GEORGE TÁCCIO DE MIRANDA CANDEIRO

**Avaliação da radiopacidade, escoamento, pH e da liberação de íons cálcio de
um cimento endodôntico biocerâmico**

São Paulo

2012

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catálogo da Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Candeiro, George Táccio de Miranda.

Avaliação da radiopacidade, escoamento, pH e da liberação de íons cálcio de um cimento endodôntico biocerâmico / George Táccio de Miranda Candeiro ; orientador Giulio Gavini. -- São Paulo, 2012.

58 p. : fig., tab. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) -- Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas. Área de Concentração: Endodontia. -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

Versão corrigida.

1. Cimentos endodônticos. 2. Materiais odontológicos. 3. Biomateriais. 4. Radiopacidade I. Gavini, Giulio. II. Título.

GEORGE TÁCCIO DE MIRANDA CANDEIRO

**Avaliação da radiopacidade, escoamento, pH e da liberação de íons cálcio de
um cimento endodôntico biocerâmico**

Versão Corrigida

Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia da Universidade de São Paulo,
para obtenção do título de Doutor em
Ciências Odontológicas.

Área de Concentração: Endodontia

Orientador: Prof. Dr. Giulio Gavini

São Paulo

2012

Candeiro GTM. Avaliação da radiopacidade, escoamento, pH e da liberação de íons cálcio de um cimento endodôntico biocerâmico. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências Odontológicas.

Aprovado em: / /2012

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

À DEUS,

por todo o cuidado comigo em todos os momentos.
Não entendi e não aceitei o que aconteceu muita coisa em minha vida, mas sei que
tudo foi planejado e orquestrado pelo teu amor por mim!
Obrigado por estar presente quando me senti só, com medo, me sentindo incapaz,
sabendo eu que Tu estavas sempre ao meu lado!
Te louvo por tudo que Tu és e representas para mim!
Obrigado Senhor Deus!
Obrigado pela salvação no Teu filho JESUS CRISTO!
Que toda honra, toda glória, todo louvor sejam dados à Ti!!!
MUITO OBRIGADO!!!

À minha esposa, Suyanne Candeiro,

pelo teu amor, apoio, carinho e atenção comigo!
Sei que esses anos de afastamento não foram fáceis para nós, mas sempre disse
que o nosso amor era bem maior e que iria suportar a distância e a ausência!
Sofremos muito com essa distância, mas sei que nos fortalecemos juntos sempre e
hoje sei que o nosso amor é muito grande, e bem maior do que podíamos imaginar,
pois temos Deus como alicerce.
Lembra dos dias dos namorados e no nosso aniversário de casamento!
Obrigado por entender, mesmo sem aceitar às vezes, e saiba que todo esse
momento foi muito importante para mim, não apenas profissionalmente, mas
pessoalmente também! Espero compensar todo esse esforço, dedicando todo o meu
amor a ti! Obrigado pelas palavras de ânimo e por tudo!
E para terminar esse curso, recebo a notícia que seremos pais!!!!!! Espero que
saibamos educar com sabedoria esta criança amada desde já, a quem eu também
dedico este trabalho, para que sintas orgulho de seu pai!
Amo muito vocês dois!!!!!!

Aos meus pais, Jairo e Edna Candeiro,

Sem o amor de vocês, eu não seria nada! Sem dúvida, vocês são as pessoas em quem eu mais me espelho nesse mundo.

Obrigado por serem exemplo de pais, amigos, irmãos, companheiros, pessoas de fé, honestidade, humildade, pessoas trabalhadoras...

Obrigado por todo cuidado e carinho comigo! Obrigado por serem os carteiros e mensageiros do meu amor para com minha esposa!!!!

Obrigado pelas conversas sempre descontraídas também pelos conselhos, sempre edificantes para a minha vida!

Espero ser sempre motivo de orgulho para vocês!

Amo muito vocês!!!!!!

Aos meus irmãos Ricardo e Carlos e irmãs Magda, Christinna e Polyanne Candeiro,

Obrigado por todo o carinho e companheirismo durante todos esses anos!

Agradeço a Deus pela vida de todos vocês!

Vocês são exemplos para mim!

Amo muito todos vocês!

Ao meu querido irmão Jairo Bergman Candeiro (*in memoriam*)

Você foi um presente de Deus para a nossa família, uma estrela que sempre brilhou e encantou a todos que te rodearam!

Infelizmente, ficamos 20 anos sem nos ver, mas você com seu jeito cativante alimentou a esperança de que um dia nós nos encontraríamos!

Em minha vinda à São Paulo, Deus me permitiu conviver com você por mais alguns meses intensos, onde nos conhecemos melhor e pudemos ver o quanto éramos especiais um para o outro.

Obrigado pelas conversas e encontros de todas segundas-feiras à noite!

Agradeço a Deus por ter tido você como irmão!

Te amarei sempre!

Saudades!!!

**Aos meus sobrinhos Samuel, Salomão, Thaíse, Matheus, Nicolle,
Gabriel, Olivier, Davi e Pierre,**

Uns adultos, outros ainda crianças, mas todos vocês me deram
sempre amor e carinho!

Fico orgulhoso quanto estou junto à vocês!

Quero ser o melhor tio e amigo para vocês!

Obrigado pelas brincadeiras e momentos de descontração!

Amo todos!

À família Arrais Leite

Obrigado por terem me acolhido como filho!

Espero sempre honrar a amizade e o companheirismo de todos!

Obrigado pelos momentos onde vocês sustentaram minha esposa durante a minha
ausência e viagens!

A vocês o meu respeito e amor!

Muito Obrigado!

À todos da família Brito, em especial à D. Maria José de Brito,

Sou imensamente grato a Deus por ter me conduzido ao seio desta família que me
acolheu não como hóspede, mas como membro!

D. Maria, a senhora foi mais do que uma amiga, mãe, ou avó para comigo!

Agradeço todo carinho e dedicação a mim destinada, pois muitas vezes precisei de
um chamego, ou um ombro e a senhora sempre me mostrou amor e cuidado
comigo!

Obrigado por todos os momentos que passamos juntos, as gargalhadas dadas, as
brincadeiras realizadas, enfim... todos os momentos foram especiais para o meu
engrandecimento pessoal!

Desejo muita felicidade a todos!

Minha eterna gratidão e respeito por essa família maravilhosa!!!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador Prof. Dr. Giulio Gavini,

Expressar toda a gratidão que sinto por você é muito difícil! Você me ensinou muito mais coisas do que você nem mesmo imagina! Obrigado por ter sido não apenas orientador, mas educador, amigo e algumas vezes pai!

Obrigado por acreditar em mim e por me fazer amar mais a pesquisa, o ensino, a família e o ser humano!

Espero ainda fazer muitas coisas juntos e sei que o nosso ciclo ainda não acabou!

Aliás, espero que nunca acabe!

Obrigado pelas oportunidades, pelas portas abertas, pelas conversas, pelos conselhos e observações sempre com coerência e no momento certo!

Parabéns pela pessoa humilde, professor e pesquisador exemplar que és e pelo brilhante trabalho que vens fazendo na FOU SP!

Muito Obrigado por tudo!!!

Ao prof. Dr. Celso Luiz Caldeira

Grande profissional e amigo que tive o imenso prazer de conhecer e conviver! É difícil encontrar uma pessoa que consiga lidar com grandeza profissional e humildade tão harmonicamente como você.

Muito obrigado pelas oportunidades profissionais que me destes, pois foram muito importantes para a minha formação docente!

Obrigado pelas conversas e conselhos!

Saiba que você contribuiu muito com minha formação!

Muito Obrigado!!!

À profa. Dra. Éricka Tavares Pinheiro,

Querida conterrânea do Ceará!!!!

Obrigado por sua amizade sincera e companheirismo durante as pesquisas de Microbiologia, que me engrandeceram bastante! Para mim, foi uma grande honra trabalhar com você! Você é exemplo de humildade e profissionalismo! Torço pelo teu sucesso!

Muito Obrigado!!!

Aos demais professores da Disciplina de Endodontia da FOUSP,

João Humberto Antoniazzi, Antônio Carlos Bombana (*in memorian*), Marcelo dos Santos, Manoel Eduardo de Lima Machado, Igor Prokopowitch, Carlos Eduardo Aun, José Luiz Lage-Marques, Abílio Maranhão de Moura (*in memorian*), Mary Caroline Skelton-Macedo

e Evandro Siqueira. Muito obrigado!

Às professoras Márcia M. Marques (Disciplina de Dentística-FOUSP) e

Silvana Cai (ICB-USP),

Pelo apoio nas diversas pesquisas realizadas e pelos conhecimentos transmitidos acerca das técnicas de cultura celular e técnicas microbiológicas, respectivamente.

Muito Obrigado!!!

Ao prof. Dr. Igor Medeiros Studart

(Dep. de Biomateriais e Biologia Oral -FOUSP),

Você foi uma grande surpresa para mim, pois sempre foi muito solícito em tentar responder minhas indagações. Obrigado pela ajuda no laboratório e por sua participação desde o meu exame qualificação.

Mas o principal é que encontrei mais um cearense brilhando na USP! Parabéns pela humildade que tens e pela capacidade intelectual!

Muito Obrigado!!!

Ao prof. Dr. Marco Antônio Húngaro Duarte (Endodontia, FOB-USP),

Sal, para mim, você sempre foi um exemplo de conhecimento científico, humildade e profissionalismo! Agradeço a Deus por sua amizade sincera, pela qual eu prezo bastante! Te agradeço a atenção comigo desde a época do meu mestrado, passando pela seleção do doutorado na FOB-USP. Obrigado mesmo!!! Nossos caminhos tiveram rumos diferentes, porém fiz questão de te fazer participante da minha formação durante o doutorado. Muito obrigado pelas dúvidas solucionadas e pela pronta atenção comigo!!!

Agradeço a Deus, em primeiro lugar, e ao Ilan (*in memorian*) por me ter apresentado você.

Muito Obrigado por tudo!!!

Ao amigo e irmão Mário Francisco de Pasquali Leonardo,

Ê aê Doutorrrrrrrrr!!!!!! Você foi um verdadeiro irmão que encontrei em São Paulo!

Obrigado por sua amizade sincera e pelo seu companheirismo!

Saibas que estarei ao seu lado sempre torcendo pelo teu sucesso!

Muito Obrigado por tudo!

À amiga Simony Hidee Hamoy Kataoka,

Obrigado pela companhia que me fizestes desde o meu primeiro dia na FOUSP.

Você participou de diversos momentos meus durante o curso, sempre se mostrando uma verdadeira amiga, aliás, uma amigona!

Obrigado pelas oportunidades ofertadas a mim! Serei sempre grato!

Torço pelo teu sucesso e te desejo que sejas muito feliz! Juízo!!!! rs

Continue sempre criticando as idéias!!! Me sinto orgulhoso de ser teu amigo!

Obrigado pelas conversas e trocas de conhecimentos sobre Endodontia!

Saibas que podes contar comigo!

Muito Obrigado pela confiança e amizade!

À amiga Regina Célia Furukava Shin,

Rê, você é um exemplo de dedicação e persistência não apenas na pós-graduação, mas na vida!!!! Muito obrigado por compartilhar comigo momentos bons e ruins!

Você foi capaz de arrancar de mim muita força, mesmo quando eu estive cansado.

Parabéns pela grande profissional, esposa e mãe que você é!

Muito Obrigado pela confiança e amizade!

**Às amigos (as) da pós-graduação Simony Kataoka, Elaine Iglesias,
Ceci Nunes, Laila Freire, Vítor Nakamura, Nilton Azambuja-Jr. e
Roberta Santiago (Dinter-UFGA),**

Obrigado por todos os momentos de companheirismo, de risadas, de debates, de experiências trocadas.

Vocês transformaram o curso em momentos inesquecíveis!!!!

Sentirei saudades de vocês!!!

**Aos amigos (as) de turma da pós-graduação Rodrigo França,
Leandro Bitencourt, Felipe Potgornik, Gustavo Rubino, Mário
Leonardo e Regina Shin,**

Obrigado por colaborarem com o aprendizado da turma, tornando o estudo da Endodontia mais prazeroso! Foi um imenso prazer ter feito parte desta turma! Valeu pelas aulas ministradas, pelos projetos e experimentos realizados! Não esquecerei dos nossos momentos juntos e daqui alguns anos teremos que nos encontrar para uma confraternização!
Muito obrigado a todos!

**Aos demais amigos da pós-graduação, Thalia Krelling, Giovana
Gazinelli, Sandra Brusquim, Cléber Nabeshima, Ana Laura, Daniele,
Alexandre, Tiago Brum, Luciana Blank, Carlos Nogales, Brígida
Kleine, Marina e Guilherme Rosa,**

Muito obrigado pelos momentos que pudemos conviver e aprender um com os outros! Desejo muito sucesso a todos!!!

**Aos amigos e professores Cacio Moura-Netto
e Eduardo Akisue,**

Obrigado pela amizade sincera e por me ensinarem diversas metodologias de pesquisa! Aprendi bastante com vocês e espero contar sempre com suas participações. Obrigado também pelos momentos de descontração e viagens!

AGRADECIMENTOS

À Direção da Faculdade de Odontologia, da Universidade de São Paulo.

À Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas da FOUSP.

Aos demais alunos de outras áreas de concentração do Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas da FOUSP, em especial Marcos e Renato (Prótese Buco-Maxilo), Wallace (Prótese), Caio e Isabella (Periodontia).

Aos técnicos do Departamento de Dentística, em especial à Soninha, Leandro, Arnaldo e Débora.

Às secretarias do Departamento de Dentística, Ana Maria e Selma.

Aos alunos de graduação da FOUSP, pela oportunidade de trocarmos experiências e por confiarem no nosso trabalho.

Aos pacientes atendidos durante as pesquisas de microbiologia e nas cirurgias realizadas, principalmente pela confiança no tratamento que estava sendo instituído.

À empresa telefônica TIM, pela criação do plano TIM INFINITY, que me ajudou imensamente, ao me cobrar apenas R\$ 0,25 por chamada. Essas ligações foram fundamentais para manter o meu contato com minhas esposa e mãe, principalmente, enquanto eu estive em São Paulo.

Aos criadores do software Skype, que permitiram manter contato visual com minha esposa todas as noites, sem cobrar absolutamente nada (bem, é o que eu espero!!!).

Ao CNPq pela concessão da bolsa de doutorado.

*“Os meus sonhos o vento não pode levar,
A esperança encontrei no teu olhar...
Os meus sonhos a areia não vai enterrar,
Porque a vida recebi ao te encontrar...”*

Oficina G3

“Ninguém é tão ignorante que não tenha algo a ensinar.

Ninguém é tão sábio que não tenha algo a aprender.”

Blaise Pascal

“Se você nunca falhou, você nunca tentou algo novo.”

Albert Einstein

RESUMO

Candeiro GTM. Avaliação da radiopacidade, escoamento, pH e da liberação de íons cálcio de um cimento endodôntico biocerâmico [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2012. Versão Original.

O objetivo do presente trabalho foi avaliar as propriedades físico-químicas de um cimento endodôntico biocerâmico, Endosequence BC Sealer (Brasseler USA, Savannah, GA, EUA). Radiopacidade, escoamento, pH e liberação de íons cálcio (Ca^{2+}) foram analisadas e os resultados foram comparados aos do cimento AH Plus (Dentsply De Trey GmbH, Konstanz, Alemanha). A radiopacidade e o escoamento foram avaliados de acordo com as normas ISO 6876/2001. Para o teste de radiopacidade, anéis metálicos com 10 mm de diâmetro e 1 mm de altura foram preenchidos com os cimentos. O valor da radiopacidade foi determinado de acordo com a densidade radiográfica, representada em mm Al. A análise do escoamento foi feita com 0,05 mL de cada cimento colocados sobre uma placa de vidro. Outra placa de vidro, com 20 g, foi cuidadosamente colocada sobre o cimento e sobre esta um peso de 100 g, totalizando 120 g, que permaneceram por 7 minutos. Em seguida, foram medidos os diâmetros maiores e menores dos discos formados, sendo esta feita com um paquímetro digital. A liberação de íons cálcio (Ca^{2+}) e o pH foram medidos nos períodos de 3, 24, 72, 168 e 240 horas, com o auxílio de um espectrofotômetro e pHmetro, respectivamente. Os resultados foram analisados estatisticamente pelos testes ANOVA e Tukey, sendo considerado significativo quando $p < 0,05$. O cimento biocerâmico analisado apresentou radiopacidade (3,84 mm Al) significativamente menor do que o AH Plus (6,90 mm Al). Foi observado que o cimentos Endosequence BC Sealer e o AH Plus apresentaram escoamentos de 26,96 mm e 21,17 mm, respectivamente ($p < 0,05$). O cimento biocerâmico apresentou maior pH e maior liberação de íons cálcio (Ca^{2+}) do que o cimento AH Plus ($p < 0,05$). Concluiu-se que o cimento Endosequence BC Sealer apresentou valores de radiopacidade e de escoamento em concordância com as norma ISO 6876/2001. Os valores de pH e de liberação de íons cálcio (Ca^{2+}) foram favoráveis para um cimento endodôntico.

Palavras-chave: Materiais Odontológicos, Materiais Biocerâmicos, Radiopacidade, Escoamento, pH, Liberação de íons Cálcio.

ABSTRACT

Candeiro GTM. Evaluation of Radiopacity, flow, pH and release of calcium ions of a bioceramic root canal sealer [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2012. Versão Original.

The aim of the present study was to evaluate the physicochemical properties of a bioceramic root canal sealer, Endosequence BC Sealer. Radiopacity, pH, release of calcium ions (Ca^{2+}) and flow were analyzed and the results were compared with AH Plus cement. Radiopacity and flow were evaluated according to ISO 6876/2001 standards. For the radiopacity analysis, metallic rings with 10 mm in diameter and 1 mm of thickness were filled with cements. The radiopacity value was determined according to radiographic density (mm Al). The flow test was performed with 0.05 mL of cement placed on a glass plate. A 120-g weight was carefully placed over the cement. The largest and smallest diameters of the disks formed were measured using a digital caliper. The release of Ca^{2+} and pH were measured at periods of 3, 24, 72, 168 and 240 hours, with spectrophotometer and pHmeter, respectively. Data were analyzed by ANOVA and Tukey's test ($p < 0.05$). The bioceramic endodontic cement showed radiopacity (3.84 mm Al) significantly lower than that of AH Plus (6.90 mm Al). The pH analysis showed that Endosequence BC Sealer showed pH and release of Ca^{2+} greater than those of AH Plus ($p < 0.05$), during the experimental periods. The flow test revealed that the BC Sealer and AH Plus presented flow 26.96 mm and 21.17 mm, respectively ($p < 0.05$). Endosequence BC Sealer showed radiopacity and flow according to ISO 6876/2001 recommendations. The others physicochemical properties analyzed demonstrated favorable values for a root canal sealer.

Keywords: Bioceramic Material; Radiopacity; pH; Calcium Ions Release; Flow; Root Canal Cements.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 4.1 - Matrizes circulares preenchidas com cimento endodôntico, dispostas ao lado da escala de alumínio e de um disco de dentina, preparadas para a realização do teste de radiopacidade..... 35
- Figura 5.1 - Análise da radiopacidade com o uso de uma radiografia oclusal, exibindo os espécimes metálicos preenchidos com o cimento EndoSequence BC Sealer 40
- Figura 5.2 - Análise da radiopacidade com o uso de uma radiografia oclusal, exibindo os espécimes metálicos preenchidos com o cimento AH Plus 40
- Figura 5.3 - Gráfico de linhas exibindo os valores de pHs encontrados nos diferentes tempos experimentais..... 43
- Figura 5.4 - Gráfico de linhas exibindo a quantidade liberada de íons cálcio (mg/L) observada em diferentes períodos experimentais..... 45

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Materiais testados e suas composições.....	34
Tabela 5.1 - Média $\pm$ Desvio-padrão das radiopacidades dos materiais testados ...	39
Tabela 5.2 - Média $\pm$ Desvio-padrão dos escoamentos dos materiais testados	41
Tabela 5.3 - Valores de pHs encontrados nos diferentes tempos experimentais	42
Tabela 5.4 - Liberação de íons cálcio (mg/L) observada em diferentes períodos....	43

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ADA	American Dental Association
ANOVA	Análise de Variância
ANSI	American National Standards Institute
ATCC	American Type Culture Collection
CA	Califórnia
Com.	Company
Corp.	Corporation
DE	Denver
EDS	Espectroscopia de raios X por dispersão
EUA	Estados Unidos da América
FL	Flórida
GA	Georgia
Inc.	Incorporation
ISO	International Standards Organization
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MTA	Mineral de Trióxido Agregado
MTT	Teste de Citotoxicidade
NC	North Carolina
NY	New York
OK	Oklahoma
pH	Potencial Hidrogeniônico
PR	Paraná
SP	São Paulo
USP	Universidade de São Paulo
VA	Virgínia
WI	Wisconsin

LISTA DE SÍMBOLOS

%	porcento
°C	graus Celsius
+	associado
±	mais ou menos
±	mais ou menos
<	menor
=	igual
>	maior
Al	alumínio
Ca ²⁺	íon cálcio
cm	centímetros
dL	decilitro
g	grama
K ⁺	íon potássio
kV	quilovoltagem
L	litro
mA	miliamperagem
mg	miligrama
min	minuto
mL	mililitro
mm	milímetro
mm Al	milímetros de Alumínio
n	número de amostras
Na ⁺	íon sódio
Ni ²⁺	íon níquel
nm	nanômetro
p	significância estatística
Pb ²⁺	íon chumbo
psi	libra-força (unidade de pressão)
s	segundo
Zn ²⁺	íon zinco
μL	microlitro

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	20
2 REVISÃO DA LITERATURA	23
3 PROPOSIÇÃO	33
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	34
4.1 Testes Físicos.....	35
4.1.1 Radiopacidade	35
4.1.2 Escoamento	37
4.2 Testes Químicos.....	38
4.2.1 pH	38
4.2.1 Liberação de íons Cálcio	38
5 RESULTADOS	40
6 DISCUSSÃO	46
7 CONCLUSÕES	53
REFERÊNCIAS	54

1 INTRODUÇÃO

O tratamento do sistema de canais radiculares compreende uma sequência de procedimentos interdependentes entre si, em que todos devem ser realizados com a mesma atenção e de maneira satisfatória, para que o sucesso seja alcançado, não só do ponto de vista clínico, como também biológico. Assim, o tratamento endodôntico apresenta como objetivos a prevenção e a cura da doença Periodontite Apical.

Através do preparo químico-cirúrgico ou químico-mecânico, o tratamento endodôntico procura romper o equilíbrio do ecossistema microbiano associado à remoção completa do tecido pulpar presente no interior do sistema de canais radiculares, resultando em um espaço adequado para a obturação, manutenção da saúde periapical ou, em casos de lesão preexistente, promover um ambiente favorável ao reparo periapical.

Dessa forma, a obturação deve selar o mais hermeticamente possível o sistema de canais radiculares, após sua limpeza e modelagem. Muitos estudos têm demonstrado a íntima relação entre a obturação endodôntica e o sucesso no tratamento. Entretanto, a obturação do canal radicular e suas ramificações apresentam diversos desafios, principalmente devido à grande dificuldade de adesão entre os materiais obturadores propostos e as paredes do canal. Tal deficiência pode gerar espaços na interface material/dentina que possibilita a entrada e/ou migração de microrganismos em direção ao terço apical da raiz, gerando ou mantendo uma inflamação na região periapical, chamada de Periodontite Apical.

Para alcançar esses objetivos, deve-se considerar não apenas a técnica de obturação propriamente dita, mas também o material obturador, levando sempre em consideração as suas propriedades físicas, químicas e biológicas. Dentre as propriedades físicas destacam-se o tempo de presa, a radiopacidade, a solubilidade, a espessura de filme, o escoamento e a estabilidade dimensional. Tais propriedades apresentam valores adequados, recomendados pela norma ISO 6876/2001 e pela especificação nº 57 da American Dental Association (2000), os quais os cimentos endodônticos devem apresentar. Quanto às propriedades químicas destacam-se o

pH e a capacidade de liberar íons cálcio e alcalinizar o meio, condição esta que pode influenciar o reparo, além de promover o processo de mineralização. Os ensaios biológicos de citotoxicidade, genotoxicidade e biocompatibilidade tecidual são importantes, pois permitem avaliar os efeitos de tais materiais em contato com diversos tipos celulares e tecidos, além de verificar algum potencial mutagênico de tais materiais.

Recentemente, os materiais biocerâmicos têm sido introduzidos na Medicina e na Odontologia, uma vez que são cerâmicas especialmente desenvolvidas para aplicação biológica. Estes materiais são o resultado da combinação entre o silicato de cálcio e o fosfato de cálcio que são aplicáveis para utilização biomédica e odontológica, como na Ortopedia, melhorando a biocompatibilidade de implantes metálicos e substituindo alguns tecidos mineralizados.

Na Endodontia, os materiais biocerâmicos se apresentam principalmente como cimento reparador (Damas et al., 2011; Leal et al., 2011) e como cimento endodôntico (Koch; Brave, 2009; Hess et al., 2011; Loushine et al., 2011). Segundo os fabricantes, os materiais biocerâmicos apresentam pH alcalino, atividade antibacteriana, radiopacidade e biocompatibilidade adequadas. Assim, as principais vantagens dos materiais biocerâmicos com aplicação odontológica estão relacionadas com as suas propriedades físicas, químicas e biológicas. Materiais biocerâmicos são biocompatíveis, não-tóxicos, não sofrem contração volumétrica, e são quimicamente estáveis no ambiente biológico. Outra vantagem destes materiais é a bioatividade, ou seja, a capacidade durante o processo de endurecimento ou presa em formar hidroxiapatita, que exerce influência na ligação entre o dentina e o material obturador (Zhang et al., 2009a; Loushine et al., 2011).

O cimento endodôntico Endosequence BC Sealer (Brasseler USA, Savannah, GA, EUA), que foi recentemente lançado no mercado, é um cimento biocerâmico pré-manipulado, de coloração branca, que apresenta em sua composição óxido de zircônio, silicato de cálcio, fosfato de cálcio monobásico, hidróxido de cálcio e agentes espessantes (Hess et al., 2011). Ainda, o Endosequence BC Sealer foi concebido para endurecer apenas quando exposto a um ambiente com umidade, sendo ideal a umidade presente dentro dos túbulos dentinários (Zhang et al., 2009b). Dessa forma, como a dentina é composta por cerca de 20 por cento (em volume) de

água (Pashley, 1996), esta umidade presente faz com que o material de endureça (Loushine et al., 2011; Zhang et al., 2009b).

Embora estes materiais apresentem adequadas propriedades biológicas, até o momento, existe limitada quantidade de trabalhos avaliando as propriedades físico-químicas dos cimentos endodônticos biocerâmicos. Dessa forma, torna-se oportuna a realização da presente pesquisa, para tornar possível e segura a utilização destes materiais na prática clínica. No presente trabalho, serão dadas e discutidas informações relacionadas ao cimento biocerâmico Endosequence BC Sealer (Brasseler EUA, Savannah, GA, EUA).

2 REVISÃO DE LITERATURA

Zhang et al. (2009a) avaliaram *in vitro* a eficácia antibacteriana de 7 diferentes cimentos endodônticos, AH Plus, Apexit Plus, iRoot SP, Tubli Seal, Sealapex, Epiphany SE, e EndoREZ contra o *Enterococcus faecalis*, a partir de um teste de contato direto modificado. Bactérias em suspensão foram expostas aos materiais por 2-60 minutos usando cimentos que foram recentemente misturados ou endurecidos por 1, 3 e 7 dias. Os valores de pH foram mensurados. Observou-se que o cimento iRoot SP ainda fresco eliminou todas as bactérias em 2 minutos, o AH Plus em 5 minutos, o EndoREZ em 20 minutos, o Sealapex e o Epiphany em 60 minutos. Entretanto, o Apexit Plus e o Tubli Seal frescos não conseguiram matar todas as bactérias após 60 minutos. Para amostras de 1 dia e 3 dias após a manipulação, os cimentos iRoot SP e EndoREZ tiveram a maior atividade antibacteriana, seguido por Sealapex e Epiphany; Tubli Seal e AH Plus não mostraram qualquer atividade antibacteriana. De todas as amostras, o Apexit teve a menor atividade antimicrobiana. O pH do cimento iRoot variou de 10,7 a 12, durante os tempos experimentais, enquanto o AH Plus apresentou pH entre 6,3 e 10,6. Os autores ainda relataram que o pH dos cimentos não poderia explicar sozinho o seu efeito antibacteriano. Diante dos resultados, os autores concluíram que os cimentos iRoot SP, AH Plus, e EndoREZ, sem endurecimento, foram eficazes em eliminar *E. faecalis*. Os cimentos iRoot SP e EndoREZ continuaram a ser eficazes durante 3 e 7 dias após a mistura, enquanto os cimentos Sealapex e EndoREZ eram os únicos com atividade antimicrobiana, mesmo em 7 dias após a mistura.

Zhang et al. (2009b) investigaram a capacidade seladora apical de um cimento endodôntico biocerâmico, o iRoot SP Root Canal Sealer (Innovative BioCreamix Inc., Vancouver, Canadá). Sessenta e oito dentes anteriores, humanos, unirradiculados foram usados para o estudo. A porção coronária de cada dente foi removida e os canais foram preparados com instrumentos ProTaper. Os espécimes foram divididos em 3 grupos de vinte dentes cada. No grupo A, os espécimes foram obturados com iRoot SP, usando a técnica de condensação por ondas contínuas. No Grupo B, os espécimes foram obturados com iRoot SP, usando a técnica do cone único e, no grupo C, os espécimes foram obturados com AH Plus pela técnica de

condensação por ondas contínuas. A avaliação do selamento apical foi realizada pelo método de filtração de fluidos em 24 horas, 1, 4 e 8 semanas. Fotos por microscopia eletrônica de varredura foram usadas para avaliar qualitativamente qual o mecanismo que poderia ser responsável pela infiltração nos diferentes grupos. Os resultados apresentados evidenciaram que não houve diferença estatística significativa entre os grupos experimentais em todos os períodos de observação ($p>0,05$). As imagens por microscopia eletrônica de varredura revelaram que os espécimes de todos os grupos apresentaram áreas com falhas e áreas sem falhas nas obturações. Dessa forma, os autores concluíram que o cimento biocerâmico iRoot SP apresentou selamento apical semelhante ao selamento do cimento resinoso AH Plus.

Damas et al. (2011) avaliaram o efeito citotóxico em fibroblastos dos cimentos verificaram o efeito do Mineral Trióxido Agregado (MTA) branco, ProRoot (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça) e MTA Angelus (Ângelus Produtos Odontológicos), comparando com o cimento biocerâmico EndoSequence Root Repair material (Brasseler EUA, Savannah, GA, EUA). As células foram cultivadas de acordo com as normas técnicas, sendo colocadas em contato com os materiais experimentais. Após 24 horas, a citotoxicidade foi avaliada pelo teste do MTT, sendo os resultados analisados estatisticamente pelo teste ANOVA, com significância de $p<0,05$. Todos os materiais testados exibiram viabilidade celular de 91,8%, não sendo observada diferença estatística entre os materiais ($p>0,05$). Entretanto, houve uma diferença estatisticamente significativa associada com a viabilidade celular em associação ao EndoSequence Root Repair material. Assim, os autores concluíram que o cimento biocerâmico EndoSequence Root Repair material demonstrou similares níveis de citotoxicidade em relação aos cimentos de MTA testados.

Hansen et al. (2011) compararam *in vitro* o efeito do MTA branco (Dentsply Maillefer Tulsa Dental, Tulsa, OK, EUA) e um material alternativo sem manipulação supostamente com propriedades melhoradas, EndoSequence Root Repair material (Brasseler EUA, Savannah, GA, EUA), através da medição do pH nos defeitos das superfícies radiculares simulando reabsorções após colocação dos materiais intracanal. A hipótese nula testada foi de que não existe nenhuma diferença entre o MTA branco e o EndoSequence Root Repair material. Dentes humanos, unirradiculares, extraídos ($n = 24$), bilateralmente correspondentes, foram instrumentados até o

tamanho apical 50/.06, e cavidades nas superfícies radiculares foram preparados a 5 mm e 2 mm aquém do vértice. Os canais radiculares dos grupos experimentais (n = 20) foram preenchidos com MTA branco ou com EndoSequence Root Repair material, enquanto os dentes do grupo controle (n = 4) foram enchidos com cálcio hidróxido de sódio (controle positivo) ou soro fisiológico (controle negativo). Os dentes foram selados coronariamente e apicalmente e imersos em solução salina. Os valores dos pHs nas cavidades da superfície da raiz foram medidos em 20 minutos, 3 horas, 24 horas, 1 semana, 2 semanas, 3 semanas, e 4 semanas. Foi observado que os valores de pHs a 5 mm, quando comparado com o nível de 2 mm foram significativamente mais elevados para os grupos MTA branco, EndoSequence Root Repair material e o controle positivo ($p < 0,05$). Em ambos os níveis de 2 e 5 mm, mudanças de pH significantes ocorreram ao longo do tempo quando o MTA branco e o EndoSequence Root Repair material foram utilizados (ambos $p < 0,0001$) e não no grupo controle negativo [média de pH = $7,32 \pm 0,04$ ($p > 0,05$)]. Não houve diferenças entre o pH do MTA branco e do EndoSequence Root Repair material em menos de 20 minutos e 3 horas em ambos os níveis de análise ou em menos de 24 horas a 5 milímetros. O pH do grupo MTA branco foi maior do que o do grupo EndoSequence Root Repair material, em 24 horas ao nível de 2 mm [8,79 e 8,56, respectivamente ($p < 0,05$)] e após 1 semana ao nível de 5 mm [8,91 e 8,05, respectivamente, $p < 0,0001$]. Após esses períodos, o pH do grupo MTA branco sempre foi significativamente maior do que o do grupo em que foi utilizado o EndoSequence Root Repair material ($p < 0,0001$). Dessa forma, a hipótese nula foi rejeitada. Concluiu-se que a colocação intra-canal de MTA branco em comparação com o EndoSequence Root Repair material resultou em maiores valores de pH em defeitos simulados de reabsorções radiculares.

Mukhtar-Fayyad (2011) avaliou e comparou a citotoxicidade de 2 materiais biocerâmicos, o cimento reparador BioAggregate e o cimento endodôntico iRoot, em culturas de fibroblastos humanos (MRC-5). Vinte e quatro discos (2 x 5 mm) de BioAggregate (Innovative BioCreamix Inc., Vancouver, Canadá) e de iRoot SP (Innovative BioCreamix Inc., Vancouver, Canadá) foram fabricados. Os discos foram imersos em meio de cultura celular a 37 °C durante 5 dias, e os meios condicionados obtidos foram diluídos com meio Dulbecco Eagle Modificado (DMEM), em 5 concentrações: puro (sem diluições) e nas diluições de 1/2, 1/10, 1/50 e 1/100.

Fibroblastos humanos foram incubados com cada diluição do meio condicionado citada, durante 24 horas, 72 horas, 7 dias e, em seguida, a viabilidade celular foi avaliada utilizando o ensaio de MTT. As diferenças dos valores médios de viabilidade celular entre os materiais foram avaliadas através do ANOVA e teste de Tukey. Foi observado uma diferença estatisticamente significativa entre os materiais experimentais e o grupo controle e entre os 2 materiais sem diluição (meio condicionado puro), nas diluições 1/2 e 1/10 para os 3 períodos de incubação ($p < 0,001$). Foi observado ainda que o efeito citotóxico dos dois materiais foi dependente da concentração. Foi concluído que ambos os materiais testados, BioAggregate e iRoot SP, mostraram biocompatibilidade aceitável.

Leal et al. (2011) compararam a capacidade dos materiais Ceramicrete, BioAggregate e do MTA branco (ProRoot, Dentsply Maillefer, Baillaigues, Suíça) em prevenir a infiltração de glicose através de obturações retrógradas. Quarenta e nove incisivos superiores foram selecionados para a pesquisa, sendo instrumentados com limas manuais e irrigados com hipoclorito de sódio 5,25%. Para remoção de smear layer, EDTA 17% permaneceu dentro dos canais por 3 minutos. Em seguida, as coroas foram cortadas, permanecendo os dentes com 15 mm. Foi realizada uma apicetomia perpendicular ao longo-eixo radicular, a 3 mm do ápice e retro-preparos foram confeccionados com 3 mm de profundidade com o auxílio de retro-pontas ultra-sônicas. Os retro-preparos foram selados com os materiais propostos, sendo usados 15 espécimes para cada grupo. Todas as raízes foram montadas em um sistema de câmara dupla para permitir a penetração de glucose usando uma de pressão de 15 psi. Após uma hora, as concentrações de glucose foram mensuradas seguindo uma reação enzimática. Quatro raízes foram utilizadas como controle. Os dados foram analisados estatisticamente pelos testes ANOVA e Tukey, para verificar a diferença da penetração de glicose entre os grupos, tendo nível de significância de 5%. Os resultados mostraram que houve diferença significativa entre os grupos ($p < 0,05$). O material Ceramicrete apresentou significativamente menor penetração de glucose do que o BioAggregate ($p < 0,05$). Não foi observada diferença significativa entre os dois materiais biocerâmicos utilizados na pesquisa e o MTA branco ($p > 0,05$). Os autores concluíram que ambos os cimentos reparadores biocerâmicos exibiram selamentos similares ao MTA branco quando usados como materiais retro-obturadores. Concluíram ainda que o material Ceramicrete apresentou a menor taxa

de infiltração.

Em 2011, Loushine et al. avaliaram o tempo de presa e a microdureza de um cimento pré-misturado à base de silicato-fosfato de cálcio (EndoSequence BC Sealer; Brasseler USA, Savannah, GA, EUA), na presença de diferentes proporções de umidade (0-90% em massa). A melhor proporção de umidade encontrada, ou seja, que produziu melhor tempo de presa foi utilizada para avaliação da citotoxicidade do EndoSequence BC Sealer (Brasseler USA, Savannah, GA, EUA), comparando-a com o cimento AH Plus (Dentsply Caulk, Milford, DE, EUA). Discos padronizados foram preenchidos com BC Sealer, AH Plus, Pulp Canal Sealer EWT (SybronEndo, Orange, CA, EUA), como grupo controle positivo, e Teflon (Small Parts Inc., Miami Lakes, FL, EUA), como grupo controle negativo. Os discos foram postos em contato indireto com uma cultura de células osteoblásticas de ratos *MC3T3-E1* (ATCC Global Bioresource, Manassas, VA, EUA). A citotoxicidade foi avaliada por um período de 6 semanas, pelo teste do MTT [(3-(4,5-Dimetiltiazol-2-il)-2,5-difenyltetrazólio brometo)]. Os resultados da citotoxicidade observada foram transformados utilizando modelos de regressão polinomial. O tempo observado para sobrevivência de 50% das células ($T_{0,5}$) foi analisado, usando o teste estatístico Wald, sendo considerado estatisticamente significativo quando $p < 0,05$. Os resultados evidenciaram que o BC Sealer Endosequence necessitou pelo menos de 168 horas para apresentar o tempo de presa final, usando o teste com a agulha de Gilmore e sua microdureza diminuiu significativamente quando água foi adicionada ao cimento ($p = 0.004$). Todos os cimentos exibiram severa citotoxicidade em 24 horas de análise. Entretanto, a citotoxicidade do AH Plus diminuiu gradativamente e se tornou não-tóxico, enquanto o BC Sealer Endosequence permaneceu moderadamente citotóxico até o período final de análise (6 semanas). Foi observada uma diferença estatística significativa ($p < 0,001$) entre o $T_{0,5}$ do BC Sealer Endosequence (5,1 semanas) e do AH Plus (0,86 semanas). Os autores relataram que estudos adicionais devem ser conduzidos, a fim de avaliar a correlação entre o tempo de presa do cimento BC Sealer Endosequence e seu grau de citotoxicidade.

Shokouhinejad et al. (2011) compararam a resistência de união de uma novo cimento biocerâmico (EndoSequence BC Sealer) a do AH Plus na presença ou na ausência de *smear layer*. Dentes humanos unirradiculares extraídos foram preparados e divididos aleatoriamente em quatro grupos. Nos grupos 1 e 3, os

canais radiculares foram irrigados com NaOCl a 5,25% e a camada de *smear layer* não foi removida, mas nos grupos 2 e 4, os canais radiculares foram irrigados com NaOCl 5,25%, seguido de EDTA 17%, a fim de remover a camada de *smear layer*. Nos grupos 1 e 2, os canais radiculares foram obturados com gutapercha/AH Plus, mas nos grupos 3 e 4, obturação foi realizada com gutapercha/EndoSequence BC Sealer. A resistência de união e modos de falha foram avaliados pelo teste *push-out*. Foi observado que não houve diferença estatisticamente significativa ($p=0,69$) entre a resistência de união da gutapercha/AH Plus e gutapercha/EndoSequence BC Sealer. A presença ou ausência de camada de esfregaço não afetou significativamente a resistência de união de materiais obturadores ($p>0,05$). O modo de falha de ligação mais frequente foi principalmente coesiva para todos os grupos. Em conclusão, a resistência de união entre o cimento biocerâmico foi igual ao do AH Plus com ou sem a camada de *smear layer*.

Ulusoy et al. (2011) compararam os efeitos de diferentes cimentos endodônticos na resistência à fratura de dentes imaturos. Cento e oito raízes foram divididas aleatoriamente em 9 grupos. As raízes foram instrumentadas com exceção das raízes do grupo controle negativo. Quatro milímetros de Trióxido Mineral Agregado (MTA) foram colocadas no ápice, como sendo uma barreira apical. As raízes foram obturadas da seguinte forma: grupo 1, AH Plus + gutapercha, grupo 2, EndoREZ + gutapercha, grupo 3, EndoREZ + Resilon, grupo 4, Hybrid Root SEAL + gutapercha, grupo 5, Hybrid Root SEAL + Resilon; grupo 6, iRootSP + gutapercha, grupo 7, iRootSP + Resilon; grupo 8, sem obturação, apenas a barreira com MTA; grupo 9, sem instrumentação e sem nenhuma obturação. A carga de compressão foi aplicada a uma velocidade de 1 mm / min. Os dados foram comparados com os testes ANOVA e Duncan. Os resultados revelaram que o grupo 5 apresentou a maior resistência à fratura. Os valores de resistência à fratura do grupo 3 foram menores do que aqueles dos outros grupos experimentais. Diante disso, os autores concluíram que os cimentos Hybrid Root SEAL e iRootSP reforçaram as raízes simuladas de dentes imaturos contra fratura quando usado com gutapercha ou Resilon.

Zoufan et al. (2011) avaliaram a citotoxicidade dos cimentos endodônticos GuttaFlow e EndoSequence BC Sealer e compará-las com os cimentos AH Plus e Tubli-Seal. A citotoxicidade dos cimentos foi avaliada antes e após a reação de

presa de cada material. O meio condicionado foi confeccionado com uma quantidade de 0,5 mg de cada cimento, diluída em 300, 600 e 1.000 μL de meio de cultura celular, mantidos por 24 e 72 horas a 37 °C. Células fibroblásticas L929 foram plaqueadas, sendo usada uma concentração de 3×10^4 células em cada poço, com a adição de 100 μL de meio condicionado. No grupo controle, foram utilizadas células plaqueadas com meio de cultura, sem a presença de meio condicionado. Após 24 horas de contato, a citotoxicidade foi avaliada pelo teste do MTT, sendo a viabilidade celular expressa pela percentagem comparativa ao grupo controle. Os resultados foram analisados pelo teste ANOVA, com nível de significância de 95%. Foi observado que para os cimentos frescos ainda, a viabilidade celular do AH Plus foi menor do que os demais cimentos ($p < 0,05$). Após a ocorrência de presa, o cimento Tubli-Seal apresentou menor viabilidade celular do que os cimentos GuttaFlow e EndoSequence BC Sealer ($p < 0,05$). Não foi observada nenhuma diferença significativa entre os cimentos GuttaFlow e EndoSequence BC Sealer, tanto na presença ou ausência de presa. Os autores concluíram que os cimentos GuttaFlow e EndoSequence BC Sealer tiveram menor citotoxicidade do que os cimentos AH Plus e Tubli-Seal. Os autores relataram ainda que o cimento EndoSequence BC Sealer não tomou presa quando deixado sobre uma superfície a temperatura ambiente por até 2 meses, ao passo que nos demais cimentos, a presa ocorreu até 24 horas.

Borges et al. (2012) avaliaram a solubilidade dos cimentos iRoot SP e MTA Fillapex comparados ao AH Plus, Sealapex e MTA, seguindo a Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Foram realizadas também análises químicas por espectrometria de absorção atômica e EDS, e morfológica da estrutura dos cimentos por MEV. Dez corpos de prova de cada cimento, com 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro, foram obtidos a partir de moldes de teflon. Os corpos de prova foram pesados e imersos, dois a dois, em 7,5 mL de água destilada por sete dias. Após este período foram removidos, secos e pesados. A solubilidade foi considerada como a perda de massa, expressa como porcentagem da massa original. Os líquidos de imersão foram submetidos à espectrometria para verificação da presença dos íons de Ca^{2+} , K^+ , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Na^+ e Pb^{2+} . Amostras de cimento antes e após o teste solubilidade foram analisadas nas superfícies externa e interna por meio de EDS e MEV. Os dados foram analisados por Análise de Variância e teste de Tukey

($p < 0,05$). Em relação à solubilidade (%), os cimentos iRoot ($20,64 \pm 1,42$) e MTA Fillapex ($14,89 \pm 0,73$) obtiveram as maiores médias e foram diferentes entre si e dos demais cimentos ($p < 0,05$). O Sealapex obteve valores intermediários ($5,65 \pm 0,80$) ($p < 0,05$). O AH Plus e o MTA apresentaram valores estatisticamente inferiores dos demais e dentro dos padrões da ANSI/ADA. Os cimentos iRoot SP, MTA Fillapex, Sealapex e MTA apresentaram liberação de alta concentração de íons Ca^{2+} , ao contrário do AH Plus. A MEV evidenciou alteração morfológica após o teste de solubilidade e o EDS identificou presença de Ca^{2+} nas superfícies dos cimentos estudados, sendo o menor teor no AH Plus. Altos teores de carbono foram observados nos cimentos testados, exceto, no MTA. Concluiu-se que os cimentos à base de silicato de cálcio não atenderam as exigências da Especificação nº 57 da ANSI/ADA em relação à solubilidade.

Nagas et al. (2012) avaliaram os efeitos das condições de umidade intraradicular na resistência de união push-out de cimentos endodônticos. Oitenta canais radiculares foram preparados utilizando instrumentos rotatórios, e, em seguida, foram divididos em 4 grupos em relação às condições de umidade testadas: (1) etanol (seco): água destilada em excesso foi removida com pontas de papel seguido por desidratação com etanol a 95%, (2) cones de papel: os canais eram secos com cones de papel com o último cone aparecendo seco, (3) úmida: os canais foram secos com baixo vácuo, usando um adaptador Luer, durante 5 segundos, seguida de uma ponta de papel por um segundo, e (4) molhada: os canais permaneceram totalmente inundados. As raízes foram divididas em 4 grupos, de acordo com o cimento utilizado: (1) AH Plus, (2) iRoot SP, (3) MTA Fillapex, e (4) Epiphany. Cinco *slices* de 1 mm de espessura foram obtidos a partir de cada amostra de raiz ($n = 25$ fatias/grupo). A resistência de união dos materiais às paredes dentinárias do canal foi medida através do teste *push-out*, sendo estabelecido uma velocidade de 1 mm/min. Os dados foram analisados pela Análise de Variância a dois critérios e pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). Foi observado que, independentemente das condições de umidade, o cimento iRoot SP exibiu a maior resistência de união a dentina radicular. A ordem decrescente dos valores de resistência de união foi a seguinte: iRoot SP > AH Plus > Epiphany $\geq$ MTA Fillapex. Foi observado ainda que os cimentos exibiram as forças de adesão à dentina maiores e menores sob as condições úmidas (3) e molhada (4), respectivamente. Concluíram que o grau de umidade residual afetou

significativamente a adesão de cimentos endodônticos à dentina radicular. Sugeriram ainda que para os cimentos testados, pode ser vantajoso deixar os canais ligeiramente úmidos antes da obturação.

Özcan et al. (2012) avaliaram, pelo teste do *push-out*, o efeito do cimento iRoot SP na resistência adesiva de pinos de fibra cimentados com cimento resinoso. Quarenta e oito incisivos superiores extraídos foram divididos aleatoriamente em quatro grupos de acordo com o cimento testado ($n = 12$): Grupo 1 - controle (apenas guta-percha, sem cimento), grupo 2 - AH Plus Jet (à base de resina epóxica), grupo 3 - Endofill (à base de óxido de zinco e eugenol) e Grupo 4 - iRoot SP (à base de silicato de cálcio). Todos os canais foram preenchidos com guta-percha, e grupos de 2-4 receberam também um dos cimentos. Pinos de fibra foram cimentados com o cimento resinoso Clearfil Cimento SA. Em seguida, os espécimes foram seccionados nas regiões cervical, média e apical, produzindo três *slices* de 1 mm de espessura, e cada slice submetido ao teste do *push-out*. Todos os dados foram submetidos à Análise de Variância e teste de Tukey ($p < 0,05$). Estatisticamente não foram encontradas diferenças significativas entre o grupo controle, AH Plus Jet e iRoot SP ($p > 0,05$). O cimento Endofill mostrou resistência de união significativamente menor em comparação com os outros cimentos e ao grupo controle ($p < 0,05$). Concluíram que o cimento à base de silicatos de cálcio não afetou a resistência de união dos pinos de fibra cimentados com cimento resinoso.

Sagsen et al. (2012) compararam a resistência à fratura de raízes obturadas com guta-percha (GP) e diferentes cimentos endodônticos. Cinquenta e cinco incisivos centrais superiores humanos foram selecionados e divididos aleatoriamente em três grupos experimentais, que foram obturados com os cimentos endodônticos AH Plus (grupo 1), iRoot SP (grupo 2) e MTA Fillapex (grupo 3). Cinco raízes foram instrumentadas, porém não foram obturadas (grupo 4) e, no Grupo 5, cinco raízes não foram nem instrumentadas nem obturadas. Uma carga de compressão vertical foi aplicada utilizando uma máquina de ensaio universal até ocorrer a fratura do espécime. A força aplicada no momento da fratura foi registrada como sendo a resistência à fratura do espécime, expressa em Newtons. Os resultados mostraram que não houveram diferenças significativas na resistência à fratura entre os três grupos experimentais ($p > 0,05$), cujos resultados foram significativamente superiores a do grupo 4 ($p < 0,05$). Em conclusão, todos os cimentos endodônticos utilizados no

presente estudo aumentaram a resistência à fratura de canais radiculares obturados.

3 PROPOSIÇÃO

Objetivo Geral

O objetivo do presente trabalho foi avaliar as propriedades físicas e químicas do cimento biocerâmico Endosequence BC Sealer (Brasseler EUA, Savannah, GA, EUA), segundo as normas estabelecidas pela ISO 6876/2001.

Objetivos Específicos

Avaliar as propriedades físicas de radiopacidade e de escoamento do cimento biocerâmico Endosequence BC Sealer, a partir dos seguintes testes:

Avaliar as propriedades químicas de pH e de liberação íons cálcio do cimento biocerâmico Endosequence BC Sealer, a partir dos seguintes testes:

4 MATERIAL E MÉTODOS

As análises da radiopacidade e do escoamento foram realizadas de acordo com as especificações da ISO 6876/2001, enquanto a liberação de cálcio e o pH foram mensurados em diferentes períodos de tempo.

O cimento AH Plus foi utilizado como material controle, sendo manipulado segundo as recomendações do fabricante, ou seja, na proporção de 1:1. Já o cimento endodôntico Endosequence BC Sealer não necessitou de manipulação, pois se encontra pronto para inserção no canal radicular. A tabela 1 demonstra a constituição dos cimentos avaliados.

Tabela 4.1 - Materiais testados e suas composições

<i>Material</i>	<i>Composição</i>	<i>Fabricante</i>
Endosequence BC Sealer	Óxido de zircônio, silicatos de cálcio, fosfato de cálcio monobásico, hidróxido de cálcio, agentes de carga e de espessamento.	Brasseler USA, Savannah, GA, EUA
AH Plus	Pasta Epóxica: diepoxi, tungstato de cálcio, óxido de zircônio e corante. Pasta Amina: 1-adamantano amina, dibenzilo-5 N.N 'oxanonandiamine-1, 9, TCD-diamina, tungstato de cálcio, óxido de zircônio, e óleo de silicone.	Dentsply De Trey GmbH, Konstanz, Alemanha

4.1 Testes Físicos

Análise da Radiopacidade

Os materiais cuidadosamente foram inseridos em anéis metálicos com 10 mm de diâmetro e 1 mm de altura, sendo utilizado cinco espécimes para cada cimento. Todos os espécimes foram preliminarmente radiografados, para constatar presença ou não de bolhas. Aqueles que as apresentaram foram descartados, sendo confeccionados outros. Os espécimes permaneceram em estufa a 37 °C por 7 dias, sendo em seguida removidos e a altura de cada espécime foi avaliada com um paquímetro digital (Mitutoyo Corp., Tóquio, Japão). Foi utilizado um disco de dentina não-cariada, com 1 mm de altura, obtida a partir de um dente pré-molar inferior. A altura da dentina foi avaliada com um paquímetro digital. O disco de dentina foi utilizado com o objetivo de comparação radiográfica com os cimentos endodônticos e a escala de alumínio. O conjunto, espécimes de cada grupo, penetrômetro de alumínio e disco de dentina, foram colocados sobre um filme radiográfico oclusal (Insight; Kodak Com., Rochester, NY, EUA). A escala de alumínio apresentava graduação referente a 10 degraus de 1 mm de alumínio (Figura 4.1).

Figura 4.1. Matrizes circulares preenchidas com cimento endodôntico, dispostas ao lado da escala de alumínio e de um disco de dentina, preparadas para a realização do teste de radiopacidade

As radiografias foram realizadas usando um aparelho radiográfico periapical (Gnatus XR 6010, Ribeirão Preto, SP, Brasil), que operava a 60 kV, 10 mA, com tempo de exposição padronizado em 0,3 segundos e distância foco/filme de 30 cm. Após a sensibilização e processamento das imagens, estas foram digitalizadas e analisadas quanto à densidade radiográfica no programa Digora 1.51. Realizando-se duas leituras por corpo de prova, totalizando 10 valores. O valor da radiopacidade foi determinado em densidade radiográfica a qual foi também convertida em milímetros de alumínio (mm Al).

Segundo a metodologia relatada por Duarte et al. (2009), efetuou-se a conversão determinando-se a densidade radiográfica correspondente a cada milímetro de alumínio, de acordo com cada intervalo entre os milímetros, isto é, entre 1 e 2, 2 e 3, 3 e 4, etc. Para se obter o valor de cada material, foi observado em qual intervalo ele estava, ou seja, se o valor da sua densidade estava entre por exemplo o intervalo 4 e 5, 5 e 6, etc. A cada intervalo o 1 mm corresponde a valores distintos; por exemplo, a diferença entre o 4 e 5 é 16,83 [(5) = 162,07 - (4) = 145,24] e entre 5 e 6 é 14,39 [(6) = 176,46 - (5) = 162,07]. Assim, por exemplo, se a densidade do material apresentar o valor entre 5 e 6, o cálculo foi realizado da seguinte maneira. Do valor da densidade do material foi subtraído o valor correspondente a 5mm de alumínio, essa diferença foi convertida em milímetros de alumínio utilizando-se para o cálculo uma regra de três simples. Exemplo:

- Valor correspondente a 5 mm Al = 162,07
- Valor da densidade do material = 170,16
- Diferença entre densidade material/5 mm Al = 8,09
- Diferença entre densidade de 5 e 6 mm Al = 14,39
- Cálculo do valor da densidade do material em mm de Al.
- Se o valor 14,39 corresponde a 1 mm de Al. (entre 5 e 6) 8,09

corresponderá a X; isto é:

$$14,39 \dots\dots\dots 1,0 \text{ mm Al}$$

$$8,09 \dots\dots\dots X$$

$$X = 0,56 \text{ mm Al}$$

Assim, o valor 0,56, foi adicionado ao valor 5 obtendo o valor do material em milímetros de alumínio, isto é, 170,16 em densidade radiográfica é correspondente a 5,56 mm Al.

Os valores em mm de Al dos materiais e da dentina foram comparados entre si pelo ANOVA (Análise de Variância) a 1 critério para comparação global e teste de Tukey, sendo considerado significativo quando $p < 0,05$.

Análise do Escoamento

Um volume final de 0,05 mL de cada cimento foi preparado e colocado sobre uma placa de vidro (P1) com o auxílio de uma seringa de tuberculina de 1 mL. Após 180 ± 5 segundos da mistura dos cimentos, uma segunda placa de vidro (P2) com dimensões de 50 x 50 x 3,2 mm, pesando aproximadamente 20 g, foi colocada sobre o material, e sobre o conjunto (P1 + cimento + P2) um peso de ferro com 100 g foi cuidadosamente colocado, totalizando uma massa de 120 g em cima do cimento endodôntico. Após 10 minutos da mistura do cimento, o peso foi removido, sendo medidos os diâmetros máximo e mínimo dos discos formados pelos cimentos comprimidos, com o auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo MTI Corp., Huntersville, NC, EUA). Se a diferença entre os diâmetros dos discos fosse maior do que 1 mm ou se o formato final não fosse circular e uniforme, o teste seria repetido. A média entre os diâmetros máximo e mínimo foram obtidas, e avaliadas três vezes para cada espécime, sendo utilizados 5 espécimes para cada cimento experimental. Os valores em mm dos materiais foram analisados estatisticamente pelo teste t , sendo considerado significativo quando $p < 0,05$.

4.2 Testes Químicos

Análise do pH e da Liberação de Íons Cálcio

Inicialmente, com o auxílio de uma espiral lentulo (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Suíça), os cimentos foram inseridos em tubos plásticos de polietileno com 1 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento, tendo apenas um dos lados abertos, tendo sido o outro fechados com cola. Radiografias periapicais foram realizados para confirmar o completo preenchimento dos tubos e a ausência de bolhas. Foram utilizados oito espécimes para cada material. Após a pesagem em balança de semi-precisão (BL-320H, Shimadzu Corp. Kyoto, Japão), cada espécime foi submerso em um tudo de ensaio de vidro contendo 10 mL de água deionizada (Permuton, Curitiba, PR, Brasil), sendo selados com parafilme (American National Can, Menasha, WI, EUA) e mantidos em estufa à temperatura de 37 °C até o determinado período de análise. Oito tubos de ensaios preenchidos também com água deionizada, sem tubos preenchidos com qualquer dos cimentos, foram utilizados como grupo controle.

Após os tempos experimentais de 3, 24, 72, 168 e 240 horas, os espécimes foram retirados dos tubos e inseridos em novos tubos contendo 10 mL de água deionizada. Previamente a inserção dos espécimes nos tubos de ensaios, o pH da água deionizada foi avaliado com um pHmetro (QM-400; Quimis, São Paulo, SP, Brasil), apresentando valor de 6,9. O pHmetro foi calibrado com soluções com pH já determinado (4, 7 e 10). Após a remoção dos espécimes dos tubos, estes foram agitados em um vortex por 5 segundos, para serem analisados os pHs nos tempos experimentais de 3, 24, 72, 168 e 240 horas. Para evitar qualquer tipo de interferência nos resultados, toda a vidraria foi previamente tratada com ácido nítrico.

As soluções contidas nos tubos de ensaios foram analisadas em relação à presença e quantificação de íons cálcio. A liberação de íons cálcio (Ca^{2+}) foi medida utilizando um espectrofotômetro de absorção atômica (AA6800; Shimadzu, Tóquio, Japão). As condições de uso foram determinadas segundo as instruções do

fabricante, sendo utilizado um comprimento de onda de 422,70 nm, fenda de escape de 0,2 nm, corrente elétrica de 10 mA na lâmpada de cátodo específica para cálcio e tendo redução estequiométrica, mantida por um fluxo de acetileno (2 litros por minuto), sendo suportado por ar comprimido. Uma solução de cloreto de lantânio, em concentração de 10 g/L, foi utilizada para eliminar as interferências de íons fosfatos e sulfatos, além da possibilidade de formação de outros óxidos, inerentes ao processamento das amostras.

Uma solução de estoque com concentração de íons cálcio de 10 mg/dL foi diluída para se calibrar o espectrofotômetro, obtendo-se uma curva-padrão com as seguintes concentrações 0,025 mg/dL, 0,05 mg/dL, 0,1 mg/dL, 0,25 mg/dL, 0,5 mg/dL e 1,0 mg/dL. Para levar o aparelho a zero de absorbância, empregou-se a solução de ácido nítrico. A concentração de íons cálcio foi avaliada nos tempos experimentais de 3, 24, 72, 168 e 240 horas. Com os dados analisados, empregou-se os testes ANOVA e Tukey, sendo empregado um nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS

Análise da Radiopacidade

Os valores das radiopacidades obtidos para os cimentos EndoSequence BC Sealer e AH Plus estão expressos na Tabela 5.1. Embora a radiopacidade do cimento biocerâmico tenha sido estatisticamente inferior ($p < 0,05$) da do AH Plus, o valor foi acima da recomendada pelas normas ISO 6876/2001. As figuras 5.1 e 5.2 ilustram as radiopacidades dos cimentos EndoSequence BC Sealer e AH Plus, respectivamente.

Tabela 5.1 - Média $\pm$ Desvio-padrão das radiopacidades dos materiais testados e dentina

	BC Sealer	AH Plus	Dentina
Média (mm Al)	3,8 ^a	6,9 ^b	1,0 ^c
Desvio-Padrão	0,3	0,4	0,2
Valor Mínimo	3,3	6,3	0,7
Mediana	3,9	7,1	1,1
Valor Máximo	4,1	7,3	1,2

Valores numéricos seguidos por letras diferentes indicam presença de diferenças estatisticamente significantes de acordo com o teste ANOVA ($p < 0,05$) na comparação entre os materiais no mesmo tempo experimental.

Figura 5.1 - Análise da radiopacidade com o uso de uma radiografia oclusal, exibindo os espécimes metálicos preenchidos com o cimento EndoSequence BC Sealer

Figura 5.2 - Análise da radiopacidade com o uso de uma radiografia oclusal, exibindo os espécimes metálicos preenchidos com o cimento AH Plus

Análise do Escoamento

Durante a realização do teste de escoamento, nenhuma repetição foi necessária, segundo à padronização no início de experimento. Os valores médios dos escoamentos dos materiais testados, representado pela média dos diâmetros (em mm) dos discos formados após a remoção do peso, estão expressos na Tabela 5.2. Foi observado que o cimento biocerâmico EndoSequence BC Sealer apresentou maior valor de escoamento do que o cimento AH Plus, com diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$). Entretanto, ambas os materiais apresentaram valores de escoamento acima do recomendado pelas normas ISO 6876/2001, que é de, no mínimo, 20 mm de diâmetro.

Tabela 5.2 - Média $\pm$ Desvio-padrão dos escoamentos dos materiais testados

Material	Média (mm)	Desvio-Padrão
Endosequence BC Sealer	27,0 ^a	0,7
AH Plus	21,1 ^b	0,4

Valores numéricos seguidos por letras diferentes indicam presença de diferenças estatisticamente significantes de acordo com o teste t ($p < 0,05$) na comparação entre os materiais no mesmo tempo experimental.

Análise do pH

O cimento Endosequence BC Sealer apresentou pH alcalino em todos os tempos experimentais, com valor máximo de pH após 168 horas. O cimento AH Plus demonstrou pH ligeiramente neutro.

Tabela 5.3 - Valores de pHs encontrados nos diferentes tempos experimentais

	3h	24h	72h	168h	240h
Endosequence BC Sealer	10,31 ^a	10,87 ^a	10,94 ^a	11,21 ^a	11,16 ^a
AH Plus	7,81 ^b	7,53 ^b	7,42 ^b	7,60 ^b	7,17 ^b
Água Deionizada (Controle)	6,90	6,90	6,90	6,90	6,90

Valores numéricos seguidos por letras diferentes indicam presença de diferenças estatisticamente significantes de acordo com o teste ANOVA ($p < 0,05$) na comparação entre os materiais no mesmo tempo experimental.

Figura 5.3 – Gráfico de linhas exibindo os valores de pHs encontrados nos diferentes tempos experimentais

Análise da Liberação de íons Cálcio (Ca^{2+})

O cimento biocerâmico Endosequence BC Sealer apresentou significativamente maior liberação de íons cálcio (Ca^{2+}) do que o cimento AH Plus ($p < 0,05$). A Tabela 5.4 descreve a quantidade de íons Ca^{2+} libertado em diferentes tempos experimentais. Na análise de 24 horas, não houve diferença significativa na liberação de íons cálcio entre os dois cimentos ($p > 0,05$). Depois de 168 horas, ambos os cimentos exibiram a maior liberação de Ca^{2+} (Tabela 5.4).

Tabela 5.4 - Liberação de íons cálcio (mg/L) observada em diferentes períodos

	3h	24h	72h	168h	240h	Total (mg/L)
BC Sealer	0,329 ^a	0,204 ^a	0,427 ^a	1,108 ^a	0,517 ^a	2,585 ^a
AH Plus	0,072 ^b	0,182 ^a	0,060 ^b	0,635 ^b	0,152 ^b	0,797 ^b
Controle	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000

Valores numéricos seguidos por letras diferentes indicam presença de diferenças estatisticamente significantes de acordo com o teste ANOVA ($p < 0,05$) na comparação entre os materiais no mesmo tempo experimental.

Figura 5.4. Gráfico de linhas exibindo a quantidade liberada de íons cálcio (mg/L) observada em diferentes períodos experimentais

6 DISCUSSÃO

A filosofia do tratamento endodôntico baseia-se nos conceitos de limpeza, modelagem e obturação tridimensional do sistema de canais radiculares (SCR). Entretanto, a anatomia dentária interna apresenta uma grande influência na previsibilidade do tratamento endodôntico instituído. Diversas áreas do SCR não conseguem ser completamente limpas e obturadas, podendo abrigar microrganismos e outros restos orgânicos. Assim, existe uma busca constante para se encontrar produtos que possam vencer essas dificuldades.

Como citado anteriormente, a obturação endodôntica apresenta um grande desafio, principalmente relacionado à adesão do material obturador às paredes dentinárias. A falha no selamento apical e lateral pode permitir o acesso de microrganismos à região apical, resultando numa possível falha no tratamento. Assim, os cimentos endodônticos devem apresentar a capacidade de complementar o vedamento promovido pela guta-percha.

Assim, os cimentos endodônticos devem apresentar como principais propriedades:

1. Adequada consistência e adesão às paredes dentinárias;
2. Adequado tempo de trabalho;
3. Capacidade de produzir um selamento hermético;
4. Fácil manuseamento;
5. Radiopacidade;
6. Expansão após a reação de presa;
7. Bom escoamento;
8. Baixa viscosidade;
9. Ação antibacteriana;
10. Biocompatibilidade;
11. Insolubilidade em fluidos teciduais;
12. Permitir o retratamento do canal;
13. Não pigmentar o tecido dentários;
14. Não possuir ação antigênica;
15. Não possuir ação mutagênica.

Diversos tipos de cimentos endodônticos já foram idealizados e produzidos, sendo o “padrão-ouro” considerado nas pesquisas, principalmente em relação às propriedades físico-químicas, o cimento à base de resina epóxica AH Plus. Entretanto, este cimento não apresenta adequadas propriedades biológicas, principalmente relacionadas à citotoxicidade (Zoufan et al., 2011). Dessa forma, alguns outros materiais estão sendo pesquisados, com o objetivo de produzir um cimento que possua todas as qualidades exigidas.

Recentemente, foi descoberto que alguns materiais à base de silicatos, conhecidos como cerâmicos, são capazes de induzir a formação de hidroxiapatita quando em contato com água, fenômeno chamado de bioatividade. Dessa forma, estas substâncias passaram a ser conhecidas como biocerâmicas, e têm sido introduzidas no cotidiano da prática médica e odontológica, principalmente devido a sua alta biocompatibilidade (Damas et al., 2011; Loushine et al., 2011; Zoufan et al., 2011) e elevada atividade antibacteriana (Zhang et al., 2009a). Na Endodontia, os materiais biocerâmicos apresentam aplicação mais comum como cimentos reparadores e como cimentos endodônticos. Um cimento endodôntico biocerâmico, chamado comercialmente de EndoSequence BC Sealer, fabricado pela empresa Brasseler USA (Savannah, GA, EUA), foi recentemente lançado no mercado. Diante da ausência de estudos independentes acerca das propriedades físico-químicas deste cimento, este trabalho teve o objetivo de avaliar a radiopacidade e o escoamento, além de avaliar o pH e a liberação de íons cálcio por este cimento, comparando com o cimento resinoso AH Plus.

Atualmente, existem duas normas que estabelecem regras para a formulação dos materiais obturadores endodônticos, a especificação nº 57 da (American Dental Association (2000), publicada em 1984, e a International Standards Organization (2001) nº 6876, publicada em 2001. No presente trabalho, as propriedades físicas foram avaliadas de acordo com as normas estabelecidas pela ISO 6876/2001.

A radiopacidade é uma propriedade física essencial para um cimento endodôntico, uma vez que permite a visualização do material obturador e da qualidade da obturação, através do exame radiográfico. De acordo com as recomendações feitas pela norma ISO 6876/2001, todo cimento endodôntico deverá apresentar radiopacidade mínima semelhante a radiopacidade apresentada por 3 mm de alumínio (Al). Trabalhos prévios (Tanomaru-Filho et al., 2008; Duarte et al.,

2009) utilizaram algumas padronizações para o teste, como a distância foco/filme/objeto aproximadamente a 30 cm, além do tempo de exposição ao feixe de raios X, em aproximadamente 0,3 s. A imagem pode ser obtida em filmes radiográficos convencionais ou em sensores digitais. No presente trabalho, foram utilizados filmes oclusais convencionais, sendo a imagem digitalizada com o auxílio de uma câmera fotográfica digital. Em seguida, a densidade radiográfica do material foi determinada por meio de um cálculo matemático, proposto por Duarte et al. (2009), que correlaciona com a densidade de um penetrômetro ou escala de alumínio, expressa em milímetros de alumínio (mm Al).

No presente trabalho, foi observado que o cimento endodôntico EndoSequence BC Sealer apresentou radiopacidade referente à 3,83 mm Al, estando em concordância com as normas estabelecidas pela ISO 6786/2001. O valor da radiopacidade apresentado pelo cimento biocerâmico foi estatisticamente inferior ao valor apresentado pelo cimento AH Plus.

A diferença entre as radiopacidades dos dois cimentos pode ser explicada pela presença de agentes radiopacificadores em cada material. Duarte et al. (2009) avaliaram a radiopacidade do cimento Portland associado a diferentes radiopacificadores. Observaram que as associações foram mais radiopacas quando utilizados os seguintes radiopacificadores, em ordem decrescente: óxido de bismuto, óxido de zircônio, tungstato de cálcio, sulfato de bário e óxido de zinco. Diante disso, o cimento AH Plus apresenta maior radiopacidade devido a presença de dois agentes radiopacificadores, o óxido de zircônio e tungstato de cálcio, enquanto o cimento EndoSequence BC Sealer apresenta apenas o óxido de zircônio. Outro fator a ser observado é a quantidade proporcional em massa de cada agente radiopacificador, que pode resultar em um material mais ou menos radiopaco (Zhang et al., 2009b). Entretanto, uma análise quantitativa química necessita ser feita para avaliar a proporção de cada agente radiopacificador na constituição do cimento, justificando os valores das radiopacidades apresentadas no presente trabalho.

Como citado anteriormente, um cimento endodôntico ideal deve apresentar, entre outras propriedades, baixa viscosidade e bom escoamento para preencher as irregularidades do canal radicular e os espaços existentes entre os cones de gutapercha e as paredes dentinárias, aumentando a probabilidade de se obter um bom selamento do sistema de canais radiculares (Siqueira Jr. et al., 2000). O escoamento

de um cimento é definido por Grossman (1976) como a consistência do cimento que confere capacidade de penetração nas estreitas irregularidades da dentina e que constitui um importante fator na obturação de canais laterais ou acessórios e istmos. A análise do escoamento proposta pela norma da ISO 6876/2001 preconiza o volume de cimento igual a $0,05 \pm 0.005$ mL e o diâmetro do disco formado pelo cimento comprimido não deve ser menor do que 20 mm.

Em relação à análise do escoamento realizada no presente estudo, embora o cimento Endosequence BC Sealer tenha apresentado um escoamento significativamente maior do que o AH Plus, ambos os materiais demonstraram valores de escoamento concordantes com as recomendações presentes na ISO 6876/2001.

Entretanto, deve-se ter em mente que um cimento que apresente alto escoamento pode aumentar a possibilidade de haver um extravasamento do material para a região periapical. Embora o cimento Endosequence BC Sealer tenha demonstrado baixa citotoxicidade (Loushine et al. 2011, Zoufan et al. 2011), cuidados devem ser tomados durante a obturação endodôntica para se evitar uma sobre-obturação. Nesse sentido, Hess et al. (2011) observaram que limas endodônticas foram ineficazes em penetrar e remover completamente o cimento Endosequence BC Sealer, devido principalmente a sua grande dureza após a reação de presa. Entretanto, eles relataram que em alguns casos o cimento pôde ser removido convencionalmente. No entanto, os autores enfatizam que as técnicas convencionais de retratamento podem falhar. Foi relatado previamente que “a chave é usar os cimentos biocerâmicos como um auxiliar no selamento e não como obturador” (Koch; Brave, 2009). Dessa forma, a ineficácia em se obter o comprimento de trabalho ou até mesmo a patência foraminal podem comprometer o sucesso no retratamento endodôntico, devido a dificuldades de se limpar e modelar corretamente o SCR, principalmente no terço apical, que pode abrigar bactérias, diminuindo as chances de sucesso no tratamento.

Durante os 10 dias de análise, o cimento biocerâmico Endosequence BC Sealer apresentou um pH alcalino, sendo observado um valor máximo de 11,21, após 7 dias. O pH alcalino promove a eliminação de bactérias, como o *Enterococcus faecalis*, que podem sobreviver após o preparo químico-cirúrgico e induzir ou manter uma inflamação periapical (Stuart et al., 2006). Entretanto, tais microrganismos apresentam dificuldades em sobreviver em um ambiente com pH próximo a 11

(McHugh et al., 2004; Stuart et al., 2006). Outro fator importante do pH alcalino está na correlação entre a estimulação do processo de reparo tecidual pela deposição de tecido mineralizado e o pH alcalino, resultante principalmente da liberação de íons cálcio (Holland et al., 2001; Okabe et al., 2006).

A quantidade total liberada de íons cálcio (Ca^{2+}) pelo cimento Endosequence BC Sealer foi significativamente maior (2,585 mg/L) do que o cimento AH Plus (0,797 mg/L) após 10 dias, concordando com os achados de Borges et al. (2012). Foi observada uma concordância entre os valores de pH e a quantidade de íons cálcio liberada em ambos os materiais. Uma possível explicação para a maior liberação de íons cálcio pelo cimento biocerâmico seria associada às reações de presa ou endurecimento do material, que incluem reações de hidratação (A e B) dos silicatos de cálcio como descritas abaixo (Richardson, 2008):

A reação de precipitação (C) do fosfato de cálcio em hidroxiapatita ocorre da seguinte forma (Yang et al., 2002):

Dessa forma, a umidade facilita reações de hidratação do silicato de cálcio, produzindo um silicato hidratado e hidróxido de cálcio, o qual reage parcialmente com o íon fosfato para formar moléculas de hidroxiapatita e água (Yang et al., 2002; Zhang et al., 2009a; Zhang et al., 2009b; Richardson, 2008). O meio úmido permite que o material endureça, sendo que Loushine et al. (2011) observaram que a microdureza do cimento Endosequence BC Sealer diminui com a adição de água. Em contrapartida, foi observado ainda que o cimento biocerâmico iRoot SP melhorou a resistência dentária à fratura vertical (Ulusoy et al., 2011; Sagsen et al., 2012).

Após 168 horas, o cimento biocerâmico EndoSequence BC Sealer apresentou a maior taxa de liberação de íons cálcio, que pode ter relação com a reação de presa final do material, que ocorre entre 160 e 240 horas em meio úmido (Loushine et al., 2011). Futuros estudos devem ainda ser feitos para confirmar esta observação.

Outro fato interessante é que a liberação de íons cálcio (Ca^{2+}) e hidroxila (OH^-) de um material contendo silicato de cálcio pode resultar na formação de uma camada de hidroxiapatita, quando em contato com fluidos contendo íons fosfato por 2 meses. A formação dessa camada de hidroxiapatita funciona como uma adesão química entre o material obturador e as paredes do canal (Sarkar et al., 2005; Shokouhinejad et al., 2011). Dessa forma, pode-se associar que o cimento EndoSequence BC Sealer, que apresenta silicato de cálcio em sua composição, apresenta o potencial de aderir quimicamente à dentina, diminuindo a infiltração marginal e falhas, não tendo influência da presença de smear layer ou umidade residual dentro do canal (Zhang et al. 2009b; Shokouhinejad et al., 2011; Nagas et al., 2012). Foi relatado ainda que o cimento biocerâmicos não afetou a resistência de união dos pinos de fibra cimentados com cimento resinoso (Özcan et al., 2012).

De acordo com o fabricante, o cimento biocerâmico Endosequence BC Sealer apresenta alto pH (12,8) e alta radiopacidade, porém no presente estudo, o maior valor de pH (11,21) foi observado apenas após 168 horas, sendo confirmado, bem abaixo do valor apresentado pelo fabricante. A radiopacidade do referido cimento foi pouco acima da recomendada pelas normas ISO 6876/2001, porém bem menor do que a apresentada pelo cimento AH Plus, como já anteriormente relatado. Em um trabalho prévio, Loushine et al., (2011) observou que o tempo de presa médio deste cimento quando misturado à água, tentando simular uma condição real, variou de 160 a 240 horas, valor bastante superior ao fornecido pelo fabricante, de apenas 4 horas. Dessa forma, embora as propriedades biológicas sejam consideradas favoráveis (Damas et al., 2011; Mukhtar-Fayyad, 2011; Loushine et al., 2011; Zoufan et al., 2011), algumas propriedades físico-químicas já analisadas dos cimentos biocerâmicos, como o tempo de presa, a solubilidade e a microdureza apresentaram valores não desejáveis nos cimentos endodônticos (Loushine et al., 2011; Zoufan et al., 2011; Borges et al., 2012).

Diante do exposto, observa-se a importância de estudos independentes que

avaliem as propriedades físico-químicas e biológicas dos materiais odontológicos, a fim de confirmar as informações fornecidas pelos fabricantes. Estudos *in vitro*, *ex vivo* e *in vivo* adicionais necessitam ser realizados para avaliar a performance desse novo material e confirmar o seu uso na terapia endodôntica.

7 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos no presente trabalho, pode concluir que:

- O cimento biocerâmico EndoSequence BC Sealer apresentou favoráveis propriedades físicas de radiopacidade e de escoamento, de acordo com as normas ISO 6876/2001.
- Os valores das propriedades químicas analisadas, pH e liberação de íons cálcio (Ca^{2+}), foram favoráveis para um cimento endodôntico.

REFERÊNCIAS¹

American Dental Association. Council on Dental Materials. Specification nº 57 for endodontic filling material. Chicago; 2000.

Borges RP, Sousa-Neto MD, Versiani MA, Rached-Júnior FA, De-Deus G, Miranda CES, Pécora JD. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. *Int Endod J*. 2012; 45(5): 419–28.

Damas BA, Wheeler MA, Bringas JS, Hoen MM. Cytotoxicity comparison of mineral trioxide aggregates and EndoSequence bioceramic root repair materials. *J Endod*. 2011;37:372–5.

Duarte MAH, Kadre GDOL, Vivan RR, Tanomaru JMG, Tanomaru Filho M, Moraes IG. Radiopacity of Portland cement associated with different radiopacifying agents. *J Endod*. 2009;35:737–40.

Grossman LI. Physical properties of root canal cements. *J Endod*. 1976; 2(6): 166-75.

Hansen SW, Marshall JG, Sedgley CM. Comparison of Intracanal EndoSequence Root Repair Material and ProRoot MTA to Induce pH Changes in Simulated Root Resorption Defects over 4 Weeks in Matched Pairs of Human Teeth. *J Endod*. 2011;37:502–506.

Hess D, Solomon E, Spears R, He J. Retreatability of a bioceramic root canal sealing material. *J Endod*. 2011;37:1547–9.

Holland R, Souza V, Nery MJ, Otoboni Filho JA, Bernabé PEF, Dezan Júnior E. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tube filled with mineral trioxide aggregate, Portland cement or calcium hydroxide. *Braz Dent J*. 2001;12:3–8.

¹De acordo com Estilo Vancouver.

International Organization for Standardization ISO 6876 dental root canal sealing materials. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization; 2001.

Koch K, Brave D. Bioceramic technology: the game changer in endodontics. *Endod Pract.* 2009;2:17–21.

Leal F, De-Deus G, Brand~ao C, Luna AS, Fidel SR, Souza EM. Comparison of the root-end seal provided by bioceramic repair cements and White MTA. *Int Endod J.* 2011;44:662–8.

Loushine BA, Bryan TE, Looney SW, Gillen BM, Loushine RJ, Weller N, Pashley DH, Tay FR. Setting properties and cytotoxicity evaluation of a premixed bioceramic root canal sealer. *J Endod.* 2011;37:673–7.

McHugh CP, Zhang P, Michalek S, Eleazer PD. pH required to kill *Enterococcus faecalis* in vitro. *J Endod.* 2004;30:218–9.

Mukhtar-Fayyad D. Cytocompatibility of new bioceramic-based materials on human fibroblast cells (MRC-5). *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2011;112(6):137-42.

Nagas E, Uyanik MO, Eymirli A, Cehreli ZC, Vallittu PK, Lassila LV, Durmaz V. Dentin moisture conditions affect the adhesion of root canal sealers. *J Endod.* 2012;38(2):240-4.

Okabe T, Sakamoto M, Takeuchi H, Matsushima K. Effects of pH on mineralization ability of human dental pulp cells. *J Endod.* 2006;32:198–201.

Özcan E, Çapar İD, Çetin AR, Tunçdemir AR, Aydınbelge HA. The effect of calcium silicate-based sealer on the push-out bond strength of fibre posts. *Aust Dent J.* 2012;57(2):166-70.

Pashley DH. Dynamics of the pulp dentin complex. *Crit Rev Oral Biol Med.* 1996;7:104–33.

Richardson IG. The calcium silicate hydrates. *Cem Conc Res.* 2008;38:137–58.

Sağsen B, Ustün Y, Pala K, Demirbuğa S. *Dent Mater J.* 2012;31(4):528-32.

Sarkar NK, Caicedo R, Ritwik P, Moiseyeva R, Kawashima I. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. *J Endod*. 2005;31:97–100.

Shokouhinejad N, Gorjestani H, Nasseh AA, Hoseini A, Mohammadi M, Shamshiri AR. Push-out bond strength of gutta-percha with a new bioceramic sealer in the presence or absence of smear layer. *Aust Endod J* 2011;1–6.

Stuart CH, Schwartz SA, Beeson TJ, Owatz CB. *Enterococcus faecalis*: its role in root canal treatment failure and current concepts in retreatment. *J Endod*. 2006;32:93–8.

Siqueira Jr JF, Favieri A, Gahyva SM, Moraes SR, Lima KC, Lopes HP. Antimicrobial activity and flow rate of newer and established root canal sealers. *J Endod*. 2000;26(5): 274-7.

Tanomaru-Filho, M. et al. Radiopacity evaluation of root-end filling materials by digitization of images. *J Appl Oral Sci*. 2008; 16(6): 376-9.

Ulusoy OIA, Nayir Y, Darendeliler-Yaman S. Effect of different root canal sealers on fracture strength of simulated immature roots. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2011;112(4):544-7.

Yang Q, Troczynski T, Liu D. Influence of apatite seeds on the synthesis of calcium phosphate cement. *Biomater*. 2002;23:2751–60.

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

Zhang W, Li Z, Peng B. Assessment of a new root canal sealer's apical sealing ability. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2009b;107:e79–82.

Zoufan K, Jiang J, Komabayashi T, Wang Y, Safavi KE, Zhu Q. Cytotoxicity evaluation of Gutta Flow and Endo Sequence BC sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2011;112:657–61.