UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO

THAÍS OLIVEIRA ALVES

TEMPO DE ENDURECIMENTO DOS CIMENTOS ENDODÔNTICOS: ANÁLISE DOS MÉTODOS CONVENCIONAIS E PROPOSTA DE NOVO MÉTODO DE AVALIAÇÃO, POR MEIO DE ULTRASSOM

THAÍS OLIVEIRA ALVES

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia

de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo para a

obtenção do Título de Mestre em Ciências junto ao

Programa de Odontologia Restauradora - Área de

Concentração: Endodontia.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Gariba Silva

Ribeirão Preto

2018

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parci	iai deste trai	Jaino, p	por quaid	luei
meio convencional ou eletrônico, para fins de estud	do e pesquis	a, desc	de que cit	ada
a fonte.				
Assinatura do autor:	_ Data:	_/	/2018	

Ficha Catalográfica

Alves, Thaís Oliveira

Testes de tempo de endurecimento dos cimentos endodônticos: análise dos métodos convencionais e proposta de novo método de avaliação, por meio de ultrassom, 2018.

89 p.: il.; 30 cm

Dissertação de Mestrado, apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto (FORP/USP). Área de concentração: Odontologia Restauradora - Endodontia.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Gariba Silva

1. Propriedades físico-químicas, Cimentos obturadores endodônticos, Tempo de endurecimento, Ultrassom.

FOLHA DE APROVAÇÃO

ALVES, T.O. Tempo de endurecimento dos cimentos endodônticos: análise dos métodos convencionais e proposta de novo método de avaliação, por meio de ultrassom 2018. 89p. Dissertação (mestrado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2018.

Aprovado em:/
Banca Examinadora
Due f Du Diegondo Conillo Cibro (Corio a fondos)
Prof. Dr. Ricardo Gariba Silva (Orientador)
Instituição: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto/USP
Assinatura:
Prof(a).Dr(a).
Instituição:
Julgamento:
Assinatura:
Prof(a).Dr(a)
Instituição:
Julgamento:
Assinatura:
Prof(a).Dr(a)
Instituição:
Julgamento:
Δesinatura:





Este trabalho de pesquisa foi realizado nos Laboratórios de Pesquisa em Endodontia e Dentística do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo.



A **Deus**, que constantemente está ao meu lado, iluminando meus passos, me guiando e protegendo.

A minha mãe, **Sandra Oliveira Alves**, exemplo de força e dedicação. Obrigada por dedicar sua vida e seu amor para mim, e principalmente, por me ensinar a cada dia como ser uma pessoa melhor e fazer o bem aquele que está ao meu lado.

A minha segunda mãe, *Nirla Thaís Ximenes Veríssimo*, obrigada por toda dedicação, incentivo e amor em cada momento da minha vida. Obrigada por me ensinar a ser uma pessoa forte e determinada.

Ao meu pai, *Otávio Veríssimo Neto*, exemplo de homem e caráter. Obrigada por seu amor, amizade, carinho, companheirismo e preocupação com meu futuro. Seu incentivo é fundamental na minha vida.

Aos meus irmãos, *Márcio Ximenes Veríssimo*, *Rafael Ximenes Veríssimo* e *Igor Ximenes Veríssimo*, por serem grandes referências. Obrigada por todo amor, companheirismo e amizade. Obrigada pelo apoio e pelo orgulho que sentimos uns dos outros, o qual nos motiva em nossas conquistas.

Amo vocês!

Agradecímentos

Ao meu orientador, *Prof. Dr. Ricardo Gariba Silva*, exemplo de inteligência e determinação. Meu reconhecimento por todas as palavras, ensinamentos e críticas, fundamentais para meu crescimento. Muito obrigada pelas oportunidades e confiança deposita em mim. Minha gratidão por ser fundamental para minha formação e crescimento profissional.

Ao **Prof. Dr. Manoel Damião de Souza Neto**, por todos os conceitos transmitidos, pelo convívio diário e contribuição na construção desse projeto. Obrigada por fazer parte da minha história na pós-graduação e dar-me a satisfação em tê-lo como professor.

Aos professores da disciplina de Endodontia da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, *Prof. Dr. Antonio Miranda da Cruz Filho, Prof. Dr. Luiz Paschoal Vansan*, por todos os ensinamentos e experiências clínicas e científicas compartilhadas.

Ao amigo e funcionário *Carlos Feitosa dos Santos*, pela dedicação e disponibilidade em ajudar sempre que necessário. Obrigada por todo apoio, conselhos e amizade.

Ao amigo e técnico **Reginaldo Santana da Silva**, pela companhia, carinho, risadas e incentivo.

Aos funcionários *Maria Amalia Oliveira, Maria Isabel Miguel* e *Débora Fernandes Costa Guedes* pelo auxílio, e por sempre serem muito solícitos, atenciosos e disponíveis.

Aos meus queridos amigos *Rafael Verardino de Camargo* e *Fillipe Mendes Silva* pela amizade construída, por estarem sempre presentes em todos os momentos, vocês são incríveis. Obrigada pelos bons momentos compartilhados, conselhos e apoio. Vocês me inspiram a ser uma melhor pessoa e profissional. Sem dúvidas, essa caminhada se tornou muito mais agradável e feliz ao lado de vocês. Obrigada por tudo!

A **Ariane Fernandez** pela amizade e cumplicidade. Você é exemplo de determinação. Obrigada por sempre me apoiar, incentivar e estar presente desde o início.

Aos amigos da pós-graduação Fabiana de Góes Paiola, Bárbara Braga Jobim, Rafael Assis, Paulo André Yamin, Isabela Lima de Mendonça, Amanda Buosi de Biagi, Daniel Filizola, Rodrigo Dantas Pereira, Bruno Monguilhott Crozeta, Isadora Mello Vilarinho Soares, Caroline Cristina Borges Igor Petean, Kleber Carvalho, Patricia Escobar, Gabriela Gabilan Hadid, Vitor Luís Ribeiro, e Vicente Reinaldo Fretes, pela convivência agradável e pela troca de experiências. Em especial ao Jardel Francisco Mazzi Chaves e à Fabiane Carneiro Lopes, que

diariamente compartilham comigo as experiências profissionais e pessoais dentro e fora do Laboratório de Endodontia. Obrigado pela amizade!

A todos os meus *familiares e amigos*, que sempre me ajudaram e apoiaram, ajudando a vencer mais essa etapa da minha vida. Gratidão!

As minha cunhadas e amigas **Rita de Cássia Landim, Cecília Farias e Mariana Mangela**, que mesmo com a distância se fazem presente, com muito amor e alegria, me incentivando e tornando essa jornada mais feliz.

À CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, pelo apoio financeiro durante toda minha trajetória na pós-graduação

À *Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto*, que têm permitido o meu desenvolvimento crítico, científico, bem como meu crescimento pessoal e profissional.





ALVES, T.O. Tempo de endurecimento dos cimentos endodônticos: análise dos métodos convencionais e proposta de novo método de avaliação, por meio de ultrassom. 2018, 89p. Dissertação (Mestrado) — Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2018.

O objetivo deste trabalho foi avaliar comparativamente o tempo de endurecimento (TE) dos cimentos Endofill®, AH Plus®, Sealer 26®, RoekoSeal Automix®, EndoRez Sealer®, MTA Fillapex®, Ketac – Endo®, Endosequence BC Sealer®, determinado por meio dos testes preconizados pela Especificação Número 57 da American National Standard Institute/American Dental Association (ANSI/ADA, 2012), por aqueles modificados por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) (CJ), e pela utilização do ultrassom (US). Para determinar o TE pelo teste ANSI/ADA (2012) moldes metálicos (10mm x 2mm) foram preenchidos com os cimentos citados e foram testados com agulha tipo Gillmore (100 g), a cada 60 segundos, até não haver mais marcas na superfície. Para o teste ANSI/ADA (2012) modificado por CJ, foram utilizados moldes metálicos (5mm x 2mm), e o teste foi realizado da forma como prevista pela ANSI/ADA (2012). Para o teste com US (Panametrics, EUA), usou-se um transdutor que transmitia onda com frequência 1MHZ e um osciloscópio, identificando o módulo de elasticidade e densidade de cada amostra e assim, indicando o endurecimento de cada cimento testado. Os resultados mostraram que os cimentos AH Plus®, Sealer 26®, Endofill®, MTA Fillapex®, Endosequence BC Sealer®, EndoRez®, Ketac-Endo® apresentaram as maiores médias pelo método do US quando comparados com os métodos ANSI/ADA (2012) e CJ, sendo estatisticamente diferentes dos demais grupos (p<0,05). Os cimentos Endoseguence BC Sealer® e EndoRez® apresentaram valores estatisticamente diferentes entre os métodos ANSI/ADA (2012) e CJ (p<0,05). Quando comparados os valores de TE do método do US com o tempo afirmado pelos fabricantes dos cimentos AH Plus®, Sealer 26®, Endofill®, EndoRez®, MTA Fillapex® estes apresentaram maiores médias pelo método do US. Concluiu-se que o método do US aferiu tempos de endurecimento maiores para os cimentos testados do que pelos métodos ANSI/ADA (2012) e de CJ, com exceção do MTA Fillapex® e do EndoRez[®], e sua utilização permite avaliar a reação de endurecimento dos materiais na sua totalidade, e não apenas superficialmente.

.

Abstract

ALVES, T.O. Setting time for root canal sealer setting time: an analysis of conventional methods and a novel assessment approach using ultrasound. 2018, 89p. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2018.

The aim of this study was to comparatively assess the setting time (ST) of Endofill[®]. AH Plus®, Sealer 26®, RoekoSeal Automix®, EndoRez Sealer®, MTA Fillapex®, Ketac - Endo®, and Endosequence BC Sealer® sealers using the tests advocated by the American National Standard Institute/American Dental Association specification no. 57 (ANSI/ADA, 2012), a modified test by CARVALHO-JÚNIOR et al. (2007) (CJ), and ultrasound (US). Metallic casts (10mm × 2 mm) were filled with the above-mentioned sealers and tested with a Gillmore needle (100 g) every 60 seconds until there were no markings on the surface. For the ANSI/ADA (2012) modified test CJ, metallic casts (5mm × 2 mm) were used and tested as advocated by the ANSI/ADA (2012). For tests using US (Panametrics, USA), a transducer conveying a 1-MHz wave and an oscilloscope for elasticity and density imaging were used for every sample, and indicated the setting time for each tested sealer. AH Plus®, Sealer 26®, Endofill®, MTA Fillapex[®], Endosequence BC Sealer[®], EndoRez[®] and Ketac-Endo[®] sealers showed significantly longer setting times (p<0.05) when assessed by US compared to the ANSI/ADA (2012) and CJ methods. The ST for Endosequence BC Sealer® and EndoRez® was significantly different between ANSI/ADA (2012) and CJ (p<0.05). When comparing the US ST to the time informed by the manufacturer, the AH Plus®, Sealer 26[®], Endofill[®], EndoRez[®], and MTA Fillapex[®] sealers showed significantly longer times at the US analysis. In conclusion, ultrasound evaluations resulted in longer setting times for the tested sealers, when assessed compared to the ANSI/ADA (2012) and CJ methods, except for MTA Fillapex® and EndoRez®. The US provides information on the setting time of the entire material, not only the surface.

Sumário

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	01
PROPOSIÇÃO	09
MATERIAIS E MÉTODOS	12
RESULTADOS	25
DISCUSSÃO	31
CONCLUSÃO	45
REFERÊNCIAS	49
ANEXO	53

Introdução

O sucesso do tratamento endodôntico depende da realização de etapas encadeadas, capazes de promover completa limpeza, desinfecção, ampliação, modelagem e obturação hermética do sistema de canais radiculares (GUIMARAES et al., 2014; CAMARGO et al., 2017). Apesar de não ser possível eleger qual fase é a mais importante no tratamento endodôntico, a obturação dos canais radiculares exige atenção especial (ZHOU et al., 2013; OLIVEIRA et al., 2016) e tem como objetivo a eliminação de espaços vazios, que podem servir de sítios para proliferação de microrganismos que não conseguiram ser eliminados durante o preparo físico-químico do canal radicular ou que ocupem esses espaços posteriormente por infecção secundária (LOPES; SIQUEIRA, 2015). Assim, a utilização de cimentos endodônticos para selar o espaço entre a parede dentinária e a interface existente entre componentes da massa obturadora é indispensável (DELONG; HE; WOODMANSEY, 2015).

Ao escolher os materiais obturadores, deve-se sempre levar em consideração suas propriedades físicas, químicas e biológicas (RACHED et al., 2014; SHARMA et al., 2014; VIAPIANA et al., 2014). As suas propriedades são selamento hermético, biocompatibilidade, atividade antimicrobiana, estabilidade dimensional, ser insolúvel ao meio oral e aos fluidos teciduais, escoamento adequado e baixa viscosidade, facilidade de manipulação e inserção no canal, radiopacidade, não alterar a cor da coroa dental, adequado tempo de trabalho, adaptação e adesão às paredes do canal radicular, ser reabsorvido no periápice quando extravasado, estimular ou permitir a deposição de tecido de reparação e facilidade de remoção quando necessário (GROSSMAN, 1976; VALENTIM et al., 2016).

Em 1983, a American Dental Association (ADA) estabeleceu uma série de diretrizes e testes para a avaliação dos materiais obturadores endodônticos. Tal fato

era de muita importância, passando então a existir metodologias padronizadas específicas para a avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores endodônticos. Em 1984, tais diretrizes e testes foram efetivados por meio da Especificação n° 57 da American National Standards Institute (ANSI/ADA, 2012).

Vale destacar, que o tempo de endurecimento é uma propriedade importante para que haja tempo de trabalho adequado e consistência correta para permitir o completo preenchimento do sistema de canais radiculares (MASSI et al., 2011). Além disso, mantém relação fundamental com a etapa de obturação dos canais radiculares e restauração final do dente tratado (HUANG et al., 2018), uma vez que, naqueles dentes em que há grande destruição coronária, procedimentos restauradores que incluem pinos intra-radiculares podem ser eleitos, e, para que isso seja possível, necessário se faz que o cimento esteja totalmente endurecido, para que se evitem problemas tais como a desobturação parcial do conduto e prejuízo na adesão do pino intra-radicular à dentina (ALEISA et al., 2016; CAMPOS et al., 2018; VILAS-BOAS et al., 2018).

Há também aquelas situações em que, clinicamente, existe a indicação de realização de cirurgia parendodôntica imediatamente após a realização do tratamento endodôntico, o que, de igual forma, pressupõe que a massa obturadora esteja completamente endurecida e estável (PROFETA; PRUCHER, 2017).

Existem várias marcas e tipos de materiais obturadores, que se diferenciam por sua composição e propriedades físico-químicas (CHANG et al., 2015; ANTUNES et al., 2016). As formulações de cimentos disponíveis são à base de óxido de zinco e eugenol, resina epóxica, MTA/silicato de cálcio, ionômero de vidro, metacrilato, silicone e os mais recentes, cimentos biocerâmicos (FLORES et al., 2011; BORGES et al., 2012; CAMILLERI et al., 2014; CHANG et al., 2015; AFAF; AZIZ, 2016).

Para avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores de canais radiculares, métodos para análise foram propostos por pesquisadores e organizações internacionais. A American National Standard Institute/American Dental Association (ANSI/ADA), por meio do seu conselho científico, desenvolve e aprimora métodos e determina padrões e especificações para a avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais dentários. Quanto aos materiais obturadores de canais radiculares, o conselho científico da ANSI/ADA estabelece a Especificação Número 57 para o estudo das suas propriedades físico-químicas, e determina as características ideais que o material deve apresentar, e suas propriedades físico-químicas essenciais para que desempenhem seu papel clínico (ANSI/ADA, 2012). CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) propôs modificação na metodologia do teste de alteração dimensional, de tempo de endurecimento e de solubilidade e desintegração, com o objetivo de diminuir a quantidade de material utilizado durante os experimentos, com a alegada vantagem de redução de 80% do material necessário para confecção das amostras, o que não afeta a precisão dos métodos em questão.

Com base no padrão ANSI/ADA (2012), para se determinar o tempo de endurecimento de materiais obturadores, a superfície de um cimento deve ser visualmente examinada. O tempo de endurecimento do material testado é definido no momento em que marcas de indentação da agulha de Gillmore não podem ser mais vistas na superfície do cimento (ANSI/ADA, 2012). Ocorre que esse método, pode não expressar se realmente o material obturador está completamente endurecido, uma vez que as reações químicas que levam à mudança de estado físico do material nem sempre acontecem de forma homogênea, devido a fatores externos como luz, temperatura, manipulação incorreta do material, falha do operador diante a realização do teste e a espessura da agulha de Gillmore (LI et al., 2014). Ainda, destaca-se a

possibilidade da reação de endurecimento se iniciar a partir das bordas externas dos moldes para a direção mais central, de cima para baixo, ou em hipóteses opostas a estas, de modo que o interior da massa de cimento avaliado ainda esteja em processo de endurecimento, o que gera resultados tidos como o tempo de endurecimento do material analisado, porém com a superfície interna ainda sem essa condição definitiva. Tudo isso aponta na direção da necessidade de se estabelecerem testes mais precisos e modernos para avaliar as propriedades físico-químicas dos materiais em comento (HAMMAD; QUALTROUGH; SILIKAS, 2008; GANDOLFI; SIBONI; PRATI, 2016).

A avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais endodônticos passa por processos de aprimoramento ao longo do tempo, tal como as alterações propostas por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) em relação ao estudo da solubilidade e estabilidade dimensional. CAVENAGO et al. (2014) propuseram o uso da microtomografia computadorizada para a quantificação da alteração volumétrica de amostras imersas em água, DE SOUZA et al. (2013) e BASTURK et al. (2014) utilizaram a mesma tecnologia para avaliar o grau de porosidade dos cimentos endodônticos, que também foi empregada por TORRES et al. (2016) para avaliar a alteração dimensional, a solubilidade, a porosidade e a alteração volumétrica dos cimentos obturadores.

Os dispositivos ultrassônicos caracterizados por transformar energia elétrica ou magnética em energia mecânica, são bastantes difundidos na Odontologia para detecção de cáries e medição da espessura de dentina entre a superfície do dente e a câmara pulpar (PECK; ROWE; BRIGGS, 1989), dentre outras aplicações clínicas. Isso ocorre porque a velocidade do som é sensível às propriedades viscoelásticas de materiais. (YANIKOGLU et al., 2000; MATALON et al., 2007). Desse modo, o

ultrassom pode ser utilizado para monitorar o processo de endurecimento de cimentos endodônticos (NG et al., 1989; BOZKURT et al., 2005), já que fornece informações sobre mudanças nos valores de módulo de elasticidade e densidade dos materiais obturadores, indicando o momento exato do seu endurecimento (DENISOVA et al., 2004; WATANABE et al., 2004; YASUDA et al., 2007). Diante da importância que as propriedades físico-químicas exercem nos materiais obturadores para o sucesso do tratamento endodôntico, torna-se necessário realizar análise crítica dos métodos convencionais de estudo do tempo de endurecimento dos cimentos endodônticos, bem como de estabelecer um novo método para sua avaliação, com o emprego do ultrassom, que reflita com maior precisão as reações químicas que ocorrem no material analisado, determinantes da mudança dos seus estados físicos.

Proposíção

O objetivo do presente estudo é analisar comparativamente os métodos de aferição de tempo de endurecimento dos cimentos endodônticos entre si, ou seja, do previsto na Especificação número 57 da American National Standard Institute/American Dental Association (ANSI/ADA, 2012), daquele modificado por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007), e um novo método de aferição por meio de ultrassom.

Materiais e Métodos

Para realização deste estudo, foram utilizados os cimentos endodônticos à base de resina epóxica (AH Plus®/Dentsply DeTrey Konstanz, Alemanha), hidróxido de cálcio (Sealer 26®/Dentsply-Maillefer, Bailagues, Suíça), óxido zinco e eugenol (Endofill®/Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil), agregado trióxido mineral (MTA Fillapex®/Angelus, Londrina, PR, Brasil), silicone (RoekoSeal **Automix®** (Coltene/Whaledent, Langenau, Alemanha), biocerâmico (Endosequence BC Sealer®/Brasseler USA, CA, USA), Savannah, metacrilato (EndoRez Sealer®/Ultradent Product Inc.) e ionômero de vidro (Ketac-Endo®/3M ESPE, Alemanha) (Figura 1). As informações (fabricante e composição) de cada cimento obturador dos canais radiculares utilizados estão listados na tabela I.



Figura 1 – Cimentos utilizados neste estudo: (A) à base de resina epóxica (AH Plus®/Dentsply DeTrey Konstanz, Alemanha); (B) à base de hidróxido de cálcio (Sealer 26[®]/Dentsply-Maillefer, Bailagues, Suíça); (C) à base de óxido de zinco e eugenol (Endofill®/Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil); (D) à base de agregado trióxido mineral (MTA Fillapex®/Angelus, Londrina, PR, Brasil); (E) à base de silicone (RoekoSeal Automix® (Coltene/Whaledent, Langenau, Alemanha); (F) biocerâmico (Endosequence BC Sealer®/Brasseler USA, Savannah, CA, USA); (G) à base de metacrilato (EndoRez Sealer®/Ultradent Product Inc.); (H) ionômero de vidro (Ketac – Endo®/3M ESPE, Alemanha).

Tabela I – Cimentos obturadores dos canais radiculares utilizados nos procedimentos experimentais, com o respectivo nome comercial, composição e fabricante.

Nome comercial	Composição	Fabricante
AH Plus®	Pasta A: Resina Epóxi de Bisfenol-A; Resina Epóxi de Bisfenol-F; Tungstato de cálcio; Óxido de zircônio; Sílica e Óxido de ferro. Pasta B: Amina Adamantada; N, N" - Dibenzil-5-oxanonane-diamina-1,9; TCD – Diamina; Tungstato de cálcio; Óxido de zircônio; Sílica e Óleo de silicone.	Dentsply DeTrey, Konstanz, Alemanha.
Sealer 26®	Pó: Trióxido de Bismuto; Hidróxido de Cálcio; Urotropina e Dióxido de Titânio. Resina: Epóxi.	Dentsply-Maillefer, Bailagues, Suíça.
Endofill®	Pó: Óxido de Zinco, Resina Hidrogenada, Subcarbonato de Bismuto, Sulfato de Bário e Borato de Cálcio. Líquido: Eugenol, Óleo de Amêndoas e BHT.	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil.
MTA Fillapex®	Pasta Base: Resina Salicilato, Resina Natural, Tungstato de Cálcio, Sílica Nanoparticulada, Pigmentos; Pasta Catalisadora: Resina Diluente, Mineral Trióxido Agregado, Sílica Nanoparticulada, Pigmentos.	Angelus, Londrina, PR, Brasil.
RoekoSeal Automix®	Polidimetilsiloxa, óleo de silicone, óleo à base de parafina, catalisador de platina, dióxido de zircónio.	Coltene, Whaledent, Langenau, Alemanha.
Endosequence BC Sealer®	Óxidos de zircônio, silicatos de cálcio, fosfato de cálcio monobásico, hidróxido de cálcio, agentes de carga e espessamento.	Brasseler USA, Savannah, CA, USA.
EndoRez®	Diuretanodimetacrilato (DUDMA), peróxido de benzoíla, óxido de organofosfina, trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA).	Ultradent, South Jordan, USA.
Ketac – Endo®	Pó: vidro de fluorosilicato de cálcio e lantânio, volframato de cálcio, ácido silícico e pigmentos. Líquido: polietileno policarbonico / ácido maleico, copolímero, ácido tartárico e água.	3M ESPE, Alemanha.

Os cimentos indicados anteriormente tiveram os tempos seus endurecimento determinados segundo a Especificação Número 57 da American National Standard Institute/American Dental Association (ANSI/ADA, 2012) para materiais endodônticos, bem como as adaptações feitas por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007), e por um novo método que utiliza o ultrassom.

Assim, todos os procedimentos experimentais realizados no presente estudo obedeceram às determinações do item 5.1 da Especificação Número 57, que prevê as condições para que os testes sejam realizados, ou seja, de que todos os equipamentos e materiais sejam condicionados a 23 \pm 2 °C de temperatura e umidade relativa do ar de 50 ± 5 % pelo período mínimo de 24 horas antes das suas realizações.

Os cimentos foram divididos em três grupos experimentais, de acordo com o método de determinação dos seus tempos de endurecimento, ou seja, G1 -ANSI/ADA (2012), G-2 CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) e G3 - ultrassom (Figura 2).

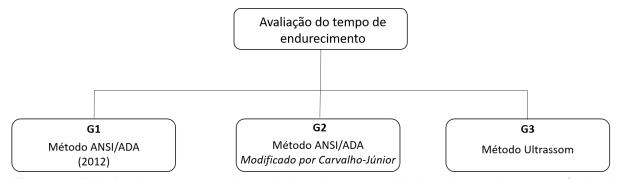


Figura 2 - Divisão dos grupos experimentais dos cimentos analisados, de acordo com o método de aferição do tempo de endurecimento, ou seja, G1 – ANSI/ADA (2012), G-2 CARVALHO-JÚNIOR (2007) e G3 - ultrassom.

A manipulação dos cimentos se deu da seguinte forma:

O cimento AH Plus® é um cimento composto por duas pastas à base de resina epóxica, que foram misturadas em partes iguais de volume (1:1), até se obter consistência homogênea indicada pelo fabricante;

. O cimento Sealer 26®, segundo o fabricante, deve ser manipulado seguindo a proporção média de 2 a 3 partes de pó para 1 parte de resina por volume. Fez-se isso até a obtenção de massa homogênea com a consistência clínica ideal de Grossman (GROSSMAN, 1976);

O cimento Endofill®, a mistura do pó ao líquido foi feita de forma gradativa, até que se conseguisse consistência clínica ideal de Grossman (GROSSMAN, 1976);

O MTA Fillapex®, que se apresenta em duas bisnagas com ponta misturadora fixada na ponta dispensadora da seringa, foi manipulado e homogeneizado seguindo instruções do fabricante;

O RoekoSeal® teve suas pastas misturadas com auxílio da ponta misturadora fornecida pelo fabricante;

O Endosequence BC Sealer® apresenta-se preparado em bisnaga e pronto para ser inserido diretamente no canal, sem necessitar de manipulação;

O EndoRez Sealer® se apresenta em duas bisnagas com ponta misturadora fixada na ponta dispensadora da seringa, e foi homogeneizado após a auto mistura de acordo com o fabricante;

O Ketac-Endo®, sob a forma de pó e líquido, cuja proporção é de uma colher rasa de pó para duas gotas do líquido, foi espatulado sem compressão do pó, até se obter consistência viscosa e homogênea, conforme indicado pelo fabricante.

Determinação do tempo de endurecimento dos cimentos obturadores dos canais radiculares

1. Método ANSI/ADA para aferição do tempo de endurecimento

Foram confeccionados três moldes de aço inoxidável para cada tipo de cimento, com diâmetro interno de 10 mm e espessura de 2mm. Os moldes foram fixados com cera utilidade sobre uma lâmina de vidro de 25 mm de largura e 75 mm de comprimento. Os cimentos foram manipulados da forma como descrita anteriormente, e colocados no interior do molde, até seu total preenchimento.

O conjunto formado pela lâmina de vidro e molde de aço inoxidável preenchido com os cimentos foi levado à estufa e ali mantido na temperatura constante de 37 °C e 95% de umidade relativa.

Decorridos 150 ± 10 segundos do início da mistura, colocou-se verticalmente uma agulha tipo Gillmore de 100 g, extremidade plana de 2,0 ± 0,1 mm de diâmetro, com a agulha cilíndrica por uma distância de aproximadamente 5 mm da sua extremidade sob a superfície do material a ser analisado (Figura 3).

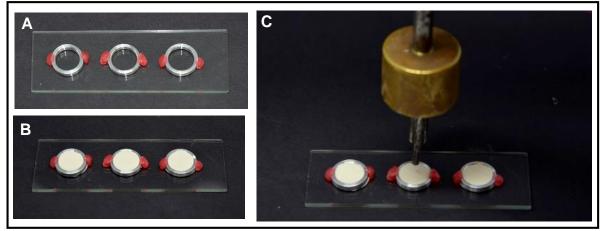


Figura 3 - Aferição do tempo de endurecimento pelo método ANSI/ADA (2012): (A) moldes metálicos fixados na placa de vidro; (B) moldes metálicos fixados na placa de vidro preenchidos com cimento testado; (C) posicionamento da agulha de Gillmore sobre a superfície do cimento testado.

A colocação da agulha de Gillmore sobre o material foi repetida a cada 60 segundos, até que ela não mais provocasse marcas no material, o que foi tido como o termo final do tempo de endurecimento do material avaliado (Figura 3). Os moldes foram levados à estufa após cada mensuração da agulha. O tempo de endurecimento de cada cimento foi determinado calculando-se média aritmética de 3 repetições.

2. Modificações do Método ANSI/ADA propostas por CARVALHO-JUNIOR et al., 2007, para aferição do tempo de endurecimento

Esse método seguiu a Especificação número 57 da American National Standard Institute/American Dental Association (ANSI/ADA, 2012) para materiais obturadores, sofrendo alteração somente nos moldes de aço inoxidável utilizados no experimento. Os novos moldes apresentam diâmetro interno de 5 mm e espessura de 2 mm (Figura 4). Os demais procedimentos, desde o preenchimento dos moldes até a aferição e determinação do tempo de endurecimento mantiveram-se inalterados e seguiram a especificação citada.

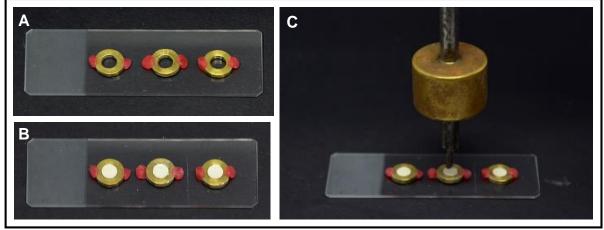


Figura 4 – Aferição do tempo de endurecimento pelo método CARVALHO-JUNIOR et al. (2007): **(A)** moldes metálicos modificados por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) fixados na placa de vidro; **(B)** moldes metálicos fixados na placa de vidro preenchidos com cimento testado; **(C)** Posicionamento da agulha de Gillmore sobre a superfície do cimento testado, inserido nos moldes metálicos modificados por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007).

3. Método ultrassom para aferição do tempo de endurecimento

Nesse teste, todos os cimentos de cada grupo foram manipulados da forma como anteriormente descrita.

O equipamento de ultrassom empregado para determinar o tempo de endurecimento dos materiais avaliados neste estudo foi o receptor-pulsador (5900PR; Panametrics, Waltham, MA, EUA), um transdutor (M203 e V112; Panametrics) e um osciloscópio (WaveRunnner LT584; LeCroy, Tóquio, Japão) (Figura 5). O receptorpulsador, com uma largura de 200 MHz, foi usado para acionar o transdutor para transmitir e receber sinais de ultrassom em uma pulser-repetição com frequência de 1 MHz. Isso implicou no envio de um impulso de 16 IJ para o transdutor, que converteu a energia elétrica em um som e o propagou através do espécime avaliado.

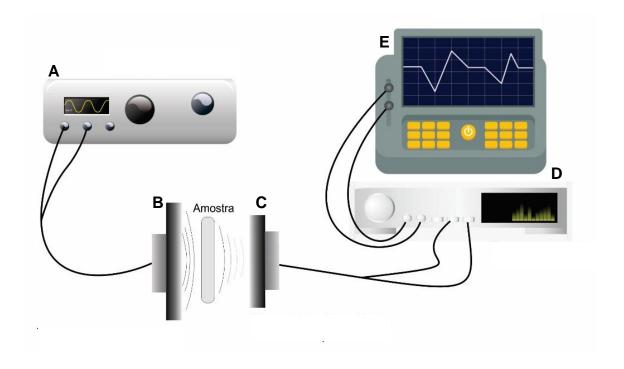


Figura 5 – Modelo de ultrassom utilizado nos testes de tempo de endurecimento: (A) Transmissor de pulso; (B) Transdutor ultrassônico emissor; (C) Transdutor receptor ultrassônico; (D) Receptor de pulso; (E) Osciloscópio

Dois transdutores foram orientados de frente um para o outro, e o anel metálico preenchido com material avaliado foi colocado entre eles (Figura 6). O transdutor gera uma onda acústica de 1MHZ que é registrada no osciloscópio como frequência inicial. Essa onda após atravessar a amostra terá uma nova frequência que será registrada no osciloscópio como frequência final. A diferença do tempo (ΔT) entre o registro da onda final e inicial está relacionada com o módulo de densidade. Quanto maior o ΔT, menos denso o material e vice-versa. Assim o tempo que a onda levou para atravessar a amostra, indicou seu endurecimento. Os transdutores foram conectados ao receptor-pulsador operado em modo de transmissão direta e sinais eram obtidos usando o osciloscópio (Figura 5). Nenhum calor foi gerado a partir dos transdutores durante as medições com as repetições do pulso. Os transdutores foram calibrados cada vez que foram utilizados, por meio de um procedimento de calibração padrão nos aneis metálicos. Os materiais testados foram manipulados e inseridos em moldes cilíndricos de aço inoxidável de 2 mm de espessura e 10 mm de diâmetro (Figura 6).

O tempo de endurecimento de cada cimento foi determinado calculando-se média aritmética de três repetições.

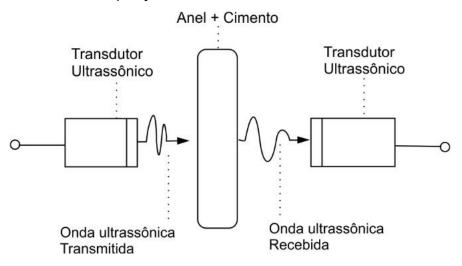


Figura 6 – Ilustração mostrando o material a ser avaliado entre os transdutores.

Análise Estatística

A distribuição dos dados referentes a cada grupo experimental foi submetida ao teste de normalidade de Shapiro-Wilk. Como as amostras testadas apresentaramse com distribuição normal, foi utilizada a análise de variância de um fator para a comparação entre os métodos de aferição de tempo de endurecimento avaliados.

Para verificar a possível existência de diferença entre as médias, realizou-se o pós-teste de Tukey-HSD. As análises foram feitas no programa IBM SPSS 23.0 (SPSS, Inc., Chicago, IL USA), com nível de probabilidade de 95%.

Nessa inferência estatística, optou-se por não comparar diretamente os valores de tempo de endurecimento dos diferentes cimentos testados, uma vez que se trata de característica inerente de cada material, com suas particularidades.



Os resultados do tempo de endurecimento de cada cimento avaliado aferidos pelos métodos ANSI/ADA (2012), CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) e ultrassom - o nível de significância e as informações fornecidas pelos fabricantes estão contidos na Tabela II.

Tabela II. Tempo de endurecimento dos cimentos, em minutos, avaliados pelos métodos ANSI/ADA

(2012), CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) e ultrassom.

	ANSI/ADA	Carvalho-Junior (2007)	Ultrassom	Р	Tempo do Fabricante
AH Plus [®]	453 <u>+</u> 1ª	480 <u>+</u> 20 ^a	1440 <u>+</u> 0 ^b	0,0001	480
Sealer 26 [®]	912 <u>+</u> 6ª	900 <u>+</u> 20 ^a	8640 <u>+</u> 10 ^b	0,0001	720
Endofill [®]	75 <u>+</u> 1 ^b	71 <u>+</u> 3 ^b	149 <u>+</u> 1ª	0,0005	60
MTA Fillapex [®]	87 <u>+</u> 3ª	90 <u>+</u> 2 ^a	90 <u>+</u> 0ª	0,198	69
RoekoSeal [®]	5 <u>+</u> 1 ^b	4,6 <u>+</u> 0,5 ^b	45,3 <u>+</u> 0,5 ^a	0,0002	50
Endosequence [®]	20,7 <u>+</u> 0,58°	30 <u>+</u> 2 ^b	90 <u>+</u> 1ª	0,0003	240
EndoRez [®]	30,3 <u>+</u> 0,58ª	35 <u>+</u> 0 ^b	35 <u>+</u> 0 ^b	0,005	30
Ketac – Endo [®]	62 <u>+</u> 3ª	62 <u>+</u> 0 ^a	120 <u>+</u> 0 ^b	0,0009	90

^{*}Letras minúsculas diferentes indicam valores estatisticamente diferente entre colunas (p<0,05).

O cimento AH Plus[®], o Sealer 26[®] e Ketac-Endo[®] apresentaram valores para o tempo de endurecimento sem diferenças entre os métodos de aferição preconizados pela ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) (p>0,05), e diferenças entre estes métodos e o ultrassom (p<0,0009). Insta salientar que os métodos de aferição preconizados pela ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) apresentaram valores numericamente próximos (para o AH Plus® e Sealer 26®) ou iguais (no caso do Ketac-Endo[®]), todos eles mais próximos dos valores indicados pelos respectivos fabricantes, e bem menores do que aqueles aferidos pelo ultrassom, com a particularidade de que, neste novo tipo de aferição, os valores de tempo de endurecimento encontrados foram superiores aproximadamente de 3 vezes a mais (no AH Plus®) e de 9 vezes (no Sealer 26®), quando numericamente considerados os resultados para os cimentos que contêm resina epóxi nas suas composições.

Igual comportamento se deu com o Endofill® e o RoekoSeal®, que não apresentaram diferenças entre os métodos de aferição preconizados pela ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) (p>0,05), e diferenças entre estes métodos e o ultrassom (p<0,0009). Aqui, também, os valores aferidos pelos métodos ANSI/ADA e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) foram numericamente próximos e, no caso do Endofill®, não tão maiores do que os valores informados pelo fabricante, embora sejam aproximadamente a metade dos valores indicados pelo ultrassom. O RoekoSeal®, na seara da ANSI/ADA (2012) e de CARVALHO-JUNIOR et al. (2007), apresentou resultados numericamente 9 vezes menores que os valores do ultrassom que, embora menor, foi próximo das informações do fabricante.

O cimento Endosequence[®] foi o único material testado a apresentar diferenças entre os resultados obtidos em todos os testes de tempo de endurecimento realizados, ou seja, independentemente do método de aferição utilizado (p=0,0003). Todos os métodos testados apresentaram resultados numericamente muito menores do que o informado pelo fabricante, ou seja, quase 12 vezes menor no caso da ANSI/ADA (2012), aproximadamente 8 vezes menor na aferição preconizada por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007), e aproximadamente 2,6 vezes menor no ultrassom.

Por outro lado, o cimento MTA Fillapex® não apresentou diferenças entre os resultados dos testes de tempo de endurecimento realizados, independentemente do método de aferição utilizado (p=0,198), sendo que todos os métodos de aferição apresentaram resultados maiores do que aqueles informados pelo fabricante, tendo sido os resultados de CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) e ultrassom numericamente iguais, e superiores aos da ANSI/ADA (2012).

Os resultados de tempo de endurecimento aferidos para o cimento EndoRez® por meio do método ANSI/ADA (2012) apresentaram diferenças em relação aos métodos CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) e ultrassom (p<0,05), sendo que, entre estes dois últimos métodos, não se encontraram diferenças para os resultados por eles obtidos (p>0,05), com o destaque para o fato de todos os valores obtidos terem sido numericamente pouco maiores do que os informados pelo fabricante, e iguais para o método de CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) e do ultrassom, estes maiores do que os valores de ANSI/ADA (2012).

No que tange à faixa de adequação dos tempos de endurecimento aferidos, segundo o que determina a Especificação número 57 da American National Standard Institute/American Dental Association (ANSI/ADA, 2012), item 3.2.3, apenas o cimento EndoRez[®], quando determinado pelo método ANSI/ADA, o AH Plus[®] aferido pelo método proposto por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007), e o RoekoSeal® aferido pelo ultrassom, apresentaram resultados de acordo com o aceito como adequado pela norma em questão.



A busca de testes que melhorem a precisão e a expressão dos resultados obtidos em relação às propriedades físico-químicas dos materiais obturadores nos canais radiculares é constante na literatura (CARVALHO-JUNIOR et al., 2007; DE SOUZA et al., 2013; BASTURK et al., 2014; CAVENAGO et al., 2014; TORRES et al., 2016), o que justifica a realização do presente estudo, visto que o método proposto pela Especificação Número 57 da ANSI/ADA (2012), para determinação do tempo de endurecimento dos cimentos endodônticos, não é sensível às particularidades das reações de endurecimento dos componentes desses materiais (HAMMAD; QUALTROUGH; SILIKAS, 2008; GANDOLFI; SIBONI; PRATI, 2016).

Para o presente estudo, foram escolhidos oito cimentos endodônticos de composições químicas diferentes, com diferentes reações de endurecimento dos seus componentes, o que permite verificar a influência de fatores externos sobre a reação química de endurecimento da massa manipulada. Assim, foram avaliados cimentos à base de resina epóxi, de hidróxido de cálcio, de óxido de zinco e eugenol, de agregado trióxido mineral, de silicone, biocerâmico, de metacrilato, e de ionômero de vidro, representativos da maioria dos componentes existentes no arsenal de cimentos obturadores à disposição para uso profissional.

Em relação à metodologia aqui utilizada, alguns aspectos devem ser destacados. Os testes de tempo de endurecimento utilizados neste experimento foram três: o baseado na Especificação Número 57 da ANSI/ADA (2012), aquele com modificações na Especificação Número 57 da ANSI/ADA propostas por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) e também utilizado por RESENDE et al. (2009), MARÍN-BAUZA et al. (2010), FLORES et al. (2011), no qual há a redução de 80% do volume do cimento obturador necessário para a realização dos testes, com o intuito de reduzir o consumo de material, sem alterar os resultados. Por fim, utilizou-se, aqui, a aferição

do tempo de endurecimento por meio de ultrassom, uma vez que a velocidade do som é sensível às propriedades viscoelásticas de materiais (YANIKOGLU et al., 2000; MATALON et al., 2007), tornando-se possível obter informações sobre mudanças nos valores de módulo de elasticidade e densidade dos materiais obturadores, indicando o momento exato do seu endurecimento (DENISOVA et al., 2004; WATANABE et al., 2004; YASUDA et al., 2007), com a ressalva de que não se gerou calor a partir dos transdutores durante as medições com as repetições do pulso, que poderia interferir na reação de endurecimento, tudo isso para ratificar ou mesmo retificar os tempos de endurecimento aferidos pelos métodos previstos na Especificação Número 57 da ANSI/ADA (2012) e naquele proposto por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007).

Quanto aos resultados de tempo de endurecimento dos cimentos avaliados pelos diferentes métodos de análise, têm-se que ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) não apresentaram resultados com diferenças estatisticamente significantes para os cimentos AH Plus®, Sealer 26®, Endofill®, MTA Fillapex®, RoekoSeal® e Ketac-Endo®, o que reforça a afirmação dos autores que preconizam que a redução do corpo de prova não interfere nos resultados do teste em questão, com a vantagem de utilizar menos material para a análise (CARVALHO-JUNIOR et al., 2007; RESENDE et al., 2009; MARÍN-BAUZA et al., 2010; FLORES et al., 2011).

Porém, tal afirmação não foi válida para os cimentos Endosequence® e EndoRez® com composição à base de biocerâmicos e metacrilato, respectivamente. Especula-se, assim, que tal discrepância de resultados se deve à interferência que os fatores ambientais (temperatura, umidade relativa do ar, presença de luz), que os diferentes volumes de material utilizados em cada um dos testes e à maior exposição da massa manipulada a tais fatores em decorrência do maior tamanho do corpo de prova possa ter sobre as reações de presa/endurecimento desses materiais, o que

não autoriza que se abandone o teste preconizado pela ANSI/ADA (2012) - aceito pela comunidade acadêmica (LI et al., 2014) - para se adotar a modificação proposta por CARVALHO-JUNIOR et al.(2007).

O cimento AH Plus® é composto por resinas epóxi de Bisfenol (A e F), e como agente de cura uma mistura de aminas (Amina Adamantada; N, N" - Dibenzil-5oxanonane-diamina-1,9; TCD - Diamina). O processo de cura das resinas epóxi acontece em estágios, onde a solução passa por alterações de viscosidade em função do tempo (SCARPARO, GRECCA, FACHIN, 2009; TAVARES et al., 2013). Nos tempos iniciais de cura (indução), os monômeros estão dispersos em uma única fase denominada de sol, e a viscosidade é constante. Na etapa de gelificação, rapidamente as moléculas de pré-polímero começam a reagir entre si e formar estruturas compactas internamente reticuladas, que são frequentemente denominadas de microgéis, e constituem outra fase dentro do sistema reativo. Desta forma, a gelificação consiste na formação de um sistema bifásico sol-gel, onde a matriz é a fase sol, e a dispersão é a fase gel. Nesta etapa, a curva de viscosidade tem uma leve inclinação, pois uma mudança de regime de fluxo aconteceu no sistema. À medida que o tempo de cura avança, a quantidade de micropartículas reticuladas é maior do que a quantidade de monômeros não consumidos, ocorrendo uma inversão da fase: a matriz agora é a fase gel e a dispersão é a fase sol. Esta inversão de fase é marcada pelo tempo de gelificação (tgel), e contribui para o aumento na viscosidade. Depois de tgel, ocorre a percolação, que é a agregação química das micropartículas através do material, originando uma grande estrutura denominada macrogel, onde a viscosidade cresce exponencialmente, tendendo para o infinito. Ao medir o tempo de endurecimento do AH Plus® por meio da metodologia do ultrassom, que avalia o material todo - inclusive nas suas partes mais profundas - por meio da ressonância molecular provocada pelas ondas sonoras, o valor encontrado para o tempo de endurecimento foi maior do que os tempos medidos nos testes ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007). Tais resultados evidenciam que tanto a medida feita por meio do método ANSI/ADA (2012) quanto aquela detectada pelo método CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) apontaram o final da polimerização apenas da camada superficial do cimento, uma vez que, nesses métodos de aferição, a superfície do material analisado deve ser visualmente examinada para determinar se atingiu seu tempo de endurecimento, que é definido a partir do momento em que marcas de indentação da agulha de Gillmore podem não ser mais vistas na superfície do cimento (ANSI/ADA, 2012 – item 5.6.3).

Assim, a polimerização da resina epóxi inicia-se pela sua superfície externa, o que pode ser explicado pela presença de umidade no ambiente onde os cimentos ficam armazenados durante a avaliação (95% de umidade relativa), preconizado pela ANSI/ADA (2012) (SHECHTER ET AL., 1965). Acresça-se ao quanto alegado o fato da presença da luz no ambiente ter atividade catalisadora, de modo a acelerar a reação de endurecimento na superfície da resina, que recebe diretamente luz ambiente durante os testes (KIRK, 1984).

O Sealer 26® é um cimento endodôntico tendo como principais componentes o hidróxido de cálcio (Ca(OH)2) (pó) e resina epóxi (líquido), que também se constitui no veículo do material. O endurecimento do Ca(OH)2 faz-se em duas fases: presa inicial e recarbonatação. A primeira caracteriza-se pela evaporação da umidade em excesso proveniente da mistura de água ao hidróxido de cálcio, ao fim desta etapa, o material está firme ao tato, mas ainda é marcável com unha. A segunda etapa é uma reação química lenta, o hidróxido se reconverte em carbonato de cálcio por recombinação com o CO2 do ar. A velocidade desta recarbonatação depende da

temperatura da estrutura porosa e da umidade da pasta (PEREIRA, 2008). O mecanismo de endurecimento do Ca(OH)2 inicia-se quando o cimento, após sua manipulação, é colocado na presença de temperatura constante e umidade relativa nas condições do teste (37 °C e 95%) (ANSI/ADA, 2012), e ocorre na superfície do material, onde se tem a presença de todos os reagentes (Ca(OH)2, H2O e CO2) necessários para que o endurecimento ocorra. Além disso, a química de cura das resinas epóxi (líquido) com endurecedores amínicos, leva à formação de duas principais reações, que geram grupos hidroxilas provenientes da adição de solventes ou outros catalisadores, ou pela presença de impurezas e até mesmo de umidade, responsável por acelerar a reação entre o glicidil éter e a amina (COSTA; REZENDE; PARDINI, 1999).

Portanto, têm-se duas reações de cura que concorrem pelo consumo da água presente no ambiente, o que justifica o tempo de endurecimento externo ser maior que o interno, uma vez que tanto a água quanto o gás carbônico encontram-se na atmosfera onde o cimento é mantido durante a realização dos testes (SHECHTER; WYNSTRA; KURKJV, 1956).

No que tange ao cimento Endofill®, o tempo medido por meio dos métodos preconizados pela ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) foram menores que os tempos medidos na técnica de ultrassom. A formulação deste cimento é à base de óxido de zinco e eugenol, e sabe-se que, da combinação do óxido de zinco (pó) com o eugenol (presente no líquido), forma-se o eugenolato de zinco acrescido de partículas de óxido de zinco.

BATCHELOR & WILSON (1969) estudaram os efeitos da temperatura e umidade presentes durante a preparação dos cimentos de óxido de zinco e eugenol sobre a consistência e tempo de endurecimento desses cimentos. Segundo os

autores, os cimentos de óxido de zinco e eugenol são um grupo diversificado de materiais, possivelmente devido aos métodos utilizados na preparação do pó de óxido de zinco e à variação de outros aditivos empregados. Dessa forma, estando diretamente relacionado à consistência e tempo de endurecimento, o óxido de zinco hidratado favorece o endurecimento do cimento, fazendo com que essa hidratação ocorra facilmente com a presença de umidade no ar. O papel e a influência da água na reação devem ser atribuídos à natureza iônica da reação de quelação entre os íons eugenolato e zinco, que produz o composto eugenolato de zinco. A água é necessária para a hidratação do pó de óxido de zinco e a subsequente hidrólise do hidrato ativo para uma forma iônica. Uma vez que o óxido de zinco possui caráter mais básico do que ácido, a sua cadeia irá adquirir uma carga positiva devido à ionização dos grupos hidroxilas superficiais. Concluindo o seu estudo, os autores afirmaram que, em qualquer trabalho envolvendo cimentos à base de óxido de zinco e eugenol, as condições de umidade atmosféricas influenciam na formação do quelato, umidade a qual é encontrada no ambiente utilizado para armazenamento dos cimentos durante os testes, levando a formação inicial de quelato de zinco na superfície do material a ser avaliado.

GANSS et al. (1998); PAIVA et al. (1993) e LÓSSIO et al. (1987) levam em consideração outro fator, acreditando que o eugenol livre remanescente, que é um composto orgânico de baixa polaridade, é repelido pela água (polar), presente no ambiente externo em razão desta umidade controlada, deslocando-se para as camadas mais internas da resina. Este aumento na concentração de eugenol nas camadas internas do cimento pode interferir na polimerização das resinas (resinas hidrogenadas) que compõem o cimento Endofill®, uma vez que são necessárias condições estequiométricas para a formação do cristal de eugenolato de zinco, assim

levando ao material analisado o aspecto de endurecimento na sua superfície, enquanto internamente este processo necessite de mais tempo para a finalização do processo de cura.

O MTA fillapex® é um cimento endodôntico à base de silicato de cálcio e resina de salicilato. Possui 13% de agregado Trióxido mineral e se apresenta com as seguintes características: ser biocompatível (ASSMANN, 2015), ter efeitos antimicrobianos, induzir o reparo biológico graças à liberação de íons cálcio, promover selamento adequado e radiopacidade elevada em virtude da presença do óxido de bismuto (VITTI et al., 2013; AMOROSO-SILVA et al., 2014; VIAPIANA et al., 2014;). Os valores de tempo de endurecimento do MTA Fillapex® foram semelhantes para todos os métodos avaliados. A provável explicação para tal coincidência reside no fato de as reações de cura desse cimento seguirem mecanismos que requerem condições diferentes para a polimerização. Uma das reações é dependente da hidratação, enquanto a outra independe da presença de água no meio para que ocorra, característica que leva ao total endurecimento do cimento avaliado. Essas duas principais reações químicas responsáveis pelo endurecimento do MTA Fillapex® são: a hidratação progressiva dos íons ortosilicatos (SiO44-) e a reação entre o agregado trióxido mineral com a resina de salicilato, produzindo um polímero iônico (GOMES-FILHO; LODI; WATANABE et al., 2011). As partículas de silicato de cálcio do MTA reagem com a água e formam um gel hidratado de silicato de cálcio amorfo, que se polimeriza e dá origem a uma rede sólida e uniforme, o que reforça a semelhança dos resultados obtidos em todos os métodos de aferição do tempo de endurecimento aqui avaliados (ABDULLAH et al., 2002).

O RoekoSeal® é um cimento a base de polidimetilsiloxano (PDMS). O PDMS é um polímero da família dos silicones. Polímeros de silicone são facilmente

transformados em uma rede tridimensional, levando a uma resina ou um elastômero, através de reações de reticulação. Na presença de um catalisador de platina, dá-se uma reação de hidroxilação cruzada que liga as unidades de siloxano com os grupos terminais dos polímeros da base, transformando assim as cadeias curtas do polímero líquido numa rede elastomérica (AINLA, 2008). Porém, apesar desse polímero ter componentes químicos que levam a sua rápida polimerização, ainda assim, esse cimento exige um valor de tempo ideal para uma completa polimerização, na qual não depende somente dos componentes da sua composição, mas também de fatores externos, como temperatura e ar que vão determinar as fases do endurecimento, começando pela parte mais superficial. As condições de umidade (95% umidade relativa), temperatura (37 °C) e presença de luz (luz do ambiente) mantidas durante as medições do tempo de endurecimento desse cimento contribuíram com a catálise da superfície do polímero por estarem diretamente em contato com esses agentes coadjuvantes ao processo de cura do PDMS (IRZHAK, 2000). Assim, os métodos da ANSI/ADA (2012), CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) apontaram tempo de endurecimento muito menor do que o aferido pelo ultrassom, sendo que este propiciou resultado próximo do tempo indicado pelo fabricante. Os resultados indicam que os testes ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) foram capazes de analisar materiais apenas superficialmente, podendo dar resultados falsos-positivos, pelos motivos já expostos.

O cimento Endosequence® é um cimento biocerâmico previamente manipulado, pronto para uso, de coloração branca, que apresenta na sua composição óxido de zircônio, silicato de cálcio, fosfato de cálcio monobásico, hidróxido de cálcio considerados reagentes espessantes (HESS et al., 2011). Ele foi criado para endurecer apenas quando exposto ao ambiente com umidade, sendo ideal a umidade

presente dentro dos túbulos dentinários (ZHANG et al., 2009). Por essa razão, observaram-se diferentes medidas de tempo de endurecimento, uma vez que as camadas externas, por estarem em contato com o ar e umidade, provavelmente endurecem primeiro, o que justifica o menor tempo de endurecimento aferido pelos métodos ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007), que detectam as alterações superficiais do material analisado antes do método do ultrassom, que também expõe o material às mesmas condições ambientais durante a realização dos testes, mas permite análise mais profunda da massa obturadora. A exposição às condições experimentais de temperatura e umidade relativa do ar justificam os valores de tempo de endurecimento menores do que os apontados pelo fabricante, já que não se conhece como ele obteve os valores que informa.

O cimento EndoRez® é um material à base de duas resinas de metacrilato: diuretanodimetacrilato (sigla em inglês: DUDMA) e trietilenoglicoldimetacrilato (sigla em inglês: TEGDMA), que são monômeros com alta flexibilidade, baixo peso molecular e baixa viscosidade, e todas estas características contribuem para alta mobilidade dos reagentes durante a polimerização, de modo a favorecer o processo de endurecimento do cimento (SIDERIDOU; KARABELA; VOUVOUDI, 2008). A ausência de interações moleculares fortes (como pontes de hidrogênio) nesses monômeros também contribui com a alta mobilidade e baixa viscosidade dos reagentes, o que justifica as altas taxas de conversão dos monômeros em polímeros (LEMON; JONES; STANSBURY, 2007). Além disso, faz parte da composição química do EndoRez®, o peróxido orgânico, utilizado como iniciador para a polimerização. Essas moléculas geram radicais iniciadores que quebram as ligações duplas dos metacrilatos e disparam a reação de polimerização em toda a amostra (SANO, 2011). Pelo fato desse material polimerizar-se mais facilmente na ausência de oxigênio,

conclui-se que sua polimerização nas camadas internas ocorre mais rapidamente do que em suas camadas externas. Isto provavelmente explica os resultados iguais nas medidas efetuados pelo ultrassom e pela metodologia utilizada na ANSI/ADA (2012) e por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007).

Os cimentos de ionômero de vidro são materiais constituídos por partículas inorgânicas de vidro dispersas numa matriz insolúvel de hidrogel (QUEIROZ, 2003). As partículas de vidro têm função de material de preenchimento e fornece cátions para formação de ligações cruzadas com as cadeias poliméricas. Os sistemas vítreos mais utilizados em Odontologia como formadores de cimentos de ionômero de vidro são os baseados no sistema ternário SiO2 – Al2O3 – CaO2, e apresentam razão molar Al:Si igual ou superior a 1:2. A partir desse sistema, originaram-se outros mais complexos e com melhores propriedades, pela inclusão de novos componentes, tais como óxidos (BaO ou SrO), modificadores ópticos, que conferem ao cimento um aspecto estético semelhante à estrutura dentária, e fluoreto de cálcio (CaF2) e pentóxido de fósforo (P2O5), que promovem melhora nas propriedades como resistência mecânica e adesão ao dente (BERTOLINI; ZAGHETE; GIMENES; PAIVA-SANTOS; PALMA-DIBB, 2005). O Ketac-Endo® é um cimento de ionômero de vidro, produzido por meio da reação em meio aquoso do íon vítreo e um poliânion (NISHA et al., 2010). Tem em sua formulação: um vidro aluminossilicato com alto conteúdo de fluoreto, que interage com um ácido polialcenóico. Sabe-se que os cimentos de ionômero de vidro apresentam a reação ácido/base em meio aquoso como mecanismo de endurecimento (ANDRZEJEWSKA et al., 2003). A reação ácido-base começa imediatamente após o início da mistura, resultando em ligações cruzadas das cadeias de carboxilato com íons metálicos provenientes do vidro. A reação de polimerização da porção resinosa (descrita como copolímero pelo fabricante) ocorreria por meio de

grupos pendentes de metacrilatos após a ativação pela luz (MITRA, 1991). De acordo com as medidas de tempo de endurecimento desse cimento pelo método do ultrassom, obteve-se valor maior quando comparado aos métodos ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007), o que provavelmente ocorreu pelo fato de as regiões externas deste cimento endurecem antes da região interna devido à ação de componentes externos, tais como a maior quantidade de água disponível para a reação na superfície do material (95% umidade relativa), já que a água favorece o aumento das ligações cruzadas que dão resistência ao material (McLEAN;,WILSON 1998; CARVALHO-JUNIOR et al., 2003). Outro fator de interferência externa é a presença de luz, que promove a catálise do copolímero e consequentemente acelera a reação na superfície do material (MITRA, 1991), justificando os menores tempos de endurecimento aferidos pelos métodos ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007).

Conclusões

Com base na metodologia empregada e nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- 1. Os métodos de aferição do tempo de endurecimento preconizados pela ANSI/ADA (2012) e CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) permitiram que se obtivessem resultados semelhantes para os cimentos obturadores dos canais radiculares AH Plus[®], Sealer 26[®], Endofill[®], MTA Fillapex[®], RoekoSeal[®] e Ketac-Endo®, e diferentes para os cimentos Endosequence® e EndoRez®;
- 2. O método do ultrassom aferiu tempos de endurecimento maiores para os cimentos testados, com exceção do MTA Fillapex® e do EndoRez®, e sua utilização permite avaliar a reação de endurecimento dos materiais na sua totalidade, e não apenas superficialmente;
- 3. Em relação ao cimento MTA Fillapex®, nenhum dos métodos aplicados apresentou diferença nos resultados dos tempos de endurecimento obtidos para os cimentos testados;
- 4. Os tempos de endurecimento informados pelos fabricantes não correspondem àqueles aferidos neste estudo, com exceção do cimento EndoRez®, quando determinado pelo método ANSI/ADA (2012), do AH Plus[®] aferido pelo método proposto por CARVALHO-JUNIOR et al. (2007) e o RoekoSeal[®] aferido pelo ultrassom.

Referêncías

ANSI/ADA. Specification n.57. Endodontic Sealing Material. Chicago. USA. 2012.

ABDULLAH, D.; FORD, T. R. P.; PAPAIOANNOU, S.; NICHOLSON, J.; MCDONALD, F. An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. **Biomaterials**, v. 23, n. 19, p. 4001-4010, 2002.

AL-HADDAD, A.; AB AZIZ, Z. A. C. Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. Int J Biomater, 2016.

ALEISA, K.; AL-DWAIRI, Z. N.; ALSUBAIT, S. A.; MORGANO, S. M. Pull-out retentive strength of fiber posts cemented at different times in canals obturated with a eugenol-based sealer. *J* Prosthet Dent, v. 116, n. 1, p. 85-90, 2016.

AMOROSO-SILVA, P. A.; GUIMARAES, B. M.; MARCIANO, M. A.; DUARTE, M. A. H.; CAVENAGO, B. C.; ORDINOLA-ZAPATA, R.; DE ALMEIDA, M. M.; DE MORAES, I. G. Microscopic Analysis of the Quality of Obturation and Physical Properties of MTA Fillapex. **Microsc Res Tech**, v. 77, n. 12, p. 1031-1036, 2014.

ANDRZEJEWSKA, E.; ANDRZEJEWSKI, M.; SOCHA, E.; ZYCH-TOMKOWIAK, D. Effect of polyacid aqueous solutions on photocuring of polymerizable components of resin-modified glass ionomer cements. **Dental Materials**, v. 19, n. 6, p. 501-509, 2003.

ANTUNES, H. S.; GOMINHO, L. F.; ANDRADE, C. V.; DESSAUNE-NETO, N.; ALVES, F. R. F.; ROCAS, I. N.; SIQUEIRA, J. F. Sealing ability of two root-end filling materials in a bacterial nutrient leakage model. **Int Endod J**, v. 49, n. 10, p. 960-965, 2016.

ASSMANN, E.; BOTTCHER, D. E.; HOPPE, C. B.; GRECCA, F. S.; KOPPER, P. M. P. Evaluation of Bone Tissue Response to a Sealer Containing Mineral Trioxide Aggregate. **J Endod**, v. 41, n. 1, p. 62-66, 2015.

BASTURK, F. B.; NEKOOFAT, M. H.; GUNDAY, M.; DUMMEN, P. M. Effect of Various Mixing and Placement Techniques on the Flexural Strength and Porosity of Mineral Trioxide Aggregate. **J Endod**, v. 40, n. 3, p. 441-445, 2014.

BATCHELOR, R. F.; WILSON, A. D. Zinc Oxide-Eugenol Cements .I. Effect of Atmospheric Conditions on Rheological Properties. **J Dent Res**, v. 48, n. 5p2, p. 883-+, 1969.

BERTOLINI, M. J.; ZAGHETE, M. A.; GIMENES, R.; PAIVA-SANTOS, C. O.; PALMA-DIBB, R. G. Caracterização de cimento odontológico obtido a partir de um vidro preparado pelo método dos precursores poliméricos. **Química Nova**, v. 28, p. 813-816, 2005.

BORGES, R. P.; SOUSA-NETO, M. D.; VERSIANI, M. A.; RACHED-JUNIOR, F. A.; DE-DEUS, G.; MIRANDA, C. E.; PECORA, J. D. Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. **Int Endod J**, v. 45, n. 5, p. 419-428, 2012.

BOZKURT, F. O.; TAGTEKIN, D. A.; HAYRAN, O.; STOOKEY, G. K.; YANIKOGLU, F. C. Accuracy of ultrasound measurement of progressive change in occlusal enamel thickness. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 99, n. 1, p. 101-105, 2005.

CALISKAN YANIKOGLU, F.; OZTURK, F.; HAYRAN, O.; ANALOUI, M.; STOOKEY, G. K. Detection of natural white spot caries lesions by an ultrasonic system. *Caries Res*, v. 34, n. 3, p. 225-232, 2000.

CAMARGO, R. V.; SILVA-SOUSA, Y. T. C.; ROSA, R.; MAZZI-CHAVES, J. F.; LOPES, F. C.; STEIER, L.; SOUSA-NETO, M. D. Evaluation of the physicochemical properties of silicone-and epoxy resin-based root canal sealers. **Braz Oral Res**, v. 31, p. e72, 2017.

- CAMILLERI, J.; GRECH, L.; GALEA, K.; KEIR, D.; FENECH, M.; FORMOSA, L.; DAMIDOT, D.; MALLIA, B. Porosity and root dentine to material interface assessment of calcium silicatebased root-end filling materials. Clin Oral Investig, v. 18, n. 5, p. 1437-1446, 2014.
- CAMPOS, R. E.; SANTOS, P. C. F.; JUNIOR, O. B. D.; AMBROSANO, G. M. B.; PEREIRA, C. A. Comparative evaluation of 3 microbond strength tests using 4 adhesive systems: Mechanical, finite element, and failure analysis. J Prosthet Dent, v. 119, n. 1, p. 166-174, 2018.
- CARVALHO-JUNIOR, J. R.; CORRER-SOBRINHO, L.; CORRER, A. B.; SINHORETI, M. A. C.; CONSANI, S.; SOUSA-NETO, M. D. Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: A proposal for smaller dimensions of test samples. J Endod, v. 33, n. 9, p. 1110-1116, 2007.
- CAVENAGO, B. C.; PEREIRA, T. C.; DUARTE, M. A. H.; ORDINOLA-ZAPATA, R.; MARCIANO, M. A.; BRAMANTE, C. M.; BERNARDINELI, N. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. Int Endod J, v. 47, n. 2, p. 120-126, 2014.
- CHANG, S. W.; LEE, Y. K.; ZHU, Q.; SHON, W. J.; LEE, W. C.; KUM, K. Y.; BAEK, S. H.; LEE, I. B.; LIM, B. S.; BAE, K. S. Comparison of the rheological properties of four root canal sealers. **Int J Oral Sci**, v. 7, n. 1, p. 56-61, 2015.
- COSTA, M. L.; REZENDE, M. C.; PARDINI, L. C. Métodos de estudo da cinética de cura de resinas epóxi. **Polimeros-Ciência E Tecnologia**, v. 9, p. 37-44, 1999.
- DE SOUZA, E. T. G.; TAMEIRAO, M. D. N.; ROTER, J. M.; DE ASSIS, J. T.; NEVES, A. D.; DE-DEUS, G. A. Tridimensional Quantitative Porosity Characterization of Three Set Calcium Silicate-Based Repair Cements for Endodontic Use. Microsc Res Tech, v. 76, n. 10, p. 1093-1098, 2013.
- DELONG, C.; HE, J.; WOODMANSEY, K. F. The effect of obturation technique on the pushout bond strength of calcium silicate sealers. **J Endod**, v. 41, n. 3, p. 385-388, 2015.
- DENISOVA, L. A.; MAEV, R. G.; POYUROVSKAYA, I. Y.; GRINEVA, T. V.; DENISOV, A. F.; MAEVA, E. Y.; BAKULIN, E. Y. The use of acoustic microscopy to study the mechanical properties of glass-ionomer cement. **Dent Mater J**, v. 20, n. 4, p. 358-363, 2004.
- FLORES, D. S.; RACHED, F. J., JR.; VERSIANI, M. A.; GUEDES, D. F.; SOUSA-NETO, M. D.; PECORA, J. D. Evaluation of physicochemical properties of four root canal sealers. Int **Endod J**, v. 44, n. 2, p. 126-135, 2011.
- GANDOLFI, M. G.; SIBONI, F.; PRATI, C. Properties of a novel polysiloxane-guttapercha calcium silicate-bioglass-containing root canal sealer. Dent Mater J, v. 32, n. 5, p. e113-126, 2016.
- GANSS, C.; JUNG, M. Effect of eugenol-containing temporary cements on bond strength of composite to dentin. Oper Dent, v. 23, n. 2, p. 55-62, 1998.
- GOMES, J. E.; WATANABE, S.; BERNABE, P. F. E.; COSTA, M. T. D. A Mineral Trioxide Aggregate Sealer Stimulated Mineralization. **J Endod**, v. 35, n. 2, p. 256-260, 2009.
- GROSSMAN, L. I. Physical properties of root canal cements. J Endod, v. 2, n. 6, p. 166-175, 1976.
- GUIMARAES, B. M.; AMOROSO-SILVA, P. A.; ALCALDE, M. P.; MARCIANO, M. A.; DE ANDRADE, F. B.: DUARTE, M. A. Influence of ultrasonic activation of 4 root canal sealers on the filling quality. **J Endod**, v. 40, n. 7, p. 964-968, 2014.

- HAMMAD, M.; QUALTROUGH, A.; SILIKAS, N. Extended setting shrinkage behavior of endodontic sealers. **J Endod**, v. 34, n. 1, p. 90-93, 2008.
- HUANG, Y.; ORHAN, K.; CELIKTEN, B.; ORHAN, A. I.; TUFENKCI, P.; SEVIMAY, S. Evaluation of the sealing ability of different root canal sealers: a combined SEM and micro-CT study. J Appl Oral Sci, v. 26, p. e20160584, 2018.
- IRZHAK, V. I. Relaxation properties of polymers and the physical network model. Uspekhi Khimii, v. 69, n. 3, p. 283-301, 2000.
- KIRK, R. E. Enciclopedy of Chemical Technology. In: INTERSCIENCE (Ed.). Enciclopedy of Chemical Technology. v. 9. New York1978.
- LEMON, M. T.; JONES, M. S.; STANSBURY, J. W. Hydrogen bonding interactions in methacrylate monomers and polymers. J. Biomed. Mater. Res. A, v. 83A, n. 3, p. 734-746, 2007.
- LI, Y.; CARRERA, C.; CHEN, R.; LI, J.; LENTON, P.; RUDNEY, J. D.; JONES, R. S.; APARICIO, C.; FOK, A. Degradation in the dentin-composite interface subjected to multispecies biofilm challenges. Acta Biomater, v. 10, n. 1, p. 375-383, 2014.
- LÓSSIO, J. J. A. Seleção e uso clínico de materiais das restaurações Santos São Paulo, 1987.
- MCLEAN, J. W. Glass-ionomer cements. Br Dent J, v. 164, n. 9, p. 293-300, 1988.
- MARIN-BAUZA, G. A.; RACHED-JUNIOR, F. J.; SOUZA-GABRIEL, A. E.; SOUSA-NETO, M. D.; MIRANDA, C. E.; SILVA-SOUSA, Y. T. Physicochemical properties of methacrylate resinbased root canal sealers. **J Endod**, v. 36, n. 9, p. 1531-1536, 2010.
- MARIN-BAUZA, G. A.; SILVA-SOUSA, Y. T. C.; DA CUNHA, S. A.; RACHED, F. J. A.; BONETTI, I.; SOUSA-NETO, M. D.; MIRANDA, C. E. S. Physicochemical properties of endodontic sealers of different bases. J. Appl. Oral Sci, v. 20, n. 4, p. 455-461, 2012.
- MASSI, S.; TANOMARU-FILHO, M.; SILVA, G. F.; DUARTE, M. A.; GRIZZO, L. T.; BUZALAF, M. A.; GUERREIRO-TANOMARU, J. M. pH, calcium ion release, and setting time of an experimental mineral trioxide aggregate-based root canal sealer. J Endod, v. 37, n. 6, p. 844-846, 2011.
- MATALON, S.; FEUERSTEIN, O.; CALDERON, S.; MITTLEMAN, A.; KAFFE, I. Detection of cavitated carious lesions in approximal tooth surfaces by ultrasonic caries detector. Oral Surg **Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**, v. 103, n. 1, p. 109-113, 2007.
- MATALON, S.; FEUERSTEIN, O.; KAFFE, I. Diagnosis of approximal caries: bite-wing radiology versus the Ultrasound Caries Detector. An in vitro study. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod, v. 95, n. 5, p. 626-631, 2003.
- MITRA, S. B. Adhesion to Dentin and Physical-Properties of a Light-Cured Glass-Ionomer Liner Base. J Dent Res, v. 70, n. 1, p. 72-74, 1991.
- NG, S. Y.; PAYNE, P. A.; CARTLEDGE, N. A.; FERGUSON, M. W. Determination of ultrasonic velocity in human enamel and dentine. Arch. Oral Biol, v. 34, n. 5, p. 341-345, 1989.
- OLIVEIRA, D. S.; CARDOSO, M. L.; QUEIROZ, T. F.; SILVA, E. J.; SOUZA, E. M.; DE-DEUS, G. Suboptimal push-out bond strengths of calcium silicate-based sealers. Int Endod J, v. 49, n. 8, p. 796-801, 2016.
- PAIVA, J. G. I. Endodontia: bases para a prática clínica. São Paulo: Artes Médicas, 1993.
- PECK, S. D.; ROWE, J. M.; BRIGGS, G. A. Studies on sound and carious enamel with the quantitative acoustic microscope. J Dent Res, v. 68, n. 2, p. 107-112, 1989.

- PEREIRA, T. A. R. Optimização das Característica de Humedecimento e Secagem de Argamassaas (2008). 151 f. (Mestre em Engenharia Cívil) - Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, Universidade Nova de Lisboa
- PROFETA, A. C.: PRUCHER, G. M. Bioactive-glass in Endodontic Therapy and Associated Microsurgery. **Open Dent J**, v. 11, p. 164-170, 2017.
- QUEIROZ, V. A. O. Uso do cimento de ionômero de vidro na prática odontológica, (2003), 94 f. (Mestre), Universidade de São Paulo, Bauru - São Paulo, 2003.
- RACHED-JUNIOR, F. J.; SOUSA-NETO, M. D.; SOUZA-GABRIEL, A. E.; DUARTE, M. A.; SILVA-SOUSA, Y. T. Impact of remaining zinc oxide-eugenol-based sealer on the bond strength of a resinous sealer to dentine after root canal retreatment. Int Endod J, v. 47, n. 5, p. 463-469, 2014.
- RESENDE, L. M.; RACHED, F. J. A.; VERSIANI, M. A.; SOUZA-GABRIEL, A. E.; MIRANDA, C. E. S.; SILVA-SOUSA, Y. T. C.; NETO, M. D. S. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus, Epiphany, and Epiphany SE root canal sealers. Int Endod J, v. 42, n. 9, p. 785-793, 2009.
- SCARPARO, R. K.; GRECCA, F. S.; FACHIN, E. V. Analysis of tissue reactions to methacrylate resin-based, epoxy resin-based, and zinc oxide-eugenol endodontic sealers. J **Endod**, v. 35, n. 2, p. 229-232, 2009.
- SHARMA, D.: GROVER, R.: PINNAMENENI, P. S.: DEY, S.: RAJU, P. R. Evaluation of efficacy of combinations of five endodontic sealers with five antibiotics against Enterococcus Faecalis - An in-vitro study. J Int Oral Health, v. 6, n. 2, p. 90-95, 2014.
- SHECHTER, L.; WYNSTRA, J.; KURKJY, R. P. Glycidyl Ether Reactions with Amines. Ind. Eng. Chem. Res, v. 48, n. 1, p. 94-97, 1956.
- SIDERIDOU, I. D.; KARABELA, M. M.; VOUVOUDI, E. Dynamic thermomechanical properties and sorption characteristics of two commercial light cured dental resin composites. Dent Mater **J**, v. 24, n. 6, p. 737-743, 2008.
- TORRES, F. F. E.; BOSSO-MARTELO, R.; ESPIR, C. G.; CIRELLI, J. A.; GUERREIRO-TANOMARU, J. M.; TANOMARU, M. Evaluation of physicochemical properties of root-end filling materials using conventional and Micro-CT tests. J. Appl. Oral Sci, v. 25, n. 4, p. 374-380, 2017.
- VALENTIM, R. M.; SILVA LMM; SILVA CC; CARVALHO NK; VIEIRA VTL; JNL, S. Revisão de literatura das propriedades físico-químicas e biológicas de um cimento à base de silicato de cálcio. Rev. Bras. Odontol. v. 3. n. 732016. p. 273-241, 2016.
- VIAPIANA, R.; GUERREIRO-TANOMARU, J. M.; TANOMARU-FILHO, M.; CAMILLERI, J. Investigation of the effect of sealer use on the heat generated at the external root surface during root canal obturation using warm vertical compaction technique with System B heat source. **J Endod**, v. 40, n. 4, p. 555-561, 2014.
- VILAS-BOAS, D. A.; GRAZZIOTIN-SOARES, R.; ARDENGHI, D. M.; BAUER, J.; DE SOUZA, P. O.; DE MIRANDA CANDEIRO, G. T.; MAIA-FILHO, E. M.; CARVALHO, C. N. Effect of different endodontic sealers and time of cementation on push-out bond strength of fiber posts. Clin Oral Investig, v. 22, n. 3, p. 1403-1409, 2018.
- VITTI, R. P.; PRATI, C.; SILVA, E. J. N. L.; SINHORETI, M. A. C.; ZANCHI, C. H.; SILVA, M. G. D. E.; OGLIARI, F. A.; PIVA, E.; GANDOLFI, M. G. Physical Properties of MTA Fillapex Sealer. J Endod, v. 39, n. 7, p. 915-918, 2013.

WATANABE, T.; MIYAZAKI, M.; INAGE, H.; KUROKAWA, H. Determination of elastic modulus of the components at dentin-resin interface using the ultrasonic device. Dent Mater J, v. 23, n. 3, p. 361-367, 2004.

YASUDA, G.; INAGE, H.; TAKAMIZAWA, T.; KUROKAWA, H.; RIKUTA, A.; MIYAZAKI, M. Determination of elastic modulus of demineralized resin-infiltrated dentin by self-etch adhesives. Eur J Oral Sci, v. 115, n. 1, p. 87-91, 2007.

ZHOU, H. M.; SHEN, Y.; ZHENG, W.; LI, L.; ZHENG, Y. F.; HAAPASALO, M. Physical properties of 5 root canal sealers. **J Endod**, v. 39, n. 10, p. 1281-1286, 2013.



Anexo 1. Gráficos das médias e desvio padrões dos resultados do tempo de endurecimento dos cimentos avaliados, em minutos.

