volume de material necessário para a produção destas amostras, foram testados os cimentos Endofill® e AH Plus®. Para o teste de solubilidade, houve correlação entre a massa inicial e a diferença entre massas inicial e final para os seis diferentes grupos de amostras tanto do Endofill® ( $r=1$ ) quanto do AH Plus® ( $r=0,995$ ). O cimento Endofill® apresentou valor médio de solubilidade estatisticamente superior ( $p<0,05$ ) ao AH Plus® (1,54% e 0,06%, respectivamente). A análise química por meio da espectrofotometria de absorção atômica foi utilizada nesse experimento como teste complementar ao teste de solubilidade, para determinar a quantidade de íons  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Zn}^{2+}$  liberados. Para alteração dimensional, houve correlação entre o comprimento inicial e a diferença entre comprimentos inicial e final para os diferentes

grupos de amostras tanto do Endofill® ( $r=0,991$ ) quanto do AH Plus® ( $r=0,998$ ). O cimento Endofill® apresentou contração (0,56%) e o AH Plus®, expansão (0,62%) ( $p<0,05$ ).

Os autores concluíram que a redução do volume de cimento endodôntico necessário para a confecção de amostras para os testes de solubilidade e alteração dimensional possibilitou a execução dos testes, atendendo as exigências da Especificação n° 57 da ANSI/ADA. A redução sugerida das amostras para o teste de solubilidade foi de uma medida de 1,5 mm de espessura x 20 mm de diâmetro (ANSI/ADA) para 1,5 mm de espessura x 7,75 mm de diâmetro. Já para o teste de alteração dimensional, a redução sugerida foi de 12 mm de altura x 6 mm de diâmetro (ANSI/ADA) para 3,58 mm de altura x 3 mm diâmetro.

Donnelly *et al.*<sup>(33)</sup>, em 2007, examinaram as características de absorção e de solubilidade de três cimentos endodônticos adesivos e hidrofílicos. A hipótese nula testada foi que não haveria diferenças na absorção da água e nem nas características de solubilidade dos cimentos à base de metacrilato. Eles incluíram no estudo cimentos à base de resina metacrilato, o EndoREZ®, o Epiphany® e o InnoEndo®; à base de ionômero de vidro, o Ketac-Endo®; à base de Óxido de Zinco e Eugenol, o Kerr EWT®; à base de polidimetilsiloxano, o GuttaFlow®; e à base de resina epóxica, o AH Plus®. Dez discos de cada amostra foram desidratados em *Drierite* por 24 horas e pesados para verificar a massa seca. Em seguida, as amostras foram colocadas em água e pesadas periodicamente até que a máxima absorção fosse obtida. Os discos foram desidratados novamente e determinado o peso perdido (solubilidade) em equilíbrio. A maior absorção aparente foi observada no Epiphany®, chegando ao valor máximo de 8,02% em 18,4 horas. A absorção do Ketac-Endo® (6,17%), o controle positivo, foi significativamente mais baixa que a do Epiphany®, porém mais alta que a do InnoEndo® (3,35%) e a do EndoREZ® (3,72%), ambos não apresentando diferenças entre si ( $p>0,05$ ). Já o Gutta-Flow® e o AH Plus®, os controles negativos, demonstraram baixa absorção de água (0,38% e 1,07%, respectivamente). A mais baixa absorção de água foi observada no Kerr EWT® (0,28%). Os três cimentos à base de resina de metacrilato – Epiphany®, EndoREZ® e InnoEndo®; e o cimento à base de Óxido de Zinco e Eugenol – Kerr EWT®, exibiram solubilidade similares ( $p>0,05$ ) de 4,02%, 3,72%, 3,49% e 3,95%, respectivamente, que foram significativamente mais altas ( $p<0,05$ ) do que as

apresentadas pelo Ketac-Endo® (1,56%) que, desta vez, foi significativamente mais alta ( $p < 0,05$ ) do que as mostradas pelo GuttaFlow® (0,13%) e o AH Plus® (0,16%).

Santos *et al.*<sup>(34)</sup>, em 2008, estudaram o tempo de presa e a expansão térmica do CER (Cimento Endodôntico Rápido), que é composto por cimento de Portland em um gel emulsificado, contendo sulfato de bário e um agente emulsificante, e compararam-no com o cimento MTA-Angelus®. O tempo de presa foi determinado de acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ADA. As medições de expansão térmica foram realizadas pela técnica de calibração de tensão. Os resultados demonstraram que o tempo de presa para o cimento CER foi menor (7,25 min) que o do MTA-Angelus® (14,28 min) ( $p < 0,01$ ). O coeficiente linear de expansão térmica foi determinado a partir do declive da expansão térmica (estirpe) versus o gráfico de temperatura. Todas as curvas de tensão de temperatura mostraram um elevado grau de linearidade (coeficiente de correlação  $r > 0,99$ ). Não houve diferença significativa ( $p > 0,05$ ) no coeficiente de dilatação linear entre os dois materiais analisados, CER (11,54%) e MTA-Angelus® (10,90%). Este trabalho mostrou uma superioridade CER quando comparado ao MTA-Angelus®.

Mathias-Junior *et al.*<sup>(35)</sup>, em 2009, verificaram a solubilidade do cimento endodôntico Epiphany® preparado com e sem solvente resinoso. O solvente resinoso (*Epiphany Thinning Resin*) faz parte desse sistema de obturação. Quatro grupos experimentais foram formados: GI, Epiphany®, sem fotoativação; GII, Epiphany® preparado com solvente resinoso sem fotoativação; GIII, Epiphany® seguido de fotoativação; e GIV, Epiphany® preparado com solvente resinoso seguido por fotoativação. O líquido de imersão das amostras foi analisado por espectrometria de absorção atômica para quantificar os níveis de íons  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ , e  $\text{Na}^{+}$ . O teste complementar de Tukey não mostrou diferença estatística significativa ( $p > 0,05$ ) entre GI (6,93%) e GII (6,38%). No entanto, o GIII (3,56%) e GIV (0,47%) foram estatisticamente diferentes dos demais grupos ( $p < 0,05$ ). O GIV apresentou os menores valores de solubilidade e foi o único grupo que se enquadrou dentro das normas ANSI/ADA. A adição de solvente resinoso no cimento aumentou a liberação de íons  $\text{Ca}^{2+}$  quando comparado com o material não fotoativado. Uma redução da liberação de íons  $\text{Ca}^{2+}$  foi observada quando o cimento Epiphany® foi apenas fotoativado. Os valores de liberação de íons  $\text{Ca}^{2+}$  no GI foram, em  $\mu\text{m/mL}$ , de 163,98; no GII, de 229,04; no GIII, de 150,33; e no GIV, de 114,43.

Assim, a associação de solvente resinoso ao cimento Epiphany® seguido de fotoativação mostrou menor solubilidade e uma liberação expressiva de íons cálcio.

Resende *et al.*<sup>(13)</sup>, em 2009, estudaram o tempo de presa, o escoamento, a radiopacidade, a solubilidade, e a alteração dimensional dos cimentos AH Plus® (Grupo I), Epiphany® (Grupo II), Epiphany® mais a adição de solvente *Thinning* (Grupo III) e Epiphany SE® (Grupo IV) de acordo com as normas da ANSI/ADA (2000) para materiais obturadores de canais radiculares. Além disso, as morfologias externas da secção transversal da superfície de todas as amostras de cimentos foram analisadas por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os dados resultantes do tempo de presa (em minutos) do Grupo I foi 494; do Grupo II, 26,96; do Grupo III, 23,90 e do Grupo IV, 23,10. A solubilidade (em %) foi no Grupo I, 0,41; no Grupo II, 3,25; no Grupo III, 1,81 e no Grupo IV, 0,34. A alteração dimensional (em %) foi no Grupo I, 1,42; no Grupo II, 10,24; no Grupo III, 4,64 e no Grupo IV, 2,43. Os testes, de um modo geral, apresentaram-se dentro das determinações da ANSI/ADA. A alteração dimensional em todos os grupos e a solubilidade do Epiphany® foram superiores aos valores considerados aceitáveis. O cimento Epiphany® misturado com o solvente *Thinning* e Epiphany SE® apresentaram valores de solubilidade inferiores ( $p < 0,05$ ) aos do Epiphany®.

Desai e Chandler<sup>(36)</sup>, em 2009, afirmaram que as duas maiores razões da utilização de cimentos à base de hidróxido de cálcio são: a estimulação de tecidos periapicais, com intuito de manter a saúde ou promover o reparo, e a de promover uma ação antimicrobiana. Com base nessa revisão, foi possível verificar que, em termos de adesividade, os cimentos à base de hidróxido de cálcio não são superiores quando comparados com outros cimentos. No entanto, os autores consideraram que os estudos *in vitro* e os estudos *in vivo* apresentam limitações quando comparados com situações clínicas. Em um estudo clínico no qual se tentou correlacionar o efeito dos diferentes tipos de cimentos endodônticos no sucesso do tratamento endodôntico, foi observado que os cimentos apresentam pouca influência no reparo periapical. Os autores observaram ainda que a incorporação de componentes antimicrobianos nos cimentos endodônticos é importante para que não haja nova proliferação bacteriana e para o controle da entrada de bactérias nos sistemas de canais radiculares. Concluiu-se que os efeitos antibacterianos do hidróxido de cálcio nos cimentos são variáveis. Além disso, verificou-se que a citotoxicidade dos cimentos à base de hidróxido de cálcio apresenta-se mais branda



que a dos outros tipos de cimentos. A alta solubilidade desse tipo de material é um consenso na literatura, porém não foi observada correlação com a alta infiltração marginal, existindo estudos que demonstram um potencial de reparação tecidual periférica quando esses materiais são utilizados.

Marin-Bauza *et al.*<sup>(37)</sup>, em 2010, verificaram *in vitro* as propriedades físicas de tempo de presa, escoamento, radiopacidade, solubilidade e alteração dimensional de dois cimentos à base de resina de metacrilato – Epiphany SE® e Hybrid Root SEAL® –, comparando os resultados com um cimento à base de resina epóxica (AH Plus®). O experimento seguiu a norma da ANSI/ADA para materiais obturadores de canais radiculares. A análise estatística demonstrou que o tempo de presa do AH Plus® (579,00 ± 4,95 min) foi significativamente mais longo ( $p < 0,05$ ) do que o dos outros grupos. Já o Hybrid Root SEAL® apresentou resultados intermediários (63,40 ± 2,70 min) e o Epiphany SE® (24,40 ± 4,39 min) apresentou o menor tempo de presa (24,40 ± 4,39 min). A alteração dimensional de todos os cimentos foi superior aos valores considerados aceitáveis pela ANSI/ADA. A análise estatística demonstrou maiores valores ( $p < 0,05$ ) de alteração dimensional para o Hybrid Root SEAL® (3,45 ± 0,34%). Já o AH Plus® (1,69 ± 0,31%) e o Epiphany SE® (2,22 ± 0,41%) apresentaram os resultados mais baixos e foram estatisticamente similares entre si ( $p > 0,05$ ). A análise estatística apresentou maior solubilidade para o AH Plus® (0,75 ± 0,41%) e para o Epiphany SE® (0,94 ± 0,72%), que foram estatisticamente semelhantes entre si ( $p > 0,05$ ). A solubilidade mais baixa ( $p < 0,05$ ) foi observada no Hybrid Root SEAL® (1,10 ± 1,25%). Os resultados de solubilidade enquadraram-se às determinações da ANSI/ADA. A água deionizada utilizada para o teste solubilidade foi submetida à análise de espectrometria de absorção atômica, a fim de verificar a quantidade de íons liberados de cada cimento. Verificou-se que o cimento AH Plus® liberou nível significativo de  $\text{Ca}^{2+}$  (43,22 ± 11,39 mg/mL), quando comparado com os outros grupos. Para íons  $\text{K}^{+}$ , a liberação foi maior no Hybrid Root SEAL®, seguido pelo AH Plus® e o Epiphany SE®. Neste estudo, para o tempo de presa, apenas o cimento Hybrid Root SEAL® não esteve de acordo com as normas ANSI/ADA; para a alteração dimensional, todos os cimentos não estiveram de acordo com as normas ANSI/ADA e quanto à solubilidade, todos os cimentos apresentaram-se dentro das normas da ANSI/ADA.

Razmi, Parvizi e Khorshidian<sup>(38)</sup>, em 2010, compararam o tempo de presa, a solubilidade, o escoamento, a espessura de película e a alteração dimensional do

cimento endodôntico AH26® e do AH26® associado a antibióticos. Três amostras de cada um dos materiais, incluindo AH26® puro, AH26® com amoxicilina e AH26® com doxiciclina, foram usados para testar cada uma das propriedades. Eles foram preparados de acordo com os protocolos ISO. Segundo este estudo, os cimentos associados a antibióticos ocasionaram mudança no tempo de presa do cimento AH26® (46 horas), diminuindo o tempo de presa quando associado à amoxicilina (29 horas) e aumentando o tempo de presa quando a doxiciclina foi associada (49 horas). Essa associação também promoveu aumento na espessura de película, aumentando os valores de alteração dimensional e de solubilidade dos cimentos. A solubilidade do AH26® foi de 0,0076%. Quando associado à amoxicilina, passou para 0,0113%, e com doxiciclina, para 0,013%. Logo, com a doxiciclina houve menor solubilidade. A alteração dimensional do AH26® foi de 0,7%, com amoxicilina, 2,6%, e com doxiciclina de 1,1%. Portanto, este estudo destaca o quanto a associação de substâncias podem afetar as propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos.

Lee *et al.*<sup>(39)</sup>, em 2011, desenvolveram um novo cimento à base de acrilato de uretano, usando como material obturador o policarbonato (PC) e o 2,2-azobis (2-metil) butironitrilo (AMBN) como um iniciador térmico. O estudo analisou sete cimentos: 1. polibutileneadipato (PBA) com 2,2-azobis-isobutironitrilo (AIBN); 2. PBA-AMBN; 3. PC-AIBN; 4. PC-AMBN; 5. AH Plus; 6. Epiphany; e 7. EndoREZ®. Investigaram a adesividade, a solubilidade e a estabilidade dimensional, além da citotoxicidade. Todos os cimentos à base de acrilato de uretano exibiram maiores valores de resistência de união que os cimentos AH Plus®, Epiphany® e EndoREZ®. Para os resultados encontrados quanto à solubilidade, o AH Plus® teve a menor solubilidade após 24 horas (0,03%), seguido pelo cimento à base de acrilato de uretano, o PBA-AMBN (0,31%) e o EndoREZ® (0,45%). O Epiphany® teve a maior solubilidade de 5,58% no tempo de 24 horas. A menor alteração dimensional observada foi nos cimentos à base de acrilato de uretano, o PBA-AIBN (0,51%); seguido por AH Plus® (1,12%); EndoREZ® (2,72%) e Epiphany® (10,13%). Apenas o cimento à base de acrilato de uretano está conforme a Especificação nº 57 da ANSI/ADA, que determina que a alteração linear média de contração de um cimento não deva exceder 1%.

Flores *et al.*<sup>(40)</sup>, em 2011, analisaram cinco cimentos endodônticos quanto ao tempo de presa, a alteração dimensional, a solubilidade e a radiopacidade. Para

isso, a Especificação nº 57 da ANSI/ADA foi utilizada. Os cimentos utilizados foram o AH Plus®, o GuttaFlow®, o RoekoSeal® e o Activ GP®. A morfologia externa da superfície e a secção transversal das amostras de cimentos foram analisadas em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A análise estatística foi realizada usando o teste ANOVA e o teste *post hoc* Tukey–Kramer com hipóteses nulas definidas em 5%. Para padronizar e homogeneizar a quantidade de material, 0,3 g de cimento foram dispostas na placa de vidro e 15 segundos para espatular cada amostra testada. Foi observada diferença estatística significativa, no tempo de presa, entre o AH Plus® ( $580,6 \pm 3,05$  min), o GuttaFlow® ( $24,0 \pm 2,0$  min), o RoekoSeal® ( $40,0 \pm 1,58$  min), e o Activ GP® ( $15,2 \pm 1,30$  min). No entanto, os valores médios mostraram-se de acordo com a determinação da norma ANSI/ADA. A alteração dimensional do AH Plus® foi de 1,34 %; do GuttaFlow®, de 0,44%; do RoekoSeal®, de -1,33% e do Activ GP®, de 1,95%. A solubilidade do AH Plus® foi de 0,36%; do GuttaFlow®, de -0,33%; do RoekoSeal®, de 0,50%; e do Activ GP®, de 11,8%. De acordo com o protocolo da ANSI/ADA, o Activ GP® não atendeu aos requisitos determinados em relação à radiopacidade, alteração dimensional e a solubilidade. Apenas o cimento Gutta-Flow® atingiu os resultados estipulados pela Especificação nº 57. E a análise microscópica revelou que as superfícies de todos os cimentos mudaram após o teste de solubilidade. A água destilada e deionizada usada no teste de solubilidade foi submetida à espectrometria de absorção atômica, que mostrou níveis significativos, em  $\mu\text{g/mL}$ , de íons  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{K}^{+}$ , respectivamente, maiores no grupo do Activ GP®, com 32,57, 8,20 e 1,57 quando comparado ao AH Plus®, com 1,81, <0,2 e 0,23, o Gutta-Flow®, com 0,76, 0,25 e 0,33 e o RoekoSeal®, com 1,31, <0,2 e 0,39 ( $p < 0,05$ ).

Camilleri e Mallia<sup>(15)</sup>, em 2011, avaliaram o tempo de presa, a alteração dimensional, a absorção de fluido, a microestrutura e a porosidade de cimentos endodônticos à base de Agregado de Trióxido Mineral (MTA). Os materiais usados nesse estudo foram o MTA com água destilada (MTA), MTA com água destilada e polímero solúvel em água (MTAS) e o Pulp Canal Sealer® (PCS). Os materiais foram testados, pelo método ISO 6876, em 100% de umidade e em Solução Salina Balanceada de Hanks (HBSS), em quatro diferentes períodos de armazenagem: três horas, 24 horas, três dias e sete dias. O Pulp Canal Sealer® apresentou o menor tempo de presa ( $\pm 40$  min), seguido do MTAS ( $\pm 95$  min), que apresentou valores intermediários ( $p < 0,05$ ). Já o MTA apresentou o maior tempo de presa ( $\pm 140$  min)

( $p < 0,05$ ). Com 100% umidade, o PCS exibiu contração e foi a mais pronunciada ( $p < 0,05$ ) dentre todos os materiais avaliados. As amostras de PCS apresentaram um aumento gradual de contração com o decorrer do tempo em ambos os ambientes de armazenagem e apresentou expansão apenas no tempo de três horas de armazenagem em HBSS. Não houve diferença significativa na alteração dimensional de todos os materiais testados – quando armazenado em 100% de umidade ou embebido em HBSS ( $p > 0,05$ ) – nos períodos maiores que sete dias de armazenagem, exceto para PCS, armazenado por 3 h ( $p = 0,378$ ). Os valores de absorção de fluido das amostras imersas em HBSS, utilizando o método gravimétrico, mostraram que todos os materiais testados apresentaram uma redução do peso quando tomado presa em ambiente com 100% de umidade ao longo de sete dias ( $p > 0,05$ ). A microscopia de luz nos cimentos mostrou porosidade, com variação de tamanho e morfologia. No MTA e no novo cimento observaram porosidade, enquanto no Pulp Canal Sealer®, não.

Loushine *et al.* (41), em 2011, investigaram o tempo de presa e a dureza *Knoop* de um cimento pasta única, livre de água, que contém silicato de fosfato de cálcio, o Endosequence BC Sealer®, submetendo-o a incorporação de diferentes quantidades de água (0-9% em peso). O tempo de presa foi determinado com o uso de uma agulha de Gillmore (*American Society for Testing and Materials [ASTM] International*, West Conshohocken, PA), em umidade de 100%, de acordo com o padrão ASTM C266-07. O resultado do tempo de presa encontrado para o cimento EndoSequence BC® sem a incorporação de água foi de 72 horas para a presa inicial e de 240 horas para a presa final. Quando a água foi adicionada ao cimento, o tempo da presa inicial aumentou (acima de 108 horas) e o tempo de presa final diminuiu (abaixo de 168 horas). O estudo destaca que a composição inorgânica e os componentes da parte líquida livre de água necessitam de umidade para que o cimento obtenha presa final.

Marin-Bauza *et al.*<sup>(42)</sup>, em 2012, estudaram o tempo de presa, a viscosidade, a radiopacidade, a solubilidade e a alteração dimensional de diferentes cimentos endodônticos, entre eles: AH Plus®, Polifil®, Apexit Plus®, Sealapex®, Endomethasone® e Endofill®, de acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Os cimentos AH Plus® (579 min) e o Apexit Plus® (343,4 min) apresentaram-se de acordo com os padrões da ANSI/ADA, no quesito tempo de presa. Tendo o Endomethasone® (644,8 min) e o Endofill® (71,4 min), respectivamente, o maior e o

menor tempo de presa. E o Sealapex® não tomou presa. A alteração dimensional de todos os cimentos excedeu os requisitos impostos pela ANSI/ADA. O AH Plus®, com 1,67%; o Polifil®, com 3,03%; o Apexit Plus®, com 2,28%; o Sealapex®, sem registro; o Endomethasone®, com 2,39% e o Endofill®, com 1,92%. No entanto, quanto à solubilidade, todos os cimentos estavam de acordo com os requisitos de padronização da ANSI/ADA. O AH Plus®, com 0,75%; o Polifil®, com 0,37%; o Apexit Plus®, com 1,47%, o Sealapex®, sem registro; o Endomethasone®, com 0,16% e o Endofill®, com 2,50%. A água destilada e deionizada usada no teste de solubilidade foi submetida à espectrometria de absorção atômica que mostrou níveis significativos, em µg/mL, de íons K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Zn<sup>+</sup>, respectivamente, o AH Plus®, com 0,58, 3,07, <0,6, <0,2; o Polifil®, com 0,32, não apresentou, <0,6, <0,2; o Apexit® Plus, com 1,46, 4,63, <0,6, <0,2; o Sealapex sem registros; o Endomethasone®, com 14,20, 2,88, <0,6, 4,55; e o Endofill®, com 0,21, 1,28, <0,6, 5,72.

Borges *et al.*<sup>(12)</sup>, em 2012, compararam a solubilidade e a liberação de íons, de quatro materiais endodônticos contendo silicato de cálcio – iRoot SP®, MTA Fillapex®, Sealapex® e MTA-A® – com um cimento endodôntico à base de resina epóxica (AH Plus®); para isso, todos foram submetidos ao teste de solubilidade. A solubilidade foi analisada de acordo com o padrão da ANSI/ADA. Os valores da solubilidade referentes ao iRoot SP® (20,64%), o MTA Fillapex® (14,89%) e o Sealapex® (5,65%) foram elevados quando comparados a determinação da ANSI/ADA. A análise da variância mostrou diferença significativa entre os grupos ( $p < 0,05$ ). Comparações de pares múltiplos (teste *post hoc* de Tukey) mostraram que o AH Plus® (0,28%) e o MTA-A® (-1,24%) foram estatisticamente similares entre si ( $p > 0,05$ ), e ambos foram significativamente menos solúveis que os outros materiais testados ( $p < 0,05$ ). A análise de espectrometria de absorção atômica da água deionizada usada para o teste de solubilidade mostrou alto nível de íon Ca<sup>2+</sup> liberado em todos os materiais, exceto no cimento AH Plus® (2,07 µm/L). Microfotografias foram selecionadas e espectros EED (Espectroscopia de Energia Dispersiva) correspondentes dos elementos foram obtidos das amostras antes e depois armazenagem em água. A análise MEV/EED revelou que todas as amostras apresentaram mudanças morfológicas tanto na superfície externa quanto interna, após realização do teste de solubilidade. E altos níveis de cálcio e carbono foram

observados na superfície de todos os materiais testados, com exceção do AH Plus® e do MTA-A®.

Faria-Junior *et al.*<sup>(43)</sup>, em 2012, propuseram a avaliação da atividade de antibiofilme contra *Enterococcus faecalis*, do pH e da solubilidade dos cimentos AH Plus®, Sealer 26®, Epiphany SE®, Sealapex®, Activ GP®, MTA Fillapex® e um cimento experimental Sealer-MTA (MTA-S). Esse estudo avaliou a solubilidade com dois e sete dias. Não determinou qual padrão normativo foi usado para calcular a solubilidade desses cimentos. Para a solubilidade, com dois dias de imersão em água destilada, os valores mais altos foram observados para o MTA-Fillapex®, com 16,15%; o MTA-S, com 14,57%; o Sealapex®, com 13,43% e o Activ GP®, com 12,54% ( $p < 0,05$ ); diferente do cimento Epiphany SE® (2,16%) e Sealer 26® (2,80%), que apresentaram resultados inferiores. Ao fim de sete dias, o MTA-S (17,79%) e o MTA-Fillapex® (15,03%) tiveram solubilidade maior do que os cimentos Sealapex® (9,97%), Activ GP® (8,26%) e Epiphany SE® (2,45%) ( $p < 0,05$ ). O AH Plus® apresentou a menor solubilidade tanto com dois dias quanto com sete dias, respectivamente, 0,23% e 0,32% ( $p < 0,05$ ).

Candeiro *et al.*<sup>(44)</sup>, em 2012, avaliaram as propriedades físico-químicas de um cimento endodôntico, o Endosequence BC Sealer®. A radiopacidade, o pH, a liberação de íons de cálcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) e a viscosidade foram analisados, e em seguida os resultados foram comparados com cimento AH Plus®. A liberação de íons cálcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) e o pH foram medidos em diferentes períodos. O cimento AH Plus® foi misturado de acordo com as recomendações do fabricante. O Endosequence BC® já é uma pré-mistura, de modo que sua manipulação é desnecessária. A liberação de íons cálcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) foi com um espectrofotômetro de absorção atômica. O cimento Endosequence BC Sealer® apresentou significativamente maior liberação de  $\text{Ca}^{2+}$  ( $p < 0,05$ ) do que o cimento AH Plus®, com três horas, 72 horas, 168 horas e 240 horas. No entanto, às 24 horas, não houve diferença significativa ( $p > 0,05$ ) entre os cimentos. Depois de 168 horas, que equivale a sete dias, ambos os cimentos apresentaram maior liberação de  $\text{Ca}^{2+}$ , sendo de 1,108 mg/L do EndoSequence BC Sealer® e de 0,635 mg/L do AH Plus®.

Keine *et al.*<sup>(45)</sup>, em 2012, avaliaram o escoamento, o pH e a liberação de íons cálcio, usando um espectrofotômetro de absorção atômica, do MTA Fillapex® puro (GI) e do MTA Fillapex® com hidróxido de cálcio a 10%, em peso (GII), em comparação com o AH plus® (GIII) e o Sealapex® (GIV) em períodos de 24 horas,

sete, 14 e 28 dias. Como os valores de liberação de cálcio não apresentaram distribuição amostral normal, foi utilizada uma análise estatística não paramétrica. Em todos os períodos, o GIII apresentou liberação de cálcio inferior aos outros grupos ( $p < 0,05$ ) com valores, em mg/L, de 5,6 em 24 horas, 5,9 em sete dias, 5,5 em 14 dias e 5,5 em 28 dias. Os valores de liberação de cálcio do GI de 29,6 em 24 horas, 23,8 em sete dias, 31,1 em 14 dias e 20,4 em 28 dias; do GII de 20,1 em 24 horas, 17,6 em sete dias, 19,6 em 14 dias e 22,6 em 28 dias. O GIV apresentou 26,7 em 24 horas, 34,7 em sete dias, 25,8 em 14 dias e 33,5 em 28 dias. Os resultados da liberação de cálcio e o pH observado após a adição de 10% de pó de hidróxido de cálcio (em peso) no MTA Fillapex® são semelhantes aos do cimento puro e o Sealapex®.

Schafer, Bering e Burklein<sup>(46)</sup>, em 2013, estudaram as propriedades físico-químicas de três cimentos endodônticos. A solubilidade, o tempo de presa e a radiopacidade do AH Plus®, do EndoREZ® e do RealSeal SE® foram avaliadas. A solubilidade foi determinada pela perda de peso da água dos espécimes ao longo de 28 dias. O tempo de presa e a radiopacidade foram avaliados de acordo com as especificações ANSI/ADA e ISO, usando, respectivamente, uma escala de alumínio calibrada em milímetros e a agulha de Gillmore. Os cimentos de cura dual, EndoREZ® e RealSeal SE® foram manipulados em uma câmara escura. Os resultados encontrados quanto ao cimento AH Plus®, à base de resina epóxica, foram de baixa solubilidade (0,36%). Em todos os tempos de exposição que correspondiam a um minuto, cinco minutos, 20 minutos, duas horas, 24 horas, 72 horas, 14 dias e 28 dias, o AH Plus® foi significativamente menos solúvel do que os outros dois cimentos testados ( $p < 0,01$ ). O EndoREZ® foi significativamente mais solúvel, com 9,57% em 28 dias, do que os outros cimentos ( $p < 0,01$ ). Os tempos de presa do AH Plus®, do EndoREZ® e do RealSeal SE® foram 630, 28 e 43 min, respectivamente. Diferenças significativas foram obtidas entre todos os três cimentos ( $p < 0,01$ ).

Zhou *et al.*<sup>(47)</sup>, em 2013, investigaram dois novos cimentos, o Endosequence BC® e o MTA Fillapex®, com dois cimentos à base de resina, o AH Plus® e o ThermaSeal®, com o GuttaFlow 2®, à base de silicone, e o Pulp Canal Sealer EWT® (PCS), à base de Óxido de Zinco e Eugenol. As propriedades físico-químicas – tempo de trabalho, tempo de presa, viscosidade, solubilidade, alteração dimensional e espessura de filme – foram examinadas de acordo com as

especificações ISO 6876/2001. Todos os cimentos foram misturados e manipulados de acordo com as instruções do fabricante, com exceção do cimento BC e que toma presa em ambiente úmido. O tempo de trabalho e o tempo de presa dos cimentos testados estavam em acordo com os valores declarados pelos fabricantes, com exceção do tempo de presa do PCS, que no presente estudo foi encontrado um valor muito mais alto do que o apresentado nas instruções (26,3 horas contra <2 horas pelo fabricante). Os cimentos BC, MTA Fillapex®, AH Plus®, ThermaSeal®, GuttaFlow® apresentaram, respectivamente, 2,7 horas, 2,5 horas, 11,5 horas, 23 horas e 0,7 horas de tempo de presa. Todos os materiais testados apresentaram solubilidades dentro do limite permitido das recomendações ISO 6876/2001 (fração de massa de 3%). O cimento Endosequence BC® exibiu o maior valor de solubilidade ( $2,9 \pm 0,5\%$ ) entre os materiais testados, seguido pelo MTA Fillapex®. Os valores da solubilidade em ordem crescente foram ThermaSeal® (0,0015%), GuttaFlow® (0,02%), AH Plus® (0,06%), PCS (0,07%), MTA Fillapex® (1,10%), cimento BC (2,9%). O MTA Fillapex®, o AH Plus®, e o PCS exibiram maior perda após imersão em água por 30 dias, enquanto que uma ligeira expansão foi observada com o cimento EndoSequence BC®, o ThermaSeal® e o Gutta-Flow®. A alteração dimensional de todos os cimentos testados estava em acordo com as especificações da ISO 6876/2001, sendo do cimento BC de 0,087%; do MTA Fillapex® de 0,67%; do AH Plus® de 0,034%; do ThermaSeal® de 0,04%; do PCS de 0,86% e do GuttaFlow® de 0,037%. Concluíram que os novos cimentos endodônticos, MTA Fillapex® e EndoSequence BC®, possuem um escoamento e estabilidade dimensional comparável, porém maior espessura de filme e solubilidade do que o AH Plus®, o ThermaSeal®, o PCS e o GuttaFlow®.

Vitti *et al.*<sup>(48)</sup>, em 2013, compararam várias propriedades físico-químicas, incluindo tempo de trabalho e tempo de presa, escoamento, solubilidade, e absorção de água de um cimento à base de silicato de cálcio (MTA Fillapex®) e um cimento resinoso epóxi (AH Plus®). Os materiais foram manipulados seguindo as instruções do fabricante; o tempo de trabalho e o escoamento foram testados de acordo com a ISO 6876/2001 e o tempo de presa de acordo com a Sociedade Americana de Testes e Materiais C266. Para a solubilidade e absorção de água, os materiais foram colocados em moldes de cloreto de polivinil (8 x 1,6 milímetros). As amostras (n=10 para cada material e de teste) foram colocadas em um recipiente cilíndrico vedado com poliestireno com 20 mL água deionizada a 37°C. Em 1, 7, 14 e 28 dias,



as amostras foram removidas das soluções secas para o teste de solubilidade e de absorção de água.

Quanto aos resultados, o AH Plus® mostrou tempo de presa inicial ( $10,18 \pm 0,1$  horas) e tempo de presa final ( $18,11 \pm 0,25$  horas) quando comparado com o MTA Fillapex® (tempo de presa inicial =  $2,27 \pm 0,06$  horas, e tempo de presa final =  $4,55 \pm 0,05$  horas). A solubilidade do AH Plus® (1 dia =  $-0,33 \pm 0,03$ , 7 dias =  $-0,36 \pm 0,02$ , 14 dias =  $-0,78 \pm 0,05$  e 28 dias =  $-0,84 \pm 0,03$ ) estavam significativamente mais altas que o MTA Fillapex® (1 dia =  $-0,09 \pm 0,06$ , 7 dias =  $-0,15 \pm 0,07$ , 14 dias =  $-0,22 \pm 0,08$ , e 28 dias =  $-0,25 \pm 0,08$ ) para todos os tempos testados ( $p < 0,05$ ). Para a absorção de água o AH Plus® (1 dia =  $0,10 \pm 0,01$ , 7 dias =  $0,12 \pm 0,02$ , 14 dias =  $0,19 \pm 0,02$ , e 28 dias =  $0,25 \pm 0,01$ ) absorveu significativamente mais água do que o MTA Fillapex® (1 dia =  $0,05 \pm 0,05$ , 7 dias =  $0,08 \pm 0,07$ , 14 dias =  $0,15 \pm 0,08$ , e 28 dias =  $0,20 \pm 0,20$ ) para todos os tempos testados ( $p < 0,05$ ). Portanto, os resultados deste estudo mostraram que o cimento endodôntico à base de MTA, o MTA Fillapex®, mostrou propriedades físicas adequadas podendo ser utilizado no tratamento endodôntico.

Faraoni *et al.*<sup>(49)</sup>, em 2013, compararam o MTA Fillapex® com o Sealer 26®, o AH Plus® e o Sealapex®, em relação ao escoamento e ao tempo de presa. Todos foram estocados e manipulados de acordo com as instruções dos respectivos fabricantes. A determinação do escoamento foi realizada com base na Especificação n° 57 da *American Dental Association* (ADA). Para o tempo de presa, foi observado tanto o inicial quanto o final. Para isso, após 30 minutos do início da mistura, uma agulha tipo Gillmore de 100 g e ponta ativa de 2 mm de diâmetro foi colocada verticalmente sobre a superfície do material. Nos resultados, o tempo de presa do MTA Fillapex® chegou à presa inicial de 20 horas e 11 minutos, tempo maior quando comparado com o AH Plus®, que foi de 19 horas e 20 minutos e mais rápido que o Sealer 26® que foi de 46 horas e 54 minutos. O cimento Sealapex® não chegou a tomar presa inicial, e O MTA Fillapex® não tomou presa final, o que também foi evidenciado no Sealapex®. Contudo, o AH Plus® teve presa final de 23 horas e 30 minutos e o Sealer 26® de 137 horas e 50 minutos.

Viapiana *et al.*<sup>(50)</sup>, em 2014, investigaram as propriedades físico-químicas e mecânicas de cimentos experimentais à base de cimento de *Portland* (ES), com diferentes agentes radiopacificadores (óxido de zircônio e óxido nióbio, tanto micro quanto nanoparticulados) em comparação com os cimentos convencionais: AH

Plus®, MTA Fillapex® e Sealapex®. As propriedades físico-químicas dos materiais avaliadas foram: tempo de presa, resistência à compressão, escoamento, espessura de película, radiopacidade, solubilidade, estabilidade dimensional e liberação de formaldeído de acordo com a Especificação n° 57 da ANSI/ADA, de 2008, e ISO 6876, de 2012. Foi observado maior tempo de presa para o cimento AH Plus® (1345 min) ( $p < 0,05$ ), enquanto o MTA Fillapex® (66 min) teve o menor tempo de presa ( $p < 0,05$ ). Os materiais com a maior solubilidade foram o Sealapex®, com 14,07%, e o MTA Fillapex®, com 14,94% ( $p > 0,05$ ). Os ESs tiveram valores intermediários. O AH Plus® foi o único material que apresentou um aumento da massa de 0,25% ( $p < 0,05$ ). O material à base de resina epóxica, AH Plus®, e os ESs mostraram expansão linear, com o AH Plus® (0,59%) e o ESs – o Zr-micro (1,26%), o Zr-nano (1,02%) e o Nb-micro (0,87%) – apresentando estatisticamente valores semelhantes ( $p > 0,05$ ). Já o ES Nb-nano apresentou 0,21%, o MTA Fillapex® -1,65% e o Sealapex® -0,07% de contração linear ( $p > 0,05$ ). Dessa forma, pode-se concluir que os cimentos endodônticos experimentais à base de cimento de *Portland* tiveram as propriedades físico-químicas de acordo com a Especificação n° 57 ANSI/ADA (2008) e ISO 6876 (2012).

Garcia *et al.*<sup>(51)</sup>, em 2014, estudaram a solubilidade e a desintegração de EndoBinder® (EB) contendo três agentes radiopacificadores diferentes – óxido de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ), óxido de zinco ( $\text{ZnO}$ ) e óxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ) –, em comparação com o agregado trióxido mineral cinza (GMTA) e o MTA branco (WMTA). O novo cimento à base de aluminato de cálcio chamado EndoBinder (Binderware, São Carlos, SP, Brasil) foi desenvolvido pela Universidade Federal de São Carlos (UFSCar-Brasil, número de patente PI0704502-6) para preservar as propriedades e as aplicações clínicas do MTA sem suas características negativas. EndoBinder® é constituído por (% em peso)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $\geq 68,0$ ),  $\text{CaO}$  ( $\leq 31,0$ ),  $\text{SiO}_2$  (0,3-0,8),  $\text{MgO}$  (0,4-0,5) e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ( $< 0,3$ ). Esse estudo utilizou a Especificação n° 57 da ANSI/ADA. Os resultados demonstraram que todos os cimentos apresentaram solubilidade e desintegração acima do limite proposto pela Especificação n° 57 da ANSI/ADA. O EB +  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  apresentou a menor perda de massa (5,08 %) e o WMTA (6,65%) a mais elevada, não havendo diferença estatisticamente significativa ( $p > 0,05$ ). No que diz respeito à liberação de íons cálcio, WMTA (571,743 mg/Kg – ppm) apresentou os níveis mais altos e GMTA (23.279 mg/Kg – ppm) o menor, com diferença significativa entre eles e em comparação com os outros cimentos ( $p < 0,05$ ). O

EndoBinder apresentou valores intermediários, com o valor mais elevado mostrado pelo EB + ZnO (192,528 mg/Kg – ppm) e com diferença estatisticamente significativa entre os outros cimentos, o EB + Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (122,758 mg/Kg – ppm) e o EB + ZrO<sub>2</sub> (122,146 mg/Kg – ppm) ( $p < 0,05$ ).

Amoroso-Silva *et al.*<sup>(52)</sup>, em 2014, analisaram a qualidade da obturação e as propriedades físicas do MTA Fillapex® e do AH Plus®. O estudo não apresentou um padrão normativo para o estudo das propriedades. A solubilidade foi analisada calculando a diferença da massa da amostra após três vezes o tempo de presa e após a amostra imersa em água ficar 24 horas na estufa, seguida de mais 24 horas no desumidificador. A solubilidade do AH Plus® foi 0,20% e do MTA Fillapex®, de 14,22% ( $p = 0,0001$ ). O tempo de presa utilizou a agulha de Gillmore e os cimentos apresentaram, em minutos, o AH Plus® (1337 min) e o MTA Fillapex® (300 min), com diferença significativa entre os resultados ( $p = 0,0001$ ).

### 3 OBJETIVO

#### 3.1 OBJETIVO GERAL:

Avaliar, por meio de modelo experimental *in vitro*, o comportamento dos cimentos obturadores AH Plus®, Pulp Canal Sealer EWT®, MTA Fillapex®, EndoSequence BC® e EndoREZ® quanto às propriedades físico-químicas de tempo de presa, alteração dimensional e solubilidade, de acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ADA e com os achados na literatura.

#### 3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Conciliar se as evidências de tempo de presa acompanham os dados do fabricante;
- Conciliar as evidências de alteração dimensional dos cimentos estudados;
- Conciliar as evidências de solubilidade dos cimentos estudados;
- Analisar, por meio de espectrometria de absorção atômica, a concentração dos íons  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ , e  $\text{Mg}^{2+}$  encontrados nos líquidos de imersão das amostras de cimentos utilizados no teste de solubilidade e conciliá-los com os achados na literatura.

## 4 MÉTODOS

Para a realização deste estudo, foram utilizados os cimentos endodônticos AH Plus® (Dentsply/De Trey, Konstanz, Alemanha), à base de resina epóxica; Pulp Canal Sealer EWT® (SybronEndo/Kerr, Orange, CA, EUA), à base de Óxido de Zinco e Eugenol; MTA Fillapex® (Angelus Indústria de Produtos Odontológicos S/A, Londrina, PR, Brasil) e EndoSequence BC® (Brasseler USA Dental Instrumentation, Savannah, GA, EUA), ambos à base de silicato de cálcio; e EndoREZ® (Ultradent Products Inc., South Jordan, UT, EUA), à base de resina de metacrilato (Figura 1).

Este estudo utilizou o protocolo da Especificação n° 57 da ANSI/ADA (2012)<sup>(7)</sup> para a avaliação das propriedades físico-químicas de tempo de presa e de alteração dimensional dos cimentos acima descritos. Especificamente para a avaliação da solubilidade, foi adotado o protocolo sugerido por Versiani *et al.*<sup>(9)</sup>, no qual seguiu a Especificação n° 57 da ANSI/ADA de 1983<sup>(29)</sup> e utilizou os líquidos de imersão dos cimentos para determinação da concentração de íons metálicos, por meio da espectrometria de absorção atômica.

As informações, composição e fabricante, dos cimentos utilizados neste estudo estão na Tabela 1.

## 4.1 CIMENTOS ENDODÔNTICOS ESTUDADOS



Figura 1 - Cimentos. A- AH Plus®; B- Pulp Canal Sealer EWT®; C- MTA Fillapex®; D- EndoSequense BC®; E- EndoREZ®.

Tabela 1 - Apresentação da composição e do fabricante dos cimentos estudados

Cimentos	Composição	Fabricante
<b>AH Plus®</b>	Pasta A: resina epóxi de Bisfenol-A, resina epóxi de Bisfenol-F, tungstenato de cálcio, silício, óxido de ferro Pasta B: dibenzil-diamina, aminoadamantano, triciclo-decano-diamina, tungstenato de cálcio, óxido de zircônio	Dentsply/De Trey, Alemanha
<b>Pulp Canal Sealer EWT®</b>	Líquido: 4-alil-2-metoxifenol, resina balsâmica e água Pó: pó de prata, óxido de zinco, iodeto de timol e resina dimérica ácida	SybronEndo/EUA
<b>MTA Fillapex®</b>	Resina salicilato, resina diluente, resina natural, óxido de bismuto, sílica nanoparticulada, mineral trióxido agregado	Angelus Indústria de Produtos Odontológicos, S/A, Brasil
<b>EndoSequense BC®</b>	Óxido de zircônia, silicato de cálcio, fosfato de cálcio monobásico, hidróxido de cálcio, agentes espessantes Parte 1: Resinas: TEGMA, dimetilacrilato diuretano, fosfato de bisglicerol dimetacrilato. Preenchimento: oxiclreto de bismuto, lactato de cálcio pentahidratado, sílica	Brasseler USA, Dental Instrumentation, EUA
<b>EndoREZ®</b>	Parte 2: TEGMA, dietacrilato diuretano, fosfato de bisglicerol dimetacrilato. Preenchimento: oxiclreto de bismuto, lactato de cálcio pentahidratado, sílica. Iniciadores: dietanol p-tolymino, bisfenol (2,4,6 trimetil benzoila), óxido fosfato (33)	Ultradent Products Inc./EUA

## 4.2 TESTE DE TEMPO DE PRESA

O tempo de presa foi conduzido conforme a Especificação n° 57 para materiais obturadores endodônticos da ANSI/ADA, que determina a utilização de uma estufa com temperatura de  $37 (\pm 1) ^\circ\text{C}$  e umidade de pelo menos 95% e uma placa de vidro plana de aproximadamente 1 mm de espessura, como uma lâmina do microscópio. Os cimentos que não precisaram de umidade para tomar presa foram levados para o interior da estufa após  $120 \text{ s} \pm 10 \text{ s}$  do fim da manipulação. Quanto aos cimentos que necessitaram da umidade para obter presa, o recipiente, que recebeu as amostras recém-preenchidas com cimento, foi preparado 24 horas antes de receber as amostras para ter 95% umidade e  $37^\circ\text{C}$  de temperatura.

A manipulação dos cimentos foi realizada de acordo com as instruções dos fabricantes. Os cimentos AH Plus® e MTA Fillapex®, que se apresentam na forma de duas pastas, foram utilizadas na proporção 1:1 e espatulados até a obtenção de consistência homogênea. O cimento Pulp Canal Sealer EWT® foi obtido a partir de uma gota de eugenol dispensada após posicionamento perpendicular do frasco em relação à superfície da placa de vidro e misturada a uma medida de pó da colher fornecida pelo fabricante até que se obtivesse uma mistura homogênea. O EndoSequence BC®, que se apresenta na forma de pasta única, foi dispensado diretamente no dispositivo do teste de tempo de presa. E o cimento EndoRez® foi manipulado sobre uma placa de vidro, em uma sala escura para que a luz comum não interferisse na polimerização do material, até que obtivesse mistura homogênea e fotoativado por 40 s, conforme recomendação do fabricante.

Em seguida, o anel metálico, 10 mm diâmetro interno e 2 mm de espessura, fixado sobre a lâmina de vidro, foi preenchido. Depois de  $120 (\pm 10) \text{ s}$  do final da mistura, este conjunto foi colocado na estufa.

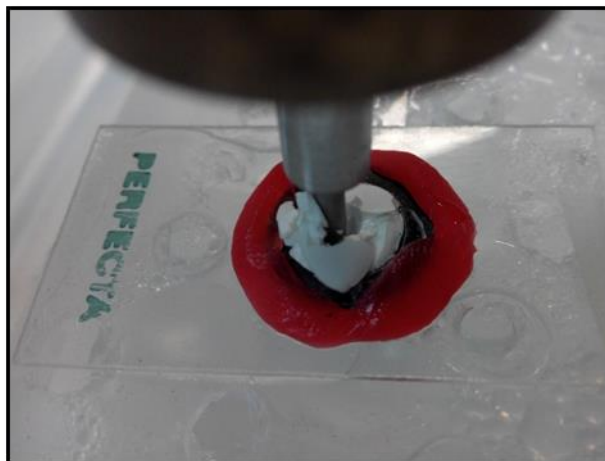


Figura 2 - Agulha tipo-Gillmore levada verticalmente contra a superfície horizontal do cimento.

Quando se alcançou a metade do tempo de presa estipulado pelo fabricante, uma agulha tipo-Gillmore passou a ser cuidadosamente levada verticalmente contra a superfície horizontal do cimento (Figura 2). O teste piloto auxiliou na determinação dos intervalos de tempo para o uso da agulha tipo-Gillmore em cada um dos cimentos testados. A agulha tipo-Gillmore utilizada apresentava uma massa de 100 ( $\pm 0,5$ ) g, uma extremidade plana 2,0 ( $\pm 0,1$ ) mm de diâmetro e a uma distância de aproximadamente 5 mm do bloco que contém maior massa na agulha. A extremidade da agulha deve ser plana e em ângulos retos para que o eixo da haste possa ser mantido em bom estado de limpeza. A agulha tipo-Gillmore possui um bloco metálico com dimensões 8 mm x 20 mm x 10 mm, que confere, de forma considerável, o seu peso. A ponta do instrumento foi limpa sempre que usada e essa operação foi repetida até que a presa completa do cimento fosse confirmada. O tempo de presa foi marcado desde o início da mistura até o momento em que a presa completa do cimento fosse alcançada.

Três repetições foram realizadas para cada um dos cimentos estudados a fim de se determinar o tempo de presa dos respectivos materiais, conforme a Especificação nº 57 da ANSI/ADA (7). Para cimentos que possuem um intervalo de tempo de presa maior do que 30 minutos e até 72 horas, esse tempo não deve exceder o limite máximo de 10% de variação para mais ou para menos do valor indicado pelo fabricante. Para os cimentos os quais o fabricante cita um intervalo de tempo ao invés de um tempo específico, o tempo de presa medido deve estar dentro da faixa indicada pelo fabricante.



### 4.3 TESTE DE ALTERAÇÃO DIMENSIONAL

O teste de alteração dimensional foi conduzido conforme a Especificação nº 57 para materiais obturadores endodônticos da ANSI/ADA<sup>(7)</sup>, que determina a utilização de uma estufa com temperatura de 37 (± 1) °C e umidade de pelo menos 95%. Moldes de Teflon foram preparados e cinco amostras de 12 mm de comprimento e 6 mm de diâmetro foram produzidas. Para a confecção da amostra, o molde foi colocado sobre uma placa de vidro, que estava protegida com uma fina folha de papel celofane. O molde foi preenchido até que um leve excesso de cimento, manipulado de acordo com as instruções do fabricante, fosse observado. Outra placa de vidro, também protegida por papel celofane, foi pressionada sobre a outra superfície do molde. O conjunto foi mantido em posição com o auxílio de uma fita adesiva. Cinco minutos após a mistura do cimento e preenchimento do molde, o conjunto foi transferido para uma estufa (95% de umidade e 37°C), mantido por um período mínimo de três vezes o tempo de presa do cimento observado no teste de tempo de presa e, então, foi removido. O próximo passo foi tornar as extremidades da amostra regulares e planas. Para isso, a amostra, ainda no molde, foi lixada com uma lixa d'água de granulação 600. A amostra foi removida do molde, e o comprimento foi medido por meio de um paquímetro digital com a precisão de 0,01 mm (Mitutoyo MTI Corporation, Tokio, Japão) e armazenado em um recipiente contendo 30 mL de água deionizada a 37°C por 30 dias (Figura 3).

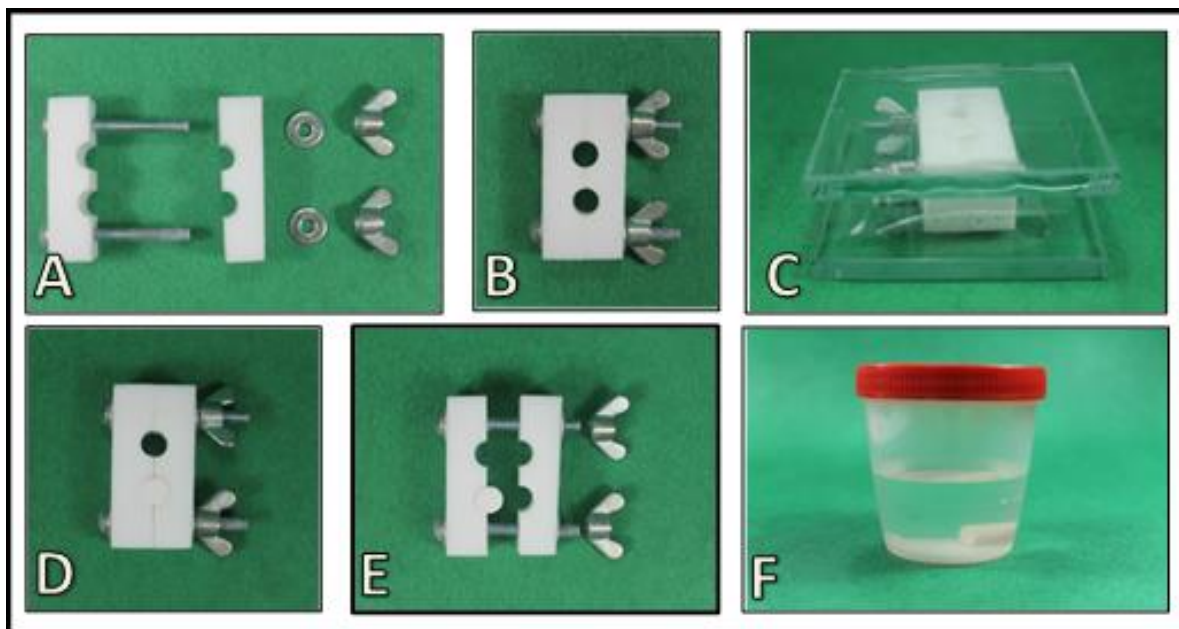
Para se obter a presa do cimento EndoSequense BC®, que necessita de umidade para tal procedimento – com base nos achados de Zhou *et al.* (47) e no piloto deste experimento –, foi removida, após 24 horas do início da mistura com a amostra já na estufa, uma das placas de vidro e o papel celofane do dispositivo responsável pela confecção da amostra.

As amostras foram removidas do recipiente, secas com papel absorvente e os seus comprimentos analisados novamente. A porcentagem da alteração dimensional foi calculada usando a fórmula:

$$\frac{(C_{30} - C)}{C} \times 100,$$

onde  $C_{30}$  corresponde ao comprimento da amostra após 30 dias de estocagem sob as condições do experimento e  $C$  é o comprimento inicial da amostra. A média aritmética da mensuração das cinco amostras dos cimentos, que corresponde ao

percentual do comprimento excedido ou contraído, foi gravada como a alteração dimensional do cimento testado.



F

Figura 3 - Etapas na análise da alteração dimensional. A - Molde desmontado; B - Molde montado; C - Molde preenchido, celofane e placas de vidros; D - Molde preenchido; E - Molde com o cimento; F- Corpo de prova imerso.

#### 4.4 TESTE DE SOLUBILIDADE

O teste de solubilidade foi conduzido conforme o protocolo Versiani *et al.*<sup>(11)</sup> materiais obturadores endodônticos, que determina a utilização de uma estufa com temperatura de  $37 (\pm 1) ^\circ\text{C}$  e uma umidade de pelo menos 95%. Para a confecção das amostras, moldes cilíndricos de Teflon de 1,5 mm de espessura e medindo 20 mm de diâmetro foram utilizados. O molde foi colocado sobre uma placa de vidro protegida por uma fina folha de papel celofane. O interior de cada molde foi preenchido com um dos cimentos endodônticos estudados, que foram manipulados de acordo com as recomendações dos respectivos fabricantes. Em seguida, uma linha de *nylon* foi colocada no interior do molde e este foi preenchido com um leve excesso de cimento. Concluída essa etapa, outra placa de vidro também protegida por uma folha de papel celofane foi posicionada sobre o molde, que sofreu pressão manual de forma que a placa de vidro tocasse de maneira uniforme todo o molde. O

conjunto (Figura 4) foi colocado em uma estufa com 95% de umidade a 37°C e mantido na mesma por um período mínimo correspondente a três vezes o tempo de presa, para que então as amostras fossem removidas deste equipamento.

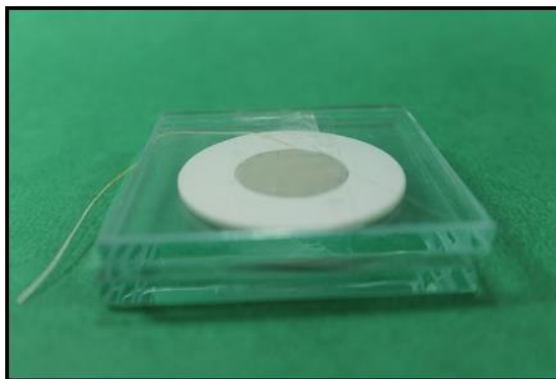


Figura 4 – Conjunto para confecção da amostra de solubilidade.

As amostras foram removidas do molde de teflon com o auxílio de um dispositivo desenvolvido especificamente para essa finalidade (Figura 5).

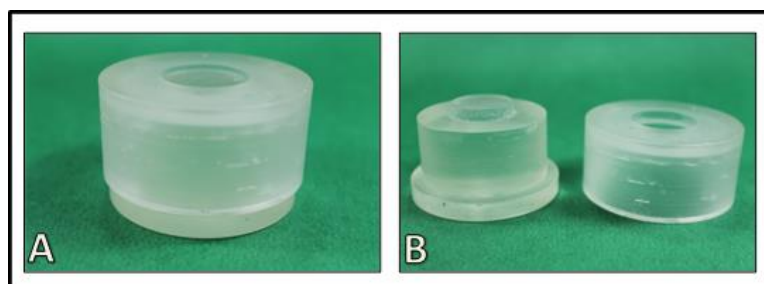


Figura 5 - A - Dispositivo confeccionado para remover as amostras para avaliação da solubilidade; B – Dispositivo desmontado.

O cimento EndoSequense BC®, assim como na alteração dimensional, por necessitar de meio úmido para tomar presa, como informado pelo fabricante, foi necessário remover uma das placas de vidro e folha de papel celofane para que o material tivesse contato com a umidade.

Os resíduos e os restos de partículas foram removidos com água destilada, as amostras foram pesadas na balança de precisão HM-200 (A & D Engineering, Inc., Bradford, MA, EUA). Os valores referentes aos pesos das amostras foram devidamente anotados. As amostras foram suspensas com o fio de *nylon* em um recipiente de boca ampla, contendo 50 mL de água destilada e deionizada, com o cuidado da amostra não ter contato com as paredes do recipiente nem com o ar em seu interior. Cada amostra foi colocada em um recipiente e selada, em seguida deixada em uma estufa a 37°C por sete dias. As amostras foram então removidas da estufa, lavadas com água deionizada. Em seguida, secas, suavemente, com papel absorvente.



Figura 6 – Amostra imersa em água deionizada.

As amostras, posteriormente, foram colocadas em um desumidificador, contendo ácido sulfúrico, por 24 horas e pesadas novamente. Para cada cimento, cinco repetições foram conduzidas. Dessa forma, a massa perdida de cada amostra, expressa em porcentagem da massa inicial, determinou a solubilidade do cimento.

#### 4.5 ESPECTOMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA

Os líquidos das amostras utilizados no teste de solubilidade foram submetidos à espectrometria de absorção atômica (Varian, Palo Alto, CA, EUA) para quantificar os íons  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  e  $\text{Mg}^{2+}$  no Laboratório de Biofarmacologia da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, da Universidade de São Paulo – FORP-USP.

#### 4.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados de tempo de presa, alteração dimensional e solubilidade foram submetidos a testes estatísticos preliminares, com objetivo de verificar a normalidade da distribuição amostral. Foram aplicados os testes estatísticos de Análise de Variância para verificar a diferença entre os cimentos analisados, e o teste complementar de Tukey para verificar a diferença entre os cimentos, com nível de significância de 5% ( $\alpha=0,05$ ). O Software utilizado foi o SANEST (Sistema de Análise Estatística, desenvolvido por Zonta e Machado, 1984).

## 5 RESULTADOS

### 5.1 TEMPO DE PRESA

Os dados originais, médias e desvios padrões do tempo de presa (em minutos) estão descritos na Tabela 2. Além desses dados, foi incluído também, na Tabela 2, o tempo de presa determinado pelo fabricante.

Tabela 2 - Valores de tempo de presa dos cimentos estudados

<b>Cimento</b>	<b>Tempo do fabricante</b>	<b>Amostra 1</b>	<b>Amostra 2</b>	<b>Amostra 3</b>	<b>Média e DP</b>
<b>AH Plus®</b>	8 h (480 min)	12 h 23 min	12 h 11 min	14 h 54 min	<b>789,3 ± 52,44 min</b>
<b>Pulp Canal Sealer EWT®</b>	Até 2 h (120 min)	17 min	21 min	29 min	<b>22,3 ± 3,52 min</b>
<b>MTA Fillapex®</b>	2,5 h (150 min)	4 h 48 min	4 h 02 min	3 h 46 min	<b>252,0 ± 18,58 min</b>
<b>EndoSequence BC®</b>	2 h (120 min)	39 h 51 min	40 h 14 min	41 h 24 min	<b>2429,6 ± 27,96 min</b>
<b>EndoREZ®</b>	20 - 30 min	30 min	30 min	30 min	<b>30 ± 0,0 min</b>

DP – desvio padrão

Como a distribuição amostral foi normal e homogênea, realizou-se a Análise de Variância, que demonstrou diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,01$ ) entre os grupos estudados (Tabela 3).

Tabela 3 - Análise da Variância para o tempo de presa

<b>Causas da Variação</b>	<b>S.Q.</b>	<b>G.L.</b>	<b>Q.M.</b>	<b>Valor F</b>	<b>Probabilidade</b>
<b>Material</b>	12325363.333	4	3081340.833	1319.971	0.00001
<b>Resíduo</b>	23344.000	10	2334.400		
<b>Total</b>	12348770.333	14			

Com o intuito de esclarecer quais os cimentos eram diferentes entre si, aplicou-se o teste complementar de Tukey (Tabela 4), que evidenciou que o EndoSequence BC® apresentou a maior média de tempo de presa, sendo seguido

AH Plus® e MTA Fillapex®, todos estatisticamente diferentes entre si e dos demais ( $p < 0,05$ ). Por outro lado, o EndoREZ® e o Pulp Canal Sealer EWT® apresentaram as menores médias, sendo estatisticamente semelhantes entre si ( $p > 0,05$ ) e diferentes dos demais ( $p < 0,05$ ).

Tabela 4 - Teste de Tukey: Tempo de presa (minutos) dos cimentos estudados

<b>Cimentos</b>	<b>Médias ± DP</b>
AH Plus®	<b>789,3 ± 52,44<sup>b</sup></b>
Pulp Canal Sealer EWT®	<b>22,3 ± 3,52<sup>d</sup></b>
MTA Fillapex®	<b>252,0 ± 18,58<sup>c</sup></b>
EndoSequence BC®	<b>2429,6 ± 27,96<sup>a</sup></b>
EndoREZ®	<b>30 ± 0,00<sup>d</sup></b>

Letras iguais indicam valores estatisticamente semelhantes ( $p > 0,05$ ).

A Especificação nº 57 da ANSI/ADA estabelece que o tempo de presa deva estar dentro de 10% do tempo de presa estipulado pelo fabricante. E quando este cita um intervalo de tempo, o tempo de presa deve estar dentro da faixa indicada pelo mesmo. Logo, apenas o Pulp Canal Sealer EWT® e o EndoREZ® estão de acordo com a Especificação nº 57.

## 5.2 ALTERAÇÃO DIMENSIONAL

Os dados originais, médias e desvios padrões da alteração dimensional (em %) estão descritos na Tabela 5.

Tabela 5 - Valores originais da alteração dimensional, médias e desvios padrões, em %, de cada cimento

<b>AH Plus®</b>	<b>Pulp Canal Sealer EWT®</b>	<b>MTA Fillapex®</b>	<b>Endosequense BC®</b>	<b>EndoREZ®</b>
0,40	-1,07	-1,80	0,57	1,07
0,32	-0,75	-1,81	0,41	0,99
0,49	-1,23	-1,80	0,33	1,07
0,41	-1,24	-1,80	0,24	0,98
0,41	-1,07	-1,72	0,49	1,24
<b>0,41 ± 0,02</b>	<b>-1,07 ± 0,08</b>	<b>-1,78 ± 0,01</b>	<b>0,41 ± 0,05</b>	<b>1,07 ± 0,04</b>

Os valores antecedidos pelo sinal “-” expressam contração da amostra. Já os demais valores, com ausência do sinal “-”, expressam expansão da amostra.

Como a distribuição amostral foi normal e homogênea, realizou-se a Análise de Variância, que demonstrou diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,01$ ) entre os grupos estudados (Tabela 6).

Tabela 6 - Análise da Variância da alteração dimensional

<b>Causas da Variação</b>	<b>S.Q.</b>	<b>G.L.</b>	<b>Q.M.</b>	<b>Valor F</b>	<b>Probabilidade</b>
<b>Material</b>	28,127	4	7,031	489,002	0.00001
<b>Resíduo</b>	0,287	20	0,014		
<b>Total</b>	28,414	24			

Com o intuito de esclarecer quais cimentos eram diferentes entre si, aplicou-se o teste de Tukey (Tabela 7), que o EndoREZ® apresentou a maior média de expansão dimensional, quando comparado aos demais cimentos estudados ( $p < 0,05$ ). Os cimentos AH Plus® e EndoSequence BC® apresentaram menores valores de expansão dimensional quando comparados ao EndoREZ® ( $p < 0,05$ ), porém estatisticamente semelhantes entre si ( $p > 0,05$ ). Já os cimentos Pulp Canal Sealer EWT® e MTA Fillapex® apresentaram contração dimensional, sendo estatisticamente diferentes entre si e dos demais cimentos ( $p < 0,05$ ). O MTA Fillapex® apresentou a maior média de contração.

Tabela 7 - Teste de Tukey: Alteração Dimensional (%) dos cimentos estudados

<b>Cimentos</b>	<b>Médias ± DP</b>
AH Plus®	<b>0,41 ± 0,02<sup>b</sup></b>
Pulp Canal Sealer EWT®	<b>-1,07 ± 0,08<sup>c</sup></b>
MTA Fillapex®	<b>-1,78 ± 0,01<sup>d</sup></b>
Endosequence BC®	<b>0,41 ± 0,05<sup>b</sup></b>
EndoREZ®	<b>1,07 ± 0,04<sup>a</sup></b>

Letras iguais indicam valores estatisticamente semelhantes ( $p > 0,05$ ).

A Especificação n° 57 da ANSI/ADA estabelece que o cimento endodôntico não deve ter alteração superior de 1% em contração ou 0,1% em expansão. Verificou-se que nenhum dos cimentos estudados apresentou resultados satisfatórios com base nas determinações da Especificação n° 57 da ANSI/ADA.



### 5.3 SOLUBILIDADE

A descrição dos dados originais, das médias e dos desvios padrões da solubilidade (em %) está expressa na Tabela 8.

Tabela 8 - Valores originais da solubilidade, médias e desvios padrões, em %, de cada cimento estudado

AH Plus®	Pulp Canal Sealer EWT®	MTA Fillapex®	Endosequense BC®	EndoREZ®
0	4,05	16,79	25,74	7,85
0,20	3,98	16,07	23,57	3,41
0,20	3,93	17,57	22,67	5,63
0,45	4,19	12,50	21,93	5,68
0,13	3,49	15,69	24,22	5,63
<b>0,20 ± 0,07</b>	<b>3,93 ± 0,11</b>	<b>15,69 ± 0,86</b>	<b>23,57 ± 0,65</b>	<b>5,63 ± 0,70</b>

Como a distribuição amostral foi normal e homogênea, realizou-se a Análise de Variância, que demonstrou diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,01$ ) entre os grupos estudados (Tabela 9).

Tabela 9 - Análise da Variância da solubilidade

Causas da Variação	S.Q.	G.L.	Q.M.	Valor F	Probabilidade
Material	1851,361	4	462,840	272,912	0.00001
Resíduo	33,918	20	1,695		
Total	1885,279	24			

Com o intuito de esclarecer quais cimentos eram diferentes entre si, aplicou-se o teste de Tukey (Tabela 10), evidenciando que o AH Plus® apresentou a menor média de solubilidade, quando comparado aos demais cimentos estudados ( $p < 0,05$ ). O Pulp Canal Sealer EWT® e o EndoREZ® apresentaram valores intermediários de solubilidade quando comparados aos demais cimentos estudados ( $p < 0,05$ ), porém estatisticamente semelhantes entre si ( $p > 0,05$ ). O MTA Fillapex® e o EndoSequence BC®, por sua vez, apresentaram as maiores médias de solubilidade, sendo estatisticamente diferentes entre si e dos demais cimentos ( $p < 0,05$ ). O EndoSequence BC® apresentou a maior média de solubilidade.

Tabela 10 - Teste de Tukey: Solubilidade (%) dos cimentos estudados

<b>Cimentos</b>	<b>Médias ± DP</b>
AH Plus®	<b>0,20 ± 0,07<sup>a</sup></b>
Pulp Canal Sealer EWT®	<b>3,93 ± 0,11<sup>b</sup></b>
MTA Fillapex®	<b>15,69 ± 0,86<sup>c</sup></b>
Endosequence BC®	<b>23,57 ± 0,65<sup>d</sup></b>
EndoREZ®	<b>5,63 ± 0,70<sup>b</sup></b>

Letras iguais indicam valores estatisticamente semelhantes ( $p > 0,05$ ).

A solubilidade do material, de acordo com a Especificação n° 57 da ANSI/ADA, não deve exceder 3% em massa. Dessa forma, apenas o AH Plus® obteve o resultado dentro dos parâmetros da Especificação n° 57 da ANSI/ADA.

#### 5.4 ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA

As concentrações dos íons dos líquidos do teste de solubilidade cujos cimentos ficaram imersos estão expostas na Tabela XI.

Tabela 11 - Concentração de íons metálicos, em mg/L, resultantes no líquido de imersão das amostras do teste de solubilidade

<b>Íons Metálicos</b>	<b>AH Plus®</b>	<b>Pulp Canal Sealer EWT®</b>	<b>MTA Fillapex®</b>	<b>Endosequence BC®</b>	<b>EndoREZ®</b>
<b>Ca<sup>2+</sup></b>	43,33	0,15	49,38	245	25,7
<b>Zn<sup>2+</sup></b>	0,012	5,8	0,027	<0,001	0,022
<b>Na<sup>+</sup></b>	10,4	9,75	11,1	8,55	15,9
<b>K<sup>+</sup></b>	3,16	3,03	9,88	2,25	3,31
<b>Mg<sup>2+</sup></b>	1,272	0,081	0,33	0,537	0,223

Os dados da Tabela XI evidência que os cimentos EndoSequence BC®, AH Plus® e MTA Fillapex® apresentaram liberação significativa de íon Ca<sup>2+</sup>, dando destaque para o EndoSequence BC®, que apresentou um valor consideravelmente maior que todos os cimentos. A liberação de íon Na<sup>+</sup> foi semelhante em todos os cimentos, enquanto que o íon Zn<sup>2+</sup> só foi encontrado, consideravelmente, no Pulp Canal Sealer EWT®.

## 6 DISCUSSÃO

Na obturação, os cimentos são utilizados para preencher as irregularidades na interface existente entre o material sólido de preenchimento e as paredes do sistema de canais radiculares<sup>(54)</sup>, buscando o desejado selamento hermético. Para isso, a utilização de cimentos endodônticos com propriedades físico-químicas adequadas quanto ao tempo de presa, à alteração dimensional e à solubilidade podem ter papel fundamental na busca por esse selamento<sup>(6)</sup>.

Nesse estudo, em relação à metodologia utilizada, alguns aspectos merecem ser destacados. Os experimentos para a avaliação do tempo de presa e da alteração dimensional basearam-se na Especificação n° 57 da ANSI/ADA (2012)<sup>(7)</sup>. Referente à avaliação da solubilidade, foi adotado o protocolo Especificação n° 57 da ANSI/ADA (1983)<sup>(29)</sup>, sugerido por Versiani *et al.*<sup>(9)</sup>, no qual foi utilizada a análise dos líquidos de imersão dos cimentos por espectrometria de absorção atômica para determinação da concentração de íons metálicos. A utilização da espectrometria de absorção atômica como análise complementar para o teste de solubilidade tem sido adotada em outros estudos recentes<sup>(12, 35, 37, 40, 41, 51)</sup>.

No presente estudo, para o tempo de presa, verificou-se que o cimento EndoSequence BC® apresentou o maior valor ( $2.429,6 \pm 27,96$  min), sendo seguido pelo AH Plus® ( $789,3 \pm 52,44$  min) e MTA Fillapex® ( $252,0 \pm 18,58$  min), todos estatisticamente diferentes entre si e dos demais cimentos ( $p < 0,05$ ). Já os cimentos EndoREZ® ( $30,0 \pm 0,0$  min) e Pulp Canal Sealer EWT® ( $22,3 \pm 3,52$  min) apresentaram os menores tempos de presa, sendo estatisticamente semelhantes entre si ( $p > 0,05$ ) e diferentes dos demais ( $p < 0,05$ ).

O cimento EndoSequence BC® apresenta-se comercialmente armazenado em uma seringa, disponível em pasta única. De acordo com o fabricante, fazem parte da composição do cimento: óxido de zircônia, silicato de cálcio, fosfato de cálcio monobásico, hidróxido de cálcio, partículas de carga e agentes espessantes. Ainda de acordo com o fabricante, o tempo de presa desse cimento é de duas horas (120 min), o qual afirma que a presença de umidade é necessária para que o mesmo tome presa. Nesse estudo, o tempo de presa observado para o cimento

EndoSequence BC foi extremamente superior ao tempo indicado pelo fabricante, ou seja, aproximadamente 20 vezes maior.

Outro aspecto observado durante a avaliação do tempo de presa foi a detecção de uma fina película de cimento tomando presa, formada na superfície da amostra, que se rompia com peso da agulha tipo-Gillmore, evidenciando a presença de cimento ainda fluido imediatamente abaixo dessa camada. Esse fato deve-se ao contato da camada superficial da amostra de cimento com a umidade. A contínua e programada utilização da agulha tipo-Gillmore promovia uma pequena exposição da parte fluida do cimento à umidade, o que fez com que pequenas porções do cimento fossem tomando presa à medida que fossem entrando em contato com a umidade. Consequentemente, a completa presa da amostra só foi concluída após a exposição da massa do cimento à umidade.

Loushine *et al.*<sup>(41)</sup> explicam que o cimento Endosequence BC® – como representante dos cimentos à base de silicato de fosfato de cálcio –, depende de água para que a sua reação de presa aconteça, e afirmam que ele é um material pronto para uso, injetável e hidrofílico. Assim, para se evitar a presa do material, os componentes inorgânicos e radiopacificadores do cimento são pré-misturados com veículos espessantes líquidos livres de água. O fabricante também afirma que o tempo de presa será maior em canais excessivamente secos. Loushine *et al.*<sup>(41)</sup> também encontraram um elevado tempo de presa para o cimento EndoSequence BC® (4.320 min).

Zhou *et al.*<sup>(47)</sup> relataram que, para acelerar o tempo de presa do cimento EndoSequence BC®, utilizou dois pedaços de tecido molhados que foram colocados entre o molde e as placas de vidro. Esse conjunto foi ainda colocado em uma embalagem tipo *zip-lock*, contendo água e armazenado a 37°C. Assim, com base no estudo de Zhou *et al.*<sup>(47)</sup>, as amostras do EndoSequence BC® foram expostas à umidade de forma direta. Já para acelerar a presa neste estudo, umas das placas de vidro do dispositivo responsável pela confecção da amostra de alteração dimensional e solubilidade foram removidas, juntamente com um papel celofane, após 24 horas do início da mistura, com a amostra já na estufa.

O AH Plus® é encontrado na forma pasta-pasta, na qual, segundo o fabricante, a pasta A é composta por resina epóxica de bisfenol-A, resina epóxica de bisfenol-F, tungstato de cálcio, óxido de zircônia, sílica, pigmentos de óxido de ferro; e a pasta B é composta por dibenzil-diamina, aminoadamantano, triciclo-decano-

diamina, tungstato de cálcio, óxido de zircônia, sílica e óleo de silicone. A lenta polimerização do AH Plus® ocorre devido à reação entre as resinas epóxicas da pasta A com as aminas da pasta B<sup>(11, 42)</sup>. Ainda segundo o fabricante, o tempo de presa do cimento é de oito horas (480 min). Garrido *et al.*<sup>(55)</sup>, utilizando a Especificação nº 57 da ANSI/ADA, verificaram um tempo de presa para o cimento AH Plus® semelhante (783,3 min) ao encontrado neste estudo. No entanto, é possível encontrar na literatura estudos que verificaram maiores tempos de presa, como 1.345 minutos<sup>(50)</sup> e 1.160 minutos<sup>(49)</sup>. Há, porém, trabalhos que apresentaram valores menores, como 690 minutos<sup>(47)</sup>, 580,6 minutos<sup>(40)</sup>, 579 minutos<sup>(33)</sup>, 500 minutos<sup>(9)</sup>, 495 minutos<sup>(11)</sup> e 360 minutos<sup>(46)</sup>. Essa diferença do AH Plus® pode estar relacionada com as proporções pasta/pasta, na qual uma maior dosagem de pasta A pode ocasionar maiores tempos de presa devido à ausência de amina disponível para a reação, presente na pasta B<sup>(48)</sup>.

O MTA Fillapex® também se apresenta na forma de duas pastas. De acordo com o fabricante, ele contém resina salicilato, resina diluente, resina natural, óxido de bismuto, sílica nanoparticulada e trióxido agregado mineral. O fabricante não especifica, de forma separada, a composição de cada pasta. Segundo Vitti *et al.*<sup>(48)</sup>, a reação de presa desse cimento ocorre por meio de duas reações químicas: a hidratação progressiva dos íons ortosilicatos ( $\text{SiO}_4^{4-}$ ) e a reação entre o MTA e a resina salicilato. Segundo o site do fabricante<sup>(53)</sup>, o tempo de presa do cimento é de duas horas e 30 minutos (150 min). É possível encontrar na literatura estudos que verificaram tempos de presa divergentes dos tempos encontrados neste estudo, como 66 minutos<sup>(50)</sup>, 150 minutos<sup>(47)</sup> e 20 horas e 11 minutos (1.211 min)<sup>(49)</sup>. Essa divergência nos resultados encontrados na literatura para o cimento MTA Fillapex pode estar relacionada, assim como para o cimento AH Plus®, à proporção pasta/pasta<sup>(48)</sup>.

O EndoREZ® é um cimento de cura dual à base de resina de metacrilato. Esse material apresenta-se na forma de seringa com dois compartimentos de armazenagem, contendo, segundo Donnelly *et al.*<sup>(33)</sup>, no compartimento 1: Monômeros resinosos: TEGMA, dimetilacrilato diuretano, fosfato de bisglicerol dimetacrilato; Partículas de carga: oxiclreto de bismuto, lactato de cálcio pentahidratado e sílica. Já no compartimento 2: Monômeros resinosos: TEGMA, dietacrilato diuretano, fosfato de bisclicerol dimetacrilato; Partículas de carga: oxiclreto de bismuto, lactato de cálcio pentahidratado, sílica e Iniciadores: dietanol

p-tolymino, bisfenol (2,4,6 trimetil benzoila), óxido fosfato. Segundo o fabricante, o tempo de presa (de polimerização) do cimento é de 20 a 30 minutos. O mesmo descreve ainda que a fotoativação tem como objetivo polimerizar, aproximadamente, 0,3 mm da camada superficial do cimento, contribuindo para a restauração imediata. O tempo de fotoativação recomendado é de 40 s. Provavelmente, o iniciador da reação fotoativada seja o dietanol p-tolimino e o da reação química seja o bisfenol. O tempo de presa encontrado neste estudo foi de 30 min, estando o cimento de acordo com a Especificação n° 57.

O EndoREZ® foi manipulado em uma câmara escura para que a luz ambiente não interferisse na fotoativação do cimento no momento de sua manipulação, como sugerido por Versiani *et al.*<sup>(9)</sup> para cimentos resinosos de cura dual. Ao final da fotoativação, a agulha tipo-Gillmore penetrou na massa de cimento ainda fluida, não sendo perceptível uma resistência proveniente de uma camada superficial polimerizada. Neste experimento, foi constatado que a camada mais superficial da amostra não polimerizou. Esse fato pode ser explicado pela inibição da polimerização, provocada pelo oxigênio presente no ambiente<sup>(56)</sup>. A resistência à penetração da agulha tipo-Gillmore passou a ser percebida somente após os 30 min decorridos da manipulação e fotoativação, porém uma camada de cimento não polimerizado ainda persistiu na amostra.

Essa não polimerização da camada superficial de cimentos resinosos de cura dual também foi observada por Mathias- Junior *et al.*<sup>(35)</sup>. Os materiais resinosos de cura dual não realizam uma completa polimerização quando em contato com o oxigênio, e cerca de 40-60% das ligações de carbono permanecem insaturadas<sup>(56)</sup>. Essa inibição de polimerização pronunciada mostrada pelo cimento EndoREZ pode comprometer as propriedades biológicas do material<sup>(57)</sup>. Em 2013, Schafer, Bering e Burklein<sup>(46)</sup> encontraram um tempo de presa para o cimento EndoREZ® de 42 minutos, tempo este um pouco maior que o encontrado neste estudo (30 min).

O Pulp Canal Sealer EWT® é um cimento à base de Óxido de Zinco e Eugenol, possuindo na composição do líquido 4-alil-2-metoxifenol, resina balsâmica e água, e na composição do pó, óxido de zinco, pó de prata, iodeto de timol e resina dimérica ácida. O fabricante fornece a informação de que o tempo de presa do cimento é de até duas horas (120 min); ou seja, não informa na bula um tempo de presa, mas, sim, um intervalo de tempo. Nesse caso, como o tempo de presa encontra-se dentro da faixa indicada pelo fabricante, o Pulp Canal Sealer EWT®

está de acordo com a Especificação n° 57. Porém, ao analisarmos o tempo de presa máximo previsto no intervalo de tempo fornecido pelo fabricante, que é de duas horas (120 min), e o tempo de presa encontrado nesse estudo (22,3 min), observa-se uma diferença de quase 82% entre o tempo máximo informado pelo fabricante e o valor obtido.

Segundo Brauer *et al.*<sup>(58)</sup>, a reação de presa desse tipo de cimento é resultante de misturas equimolares de Óxido de Zinco e Eugenol por meio de uma reação de quelação, formando, dessa forma, o eugenolato de zinco. Para que essa reação se inicie, é necessária a presença de água, pois o óxido de zinco sofre uma hidrólise inicial, formando o hidróxido de zinco. Este é quem reage com o eugenol para formar eugenolato de zinco e água. Assim, a água apresenta-se como um agente catalisador da reação de presa, mas também é produzida como um subproduto dessa mesma reação. Ou seja, todo o processo é autocatalítico<sup>(21)</sup>. Zhou *et al.*<sup>(47)</sup> relataram que o tempo de presa do Pulp Canal Sealer EWT foi provavelmente influenciado pela umidade.

A Especificação n° 57 da ANSI/ADA estabelece que o tempo de presa deva estar dentro de 10% do estipulado pelo fabricante. E quando este cita um intervalo de tempo, o tempo de presa deve estar dentro da faixa indicada por ele (ANSI/ADA, 2012) (7). Logo, apenas o Pulp Canal Sealer EWT® e o EndoREZ® apresentaram resultados de tempo de presa que ficaram de acordo com a Especificação n° 57.

Para a avaliação da alteração dimensional, verificou-se que nenhum cimento apresentou resultado satisfatório de acordo com a Especificação n° 57 da ANSI/ADA<sup>(7)</sup>. O cimento EndoREZ® ( $1,07 \pm 0,04\%$ ) apresentou a maior expansão, quando comparado aos demais cimentos estudados ( $p < 0,05$ ). Os cimentos AH Plus® ( $0,41 \pm 0,02\%$ ) e EndoSequence BC® ( $0,41 \pm 0,05\%$ ) apresentaram menores valores de expansão quando comparados ao EndoREZ® ( $p < 0,05$ ), porém estatisticamente semelhantes entre si ( $p > 0,05$ ). Já os cimentos Pulp Canal Sealer EWT® ( $-1,07 \pm 0,08 \%$ ) e MTA Fillapex® ( $-1,78 \pm 0,01 \%$ ) apresentaram contração, sendo estatisticamente diferentes entre si e dos demais cimentos ( $p < 0,05$ ). O cimento MTA Fillapex® apresentou a maior contração.

A Especificação n° 57 da ANSI/ADA estabelece que o cimento endodôntico não deva ter alteração de 1% em contração ou 0,1% em expansão<sup>(7)</sup>. Sousa-Neto *et al.*<sup>(8)</sup> explica que a possibilidade de uma ligeira expansão é preferível a uma ligeira contração, pois essa última pode provocar uma desadaptação do cimento às

paredes do canal radicular, comprometendo o selamento e favorecendo a infiltração marginal de fluidos.

A expansão sofrida pelo cimento EndoREZ® pode ser explicada com base em sua composição, sendo, portanto, muito hidrofílico<sup>(33)</sup>. Lee *et al.*<sup>(39)</sup> também comprovaram a expansão do EndoREZ® (2,72%), que não enquadrou-se à determinação da Especificação n° 57 da ANSI/ADA. Nas amostras para a avaliação da alteração dimensional, também se verificou a presença da camada superficial de resina que não polimerizou.

Neste estudo, o AH Plus® apresentou expansão, com valores próximos aos encontrados por Carvalho-Júnior *et al.* em 2007 (0,63%)<sup>(12)</sup>. No entanto, há resultados acima de 1% de expansão, como no estudo de Lee *et al.* (1,12%)<sup>(39)</sup> e Versiani *et al.* (1,28%)<sup>(9)</sup>. A expansão é explicada pela possibilidade de resinas epóxicas serem capazes de absorver água<sup>(40)</sup>.

Quanto ao cimento EndoSequence BC®, Zhou *et al.*<sup>(47)</sup> observaram uma expansão (0,087%) considerada dentro dos padrões aceitos pela Especificação n° 57 da ANSI/ADA (até 0,1%), diferente dos resultados deste estudo que mostrou valor acima (0,41%) do preconizado pela ANSI/ADA. A expansão sofrida pelo cimento EndoSequence BC também pode ser explicada com base em sua composição, pois é um cimento hidrofílico, à base de silicato de cálcio, em que a umidade facilita a reação de hidratação do silicato de cálcio em hidrogel de silicato de cálcio e hidróxido de cálcio<sup>(64)</sup>.

A contração observada nas amostras de Pulp Canal Sealer EWT® também foi evidenciada por Zhou *et al.* (-0,86%)<sup>(47)</sup>. Camilleri e Mallia<sup>(15)</sup> avaliaram a alteração dimensional do cimento no período de sete dias e também verificaram contração (-0,18%). Essa contração dos cimentos à base de Óxido de Zinco e Eugenol, como o Pulp Canal Sealer EWT®, pode ser explicada pela perda de massa do material devido à hidrólise do óxido de zinco (ZnO), que se transforma em hidróxido de zinco (Zn(OH)<sub>2</sub>)<sup>(59)</sup>, além de não apresentar absorção considerável de água<sup>(33)</sup>.

Já a análise da alteração dimensional do cimento MTA Fillapex® consistiu em um processo um pouco mais complexo em virtude da presa parcial das amostras. Essa situação exigiu do operador muito cuidado, pois a mínima pressão sobre a amostra poderia ocasionar deformação plástica. Isso se deve à composição do material, que não contém apenas MTA, mas também resinas e pigmentos que diminuem a resistência à compressão<sup>(50)</sup>. Ao tomar presa também apresentou muita



aderência ao teflon. Para que fosse possível seguir o protocolo da ANSI/ADA, foi necessário colocar uma fita adesiva transparente com a parte mais lisa voltada para a área de dentro do dispositivo responsável pelas amostras de alteração dimensional.

O estudo de Zhou *et al.*<sup>(47)</sup> evidenciou uma contração de -0,67%, ou seja, dentro dos padrões aceitos pela Especificação n° 57 da ANSI/ADA (até 1%). Já Viapiana *et al.*<sup>(50)</sup> apresentaram valores de contração (-1,65%) acima dos valores recomendados pela Especificação n° 57 da ANSI/ADA, corroborando com os achados desse estudo. A contração observada após 30 dias está provavelmente relacionada à alta solubilidade desse cimento<sup>(50)</sup>.

A solubilidade do material, de acordo com a Especificação n° 57 da ANSI/ADA, não deve exceder 3% em massa. Borges *et al.*<sup>(12)</sup> afirmam que os materiais endodônticos foram concebidos para permanecer no interior do espaço do canal radicular, proporcionando selamento duradouro, evitando as possibilidades de penetração dos fluidos da cavidade oral e dos tecidos periapicais. A reação inflamatória pode ser influenciada pela desagregação do material na região apical do dente, por essa razão a solubilidade deve ser mínima<sup>(52)</sup>; contudo, a inflamação está relacionada, principalmente, à composição do cimento endodôntico.

Nesse estudo, foi observado que o cimento AH Plus® apresentou a menor média de solubilidade ( $0,20 \pm 0,07\%$ ), quando comparado aos demais cimentos estudados ( $p < 0,05$ ). Os cimentos Pulp Canal Sealer EWT® ( $3,93 \pm 0,11\%$ ) e EndoREZ® ( $5,63 \pm 0,70\%$ ) apresentaram valores intermediários de solubilidade quando comparados aos demais cimentos estudados ( $p < 0,05$ ), porém estatisticamente semelhantes entre si ( $p > 0,05$ ). Já os cimentos MTA Fillapex® ( $15,69 \pm 0,86\%$ ) e EndoSequence BC® ( $5,63 \pm 0,70\%$ ) apresentaram as maiores médias de solubilidade, sendo estatisticamente diferentes entre si e dos demais cimentos ( $p < 0,05$ ). O cimento EndoSequence BC® apresentou a maior média de solubilidade.

Assim, quanto à solubilidade, apenas o AH Plus® obteve o resultado dentro dos parâmetros da Especificação n° 57 da ANSI/ADA. O AH Plus® apresenta um dos menores valores de solubilidade, já que composto epóxico e pastas poliaminas são misturados em conjunto durante a sua manipulação, cada grupo de amina pode reagir com um grupo epóxico para formar uma ligação covalente, assim, o polímero resultante é fortemente reticulado e é, portanto, rígido e forte<sup>(12, 59)</sup>, o que pode

explicar a sua baixa solubilidade<sup>(40, 60)</sup>. Neste estudo, assim como no de Zhou *et al.* (0,06%)<sup>(47)</sup>, Carvalho-Junior *et al.* (0,06%)<sup>(10)</sup>, Versiani *et al.* (0,21%)<sup>(9)</sup>, Lee *et al.* (0,21%)<sup>(39)</sup> e Scelza *et al.* (0,30%)<sup>(32)</sup>, o cimento AH Plus® apresentou baixa solubilidade.

O cimento Pulp Canal Sealer EWT® apresentou solubilidade um pouco acima da Especificação n° 57, o que também ocorreu na amostra de Scelza *et al.* (2,62%) em 2006<sup>(32)</sup>. O cimento Pulp Canal Sealer EWT® é classificado como um cimento de Grossman; logo, a solubilidade pode ser explicada pela perda contínua de eugenol da matriz do cimento por lixiviação, decompondo o equilíbrio entre a matriz e o eugenol<sup>(61)</sup>.

O cimento EndoREZ® também apresentou solubilidade acima dos padrões exigidos pela Especificação n° 57. A solubilidade sofrida pelo cimento EndoREZ® pode ser explicada pela lixiviação dos monômeros iônicos de éster de fosfato da matriz resinosa<sup>(33)</sup>. Lee *et al.*<sup>(39)</sup> também observaram alta solubilidade (4,35%) para o cimento EndoREZ.

A elevada solubilidade apresentada pelo cimento MTA Fillapex® pode estar relacionada aos aditivos que são encontrados incorporados na composição desse cimento e que desestabiliza sua matriz<sup>(50)</sup>. Além disso, o MTA Fillapex® tem a solubilidade alta provavelmente por apresentar, em sua composição, trióxido de bismuto e esse composto está relacionado a baixa estabilidade molecular em materiais à base de MTA<sup>(62)</sup>. Os resultados de solubilidade obtidos neste estudo (14,53%) corroboram com o estudo de Borges *et al.* (14,89%)<sup>(14)</sup> e de Viapiana *et al.* (14,94%)<sup>(50)</sup>.

O EndoSequense BC®, no passado denominado de iRoot SP®, apresenta alta solubilidade. Segundo Borges *et al.*<sup>(14)</sup>, a solubilidade do iRoot SP® foi de 20,64%. Esses autores observaram, por meio de MEV, que a superfície externa das amostras, após o teste de solubilidade, apresentava-se muito mais irregular e com aumento da rugosidade o que poderia ser explicado por uma elevada liberação de íons de cálcio (179,60 mg/L)<sup>(14)</sup>. A liberação de íons cálcio observada neste estudo também se apresentou elevada, com 245 mg/L.

A espectrometria de absorção atômica mostrou que houve liberação de íons Ca<sup>2+</sup> consideravelmente para os cimentos AH Plus®, MTA Fillapex® e EndoSequense BC®, com liberação, em mg/L, de 43,33, de 49,38 e 245. Para o K<sup>+</sup>, o MTA Fillapex® teve maior liberação (9,88 mg/L). Para o Na<sup>+</sup> houve liberações

semelhantes entre os todos os cimentos. O  $Zn^{2+}$  foi mais liberado no Pulp Canal Sealer EWT®, com 5,8 mg/L. O  $Mg^{2+}$ , no AH Plus® com 1,27 mg/L.

Mathias-Junior *et al.*<sup>(35)</sup> relataram que a camada superficial parcialmente fotopolimerizada do Epiphany não forma uma superfície isolante de liberação de íons. Mesmo com uma polimerização perfeita, a camada mais externa da amostra irá apresentar partículas com diferentes íons entrelaçados na matriz polimerizada. Dessa forma, por um processo de lixiviação, os íons irão alcançar a solução, em qualquer situação. Candeiro *et al.*<sup>(44)</sup> constataram que a quantidade de  $Ca^{2+}$  liberado pelo Endosequence BC® foi muito mais elevada (2,585 mg/L) do que do AH Plus® (0,797 mg/L), principalmente após sete dias. A possível explicação para a grande quantidade de  $Ca^{2+}$  liberado pelos cimentos biocerâmicos poderia estar associado com as reações criadas, incluindo reações de hidratação de silicatos de cálcio. Em 168 horas, Endosequence BC apresentou a maior taxa de  $Ca^{2+}$  liberada, e este fato pode estar relacionado com o tempo de presa final deste material. Outro fato interessante é que a liberação de cálcio e íons hidroxila a partir do cimento, no período de dois meses, contendo o silicato de cálcio pode resultar, quando contém fosfato nos fluidos periapicais, na formação de uma camada de apatita. Koch e Brave<sup>(63)</sup> avaliaram as biocerâmicas e concluíram que elas são o resultado da combinação entre o silicato de cálcio e fosfato de cálcio, que são aplicáveis para utilização biomédica e odontológica. O MTA Fillapex® e o EndoSequence BC®, por terem a composição semelhante ao iRoot®, também mostraram alta solubilidade e alta liberação de íons  $Ca^{2+}$ .

Diante do exposto, evidenciou-se uma dificuldade, por parte dos cimentos, em atender simultaneamente as determinações da Especificação nº 57 da ANSI/ADA quanto ao tempo de presa, alteração dimensional e solubilidade. Apesar disso, o estudo das propriedades físico-químicas constitui-se ainda um parâmetro balizador para a melhoria dos diferentes tipos de cimentos endodônticos já existentes assim como para o desenvolvimento de novos.

## 7 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos a partir dos estudos apresentados, parece legítimo concluir:

- Para o tempo de presa, apenas o Pulp Canal Sealer EWT® e o EndoREZ® estão de acordo com a Especificação n° 57 da ANSI/ADA, enquanto, o AH Plus®, o MTA Fillapex® e o EndoSequence BC® não apresentaram resultado satisfatório de acordo com essa Especificação.
- Para a alteração dimensional, verificou-se que o AH Plus®, Pulp Canal Sealer EWT®, o MTA Fillapex®, o EndoSequence BC® e o EndoREZ® não apresentaram resultado que atendessem a Especificação n° 57 da ANSI/ADA.
- Para a solubilidade, apenas o AH Plus® apresentou resultado que atendessem a Especificação n° 57 da ANSI/ADA.
- O AH Plus® e MTA Fillapex® apresentaram liberação significativa de íons cálcio, dando destaque para o EndoSequence BC® que apresentou um valor consideravelmente maior que todos os cimentos. A liberação de íons sódio foi semelhante em todos os cimentos, enquanto o íon zinco só foi encontrado, consideravelmente, no Pulp Canal Sealer EWT®.

## 8 REFERÊNCIAS

- (1) Zielinski TM, Baumgartner JC, Marshall JG. An evaluation of Guttaflow and gutta-percha in the filling of lateral grooves and depressions. *J Endod.* 2008 Mar; 34(3):295-8.
- (2) Ozok AR, van der Sluis LW, Wu MK, Wesselink PR. Sealing ability of a new polydimethylsiloxane-based root canal filling material. *J Endod.* 2008 Feb; 34(2):204-7.
- (3) Grossman LI. More aids to endodontic practice. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1958 Jan; 11(1):91-4.
- (4) Ørstavik D. Materials used for root canal obturation: technical, biological and clinical testing. *Endod Topics* 2005; 12:25-38.
- (5) Grossman LI. The effect of pH of rosin on setting time of root canal cements. *J Endod.* 1982 Jul; 8(7):326-7.
- (6) Bergenholtz G, Hørsted-Bindslev P, Reit C. *Textbook of endodontology*, 2nd edn. Singapore: Wiley Blackwell, 2009.
- (7) American National Standard Institute/American Dental Association ANSI/ADA Standard No. 57. Endodontic Sealing Materials. Reaffirmed by ANSI 2012 Ago; 1-16.
- (8) Sousa-Neto MD, Guimarães LF, Saquy PC e Pecora JD. Effect of Different Grades of Gum Rosins and Hydrogenated Resins on the Solubility, Disintegration, and Dimensional Alterations of Grossman Cement. *J Endod* 1999 Jul; 25(7): 477-80.
- (9) Versiani MA, Carvalho-Junior JR, Padilha MIAF, Lacey S, Pascon EA, Sousa-Neto MD. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus™ and Epiphany™ root canal sealants. *Int Endod J* 2006; 39:464–471.

- (10) Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MAC, Simonides Consani S, Sousa-Neto MD. Solubility and Dimensional Change after Setting of Root Canal Sealers: A Proposal for Smaller Dimensions of Test Samples. *J Endod* 2007 Set; 33:1110–1116.
- (11) Resende LM, Rached-Junior FJ, Versiani MA, Souza-Gabriel AE, Miranda CE, Silva-Sousa YT, Sousa Neto MD. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus, Epiphany, and Epiphany SE root canal sealers. *Int Endod J.* 2009 Sep; 42(9):785-93.
- (12) Borges RP, Sousa-Neto MD, Versiani MA, Rached-Júnior FA, De-Deus G, Miranda GCE, Pécora JD. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. *International Endodontic Journal* 2012; 45:419–428.
- (13) Tronstad L. *Clinical endodontics: a textbook*, 2nd edn. New York, NY, USA: Thieme, 2003.
- (14) McMichen FR, Pearson G, Rahbaran S, Gulabivala K. A comparative study of selected physical properties of five root-canal sealers. *Int Endod J.* 2003 Sep; 36(9):629-35.
- (15) Camilleri J, Mallia B. Evaluation of the dimensional changes of mineral trioxide aggregate sealer. *Int Endod J.* 2011 Mai; 44(5):416-24.
- (16) Ørstavik D, Pittford TR. *Essential endodontology*. 5th ed. Oxford: Blackwell Scientific Publications, 2003. p. 242-77.
- (17) Chng HK, Islam I, Yap AUJ, Tong YW, Koh ET. Properties of a new root-end filling material. *J Endod* 2005; 31:665–8.
- (18) Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Garcia RB, Moraes IG, Bernardineli N. Sealing ability of MTA and radiopaque Portland cement with or without calcium chloride for root-end filling. *J Endod* 2006; 32:897–900.

- (19) Walker MP, Diliberto A, Lee C. Effect of setting conditions on mineral trioxide aggregate flexural strength. *J Endod* 2006; 32:334-6.
- (20) Ber BS, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of proroot mta to improve handling characteristics and decrease setting time. *J Endod*. 2007 Oct; 33(10):1231-4.
- (21) Bodanezi A, Carvalho N, Silva D, Bernardineli N, Bramante CM, Garcia RB, de Moraes IG. Immediate and delayed solubility of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *J Appl Oral Sci*. 2008 Mar-Apr; 16(2):127-31.
- (22) Ding SJ, Kao CT, Shie MY, C Jr H, Huang TH. The physical and cytological properties of white MTA mixed with Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> as an accelerant. *J Endod* 2008; 34:748–51.
- (23) Anusavice KJ. Phillips' science of dental materials. 11th ed. Philadelphia: W.B. Saunders Co., 2005. 608p.
- (24) Carvalho-Junior JR, Guimarães LF, Correr-Sobrinho L, Pécora JD, Sousa-Neto MD. Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of a glass ionomer root canal sealer. *Braz Dent J*. 2003; 14(2):114-8.
- (25) Camilleri J. Evaluation of selected properties of mineral trioxide aggregate sealer cement. *J Endod*. 2009 Oct; 35(10):1412-7.
- (26) Wiener BH, Schilder H. A comparative study of important physical properties of various root canal sealers. *Oral Surg*. 1971 Dez; 32(6):928-37.
- (27) Grossman LI. Physical properties of root canal cements. *J Endod* 1976 Jun; 2(6):166-75.

- (28) Benatti O, Stolf WL, Ruhnke LA. Verification of the consistency, setting time, and dimensional changes of root canal filling materials. *Oral Surg.* 1978 Jul; 46(1):107-13.
- (29) American National Standard Institute/American Dental Association ANSI/ADA Standard No. 57. Endodontic Sealing Materials. Reaffirmed by ANSI 1983.
- (30) American National Standard Institute/American Dental Association ANSI/ADA Standard No. 57. Endodontic Sealing Materials. Reaffirmed by ANSI 1993.
- (31) Kazemi RB, Safavi KE e Spangberg LSW. Dimensional changes of endodontic sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 1993 Dez; 76(6):766-71.
- (32) Scelza MFZ, Scelza P, Costa RF, Câmara A. Estudo comparativo das propriedades de escoamento, solubilização e desintegração de alguns cimentos Endodônticos. *Pesquisa Brasileira em Odontopediatria e Clínica Integrada.* 2006 Set-Dez; 6(3):243-7.
- (33) Donnelly A, Sword J, Nishitani Y, Yoshiyama M, Agee K, Tay FR, Pashley DH. Water Sorption and Solubility of Methacrylate Resin– based Root Canal Sealers. *J Endod* 2007 Ago; 33:990-4.
- (34) Santos AD, Araújo EB, Yukimitu K, Barbosa JC, Moraes JC. Setting time and thermal expansion of two endodontic cements. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2008 Sep; 106(3):77-9.
- (35) Mathias-Junior O, Souza-Gabriel AE, Miranda CES, Pécora JD, Silva-Sousa YTC e Sousa-Neto MD. Solubility of Epiphany Endodontic Sealer Prepared with Resinous Solvent *J Endod* 2009 Mai; 35:715-8.
- (36) Desai S, Chandler. Calcium Hydroxide–Based Root Canal Sealers: A Review. *J Endod* 2009 Abr; 35:475-80.



- (37) Marin-Bauza GA, Rached-Junior FJA, Souza-Gabriel AE, Sousa-Neto, Miranda CES, Silva-Sousa YTC. Physicochemical Properties of Methacrylate Resin-based Root Canal Sealers. *J Endod* 2010 Set; 36:1531-6.
- (38) Razmi H, Parvizi S, Khorshidian A. Comparison of AH26 Physicochemical Properties with Two AH26/Antibiotic Combinations. *Iran Endod J*. 2010 Winter; 5(1):6-10.
- (39) Lee BS, Wang CY, Fang YY, Hsieh KH, Lin CP. A Novel Urethane Acrylate-based Root Canal Sealer with Improved Degree of Conversion, Cytotoxicity, Bond Strengths, Solubility, and Dimensional Stability. *J Endod* 2011 Fev; 37:246-9.
- (40) Flores DS, Rached FJ Jr, Versiani MA, Guedes DF, Sousa-Neto MD, Pécora JD. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. *Int Endod J*. 2011 Fev; 44(2):126-35.
- (41) Loushine BA, Bryan TE, Looney SW, Gillen BM, Loushine RJ, Weller RN, Pashley DH, Tay FR. Setting properties and cytotoxicity evaluation of a premixed bioceramic root canal sealer. *J Endod*. 2011 Mai; 37(5):673-7.
- (42) Marin-Bauza GA, Silva-Sousa YT, da Cunha SA, Rached-Junior FJ, Bonetti-Filho I, Sousa-Neto MD, Miranda CE *J Appl Oral Sci*. 2012 Jul-Aug; 20(4):455-61. Physicochemical properties of endodontic sealers of different bases.
- (43) Faria-Junior NB, Tanomaru-Filho M, Berbert FLCV, Guerreiro-Tanomaru JM. Antibiofilm activity, pH and solubility of endodontic sealers. *Int Endod J* 2012 Ago; 46(8):755-62.
- (44) Candeiro GT1, Correia FC, Duarte MA, Ribeiro-Siqueira DC, Gavini G. Evaluation of radiopacity, pH, release of calcium ions, and flow of a bioceramic root canal sealer. *J Endod*. 2012 Jun; 38(6):842-5.
- (45) Keine KC, Guiotti A, Leonardo RT, Kuga MC, Duarte MAH, Campos EA, Andrade MF. Influence of the Addition of Calcium Hydroxide Powder on Some

Physical and Chemical Properties of the Sealer MTA Fillapex. World Journal of Dentistry April-June 2012; 3(2):180-3.

(46) Schafer E, Bering N, Burklein S. Selected physicochemical properties of AH Plus, EndoREZ and RealSeal SE root canal sealers. Odontology. 2013 Out; 1-5.

(47) Zhou H, Shen Y, Zheng W, Li L, Zheng Y, Haapasalo M. Physical Properties of 5 Root Canal Sealers. J Endod 2013 Out; 39:1281-6.

(48) Vitti RP, Prati C, Silva EJ, Sinhoreti MA, Zanchi CH, de Souza e Silva MG, Ogliari FA, Piva E, Gandolfi MG. Physical Properties of MTA Fillapex Sealer. J Endod. 2013 Jul; 39(7):915-8.

(49) Faraoni G, Finger MS, Masson MC, Victorino FR. Avaliação comparativa do escoamento e tempo de presa do cimento MTA Fillapex. RFO 2013 Mai/Ago; 18(2):180-4.

(50) Viapiana SV, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental. Int Endod J. 2014 Jul, 1-12.

(51) Garcia LF, Chinelatti MA, Rossetto HL, Pires-de-Souza FC. Solubility and disintegration of new calcium aluminate cement (EndoBinder) containing different radiopacifying agents. J Endod. 2014 Feb; 40(2):261-5.

(52) Amoroso-Silva PA, Guimarães BM, Marciano MA, Duarte MA, Cavenago BC, Ordinola-Zapata R, De Almeida MM, De Moraes IG. Microscopic analysis of the quality of obturation and physical properties of MTA Fillapex. Microsc Res Tech. 2014 Sep 11.

(53) Angelus Ciência e Tecnologia. Disponível em: <[http://www.angelus.ind.br/pt/cimentos\\_edodonticos/mta\\_fillapex/DuvidasFrequentes.asp](http://www.angelus.ind.br/pt/cimentos_edodonticos/mta_fillapex/DuvidasFrequentes.asp)>. Acessado em: 15 Jun 2014.

- (54) Gluskin AH. Mishaps and serious complications in endodontic obturation. *Endodontic Topics* 2005; 12:52–70.
- (55) Garrido AD, Lia RC, França SC, da Silva JF, Astolfi-Filho S, Sousa-Neto MD. Laboratory evaluation of the physicochemical properties of a new root canal sealer based on *Copaifera multijuga* oil-resin. *Int Endod J*. 2010 Abr; 43(4):283-91.
- (56) Finger WJ, Lee KS, Podszun W. Monomers with low oxygen inhibition as enamel/dentin adhesives. *Dental Materials* 1996 Jul; 12(4):256–61.
- (57) Camargo CH, Oliveira TR, Silva GO, Rabelo SB, Valera MC, Cavalcanti BN. Setting time affects in vitro biological properties of root canal sealers. *J Endod*. 2014 Apr; 40(4):530-3.
- (58) Markowitz K, Moynihan M, Liu M, Kim S. Biologic properties of eugenol and zinc oxide-eugenol. A clinically oriented review. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol*. 1992 Jun; 73(6):729-37.
- (59) Case SL, O'Brien EP, Ward TC. Cure profiles, crosslink density, residual stresses, and adhesion in a model epoxy. *Polymer* 2005; 46:10831–40.
- (60) Marciano MA, Guimarães BM, Ordinola-Zapata R, Bramante CM, Cavenago BC, Garcia RB, Bernardineli N, Andrade FB, Moraes IG, Duarte MA. Physical properties and interfacial adaptation of three epoxy resin-based sealers. *J Endod*. 2011 Out; 37(10):1417-21.
- (61) Wilson AD, Clinton DJ, Miller RP. Zinc oxide-eugenol cements. IV. Microstructure and hydrolysis. *J Dent Res* 1973; 52:253-60.
- (62) Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radioopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. *J Endod* 2007 Mar; 33(3):295-8.

(63) Koch KA, Brave D. EndoSequence: melding endodontics with restorative dentistry, part 1. Dent Today 2009 Jan; 28(1):102, 104, 106-7.

(64) Zhang H, Shen Y, Ruse ND, Haapasalo M. Antibacterial activity of endodontic sealers by modified direct contact test against *Enterococcus faecalis*. J Endod. 2009 Jul; 35(7):1051-5.

## APÊNDICE A – TABELA DE ALTERAÇÃO DIMENSIONAL

<b>Cimentos</b>	<b>Após 3x o tempo de presa</b>	<b>Após 30 dias</b>	<b>Alteração dimensional</b>
<b>AH Plus®</b>			
Amostra 01	12,21	12,26	0,40%
Amostra 02	12,13	12,17	0,32%
Amostra 03	12,07	12,13	0,49%
Amostra 04	12,03	12,08	0,41%
Amostra 05	12,11	12,16	0,41%
<b>Média</b>	<b>12,11</b>	<b>12,16</b>	<b>0,41%</b>
<b>Pulp Canal Sealer®</b>			
Amostra 06	12,08	11,95	-1,07%
Amostra 07	12,00	11,91	-0,75%
Amostra 08	12,15	12,00	-1,23%
Amostra 09	12,09	11,94	-1,24%
Amostra 10	12,10	11,97	-1,07%
<b>Média</b>	<b>12,08</b>	<b>11,95</b>	<b>-1,07%</b>
<b>MTA Fillapex®</b>			
Amostra 11	12,20	11,98	-1,80%
Amostra 12	12,15	11,93	-1,81%
Amostra 13	12,17	11,95	-1,80%
Amostra 14	12,20	11,98	-1,80%
Amostra 15	12,14	11,93	-1,72%
<b>Média</b>	<b>12,17</b>	<b>11,95</b>	<b>-1,78%</b>
<b>EndoSequence BC®</b>			
Amostra 16	12,14	12,21	0,57%
Amostra 17	12,06	12,11	0,41%
Amostra 18	12,00	12,04	0,33%
Amostra 19	12,05	12,08	0,24%
Amostra 20	12,06	12,12	0,49%
<b>Média</b>	<b>12,06</b>	<b>12,11</b>	<b>0,41%</b>
<b>EndoREZ®</b>			
Amostra 21	12,11	12,24	1,07%
Amostra 22	12,03	12,15	0,99%
Amostra 23	12,09	12,22	1,07%
Amostra 24	12,18	12,30	0,98%
Amostra 25	12,05	12,20	1,24%
<b>Média</b>	<b>12,09</b>	<b>12,22</b>	<b>1,07%</b>

## APÊNDICE B – TABELA DE SOLUBILIDADE E DESINTEGRAÇÃO

Cimentos	Após 3x tempo de presa	Após desumidificador	Solubilidade
<b>AH Plus®</b>			
Amostra 01	1,4536g	1,4536g	0%
Amostra 02	1,5381g	1,5350g	-0,20%
Amostra 03	1,5381g	1,5350g	-0,20%
Amostra 04	1,6051g	1,5978g	-0,45%
Amostra 05	1,5558g	1,5537g	-0,13%
<b>Média</b>	<b>1,5381g</b>	<b>1,5350g</b>	<b>-0,20%</b>
<b>Pulp Canal Sealer®</b>			
Amostra 06	0,9933g	0,9530g	-4,05%
Amostra 07	1,0501g	1,0083g	-3,98%
Amostra 08	1,0126g	0,9728g	-3,93%
Amostra 09	0,9943g	0,9526g	-4,19%
Amostra 10	1,0128g	0,9774g	-3,49%
<b>Média</b>	<b>1,0126g</b>	<b>0,9728g</b>	<b>-3,93%</b>
<b>MTA Fillapex®</b>			
Amostra 11	0,8175g	0,6802g	-16,79%
Amostra 12	0,9043g	0,7589g	-16,07%
Amostra 13	0,8451g	0,6966g	-17,57%
Amostra 14	0,8917g	0,7802g	-12,50%
Amostra 15	0,8646g	0,7289g	-15,69%
<b>Média</b>	<b>0,8646g</b>	<b>0,7289g</b>	<b>-15,69%</b>
<b>EndoSequence BC®</b>			
Amostra 16	1,1587g	0,8604g	-25,74%
Amostra 17	1,2312g	0,9409g	-23,57%
Amostra 18	1,2847g	0,9934g	-22,67%
Amostra 19	1,2982g	1,0134g	-21,93%
Amostra 20	1,1833g	0,8967g	-24,22%
<b>Média</b>	<b>1,2312g</b>	<b>0,9409g</b>	<b>-23,57%</b>
<b>EndoREZ®</b>			
Amostra 21	0,7893g	0,7273g	-7,85%
Amostra 22	0,8105g	0,7828g	-3,41%
Amostra 23	0,8032g	0,7579g	-5,63%
Amostra 24	0,8098g	0,7638g	-5,68%
Amostra 25	0,8032g	0,7579g	-5,63%
<b>Média</b>	<b>0,8032g</b>	<b>0,7579g</b>	<b>-5,63%</b>