**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE RIBEIRÃO PRETO**

DANIEL SILVA HERZOG FLORES

**Avaliação das propriedades físico-químicas dos cimentos
obturadores dos canais radiculares à base de ionômero
de vidro e silicone**

Ribeirão Preto
2009

DANIEL SILVA HERZOG FLORES

**Avaliação das propriedades físico-químicas dos
cimentos obturadores dos canais radiculares à base
de ionômero de vidro e silicone**

Tese apresentada na Faculdade de Odontologia
de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo
para a obtenção do grau de Doutor em
Odontologia, área de concentração Endodontia.

Orientador: Prof. Dr. Jesus Djalma Pécora

Ribeirão Preto
2009

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.

Assinatura do autor: _____

Data: ____/____/____

**Ficha catalográfica preparada pela Seção de Tratamento da Informação do
Serviço da Biblioteca – EEC-USP**

Flores, Daniel Silva Herzog

Avaliação das propriedades físico-químicas dos cimentos obturadores dos canais radiculares à base de ionômero de vidro e silicone. Ribeirão Preto, 2009.

94p. : il.; 3 cm

Tese de Doutorado, apresentada na Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo (FORP-USP), área de concentração: Odontologia Restauradora, área Endodontia.

Orientador: Prof. Dr. Jesus Djalma Pécora

1. Obturação. 2. Propriedades Físico-Químicas. 3. Cimento Endodôntico

HERZOG FLORES, D. S. **Avaliação das propriedades físico-químicas dos cimentos obturadores dos canais radiculares à base de ionômero de vidro e silicone.** 2009. 90 p. Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2009.

Aprovado em:

Banca Examinadora

Prof. Dr. Jesus Djalma Pécora (Orientador)

Instituição: Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto/USP

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: _____

Este trabalho de pesquisa foi realizado no Laboratório de Pesquisa em Endodontia do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo.

DEDICATÓRIA

In memória dos meus pais **Josefina Flores** e **Jesus Silva Herzog**, minha mãe por seu amor, carinho compreensão e presença em todos os momentos de minha vida, e meu pai que me permitiu com seu apoio concluir meus estudos.

À minha esposa **Elvira** que sempre esteve presente em todos os momentos, me aconselhando e apoiando. Sem sua presença seria muito difícil conquistar este sonho. Muito obrigado Elvira.

Aos meus filhos **Daniel, Patrícia, Adriana** e **Daniella**, onde procurei com meu trabalho esforço e exemplo, sua educação para que sejam pessoas de bem em sua vida toda, como um tributo aos períodos que estive ausente nos momentos que precisavam de minha presença.

Aos meus irmãos **Jesus** que foi um reflexo de meu pai durante toda minha vida, **Cristina, Yolanda, Magda Claudio** e **Mario** pelos momentos difíceis de tristezas e alegria que convivemos juntos.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, com profunda gratidão o, por tudo que me ofereceu.

Ao Prof. Dr. **Oswaldo Luiz Oswaldo Bezzon** Diretor da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo - USP. Obrigado, por sua atenção durante sua gestão como Diretor da Faculdade.

À minha família brasileira, que no tempo que fiquei no Brasil aprendi o que é amizade e contar com seu apoio em todos momentos que precisei de vocês, sentirei saudade e muita falta, estarão sempre em meu coração. **Mario Roberto Leonardo, Léa Assed Bezerra da Silva, Ernani Bezerra da Silva, Marisa Toledo Leonardo, Paulo Nelson Filho e Raquel Bezerra da Silva.** Muito obrigado.

Ao Prof. Dr. **Jesus Djalma Pécora** por ter me recebido em seu programa e pela orientação deste trabalho.

Aos meus Professores de Pós-Graduação durante a realização do meu Doutorado, **Luiz Carlos Pardini, Jesus Djalma Pecora, Paulo Tambasco de Oliveira, Maria Cristina Borsatto, Aldevina Campos de Freitas, Alberto Consolaro, Léa Assed Bezerra da Silva, Izabel Yoko Ito, Mario Roberto Leonardo, Iara Augusta Orsi e Manoel D. Sousa Neto.**

Ao **Fuad Abi Rached Júnior** pelos seus esforços, trabalho, reflexões e sua amizade os quais foram fundamentais para a realização e finalização desta pesquisa.

Aos alunos de mestrado e doutorado do Programa de Pós-Graduação em Odontopediatria que durante minha permanência no Programa sempre encontrei respaldo e apoio.

Aos colegas **Frank Ykeda, Homero Casonato Júnior, José Antonio Brufato Ferraz, José Estevam Vieira Ozório e Marco Aurélio Versiani** da turma de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, área de concentração Endodontia da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, pelo companheirismo durante o curso.

Ao amigo **Marco Antonio Santos** que sempre esteve disposto a ajudar a minha família e a mim em tudo o que precisávamos. Muito obrigado.

A secretária **Micheli Cristina Leite Rovanholo** por sua amabilidade e sempre com bom humor e pronta para ajudar quando eu precisei.

Aos técnicos **Reginaldo Santana da Silva e Luiza Godói Pitol** do Laboratório de Pesquisa em Endodontia da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, por sua disposição de apoio.

Ao secretário **Carlos Feitosa dos Santos** do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, pelo boa vontade em tudo o que se precisava.

As funcionárias **Fátima Aparecida Jacinto Daniel, Nilza Letícia Magalhães e Filomena Leli Placitti**, do Departamento de Clínica Infantil, Odontologia Preventiva e Social da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, pela atenção que me concederam durante minha formação.

Às Profas. Dras. **Maria Cristina Borsatto, Carolina Paes Torres Mantovani** e a funcionária **Fátima Aparecida Rizoli**, da Clínica de Pacientes Especiais, que sempre forem muito amáveis com minha pessoa.

A todos aqueles que de uma ou outra maneira fez possível que minha estada em Ribeirão Preto fosse cheia de alegria e, assim, essa experiência de vida será gravada para sempre em meu coração. Sentirei, sem dúvida, grandes saudades de todos.

RESUMO

HERZOG FLORES, D. S. **Avaliação das propriedades físico-químicas dos cimentos obturadores dos canais radiculares à base de ionômero de vidro e silicone.** 2009. 94 p. Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2009.

Este estudo avaliou, *in vitro*, tempo de endurecimento (TE), alteração dimensional (AD), solubilidade (SI) e radiopacidade (Rp) dos cimentos AH Plus, GuttaFlow, RoekoSeal, Activ GP, Endofill e um cimento experimental à base de MTA. Para estes testes o cimento Activ GP foi manipulado na relação pó/líquido de 28 mg para 50 µL de líquido. Para determinar o TE, moldes (10 X 2 mm) foram preenchidos com cimento e, decorridos 150 s, os cimentos foram testados com agulha tipo Gillmore (100 g), a cada 60 s, até que não houvesse marcas na superfície. Para o teste de alteração dimensional, 5 corpos-de-prova cilíndricos (3,58 x 3,0 mm) foram obtidos. Após a mensuração de seus comprimentos por meio de parquímetro digital, foram imersos em 2,24 mL de água destilada e deionizada por 30 dias e mensurados novamente. Para o teste de SI, foram obtidos 10 corpos-de-prova (1,5 X 7,75 mm). Após serem pesados, dois a dois, foram imersos em 7,5 mL de água destilada por 7 dias e pesados novamente, determinando-se a perda percentual da massa. Os líquidos de imersão foram submetidos à espectrometria para detecção dos íons Ca^{2+} , K^+ , Ni^{2+} , Pb^{2+} , Zn^{2+} , Ag^+ . Para a Rp, 5 placas de acrílico com 4 perfurações (5 X 1 mm) foram preenchidas com cimento e, ao lado de escada de alumínio padronizada, foram radiografadas com distância foco-objeto de 30 cm e exposição de 0,2 s. A densidade radiográfica foi determinada por meio do Digora for Windows 1.51. Os resultados mostraram que os cimentos GuttaFlow e RoekoSeal estavam de acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ADA para os testes de TE e Rp. Em relação a ED, somente o Guttaflow estava de acordo com esta Especificação. Em relação à SI, somente o cimento Activ GP (11,80%) não atendeu os padrões exigidos pela ANSI/ADA. A espectrometria de absorção atômica mostrou que o cimento Activ GP apresentou liberação expressiva de íons Ca^{2+} . A liberação de íons Zn^{2+} foi evidenciada no cimento Activ GPI. Concluiu-se que somente cimento Guttaflow atendeu às exigências da ANSI/ADA em relação à radiopacidade, estabilidade dimensional e solubilidade.

ABSTRACT

HERZOG FLORES, D. S. **Comparison of physicochemical properties of an ionomer-based and two silicon-based endodontic sealers.** 2009. 94 p. Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2009.

This study evaluated, in vitro, the setting time (ST), dimensional alteration (DA), solubility (SI) and radiopacity (Rp) of the sealers AH Plus, GuttaFlow, RoekoSeal, Activ GP, Endofill and a MTA-based experimental sealer. For these tests, the sealer Activ GP was prepared using a powder/liquid mixing ratio of 28 mg to 50 μ L of liquid. In order to determine the ST, moulds (10 x 2 mm) were filled with sealer. After 150 s, the sealers were tested with a Gilmore needle (100 g) at 60-s intervals until no marks were visible on the material surface. For the DA test, 5 cylindrical specimens (3.58 x 3.0 mm) were obtained. After having their dimensions checked with a digital caliper, the specimens were stored in 2.24 mL distilled deionized water for 30 days and their dimensions were rechecked. For the SI test, 10 specimens (1.5 x 7.75 mm) were obtained. After being weighed in pairs, the specimens were stored in 7.5 mL distilled water for 7 days and reweighed to determine the percent mass loss. The liquids in which the specimens were immersed were subjected to spectrometry for detection of ions Ca^{2+} , K^{+} , Na^{+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} , Zn^{2+} and Ag^{+} . For the Rp test, 5 acrylic plates with 4 perforations (5 x 1 mm) were filled with sealer and were radiographed near to a graduated aluminum stepwedge with 30-cm focus-object distance and 0.2-s exposure time. The radiographic density was determined using the Digora for Windows 1.51 software. The results showed that GuttaFlow and RoekoSeal were in compliance with the ANSI/ADA's specification no. 57 for the TE and Rp tests. Regarding DA, only GuttaFlow was in accordance with this specification. Regarding SI, only Activ GP (11.80%) did not meet the ANSI/ADA's requirements. The atomic absorbance spectrometry showed that the sealer Activ GP presented significant release of Ca^{2+} . Release of Zn^{2+} ions was observed for the sealer Activ GP. In conclusion, only the sealer Guttaflow met the ANSI/ADA's requirements for radiopacity, dimensional stability and solubility.

SUMÁRIO

Introdução.....	01
Revista de literatura.....	09
Proposição.....	35
Material e métodos.....	39
Resultados.....	55
Discussão.....	69
Conclusões.....	81
Referências bibliográficas.....	85

INTRODUÇÃO

INTRODUÇÃO

O conhecimento preciso da morfologia do sistema de canais radiculares (SCR) é um dos pré-requisitos para se atingir os objetivos do preparo biomecânico, que consistem na completa remoção do tecido pulpar, dos microrganismos e da dentina infectada, além da adequada modelagem (BARBIZAN et al., 2002). Os conceitos tridimensionais de limpeza e modelagem, postulados por SCHILDER (1974), revolucionaram o enfoque eminentemente germicida e medicamentoso vigentes à época, lançando as bases da Endodontia contemporânea.

Desde os primeiros estudos de avaliação do prognóstico do tratamento endodôntico (STRINDBERG 1956; SELTZER et al., 1963; BENDER et al., 1966), o procedimento de obturação tem sido considerado importante para seu sucesso (SJÖGREN et al., 1990). A presença de espaços vazios após uma obturação deficiente funciona como um meio para proliferação bacteriana, favorecendo a perpetuação de lesões periapicais e, conseqüentemente, o insucesso do tratamento (RICUCCI et al., 2009).

Entre os vários fatores que podem interferir no sucesso da obturação dos canais radiculares estão os materiais obturadores. Segundo GOLBERG (1982), os materiais obturadores dos canais radiculares são classificados em dois tipos: os levados ao canal em estado sólido e os levados ao canal em estado plástico.

Ao estudar o perfil ideal que um material obturador deve possuir, torna-se possível estabelecer os parâmetros de pesquisa para o desenvolvimento de novos produtos, bem como a avaliação daqueles já existentes no mercado. Para efeito didático, podem-se dividir as propriedades dos cimentos obturadores de canais radiculares em físico-químicas, antimicrobianas e biológicas.

Em relação aos estudos das propriedades físico-químicas dos cimentos, foi efetivada pela *American Dental Association* (ADA), em 1983, sob o título de Especificação 57, uma série de normas e testes para a avaliação dos materiais obturadores endodônticos, com a finalidade de promover a uniformidade dos resultados, propiciando maior critério e rigor científico. Esta especificação determina, para avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores endodônticos, os seguintes testes: escoamento, espessura do filme, tempo de endurecimento, radiopacidade, solubilidade e desintegração e estabilidade dimensional.

Em relação à composição, os cimentos obturadores podem ser classificados em: cimentos à base de óxido de zinco eugenol que contêm ou não medicamentos, cimentos que contêm hidróxido de cálcio, cimentos à base de ionômero de vidro, cimentos resinosos à base de resina epóxi e de metacrilato e mais recentemente os cimentos à base silicone.

O primeiro cimento à base de resina foi preconizado por SCHRÖEDER (1954), que propôs um cimento obturador à base de resina epóxi de bisfenol A. A partir de então, as pesquisas contribuíram para a melhoria da qualidade desse tipo de cimento que resultou em várias propostas, entre elas o AH Plus (De Trey-Dentsply, Konstanz, Alemanha).

O AH Plus é um cimento com propriedades físico-químicas satisfatórias, como baixa solubilidade e desintegração (SCHÄFER; ZANDBIGLARI, 2003; VERSIANI et al, 2006; DONNELLY et al., 2007; RESENDE et al., 2009), radiopacidade adequada (BODRUMLU et al. 2007; CARVALHO-JUNIOR et al., 2007a; TANOMARU-FILHO et al, 2007; RESENDE et al., 2009), adesividade à dentina radicular (NUNES et al., 2008) e expansão (ØRSTAVIK et al., 2001, RESENDE et al., 2009), além de ação antimicrobiana e propriedades biológicas adequadas (SOUSA et al., 2006; ONAY et al., 2007).

O cimento à base de ionômero de vidro foi introduzido na Odontologia por WILSON; KENT (1972) inicialmente como material restaurador. Segundo McLEAN (1992), esse material apresenta vantagens sobre os materiais restauradores tradicionais por possuir boa adesão às estruturas dentais, propriedades anticariogênicas, devido à constante liberação de flúor, e compatibilidade biológica.

A partir dos estudos de PITT FORD (1979) e ZMENER; DOMINGUEZ (1983) sobre os cimentos à base de ionômero de vidro, em 1991, o cimento Ketac-Endo (ESPE Dental-Medzin GmbH & Co KG, Seefeld, Alemanha) foi disponibilizado para a obturação de canais radiculares. Desde então, vários estudos têm sido realizados a fim de identificar a efetiva aplicação dos cimentos à base de ionômero de vidro na Endodontia (LEONARD et al., 1996). Os estudos evidenciaram que este cimento apresenta maior grau de infiltração quando comparado com o cimento a base de óxido de zinco eugenol (SMITH; STEIMAN, 1994; CARVALHO-JUNIOR et al., 2003), maior grau de solubilidade quando comparado com o cimento AH Plus (KAPLAN et al., 1997; DONNELLY et al., 2007), e menor capacidade de adesão à dentina que os cimentos resinosos (NAJAR et al., 2003; ÜREYEN et al., 2008).

Recentemente, um novo cimento obturador à base ionômero de vidro, o Activ GP, foi lançado no mercado. O sistema é formado por cones de guta-percha impregnados e revestidos por ionômero de vidro que são capazes de aderir ao agente selador que contém pó de vidro de aluminiosilicato de bário e ácido poliacrílico, com a proposta de formar um monobloco entre o cone único e cimento (DONADIO et al., 2008; HASHEM et al., 2009). TANOMARU-FILHO et al. (2008), observaram que o cimento Activ GP não atende às

especificações da ISO em relação à radiopacidade. Segundo HASHEM et al. (2009), o cimento Activ GP apresentou melhor capacidade adesiva quando a superfície dentinária foi tratada com gluconato de clorexidina.

Avanços na tecnologia alimentam o desejo de reduzir a infiltração marginal apical e coronária por meio da união do material obturador às paredes dos canais radiculares (TAY et al., 2005). Cimentos à base de polidimetilsiloxano foram desenvolvidos para cumprir este objetivo, que são agentes de acoplamento utilizados para melhorar a adesão entre materiais inorgânicos e orgânicos (MARK, 1990), surgindo no mercado os cimentos GuttaFlow e RoekoSeal.

Em relação ao cimento RoekoSeal, estudos têm demonstrado que apresenta vedação adequada (OZOK et al., 2008), citotoxicidade inferior aos cimentos à base de resina epóxica (MILETIC et al., 2005) e radiopacidade adequada (TANOMARU-FILHO et al., 2007).

O GuttaFlow é um cimento à base de polidimetilsiloxano, com componentes similares ao RoekoSeal, com a adição de guta-percha e nanopartículas de prata. Apresenta-se disposto em cápsulas, podendo ser injetado diretamente no canal em combinação com cone principal de guta-percha. Segundo o fabricante, é uma guta-percha não aquecida, fluida, que não contrai (ÖZOK et al., 2008). Este cimento possui citotoxicidade similar ao controle teflon nas primeiras 24 horas, porém aumenta com o tempo (BOUILLAGUET et al., 2007), radiopacidade adequada (BAKSI et al., 2008), baixa solubilidade (DONNELLY et al., 2007), menores fendas entre cimento e as paredes internas do canal radicular, entretanto, mais freqüentes quando comparado ao AH Plus (ELAYOUTI et al., 2005), capacidade de penetração em irregularidades (ZIELINSKI et al., 2008) e profundidade de penetração nos canalículos dentinários similar ao Sealapex (ORDINOLA-ZAPATA et al., 2009).

Diante do desenvolvimento de novos materiais, como os cimentos à base de silicone e a nova composição do cimento à base de ionômero de vidro, que trazem perspectivas de melhorar a qualidade das obturações endodônticas, torna-se importante a análise de suas propriedades físico-químicas.

***R**ETROSPECTIVA DA **L**ITERATURA*

RETROSPECTIVA DA LITERATURA

SCHRÖEDER (1954) propôs, pela primeira vez na Endodontia, um cimento obturador de canal à base de resina epóxi de bisfenol-A. Segundo o autor, o hexametileno tetramina é um catalisador cuja função na fórmula era iniciar a polimerização dos monômeros da resina. Para torná-los mais radiopacos, o autor adicionou ao pó do cimento o óxido de bismuto, o dióxido de titânio e a prata pulverizada. Como grande vantagem desse novo material (denominado AH 26) é que, segundo o autor, ele polimerizava mesmo na presença de umidade.

SIMÕES FILHO (1968) estudou os níveis de solubilidade e desintegração em água destilada dos seguintes materiais utilizados na obturação do canal radicular: Pasta Alpha Canal, Pyocidina, cimento de Óxido de Zinco e Eugenol e Fillcanal. Avaliou também a influência da relação pó-líquido, tempo de espatulação e solubilidade e desintegração. Os estudos revelaram que os materiais apresentaram níveis variáveis de solubilidade e desintegração, tendo a proporção pó-líquido influenciado de modo significativo. O aumento dessa proporção provocou uma queda na solubilidade e desintegração dos materiais estudados. Ela foi mais acentuada nas primeiras 24 horas para a Pyocidina e nos primeiros sete dias para os demais materiais.

PITT FORD (1979) avaliou a penetração do corante eosina aquosa 5% em dentes uniradiculares, que foram preparados, impermeabilizados com duas camadas de esmalte para unhas e obturados com diferentes cimentos, entre eles, alguns à base de ionômero de vidro. Para a observação da penetração do corante, os espécimes foram seccionados longitudinalmente e os resultados tabulados. Esta pesquisa mostrou que nenhum dos materiais testados produz um selamento hermético do canal radicular.

Em 1983, a *American Dental Association (ADA)* estabeleceu uma série de normas e testes para a avaliação dos materiais obturadores endodônticos. Tal fato revestia-se de muita importância, passando então a existir procedimentos padronizados, com finalidade específica para a avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores endodônticos. No ano de 1984, tais normas e testes foram efetivados por meio da Especificação n° 57 (*American National Standards Institute, 1984*) (*ANSI/ADA*).

ZMENER; DOMINGUES (1983) avaliaram a biocompatibilidade do cimento endodôntico à base de ionômero de vidro por meio de implantes em tibia de cães. Os autores observaram que o cimento de ionômero de vidro desencadeou ligeira resposta inflamatória no período inicial, no entanto, ao final de 90 dias o quadro inflamatório havia se resolvido e houve progressiva neoformação óssea.

AL-NAZAN (1989) apresentou um trabalho de revisão em que se discute e analisa as propriedades e os métodos para a avaliação dos cimentos endodônticos, preconizadas pela ANSI/ADA. Segundo o autor, muitos estudos têm abordado as propriedades físicas do canal radicular como o tempo de endurecimento, fluxo, espessura de filme, solubilidade, e capacidade de selamento, já que tais propriedades são muito importantes para um completo selamento dos espaços do canal radicular e manutenção de uma condição de assepsia previamente conquistada.

FRIEDMAN et al. (1991) avaliaram a solubilidade e desintegração de cinco cimentos endodônticos imersos em água. Os materiais estudados foram: Apexit (Vivadent); Endiol (Voco); Endomethazone (Septodont); AH 26 (Dentsply) e Bioseal Normal (Ogna). Os cimentos foram manipulados de acordo

com o fabricante e 0,07 mL e 1 mm de espessura das espécimes foram preparadas e suspensas após seus endurecimentos em frascos contendo 50 mL de água. As amostras ficaram armazenadas a 37° C por 2 dias (Tempo 1) e 7 dias (Tempo 2). A água foi evaporada e os resíduos sólidos foram determinados para calcular a perda de massa, em porcentagem de cada amostra. Os autores afirmaram que houve diferença estatisticamente significativa entre o Apexit, o AH 26 e o Bioseal (em T1); em T2 (7 dias) a diferença esteve entre o Apexit e o Endion. Os autores concluem que a desintegração dos cimentos endodônticos depende da composição dos mesmos e do aspecto químico da reação de endurecimento.

Segundo McLEAN (1992), o cimento à base de ionômero de vidro apresenta vantagens sobre os materiais restauradores tradicionais uma vez que tem boa adesão às estruturas dentais, propriedades anticariogênicas devido à constante liberação de flúor e compatibilidade biológica.

SMITH; STEIMAN (1994) compararam a infiltração marginal apical de quatro cimentos endodônticos (Ketac–Endo, Tubli Seal e Roth 801) em dentes anteriores recentemente extraídos, os quais foram preparados, obturados empregando as técnicas de condensação lateral. Um grupo controle com dentes obturados pela técnica da condensação lateral somente com gutapercha foi realizado. Os dentes foram impermeabilizados com esmalte de unhas e submersos em tinta da Índia por oito dias. Para a observação dos resultados, os dentes foram diafanizados e a penetração linear do corante medida com o auxílio de um microscópio. Todos os grupos com cimento mostraram, de modo significativo, menor infiltração quando comparados ao grupo controle. Não houve diferença entre as duas formulações de Tubli Seal, e

o Ketac–Endo mostrou maior infiltração que os três cimentos a base de óxido de zinco e eugenol.

LEONARD et al. (1996) avaliaram a eficácia no selamento do sistema de canais radiculares com agentes adesivos dentinários e cimentos resinosos em comparação a um cimento de ionômero de vidro. A análise da interface agente adesivo-dentina foi feita com microscopia eletrônica de varredura. 50 dentes unirradiculares foram preparados e divididos em dois grupos, sendo um grupo obturado com agente adesivo e resina radiopaca (C&B Metabond) e o outro grupo obturado com cimento de ionômero de vidro (Ketac Endo). Os resultados evidenciaram que houve um selamento significativamente melhor tanto no sentido apical quanto coronal quando se obturou com sistema resinoso. Ao exame de microscopia eletrônica de varredura, a interface entre dentina desmineralizada e a resina revelava a presença de uma extensa camada híbrida com micro *tags* de resina penetrando para o interior dos túbulos dentinários.

KAPLAN et al. (1997) pesquisaram a desintegração em água dos cimentos Ketac-endo, Tubliseal e AH26 e constataram que o cimento Ketac-endo apresentou grande perda de massa ao passo que o Tubliseal e AH26 apresentaram pequena perda de massa.

SOUSA-NETO et al. (1999) estudaram o efeito de diferentes tipos de breus e resinas hidrogenadas sobre a solubilidade e desintegração do cimento Grossman. O método utilizado foi o proposto pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA para materiais obturadores de canais com cimentos Grossman contendo três tipos de breus (X, WW, e WG) e dois tipos de resinas hidrogenadas (Staybelite e Staybelite ester 10). Os resultados evidenciaram

que diferentes tipos de breus e resinas hidrogenadas influenciaram na solubilidade dos cimentos testados, sendo que os cimentos contendo Staybelite (4,19 %), Staybelite ester 10 (5,09 %) e WW (3,14 %) apresentaram valores de solubilidade superiores dos considerados aceitáveis pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Os cimentos contendo breu X (2,96 %); WG (2,79 %) apresentaram valores abaixo dos considerados aceitáveis pela Especificação nº57.

A American National Standard Institute /American Dental Association (ANSI/ADA 2000) estabeleceu uma série de normas e testes para avaliar os materiais obturadores endodônticos, com a finalidade de promover a uniformidade dos resultados. Os testes de escoamento, espessura de película, tempo de trabalho, tempo de presa, solubilidade e desintegração, radiopacidade e estabilidade dimensional foram incluídos na Especificação nº 57 da ANSI/ADA.

ØRSTAVIK et al. (2001) avaliaram a alteração dimensional após endurecimento de onze cimentos endodônticos quando se prolonga o tempo de armazenamento das amostras em água de 30 dias para 48 semanas. O método pela ANSI/ADA para avaliar as alterações dimensionais lineares foi realizado em todos os cimentos testados. Os resultados mostraram que os cimentos endodônticos dispõem de diferentes comportamentos durante o teste de alteração dimensional. O cimento à base de óxido de zinco e eugenol apresentou entre 0,3 a 1% de contração, e apenas um desses cimentos apresentou expansão acima de 6% (Procosol). Os materiais à base de resina epóxi, AH 26 e AH 26 sem prata, apresentaram uma larga expansão inicial (4-5%). O AH Plus expandiu entre 0,4% (4 semanas) e 0,9% (48 semanas). O

Apexit, um cimento à base de hidróxido de cálcio, apresentou a menor alteração dimensional (até 0,19% de expansão). O cimento RoekoSeal expandiu 0,2% até quatro semanas e depois estabilizou até o final do experimento.

BARBIZAM et al. (2002) estudaram, por meio de análise histológica, a capacidade de limpeza promovida pela instrumentação rotatória com instrumento de Ni-Ti em canais radiculares achatados no sentido mesio-distal, irrigados com água destilada. Os resultados mostraram que, em canais radiculares com achatamento mesio-distal, a técnica de instrumentação manual com limas de aço inoxidável é mais efetiva na limpeza, quando comparada à instrumentação rotatória com instrumento de Ni-Ti e que nenhuma das técnicas testadas foi capaz de limpar completamente os canais radiculares.

CARVALHO-JÚNIOR et al. (2003) estudaram a estabilidade dimensional e solubilidade e desintegração dos cimentos obturadores: Ketac-Endo (K), Endofill (E), N-Rickert (N) e Sealer 26 (S) de acordo com a Especificação nº. 57 da ANSI/ADA. No teste de solubilidade, o líquido utilizado foi água destilada e deionizada. Os resultados da estabilidade dimensional foram: E (+0,14), K (-0,24), N (+0,23), S (+3,26); e para solubilidade: E (3,90 %), K (9,90 %), N (3,00 %), S (0,25 %). Os autores verificaram que a estabilidade dimensional de todos os cimentos estava de acordo com as normas da ANSI/ADA. Quanto à solubilidade, os cimentos Endofill e Ketac-Endo apresentaram valores maiores que o recomendado. Os autores concluíram que o fato de obturar o canal radicular com um cimento que apresente baixa solubilidade e baixa contração, pode minimizar a penetração de fluidos no interior do sistema de canais, selando o espaço hermeticamente.

NAJAR et al. (2003) estudaram a adesividade do cimento obturador à base de ionômero de vidro, Ketac-Endo com e sem a presença da camada de *smear*, em relação a outros dois cimentos obturadores: Grossman e Sealer 26. Foram utilizados 60 molares humanos que tiveram suas coroas desgastadas na face oclusal até a obtenção de uma superfície de dentina plana. Os dentes foram divididos em três grupos, de acordo com os cimentos testados. Cada grupo foi subdividido em dois grupos de dez dentes, onde um grupo não sofreu remoção da camada de *smear* e o outro teve a remoção da camada de *smear* pela aplicação do EDTAC por cinco minutos. Para o teste de adesividade, foi utilizada a máquina universal de ensaio Instron 4444. Os resultados evidenciaram que a adesividade dos cimentos Ketac e Grossman foram estatisticamente semelhantes entre si e apresentaram valores inferiores ao cimento Sealer 26, independente da remoção da camada de *smear*. O cimento Sealer 26 apresentou adesividade superior aos cimentos testados e a remoção da camada de *smear* aumentou ainda mais sua adesividade.

SCHÄFER; ZANDBIGLARI (2003) compararam a solubilidade de oito cimentos obturadores em água e saliva artificial em diferentes valores de pH. Os materiais testados foram: AH 26; AH Plus; RSA RoekoSeal; Apexit; Sealapex; Aptal-Harz; Ketac Endo; Diaket. O teste de solubilidade foi realizado de acordo com *International Standard 6876* (2001), onde moldes de aço inoxidável foram utilizados para inserção dos materiais a serem testados. Após manipulação e inserção nos moldes, os materiais foram imersos em água destilada e saliva artificial com diferentes valores de pH (7,0, 5,7 e 4,5) por diferentes períodos (30 segundos; 1, 2, 5, 10, 20 minutos; 1, 2, 10, 24, 48, 72 horas; 14 e 28 dias). A maioria dos cimentos apresentou valores baixos,

contudo, o Sealapex e o Ketac Endo mostraram perda em todos os líquidos. Na exposição de 28 dias na água, AH 26, AH Plus, RSA Roekoseal e Diaket mostraram perda de massa menor que 3 %. Em 14 dias, Sealapex mostrou perda de massa significativa ($p < 0,05$) em relação aos demais cimentos. Aptal-Hartz e Ketac Endo foram significativamente mais solúveis em saliva (pH 4,5) do que em água ($p < 0,05$). Este estudo mostrou que o cimento AH Plus apresentou a menor perda de massa em relação aos demais testados, ou seja, menor solubilidade (0,11 a 0,19 % após 28 dias) independente do meio testado.

DUARTE et al. (2004) avaliaram as propriedades físico-químicas como radiopacidade, tempo de endurecimento, escoamento, pH, liberação de cálcio e infiltração apical. Os testes seguiram o padrão exigido pelas normas da ANSI/ADA pela especificação nº 57. Os resultados indicaram um escoamento para o AH Plus de 40,25 mm e um tempo de endurecimento de 14 a 15 h. bem acima do que o indicado pelo fabricante, que eram de 36 mm e 8 h, respectivamente. Foram achados valores equivalentes a 6,94 mm de alumínio para o teste de radiopacidade com o AH Plus, que segundo os autores, também é um valor consideravelmente alto.

ELAYOUT et al. (2005) avaliaram a capacidade de adaptação as paredes dos canais radiculares do cimento GuttaFlow em comparação com o AH Plus. Foram preparados os terços médios e cervicais de 90 dentes humanos extraídos com instrumentos HERO .06 e o terço apical com os instrumentos Lightspeed. Os dentes foram divididos em três grupos iguais e foram obturados com o GuttaFlow (GF), condensação lateral (CL) e condensação vertical da guta-percha aquecida (CV). As raízes foram seccionadas em 5 níveis diferentes, fotografadas digitalmente e avaliada a

presença de espaços vazios nestes 5 diferentes níveis. A porcentagem de áreas vazias demonstrou uma diferença estatística entre o grupo do GuttaFlow (GF- 1.9%) e as condensações lateral com AH Plus (CL- 4.4%) e vertical aquecida (CV- 6.8%) da guta-percha. A frequência de espaços vazios foi estatisticamente diferente entre todos os grupos, sendo GF- 37%, CL – 10.0% e CV – 22%, a frequência do GuttaFlow foi estatisticamente maior que os demais. Na maioria das secções o GuttaFlow preencheu completamente o canal preparado mas pequenos espaços vazios eram freqüentemente encontrados no meio do material obturador. Conclui que menores fendas entre cimento e as paredes internas do canal radicular foi obtido com o GuttaFlow, entretanto, são mais freqüente quando comparado os dentes obturados com técnica da condensação lateral com o cimento AH Plus.

MILETIC' et al (2005) avaliaram a citotoxicidade dos cimentos obturadores RoekoSeal Automix (RSA) e do AH Plus *in vitro* em células de carcinoma humano (HeLa) e em fibroblastos de pele de camundongo (L929). Os cimentos foram cobertos com uma suspensão de 3×10^4 células por 1 hora, 24 horas, 48 horas, 7 dias e 1 mês após a sua manipulação. Foram preparadas 4 amostras e seus respectivos controles negativos de cada cimento testado. Após 5 dias de incubação, o número de células foi determinado usando um contador eletrônico, o número de células viáveis foi determinado sob microscopia de luz após a imersão em tinta nankim. O experimento foi repetido duas vezes para cada cimento e cada período testados. O AH Plus foi significativamente mais citotóxico após 1 hora, 24 horas e 48 horas quando comparado ao tempo de 7 dias e 1 mês em ambas linhagens celulares. O RoekoSeal não apresentou efeito citotóxico em nenhuma linhagem celular e em nenhum período de incubação verificado.

TAY et al. (2005) compararam, por meio de MEV, a qualidade do selamento apical alcançada com os sistemas obturadores Resilon/Epiphany e guta-percha/AH Plus. Vinte e quatro dentes unirradiculares humanos tiveram os canais instrumentados pelo sistema Profile até o diâmetro 0,35 mm, *taper* 0.06, sob irrigação com NaOCl 2,6 % e irrigação final com EDTA 17 %. Os dentes foram divididos em 2 grupos de 10 espécimes: I - canais obturados com Resilon/Epiphany e II - canais obturados com guta-percha/AH Plus. Quatro espécimes de cada grupo foram aleatoriamente escolhidos para serem examinados no MEV, sendo que o restante dos espécimes foi submetido à avaliação da infiltração apical por microscopia eletrônica de transmissão (MET). A MEV revelou excelente adaptação do Resilon ao Epiphany, apesar da presença de espaços vazios e espaços preenchidos ao longo do mesmo dente. Também ficou evidente a penetração de resina nos espaços vazios, mas em outras regiões, a resina mostrou-se esparsa ou ausente. Houve separação freqüente da guta-percha e do cimento AH Plus.

LIN-GIBSON et al. (2006) investigaram as propriedades estruturais do dimetacrilato. Os efeitos da composição dos co-monômeros e tempo de irradiação de duas misturas de resina com componentes de dimetacrilato foram avaliados para determinar o grau de conversão do metacrilato e as propriedades mecânicas resultantes. A conversão foi mensurada através de espectroscopia infravermelha de aproximação (NIR) e as propriedades mecânicas foram medidas através método contínuo de rigidez. Houve uma excelente relação entre reação de conversão e propriedades mecânicas. O metacrilato variou de 40 % a 85 % e as propriedades mecânicas aumentaram. A reação de conversão e as propriedades mecânicas dependeram tanto da composição co-monômero quanto do tempo de irradiação.

SOUSA et al. (2006) avaliaram a biocompatibilidade intra-óssea dos cimentos obturadores AH Plus, EndoREZ e Epiphany. Para o estudo, trinta *guinea pig*, dez para cada material, divididos em períodos experimentais de 4 e 12 semanas, receberam um implante sobre cada lado da sínfise mandibular. Ao fim dos tempos de observação, os animais foram mortos e os espécimes preparados para análise microscópica. Após análise dos dois períodos de estudo, foi encontrada uma reação inflamatória severa no grupo EndoREZ. No grupo AH Plus, a reação inflamatória variou de moderada a severa, enquanto no grupo Epiphany foi observada excelente resposta biológica, com formação óssea e reação inflamatória leve ou ausente. Assim, os autores concluíram que o cimento Epiphany foi o único material que apresentou biocompatibilidade intra-óssea após os dois períodos de estudo analisados.

VERSIANI et al. (2006) avaliaram a solubilidade, escoamento, espessura da película, alteração dimensional e tempo de endurecimento do cimento resinoso Epiphany em comparação com o cimento AH Plus. O experimento foi realizado de acordo com a ANSI/ADA, especificação n.º 57. Cinco amostras de cada material foram testadas para cada propriedade. Além disso, os líquidos de imersão dos corpos-de-prova após o teste de solubilidade foram avaliados quanto à liberação de íons Fe^{2+} , Ni^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , Na^+ e K^+ através de espectrofotômetro de absorção atômica. Em relação ao escoamento e espessura do filme formado, não houve diferença entre os cimentos analisados. Entretanto, a solubilidade apresentada pelo cimento Epiphany, assim como a alteração dimensional se mostraram maiores que aquelas observadas no cimento AH Plus. O cimento Epiphany apresentou alta liberação de íons cálcio. Diante desses resultados, concluíram que os testes de escoamento e

espessura do filme estava de acordo com o recomendado pela ANSI/ADA. O teste de alteração dimensional para ambos os cimentos, apresentou valor maior do que o considerado aceitável pela ANSI/ADA. Além disso, em relação aos valores de solubilidade, o cimento Epiphany apresentou um valor maior do que preconiza a ANSI/ADA e observou-se maior liberação de ions cálcio.

BAKSI et al. (2007) investigaram o efeito da radiopacidade de 3 cimentos endodônticos simulados como em obturações de canais radiculares por meio de radiografia digital direta. Trinta canais simulados em blocos de acrílico transparente foram preparados com instrumentos 25 taper.04. Cada canal foi obturado com cone 25 taper 0.04. Foram utilizados os cimentos endodônticos Roekoseal, Diaket, Pulpdent, levados com o cone de gutta-percha por todo o comprimento do bloco transparente. Foram realizadas as tomadas radiográficas e depois, através do programa Image Tool, as imagens foram analisadas, dividindo-se os canais em três partes (1mm, 6mm, 11mm do ápice) e mensurado o alumínio equivalente em cada uma delas. RoekoSeal causou uma diminuição significativa da radiopacidade a 1mm do ápice. Diaket e PCS aumentaram a radiopacidade significativamente em todos os níveis ($P < 0.01$) exceto a 6mm e 11mm para o Diaket ($P > 0.05$). Para o autor o tipo do cimento e a viscosidade influenciam na radiopacidade das obturações.

BODRUMLU et al. (2007) avaliaram a radiopacidade do cimento endodôntico Epiphany, em relação a 3 outros obturadores de canal radicular, AH 26, Sealapex, e Ketac-Endo. Radiografias foram tomadas de amostras de 1 mm de espessura de cada cimento, juntamente com uma escala de alumínio e com três discos de dentina de 1 mm de espessura. A densidade radiográfica de cada espécime foi avaliada e correlacionada com a espessura equivalente à

escala de alumínio. As condições de exposição foram padronizadas em 70 kV, 8 mA, e de 0,35 s usando um aparelho de raio-x odontológico. A distância focal foi de 35 cm. Isso ocorreu, segundo os autores, porque os melhores resultados nas radiografias intraorais foram obtidos com a técnica de paralelismo de cone longo e uma distância foco-objeto de pelo menos 30 cm. Todos os filmes foram processados em uma máquina de revelação automática (Velopex, Extra-X, Medivance Instruments Limited, Londres, Inglaterra), onde a revelação e a secagem foram feitas em tempos iguais. Todos os cimentos se apresentaram mais radiopacos que três milímetros de alumínio (ISO 6876/2001), 11,27, 10,88, 10,35 e 9,78 mm alumínio para Sealapex, Ketac-Endo, Epiphany e AH 26, respectivamente. Os discos de dentina radicular analisados mostraram uma radiopacidade de dentina equivalente a 1,05 mm de alumínio.

CARVALHO-JÚNIOR et al. (2007a) compararam a radiopacidade dos cimentos Epiphany, AH Plus, Endofill e EndoREZ e cones de guta-percha e Resilon. Os autores realizaram o teste de acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ADA, através da digitalização direta de imagens (sistema de imagem digital Digora). Foram utilizadas placas de acrílico, contendo seis orifícios com 5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura preenchidas com os materiais, posicionadas juntamente com penetrômetro de alumínio padronizado pela ANSI/ADA, e radiografadas a uma distância foco-objeto de 30 cm, com tempo de exposição de 0,2 segundos. As densidades radiográficas obtidas, em escala de cinza, forneceram a média da densidade radiográfica de cada material. Os valores decrescentes de radiopacidade dos materiais estudados foram: Resilon (13,0), AH Plus (11,2), guta-percha (9,8), Endofill (6,9) EndoREZ (6,6) e Epiphany (5,0). Os autores concluíram que todos os materiais testados

apresentavam densidade radiográfica acima dos 3 mm de alumínio recomendados pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA, cumprindo as recomendações exigidas.

CARVALHO-JÚNIOR et al. (2007b) avaliaram se a redução do volume de material obturador do canal radicular, necessário para a confecção de corpos-de-prova para os testes de solubilidade, estava de acordo com as exigências da Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Inicialmente, determinou-se a densidade dos corpos-de-prova para o teste de solubilidade utilizando-se o cimento Endofill. Após a determinação da densidade, moldes, de menores dimensões, foram confeccionados e divididos em seis grupos para cada um dos testes. Os moldes originais, padronizados pela Especificação nº 57 da ANSI/ADA, foram utilizados como grupo controle, enquanto que nos corpos-de-prova, foram utilizados os cimentos AH Plus e Endofill. Para o teste de solubilidade, os corpos-de-prova foram divididos em grupos e foram imersos em volumes de água destilada e deionizada diferenciados, de acordo com a massa do corpo-de-prova: GS1 (20 x 1,5 mm, imerso em 50 mL de água destilada, estabelecido pela ANSI/ADA; GS2 (14,14 x 1,5 mm, 25 mL); GS3 (10 x 1,5 mm, 12,5 mL); GS4 (8,94 x 1,5 mm, 10 mL); GS5 (7,75 x 1,5 mm, 7,5 mL); GS6 (6,32 x 1,5 mm, 5 mL; GS7 (4,47 x 1,5 mm, 2,5 mL). Dois corpos-de-prova, de cada grupo, foram pesados, em conjunto, antes de serem imersos em água destilada e deionizada e armazenados a 37 °C por sete dias. Após este período, foram secos e pesados novamente. A solubilidade foi calculada pela perda de massa do conjunto (%) e a água utilizada foi submetida à espectrometria de absorção atômica, para análise da presença de ions Zn^{2+} e Ca^{2+} . A análise estatística demonstrou que houve correlação entre a massa inicial e a diferença entre massas inicial e final para os diferentes grupos. O

cimento Endofill apresentou valor médio de solubilidade estatisticamente superior ao AH Plus (1,55 % e 0,06 %, respectivamente). A diminuição das dimensões dos corpos-de-prova no teste de solubilidade mostrou-se satisfatória. Apenas o GS7 para o cimento Endofill apresentou valores estatisticamente superiores aos demais, provavelmente pela dificuldade de remoção dos corpos-de-prova dos moldes, fato ocorrido também no GS6. Desta forma, sugere-se a utilização dos moldes GS5 (1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro imersos em 7,5 mL de água), possibilitando redução de 80 % em volume de material necessário.

DONNELLY et al. (2007) estudaram as características de absorção de água e solubilidade de três cimentos à base de resina de metacrilato: EndoREZ, Epiphany e InnoEndo em relação aos cimentos Kerr EWT, Ketac-Endo, GuttaFlow e AH Plus (ambos controle negativo). Dez discos de cada material foram desidratados por 24 horas e pesados para obter a massa seca constante. Foram posicionados em água e pesados periodicamente, até a obtenção da absorção máxima de água. Os discos foram novamente desidratados e pesados para determinar a massa perdida (solubilidade). Os valores da absorção de água foram: Epiphany (8,0 %), Ketac-Endo (6,2 %), InnoEndo (3,4 %), EndoREZ (3,0 %), AH Plus (1,1 %), Gutta Flow (0,4 %) e por Kerr EWT (0,3 %). Em relação à solubilidade, valores significativamente maiores (3,5 a 4 %) foram obtidos para os três cimentos à base de resina de metacrilato e Kerr EWT (3,95 %), quando comparados as Ketac-Endo (1,6 %), AH Plus (0,16 %) e GuttaFlow (0,13 %). Como a especificação da ANSI/ADA requer valores de solubilidade menor que 3 % do material, apenas Ketac-Endo, AH Plus e GuttaFlow apresentaram resultados satisfatórios.

TANOMARU-FILHO et al. (2007) avaliaram a radiopacidade dos cimentos obturadores: AH Plus, Intrafill, RoekoSeal, Endorez e Epiphany, através da digitalização de imagens, de acordo com a Organização Internacional de Estandarização 6875/2001, observaram que Epiphany e AH Plus foram os materiais mais radiopacos (9,8 e 8,8 milímetros de alumínio respectivamente), seguidos por EndoRez (7,2 mm Al). RoekoSeal e Intrafill apresentaram menor radiopacidade (5,7 e 6,1 mm Al, respectivamente). Os autores concluíram que os materiais avaliados demonstraram valores diferentes na radiopacidade, dentro dos recomendados pela Organização Internacional de Padronização 6875/2001.

NUNES et al. (2008) estudaram a adesividade do cimento Epiphany à dentina radicular previamente tratada com hipoclorito de sódio 1 % e com EDTA 17 %, em comparação ao cimento AH Plus, pelo método do *push-out*. Raízes de 60 caninos superiores humanos foram seccionadas transversalmente na junção amelocementária e a 8 mm da mesma, criando cilindros de raiz que, após inclusão em resina acrílica autopolimerizável, tiveram seus canais radiculares preparados com auxílio de uma ponta troncônica. Os corpos-de-prova foram divididos aleatoriamente em 3 grupos de acordo com a solução utilizada: I - água destilada, II - hipoclorito de sódio 1 %; III - EDTA 17%. Após o tratamento da dentina, cada grupo foi dividido em dois subgrupos de acordo com o cimento obturador a ser testado: Epiphany e AH Plus. Os corpos-de-prova foram submetidos ao teste do *push-out* em máquina universal de ensaios, com velocidade constante de 1 mm/minuto. A análise estatística dos resultados evidenciou diferença estatisticamente significativa ao nível de 5 %. Os autores concluíram que o cimento AH Plus apresentou valores de adesividade superiores aos obtidos pelo cimento Epiphany, independente do

tratamento utilizado, e que a aplicação do EDTA 17 % propiciou aumento da adesividade dos dois cimentos obturadores estudados.

TONAMARU-FILHO et al. (2008) avaliaram a radiopacidade dos cimentos endodônticos Acroseal, Sealapex, Sealer 26, Activ GP Sealer e Intrafill, por meio da análise de imagem radiográfica por programas desenvolvidos especificamente para esse propósito. A escala de cinza desse *software* possibilita obter uma igualdade de valores (densidade) entre os cimentos e a escala de alumínio. Cinco pontos (um central e quatro circunferenciais) foram obtidos em cada amostra de cimento para determinar valores médios. Os resultados mostraram que o cimento Intrafill apresentou maior radiopacidade, seguido do Sealer 26 e Acroseal. Os autores concluíram que tal metodologia tem se mostrado de grande valia para os estudos de radiopacidade, uma vez que é de simples execução, facilmente reproduzível e capaz de proporcionar resultados precisos e confiáveis.

ÜREYEN et al. (2008) compararam a força de adesão da guta percha e do Resilon, associados à três diferentes cimentos, AH Plus, Epiphany e Ketac Endo. Para o experimento, 144 pré-molares foram preparados endodonticamente e divididos em doze grupos, sendo seis obturados com Resilon e seis com guta percha. Além disso, duas técnicas de obturação foram utilizadas, condensação lateral a frio ou System B com Obtura II. Os resultados do teste de *push out* indicaram que a combinação do Epiphany/Resilon apresentou força de adesão menor que o AH Plus/cone de guta percha e o Ketac-Endo/cones de guta percha, sendo estes últimos, quando utilizados com a técnica de condensação lateral a frio, os que apresentaram maiores valores de adesividade.

BAKSI et al. (2008) compararam através de radiografia convencional e digital a radiopacidade de vários cimentos obturadores estabelecendo os valores de alumínio equivalentes, obtidos nos diferentes métodos radiográficos. Foram confeccionados anéis de teflon de 10 mm de diâmetro e 1 mm de espessura, sendo 3 amostras de cada cimento endodôntico: Diket, Guttaflow, Pulp Canal Sealer, Roekoseal e Acroseal, totalizando 15 amostras. Tomadas radiográficas convencionais e digitais foram realizadas, para que posteriormente fossem avaliadas por aparelho de densitometria digital com 0.1 mm de abertura. Os resultados obtidos mostraram que tanto para a radiografia convencional como para a digital, em ordem decrescente, os materiais mais radiopacos foram: Guttaflow, PCS, Roekoseal, Diaket, Acroseal. Para os autores há a necessidade de nova standardização na radiopacidade de cimentos obturadores quando analisados em radiografia digital.

DONADIO et al. (2008) avaliaram a citotoxicidade da guta-percha, do Activ GP e dos cones Resilon em culturas de células. Células L929 foram semeadas dentro de placas de 96 poços, sendo colocadas 3×10^4 células em cada poço. Em uma parte do experimento, foram cortados 2 mm da ponta dos cones de guta percha e dos cones Resilon e colocados na cultura de células e incubados por 1,2 e 3 dias. Em outra parte do experimento, fragmentos de 220mm de guta percha, do Activ GP e dos cones Resilon foram incubados em 2ml de meio de cultura de célula por 1 semana. Na sequência 100 µL do eluato foram testados por 24 e 48 horas. A viabilidade celular foi avaliada pelo ensaio MTT. Os dados foram avaliados através da análise de variância. Quando dispostos no meio de cultura a viabilidade celular do grupo do Resilon foi significativamente maior que a dos grupos da guta-percha e do

Activ GP em todos tempos testados. Não houve diferença estatística da viabilidade celular entre os grupos da guta-percha e do Activ GP. Quando os eluatos da guta-percha, do Activ GP e dos cones Resilon foram colocados na cultura de célula, os resultados foram os mesmos dos testes dos fragmentos dos materiais. A citotoxicidade da guta-percha e do Activ GP foram maiores do que a dos cones de Resilon. Não houve diferença estatística da viabilidade celular entre o Activ GP e a guta-percha. Os autores concluíram que os cones de Resilon apresentam melhor biocompatibilidade do que a guta percha e o Activ GP e que a citotoxicidade do Activ GP e da guta-percha são similares.

ÖZOK et al. (2008) avaliaram *ex vivo* o selamento de canais obturados com os cimentos GuttaFlow e RoekoSeal, utilizando-se a técnica do cone único, e com o cimento AH 26, utilizando a técnica de condensação lateral a frio, por meio do método de infiltração com glicose. Os canais de 70 pré-molares inferiores unirradiculares foram preparados com o sistema rotatório ProSystem GT até a obtenção de um diâmetro cirúrgico correspondente ao instrumento 30/.06. Os espécimes foram separados aleatoriamente em 3 grupos experimentais (n=20), de acordo com o cimento e a técnica de obturação, e um grupo controle negativo (n=10) e avaliados semanalmente, por um mês, quanto à infiltração de glicose. Não foi observada diferença significativa entre os cimentos AH 26 e RoekoSeal sendo que os valores significativamente maiores de infiltração foram observados com o cimento GuttaFlow ($p < 0,05$), em todos os tempos experimentais. Os autores concluíram que os menores valores de infiltração foram obtidos com o cimento AH 26.

TANOMARU et. al. (2008) avaliaram a radiopacidade dos cimentos obturadores endodônticos Acroseal, Sealapex e Sealer 26 (à base de hidróxido

de cálcio), Activ GP Sealer (cimento a base de ionômero de vidro) e Intrafill (cimento a base de óxido de zinco e eugenol). Cinco amostras circulares (10 mm x 1 mm) foram confeccionadas de acordo com a norma ISO 6876/2001. Após o tempo de endurecimento dos materiais, radiografias com filmes oclusais e escala de alumínio graduada com espessura que varia de 2 a 16 mm de espessura foram realizadas. O aparelho de raios x (GE1000) foi calibrada a 50 Kvp, 10 mA, 18 disparos/segundo e distância focal de 33,5 cm. Os resultados mostraram que o Intrafill foi o material mais radiopaco (7,67 mm Al) seguido pelo Sealer 26 (6,33 mm Al) e o Acroseal (4,03 mm Al). O cimento Activ GP foi o menos radiopaco (1,95 mm Al). Os autores concluíram que todos os materiais tiveram valores de radiopacidade superiores aos recomendados pela ISO, com exceção do cimento Activ GP Sealer.

TASDEMIR et al. (2008) compararam a radiopacidade dos cimentos GuttaFlow, Adseal, AH Plus, Epiphany e Diaket, por meio de radiografia digital. Em cada grupo, seis corpos-de-prova com 5 mm de diâmetro e 1 mm de espessura foram submetidos ao exame radiográfico digital e avaliados quanto a radiopacidade, a partir de uma escala de alumínio com degraus de diferentes espessuras. A radiopacidade dos materiais foi de 10,41 (AH Plus), 8,20 (Epiphany), 6,50 (Diaket), 4,90 (GuttaFlow) e 3,09 (Adseal). Os autores concluíram que, apesar dos cimentos apresentarem resultados diferentes, todos demonstraram valores de radiopacidade acima do mínimo estabelecido pela especificação 57 da ANSI/ADA.

ZIELINSKI et al. (2008) compararam a capacidade de obturação de canais laterais e depressões artificialmente criados a 1, 3, 5 e 7 mm apicais de 60 caninos unirradiculares extraídos, usando o cimento GuttaFlow e a guta-

percha associada ao cimento Roth's 801. Os espécimes foram separados aleatoriamente em 4 grupos (n=15) de acordo com o material e a técnica de obturação. Em um dos grupos experimentais os canais foram obturados por meio da técnica de cone único usando-se o cimento GuttaFlow injetado diretamente no interior do canal. Os outros grupos foram obturados pela técnica de condenação vertical usando-se o cimento Roth's 801 e guta-percha termoplastificada pelo aparato System B cuja ponta foi posicionada a 5, 4 ou 3 mm do comprimento de trabalho. Em geral, observou-se o preenchimento de todas as depressões e canais laterais com o cimento GuttaFlow; contudo, todos os espécimes apresentaram extravasamento apical de material obturador. Estes valores foram significativamente melhores que nos canais obturados pelo System B cuja ponta foi posicionada a 5 e 4 mm do comprimento de trabalho, não havendo diferença quando a mesma esteve a 3 mm. Os autores concluíram que o cimento GuttaFlow preencheu melhor irregularidades criadas na região apical dos canais, mas ao mesmo tempo apresentou extrusão em todos os espécimes, sugerindo o uso de uma barreira apical antes da utilização desta técnica.

HASHEM et al. (2009) avaliaram a força de adesão dos cimentos ActiV GP e AH Plus, associado à guta-percha, utilizando diferentes protocolos de irrigação. Quarenta raízes de dentes unirradiculares foram divididas aleatoriamente em 4 grupos (n=10), conforme o protocolo de irrigação: 1,5 ml de EDTA a 17%; 2,5 ml de EDTA 17% seguido de 5 ml de clorexidina a 2% (CHX); 3,5 ml de MTAD; e 4,5 ml de MTAD seguido de 5 ml de CHX. Em seguida, cada grupo foi subdividido em dois subgrupos (n=5) conforme a técnica de obturação: obturação termoplastificada com cones de guta-percha e AH Plus ou o sistema ActiV GP. A avaliação da força de adesão foi realizada

por meio do teste de *push-out* em fatias de 2 mm de espessura obtidas dos terços cervicais e médios de cada raiz. Os resultados mostraram valores de adesão significativamente maiores quando o sistema ActiV GP foi associado a irrigação com EDTA e CHX ($2,46 \pm 1,02$ MPa) enquanto que os menores valores foram observados no grupo obturado com o sistema ActiV GP associado a irrigação final com EDTA ($1,12 \pm 0,72$ Mpa). Os autores concluíram que a força adesiva do sistema ActiV GP foi otimizada a partir da irrigação final com EDTA e CHX, o mesmo não acontecendo quando de sua associação com o MTAD. Além disto, a força de adesão da guta-percha associada ao AH Plus foi adversamente afetada pelo MTAD, associado ou não a CHX.

ORDINOLA-ZAPATA et al. (2009) avaliaram *ex vivo*, por meio de microscopia confocal, a porcentagem e a profundidade de penetração dos cimentos Sealer 26, GuttaFlow e Sealapex nos túbulos dentinários durante o procedimento de obturação por meio da técnica de condensação lateral. Trinta dentes unirradiculares foram separados aleatoriamente em 3 grupos ($n=10$), de acordo com o tipo do cimento. Após o procedimento de obturação, foram avaliadas secções obtidas a partir de 3 e 5 mm do ápice radicular. Os resultados mostraram que, na secção feita a 3 mm, houve maior profundidade de penetração com o Sealapex ($360,64 \pm 149,89$ mm) e menor com o GuttaFlow ($135,51 \pm 72,97$ mm). Em relação ao percentual das paredes do canal em que houve penetração do cimento nos túbulos dentinários, observou-se melhores resultados com o GuttaFlow ($53,35 \pm 26,40$ %) e menor como o Sealapex ($35,08 \pm 22,30$ %). Os autores concluíram que, apesar dos melhores resultados obtidos com o Sealapex, quanto à profundidade de penetração na dentina, não houve diferença estatística entre os grupos.

RESENDE et al. (2009), avaliaram, *in vitro*, tempo de endurecimento (TE), escoamento (Esc), solubilidade (SI) e radiopacidade (Rp) dos cimentos AH Plus (AH), Epiphany (Ep), Epiphany associado ao solvente resinoso (Ep+sol) e Epiphany SE (Ep SE). Para os testes de TE, SI e Rp, os cimentos Epiphany foram fotoativados por 20 s após manipulação e preenchimento dos moldes. Para determinar o TE, moldes de 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram preenchidos com cimento. Decorridos 150 s, os cimentos foram testados com agulha tipo Gillmore (100 g), a cada 60 s, até que não houvesse marcas na superfície. No teste de Esc, 0,5 ml de cimento foi dispensado em placa de vidro e, após 180 s, outra placa de vidro e carga adicional foram acrescentadas perfazendo 120 g sobre o cimento. Após 10 min, foram medidos o maior e menor diâmetro do disco formado. Para teste de SI, 10 corpos-de-prova de cada grupo, com 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro foram obtidos. Após serem pesados, dois a dois, foram imersos em 7,5 ml de água destilada por 7 dias e pesados novamente, determinando-se a perda percentual da massa. Os líquidos de imersão foram submetidos à espectrometria para detecção dos íons de Ca^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , K^{+} , Na^{+} . Para a Rp, 5 placas de acrílico com 4 perfurações (5 mm de diâmetro X 1 mm de espessura) foram preenchidas com cimento e, ao lado de uma escada de alumínio padronizada, foram radiografadas com distância foco-objeto de 30 cm e exposição de 0,2 s. A densidade radiográfica foi determinada por meio do Digora for Windows 1.51. Os resultados mostraram que os cimentos testados estavam de acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ADA para os testes de TE, Esc e Rp. Em relação à da SI, o cimento Ep (3,24%) não atendeu os padrões exigidos pela ANSI/ADA, no entanto, o teste de Tukey evidenciou

semelhança estatisticamente significativa com o Ep+Sol (1,81%) ($p>0,05$). A espectrometria de absorção atômica mostrou que os cimentos Ep e Ep+sol apresentaram liberação significativa de íons Ca^{2+} . Concluiu-se que os cimentos de metacrilato atenderam às exigências da ANSI/ADA em relação ao tempo de endurecimento, escoamento e radiopacidade, no entanto, os cimentos Epiphany preparado com solvente resinoso e Epiphany SE apresentaram menores valores de solubilidade que o Epiphany. Os cimentos Epiphany e Epiphany preparado com solvente resinoso apresentaram liberação significativa de íons Ca^{2+} .

PROPOSIÇÃO

PROPOSIÇÃO

O objetivo desse estudo foi avaliar o tempo de endurecimento, a radiopacidade, a alteração dimensional e a solubilidade dos cimentos obturadores à base de Silicone (GuttaFlow e RoekoSeal) e do cimento à base de ionômero de vidro (Activ GP), comparados ao cimento à base de resina epóxi (AH Plus), de acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ADA. Subseqüentemente, realizou-se análise por espectrometria de absorção atômica de íons liberados pelos cimentos no líquido de imersão do teste de solubilidade.

MATERIAIS ***E*** ***M***ÉTODOS

MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste estudo foram utilizados os cimentos endodônticos AH Plus (Dentsply DeTrey, Konstanz, Alemanha), à base de resina epóxi, Guttaflow (Coltène/Whaledent, Altstätten, Suíça) e RoekoSeal (Coltène/Whaledent, Langenau, Alemanha), à base de polidimetilsiloxano, e Activ GP (Brasseler, Savannah, GA), à base de ionômero de vidro (Figura 1). As informações (fabricante, composição, modo de uso e lote) de cada cimento obturador dos canais radiculares utilizado estão listadas na TABELA 1.

Figura 1. A) Cimento AH Plus. B) Cimento GuttaFlow. C) Cimento RoekoSeal. D) Cimento Activ GP.

Tabela I. Cimentos obturadores do canais radiculares utilizados nos procedimentos experimentais, com os respectivos fabricantes, composição e lote de fabricação.

Produto (Fabricante)	Composição	Lote
AH Plus (Dentsply DeTrey, Konstanz, Alemanha)	Pasta A: Bisphenol-A resina epóxi, Bisphenol-F resina epóxi, tungstênio de cálcio, óxido de zircônio, sílica, pigmentos de óxido de ferro. Pasta B: Dibenzylidiamina, Amino adamantane, Tricyclodecane-diamine, Tungstênio de cálcio, óxido de Zircônio, sílica, óleo de silicone.	0812001006
GuttaFlow (Coltène/Whaledent, Altstätten, Suíça)	Guta-percha em pó, polidimetilsiloxano, óleo de silicone, óleo de parafina, catalisador de platina, dióxido de zircônio, nano-prata, corante.	225905
RoekoSeal (Coltène/ Whaledent, Langenau, Alemanha)	Polidimetilsiloxano, óleo de silicone, óleo à base de parafina, catalisador de platina e dióxido de zircônio.	218815
ActiV GP Sealer (Brasseler, Savannah, GA)	Pó: à base de Bário e vidro de aluminossilicato e ácido poliacrílico Líquido: Ácido poliacrílico e ácido tartárico.	Não tem

Os testes foram conduzidos conforme a Especificação nº57 para materiais endodônticos da ANSI/ADA (2000), que determina que os mesmos sejam realizados nas condições ambientais de $23 \pm 2^\circ\text{C}$ de temperatura.

Foram realizados quatro grupos experimentais: Grupo I: AH Plus; Grupo II: GuttaFlow; Grupo III: RoekoSeal; Grupo IV: Activ GP

A manipulação dos cimentos testados foi realizada da seguinte forma:

No Grupo I, o cimento AH Plus, que se apresenta na forma de duas pastas, foi utilizado na proporção 1:1 e espatulado até a obtenção de consistência homogênea.

No Grupo II, o cimento GuttaFlow vem acondicionado em cápsulas plásticas branca contendo em seu interior os componentes do cimento separados em compartimentos distintos. Apresenta uma tampa verde (Figura 2A) que foi pressionada de encontro ao pino plástico central que penetrou na cápsula branca rompendo os compartimentos internos colocando os

componentes em contato para iniciar a reação. Em seguida este conjunto recebeu um adaptador circular vermelho e foi adaptado a um amalgamador (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil) (Figura 2B) que foi acionado por 30 segundos para homogeneização da mistura. Após a homogeneização o pino plástico central foi removido e foi colocada uma cânula à cápsula branca, sendo o conjunto acoplado a uma seringa injetora (Figura 2C). O cimento apresentou coloração similar à da guta-percha rosa, indicando que a mistura foi realizada com sucesso.

Figura 2. A) Cápsula do cimento GuttaFlow. B) Amalgamador Dabi Atlante. C) Seringa injetora do cimento GuttaFlow.

No Grupo III, o cimento RoekoSeal foi obtido a partir da mistura de suas pastas com auxílio da ponta misturadora fornecida pelo fabricante, utilizando-se para cada corpo-de-prova 15 mm de cimento.

No Grupo IV (Activ GP), inicialmente foi determinado a relação pó/líquido a partir de 50 mg do pó do cimento a ser testado que foi pesado em balança de precisão HM-200 (A&D Engineering, Inc., Bradford, MA, EUA). Após foi colocado sobre placa de vidro e espatulado com 50 μ L de líquido. A espatulação foi realizada com espátula 24F durante 3 minutos, contados a partir do início da mistura, até o momento em que o cimento adquiriu a

consistência ideal de trabalho. Realizado esse procedimento pesou-se o pó remanescente na placa de vidro e, por subtração, determinou-se a quantidade de pó efetivamente utilizada durante a espatulação. Vale salientar que esse procedimento foi repetido por cinco vezes e a obtenção da proporção foi adquirida por meio de média aritmética. Dessa maneira, a manipulação de documentos foi realizada na proporção de 50 μ L para 28 mg.

Tempo de endurecimento

Para o experimento, foram confeccionados moldes de aço inoxidável, cilíndricos, com diâmetro interno de 10 mm e espessura de 2 mm. Os moldes foram fixados sobre lâmina de vidro de 1 mm de espessura por 25 mm de largura e 75 mm de comprimento com cera utilidade.

O cimento foi espatulado e colocado no interior do anel metálico até o seu total preenchimento (Figura 3A).

O conjunto lâmina de vidro/molde preenchido com o cimento foi colocado sobre grade metálica, 10 x 20 x 10 mm, e acondicionado em recipiente plástico com água em seu fundo, com vedação hermética. O conjunto foi mantido a temperatura constante de 37°C, dentro de estufa, e umidade relativa de 95%. Assim, o conjunto formado pelo corpo-de-prova/lâmina de vidro/anel metálico permaneceu dentro da câmara climatizada até o final do teste.

Decorridos 150 ± 10 segundos do início da mistura, colocou-se verticalmente uma agulha tipo Gillmore de 100 g e ponta ativa de 2,0 mm de diâmetro sobre a superfície horizontal do material (Figura 3B). A colocação da agulha de Gillmore sobre o material foi repetida, em intervalos de 60 segundos, até que não provocasse mais marcas no cimento que estava sendo testado.

Figura 3. A) Molde preenchido com o material. B) Agulha de Gillmore posicionada verticalmente sobre a superfície horizontal do cimento.

O tempo de endurecimento foi considerado o tempo decorrido entre o início da mistura e o momento no qual as marcas da agulha de Gillmore deixaram de ser visíveis na superfície do cimento testado.

O tempo de endurecimento do cimento foi obtido pela média aritmética de cinco repetições.

Radiopacidade

Para a realização desse teste, foram confeccionadas cinco placas de acrílico de 1 mm de espessura, 2,2 cm de largura e 4,5 cm de comprimento, contendo quatro perfurações de 5 mm de diâmetro interno cada, que foram colocadas sobre lâmina de vidro recoberta por uma lâmina de papel celofane (Figura 4A).

Cada perfuração da placa foi preenchida com um dos cimentos testados, sobre os quais foi colocada uma placa de vidro envolta em lâmina de papel celofane. Todo esse conjunto foi pressionado de forma que o excesso de cimento extravasasse e, dessa forma, fosse obtida uma amostra de 1 mm de espessura por 5 mm de diâmetro, de cada cimento (Figura 4B).

Os cimentos foram inseridos no corpo-de-prova seguindo a seqüência de acordo com o tempo de endurecimento do material, do tempo mais longo para o mais curto. Desta forma, as amostras estariam prontas para a avaliação radiográfica, simultaneamente, ao final de um período equivalente a três vezes o tempo de endurecimento dos materiais. Período este de armazenamento em estufa a 37°C e umidade relativa de 95%.

Figura 4. A) Placa de acrílico preparada para obtenção das amostras de cimentos para o teste de radiopacidade. B) Placa de acrílico preenchida com os cimentos a serem testados.

Cada placa de acrílico, já preenchida com os cimentos, foi colocada à frente do sensor radiográfico com distância foco-objeto de 30 cm e sobre esta, outra placa de acrílico de 2 mm de espessura, 1,3 cm de largura e 4,5 cm de comprimento. O objetivo dessa segunda placa foi estabilizar uma escada de alumínio 99% (liga 1100), com espessura variada de 1 a 10 mm, com degraus uniformes de 1 mm. Quando as duas placas de acrílico se encontravam lado a lado, formava o conjunto amostra/escada, o que permitia, em uma mesma tomada radiográfica, a comparação entre os degraus da escada de alumínio (Especificação nº57 da ANSI/ADA) e as respectivas amostras.

A etapa seguinte consistiu na obtenção da imagem radiográfica das amostras de cimento e da escada. Para isso, utilizou-se um aparelho de Rx Spectro 70X (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil) de 70 kVp, com 8 mA e tempo de exposição de 0,2 segundos.

Para estabilização da corrente elétrica que alimenta o aparelho de raios-x, utilizou-se um estabilizador EXS 30008 Enermax Inside (Winparts Com. Ind. Imp. Exp. Ltda).

As placas de imagem, sensibilizadas após a tomada radiográfica, foram introduzidas na leitora óptica a laser do sistema radiográfico digital Digora (Soredex Orion Corporation, Helsinki, Finlândia) que processou a imagem. As imagens radiográficas digitais podem ser observadas na Figura 5.

Figura 5. Tela do software Digora for Windows 1.51. Os cimentos foram dispostos na seqüência de acordo com o tempo de endurecimento do mais longo para o mais curto.

O software *Digora for Windows 1.51* fornece entre outros, o recurso de determinação da densidade radiográfica (análise densitométrica), ou seja, a radiopacidade de um determinado material, por meio de seus níveis de cinza.

Foi padronizada uma área de 2 mm² (ou 44,5 x 44,5 pixels) utilizada para cada corpo-de-prova, nas imagens radiográficas dos cimentos.

Foram realizadas cinco repetições, obtendo-se assim, cinco valores da densidade média das densidades radiográficas (DR) que expressam a radiopacidade de cada cimento. Fez-se a média aritmética desses números obtendo-se um único valor, que foi tido como o resultado final para cada cimento testado.

Alteração Dimensional

Para a realização deste teste, foram confeccionados moldes de teflon cilíndricos de 3,58 mm de altura x 3,0 mm de diâmetro (Figura 6A), medidas preconizadas por CARVALHO-JÚNIOR et al. (2007b) baseado na Especificação nº57 da ANSI/ADA. Os moldes foram colocados sobre uma placa de vidro, de 26 mm de largura x 75 mm de comprimento e 1,5 mm de espessura, envolta com papel celofane e fixados com cera utilidade. Os moldes foram preenchidos (Figura 6B) com os cimentos em estudo e, em seguida, colocados sobre eles uma lâmina de microscópio, também envolta com papel celofane fazendo-se uma leve pressão. O conjunto foi mantido nessa posição com o auxílio de um grampo em forma de C.

Figura 6. A) Molde de teflon confeccionado para o teste. B) Molde de teflon sobre placa de vidro sendo preenchido.

Após cinco minutos do início da manipulação, o conjunto foi levado à estufa a 37°C e 95% umidade relativa, durante um intervalo de tempo correspondente a três vezes o tempo de endurecimento de cada cimento testado. Decorrido esse período, as superfícies das amostras foram lixadas, sob irrigação de água destilada, e removidas dos moldes. Seus comprimentos foram medidos com auxílio de paquímetro digital (Digimess, Shiko Precision Gaging Ltd, China) (Figura 7A), obtendo-se, assim, seu comprimento inicial.

As amostras dos cimentos foram, então, colocadas em recipientes plásticos de 10 mL de volume contendo 2,24 mL de água destilada e deionizada (Figura 7B). Depois de vedado, esse conjunto foi levado à estufa, a 37°C e 95% umidade, onde permaneceram por trinta dias. Após este intervalo de tempo, as amostras foram removidas dos recipientes, secas com papel absorvente e seus comprimentos foram aferidos, novamente, com auxílio de paquímetro digital, obtendo-se o comprimento final das amostras.

Figura 7. A) Paquímetro digital. B) Amostra de cimento imersa em 2,24mL de água destilada e deionizada.

A estabilidade dimensional dos cimentos foi calculada utilizando-se a seguinte fórmula:

$$\frac{C^{30} - C}{C} \times 100$$

Onde:

C= comprimento inicial do corpo-de-prova;

C³⁰ = comprimento do corpo-de-prova após 30 dias imerso em água destilada e deionizada.

Teste de solubilidade

Moldes circulares de teflon (Polytetrafluoroethylene, DuPont, HABIA, Knivsta, Suécia) (Figura 8A) foram confeccionados com 1,5 mm de espessura e 7,75 mm de diâmetro interno, medidas preconizadas por CARVALHO-JÚNIOR et al. (2007b) baseado na Especificação nº57 da ANSI/ADA. Cada molde foi posicionado sobre lâmina de vidro (26 mm de largura, 76 mm de comprimento e 1,3 mm de espessura), recoberta por uma película de papel celofane, e preenchido com o cimento a ser testado. Um fio de nylon foi incluído na massa de cimento (Figura 8B) e outra lâmina de vidro, também envolta por celofane, foi posicionada sobre o molde. O conjunto foi pressionado, manualmente, até que as placas tocassem a superfície do molde uniformemente (Figura 8C).

Figura 8. Molde de teflon. B) Molde sendo preenchido com cimento e inserção do fio de nylon. C) Conjunto lâminas/molde de teflon sob pressão digital.

Em cada etapa do experimento dois moldes de teflon foram preenchidos por cimento, originando dois corpos-de-prova. Este procedimento foi repetido cinco vezes para cada grupo.

O conjunto composto pelo molde de teflon, placas de vidro, fio de nylon e cimento foi transferido para uma estufa com temperatura de 37°C e umidade relativa de 95%, permanecendo em repouso por período de três vezes o tempo de endurecimento do material.

Decorrido este tempo, os corpos-de-prova foram removidos dos moldes e pesados, dois a dois, em balança de precisão HM-200 ajustada a 0,0001 g para obtenção do peso inicial (Figura 9A).

Os corpos-de-prova foram suspensos, dois a dois, por meio da fixação dos fios de nylon no interior de recipientes plásticos com tampa contendo 7,5 mL de água destilada e deionizada, não permitindo o contato entre os corpos-de-prova e a superfície interna do recipiente (Figura 9B). Os recipientes foram levados à estufa com 95% de umidade relativa a 37°C, onde permaneceram por sete dias.

Figura 9. A) Balança de precisão HM-200. B) Corpos-de-prova no frasco contendo 7,5 mL de água deionizada e destilada.

Após este período, os corpos-de-prova foram removidos do líquido, enxaguados em água destilada e deionizada e colocados em desumidificador contendo ácido sulfúrico concentrado a 98% por 24 horas. Os corpos-de-prova foram então pesados, dois a dois, para obtenção do peso final.

Anotou-se a perda de massa das amostras, expressa como porcentagem da massa original, como sendo a solubilidade do material testado.

Os líquidos de imersão dos corpos-de-prova foram avaliados por meio de espectrômetro de absorção atômica (Varian, Mulgrave, Australia) para a quantificação dos íons Ca^{2+} , K^+ , Ni^{2+} , Pb^{2+} , Zn^{2+} e Ag^+ .

Para o preparo das soluções-padrão dos diferentes metais foram utilizadas soluções-estoque da Merk (Merk, Darmstadt, Alemanha) com concentração de $1000 \mu\text{g mL}^{-1}$, com exceção do níquel, para o qual se utilizou um padrão de níquel metálico (99,9%) para o preparo de uma solução de $1000 \mu\text{g mL}^{-1}$. Os conjuntos de soluções-padrão dos diferentes metais para a

obtenção da curva analítica foram preparados a partir de diluições adequadas das respectivas soluções-estoque. Os intervalos de concentração das soluções de referência foram os seguintes:

Ca^{2+} : 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 e 5,0 mg/L;

K^{+} : 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 e 1,0 mg/L;

Ni^{2+} : 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 e 5,0 mg/L;

Pb^{2+} : 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 e 5,0 mg/L;

Zn^{2+} : 0,2; 0,4; 0,8; 1,2 e 1,6 mg/L;

Ag^{+} : 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 e 5,0 mg/L.

Durante as análises dos líquidos de imersão no espectrômetro de absorção atômica, foram utilizados os seguintes comprimentos de onda: 442,7 nm para o cálcio; 766,5 nm para o potássio 213,9 nm; 589,0 nm para o sódio; 232,0 nm para o níquel; 213,9 nm para o zinco, 217 nm para o chumbo; 328,1 nm para a prata.

O espectrômetro de absorção atômica, empregado principalmente para a determinação de metais, é dotado de um conjunto de lâmpadas de cátodo oco que são utilizadas de acordo com o metal a ser analisado. Foram utilizadas as lâmpadas de cátodo oco de cálcio, zinco, chumbo, prata e níquel. O sódio e o potássio foram determinados por emissão atômica, prescindindo da utilização de lâmpadas.

As soluções de imersão dos corpos-de-prova foram diluídas, antes da análise, em função do nível de concentração de cada um dos metais analisados empregando-se um intervalo de diluição que variou de 2 a 250 vezes.

Análise dos cimentos por meio de MEV

Amostras circulares de 1,5 mm x 7,75 mm de diâmetro interno de cada cimento estudado foram preparadas com auxílio de matriz teflon. Após três vezes o tempo de endurecimento dos cimentos, as amostras foram clivadas imediatamente após esse período e, outras amostras foram imersas em 7,5 mL de água destilada e deionizada. Decorridos 7 dias foram removidas da água e clivadas com auxílio de lâmina de bisturi nº15.

Os espécimes foram fixados com fita adesiva dupla face (3M, São Paulo, SP, Brasil) em *stub* metálico circular, de 10 mm de diâmetro e 5 mm de altura, e levados ao aparelho metalizador (Bal-Tec AG, Balzers, Alemanha) para serem recobertos por fina camada da liga ouro-paládio. A análise foi realizada em microscópio eletrônico de varredura modelo JSM 5410 (JEOL Ltda, Tóquio, Japão) com 15 kV. Os espécimes foram avaliados, nas superfícies internas e externas, em visão panorâmica (35x) para localização das áreas representativas. Posteriormente, foi realizada análise qualitativa da ultra-estrutura, das porções interna e externa, com aumentos de 350, 2000 e 3500x.

Análise Estatística

Os dados foram submetidos a testes preliminares, com o auxílio do software GMC 8.1 (desenvolvido pelo Prof. Dr. Geraldo Maia Campos da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – FORP/USP) com o objetivo de verificar a normalidade da distribuição amostral. Como a amostra testada apresentou distribuição normal, foram aplicados testes estatísticos paramétricos com o auxílio do *software* SPSS *statistics* 17.0 para verificar a existência de diferença estatística significativa entre as médias e o Teste Complementar de Tukey-Kramer, para verificar a diferença entre os grupos, com nível de significância de 5% ($\alpha=0,05$).

RESULTADOS

RESULTADOS

Tempo de endurecimento

Os valores originais obtidos na avaliação do tempo de endurecimento estão evidenciados na Tabela II, como também os valores médios e os desvios-padrão da amostragem.

Tabela II. Valores originais, em minuto, média e desvio-padrão do tempo de endurecimento de cada cimento.

	AH Plus	GuttaFlow	RoekoSeal	Activ GP
	477,00	23,00	39,00	14,00
	482,00	22,00	42,00	17,00
	479,00	27,00	41,00	14,00
	485,00	23,00	38,00	15,00
	480,00	25,00	40,00	16,00
$\bar{X} \pm DP$	580,60$\pm$3,05	24,00$\pm$2,00	40,00$\pm$1,58	15,20$\pm$1,30

Os dados originais foram submetidos a testes preliminares, que indicaram ser a distribuição amostral normal. A Análise de Variância demonstrou haver diferença estatisticamente significativa ($p < 0,001$) entre os grupos estudados (Tabela III).

Tabela III. Análise de Variância.

Fonte de variação	Soma de quadr.	G.L.	Quadr. médios	(F)	P
Entre cimentos	115334,950	3	384448,983	87874,053	0,000
Resíduo	70,000	12	4,375		
Variação total	1153416,950	19			

A fim de esclarecer quais grupos eram diferentes entre si, aplicou-se o teste complementar de Tukey-Kramer (Tabela IV) e foi possível verificar que o AH Plus apresentou as maiores médias sendo estatisticamente diferente dos demais grupos ($p < 0,05$). Os cimentos GuttaFlow e RoekoSeal apresentaram valores intermediários e foram estatisticamente diferentes entre si e diferentes ($p < 0,05$) do cimento Activ GP que apresentou as menores médias, sendo estatisticamente diferente dos demais grupos estudados ($p < 0,05$).

Tabela IV. Teste de Tukey-Kramer: Tempo de endurecimento dos grupos testados.

Grupos	Média ± DP
AH Plus	580,60±3,05 a
GuttaFlow	24,00±2,00 b
RoekoSeal	40,00±1,58 c
Activ GP	15,20±1,30 d

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

Radiopacidade

As densidades radiográficas obtidas, em escala de cinza, forneceram a média da densidade radiográfica de cada material. Os dados originais, médias e desvios-padrão da diferença da densidade radiográfica estão evidenciados na Tabela V.

Tabela V. Valores originais, média e desvio-padrão da densidade radiográfica para cada milímetro de alumínio nos diferentes cimentos.

	AH Plus	GuttaFlow	RoekoSeal	Activ GP
	6,09	2,93	3,85	1,23
	5,80	3,04	3,98	1,94
	6,01	3,02	4,15	1,10
	6,08	3,03	3,93	1,08
	6,02	2,99	4,96	1,20
$\bar{X} \pm DP$	6,00±0,12	3,00±0,04	4,17±0,45	1,31±0,35

Os dados amostrais apresentaram-se normais. Assim, realizou-se a Análise de Variância que demonstrou haver diferença estatisticamente significativa ($p < 0,001$) entre os grupos estudados (Tabela VI).

Tabela VI. Análise de Variância.

Fonte de variação	Soma de quadr.	G.L.	Quadr. médios	(F)	P
Entre cimentos	58,447	3	19,482	223,324	0,000
Resíduo	1,396	16	0,087		
Variação total	59,842	19			

Para esclarecer quais grupos eram diferentes entre si, aplicou-se o teste complementar de Tukey-Kramer (Tabela VII) e foi possível verificar que o AH Plus apresentou as maiores médias sendo estatisticamente diferente dos demais grupos ($p<0,05$). Os cimentos GuttaFlow e RoekoSeal apresentaram médias intermediárias e foram estatisticamente diferentes entre si e dos demais grupos ($p<0,05$). O cimento Activ GP apresentou as menores médias sendo estatisticamente diferente dos demais ($p<0,05$).

Tabela VII. Teste de Tukey-Kramer: Densidade radiográfica entre os grupos testados.

Grupos	Média $\pm$ DP
AH Plus	6,00 $\pm$ 0,12 a
GuttaFlow	3,00 $\pm$ 0,04 b
RoekoSeal	4,17 $\pm$ 0,45 c
Activ GP	1,31 $\pm$ 0,35 d

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

De acordo com a Especificação nº57 da ANSI/ADA, todo material obturador de canal radicular deve apresentar radiopacidade superior ao equivalente a 3 mm de alumínio. Os resultados demonstraram que dos cimentos testados, apenas o Activ GP apresentou radiopacidade inferior aos 3 mm da escada de alumínio estabelecidos pela ANSI/ADA.

Alteração dimensional

Os dados originais, médias e desvios-padrão das dimensões, em porcentagem, obtidos para o teste de alteração dimensional estão evidenciados na Tabela VIII.

Tabela VIII. Valores originais, médias e desvio-padrão da alteração dimensional (%) dos corpos-de-prova dos diferentes cimentos estudados.

	AH Plus	GuttaFlow	RoekoSeal	Activ GP
	1,40	0,27	-1,11	1,66
	1,39	0,27	-1,39	1,96
	1,11	0,55	-1,39	1,95
	1,67	0,56	-1,38	1,94
	1,12	0,55	-1,40	2,22
$\bar{X} \pm DP$	1,34±0,23	0,44±0,16	-1,33±0,12	1,95±0,20

Os dados originais foram submetidos a testes preliminares, que indicaram ser a distribuição amostral normal. A Análise de Variância demonstrou haver diferença estatisticamente significativa ($p < 0,001$) entre os grupos estudados (Tabela IX).

Tabela IX. Análise de Variância.

Fonte de variação	Soma de Quadr.	G.L.	Quadr. médios	(F)	P
Entre cimentos	30,611	3	10,204	306,467	0,000
Resíduo	0,553	16	0,033		
Variação total	31,144	19			

A fim de esclarecer quais grupos eram diferentes entre si, aplicou-se o teste complementar de Tukey-Kramer (Tabela X) e foi possível verificar que o cimento AH Plus e Activ GP apresentaram as maiores médias e foram estatisticamente diferentes entre si e dos demais cimentos estudados ($p < 0,05$). O GuttaFlow apresentou valores médios intermediários e foi estatisticamente diferente dos demais grupos ($p < 0,05$). O RoekoSeal apresentou médias negativas, indicando contração, sendo estatisticamente diferente dos demais grupos ($p < 0,05$).

Tabela X. Teste de Tukey-Kramer: Alteração dimensional dos grupos testados.

Grupos	Média ± DP
AH Plus	1,34±0,23 a
GuttaFlow	0,44±0,16 b
RoekoSeal	-1,33±0,12 c
Activ GP	1,95±0,20 d

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

A Especificação nº 57 da ANSI/ADA estabelece que os cimentos não devam exceder a 1% de contração nem 0,1% de expansão. Dessa maneira somente o cimento Guttaflow está de acordo com a especificação.

Solubilidade

Os dados originais, médias e desvios padrões da solubilidade estão descritos na Tabela XI.

Tabela XI. Valores originais percentuais, média e desvio-padrão da solubilidade de cada cimento.

	AH Plus	GuttaFlow	RoekoSeal	Activ GP
	0,19	-0,48	0,54	11,78
	0,35	-0,41	0,32	11,46
	0,37	-0,37	0,49	11,34
	0,57	-0,28	0,57	12,40
	0,31	-0,12	0,56	12,01
$\bar{X} \pm DP$	0,36±0,14	-0,33±0,14	0,50±0,11	11,80±0,43

Os valores obtidos correspondem aos resultados da perda de massa inicial (Mi) menos a massa final (Mf) de cada uma das amostras, expressos em porcentagem. A Tabela XII mostra os valores médios e desvios-padrão, bem como a variação percentual da massa inicial do material após o teste de solubilidade.

Tabela XII. Variação percentual da massa inicial (g) do material após o teste de solubilidade nos diferentes grupos.

Grupos	Massa Inicial	Massa Final	Perda de massa	Solubilidade
AH Plus	0,5421	0,5402	0,0019	0,36
GuttaFlow	0,3171	0,3181	-0,0010	-0,33
RoekoSeal	0,3448	0,3431	0,0017	0,50
Activ GP	0,3239	0,2857	0,0382	11,80

Como a distribuição da amostra foi normal, realizou-se a Análise de Variância que demonstrou haver diferença estatisticamente significativa ($p < 0,01$) entre os grupos estudados (Tabela XIII).

Tabela XIII. Análise de Variância.

Fonte de variação	Soma de quadr.	G.L.	Quadr. médios	(F)	P
Entre cimentos	508,658	3	169,553	2926,602	0,000
Resíduo	0,927	16	0,058		
Variação total	509,585	19			

Com o intuito de esclarecer quais grupos eram diferentes entre si, aplicou-se o teste complementar de Tukey-Kramer (Tabela XIV) e verificou-se que o Activ GP apresentou as maiores médias e foi estatisticamente diferente dos demais grupos ($p < 0,05$). Os cimentos AH Plus e RoekoSeal apresentaram valores intermediários sendo estatisticamente semelhantes entre si ($p > 0,05$) e diferentes dos demais grupos ($p < 0,05$). O GuttaFlow apresentou as menores médias sendo estatisticamente diferente dos demais grupos estudados ($p < 0,05$).

Tabela XIV. Teste de Tukey-Kramer: Solubilidade dos grupos testados.

Grupos	Média $\pm$ DP
AH Plus	0,36 $\pm$ 0,14 a
GuttaFlow	-0,33 $\pm$ 0,14 b
RoekoSeal	0,50 $\pm$ 0,10 a
Activ GP	11,80 $\pm$ 0,43 c

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

A especificação nº 57 da ANSI/ADA exige que um cimento endodôntico não deve perder mais de 3% da sua massa quando a sua solubilidade é testada. Dessa forma, todos os grupos se mostraram dentro dos padrões exigidos pela especificação, com exceção das amostras do grupo Activ GP cuja solubilidade média foi 11,80%.

Espectrofotometria de absorção atômica

As quantidades de íons metálicos liberados no líquido de imersão das amostras, em cada grupo, estão dispostas na Tabela XV.

Tabela XV. Valores, em mg/L, de íons metálicos encontrados no líquido de imersão das amostras.

Íons metálicos	Grupos			
	AH Plus	GuttaFlow	RoekoSeal	Activ GP
Ca ²⁺	1,81±1,01	0,76±0,12	1,31±0,75	32,57±5,00
K ⁺	0,23±0,04	0,33±0,09	0,39±0,15	1,57±0,22
Ni ²⁺	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0
Pb ²⁺	<0,1	<0,1	0,23±0,04	0,20±0,02
Zn ²⁺	<0,2	0,25±0,05	<0,2	8,20±1,74
Ag ⁺	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0

Os dados expressos na Tabela XIV evidenciam que o cimento Activ GP apresentou liberação significativa de íons cálcio e sódio, já o cimento GuttaFlow apresentou os menores valores quanto a liberação de íons cálcio.

Em relação à liberação de íons potássio, todos os cimentos apresentaram baixa liberação. A liberação de íons de zinco foi evidenciada somente no cimento Activ GP. Os íons níquel, chumbo e prata não foram detectados no intervalo de concentração das curvas analíticas utilizadas.

Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise qualitativa dos espécimes, por meio de MEV, permitiu ilustrar as superfícies externa e interna encontradas nos cimentos endodônticos estudados, antes e após o teste de solubilidade.

As fotomicrografias da Figura 10 mostram as características da superfície externa e interna do cimento AH Plus. Na superfície externa, antes do teste de solubilidade (Figura 10A), observa-se a superfície da matriz resinosa com característica homogênea, compacta, com aspecto rugoso e irregular. Após o teste de solubilidade, observa-se matriz resinosa homogênea, compacta, porém com aspecto ligeiramente mais liso na Figura 10B. A Figura 10C (superfície interna antes do teste de solubilidade) ilustra estrutura compacta e irregular, cuja morfologia da matriz resinosa é determinada por polímeros arredondados, tamanhos variados e distribuídos de maneira não uniforme. Após o teste de solubilidade (Figura 10D), a estrutura interna apresenta-se menos compacta, onde sobressaem os polímeros arredondados, de tamanhos variados e irregularmente distribuídos.

Figura 10. Fotomicrografias das superfícies externa e interna do cimento AH Plus antes e após o teste de solubilidade. A) Superfície externa homogênea, compacta, com aspecto rugoso, antes do teste de solubilidade. B) Superfície externa, após o teste de solubilidade, com característica homogênea, ligeiramente mais lisa. C) Superfície interna, antes do teste de solubilidade, com característica estrutural compacta e irregular, polímeros arredondados, de tamanhos variados e distribuídos de maneira não uniforme. D) Após o teste de solubilidade, a estrutura da superfície interna apresenta-se mais compacta e irregular, polímeros arredondados de tamanhos e números variados, distribuídos de maneira não uniforme.

A Figura 11 (A, B) ilustra as superfícies externas, antes e após o teste de solubilidade, do cimento GuttaFlow, respectivamente. A superfície externa, tanto antes como após o teste de solubilidade, apresentou superfície lisa e irregular, entretanto, após o teste de solubilidade a superfície evidenciou maior quantidade de elementos radiopacos. A superfície interna antes do teste de solubilidade (Figura 11C) apresenta superfície irregular e com rugosidades. Já a superfície interna após o teste de solubilidade evidencia uma superfície mais irregular e rugosa com evidências de pontos de alto peso molecular (Figura 11D).

Figura 11. Fotomicrografias das superfícies externa e interna do cimento GuttaFlow antes e após o teste de solubilidade. A) Superfície externa homogênea, com aspecto liso, antes do teste de solubilidade. B) Superfície externa, após o teste de solubilidade, com característica homogênea com aspecto liso. C) Superfície interna, antes do teste de solubilidade, com característica estrutural irregular e rugosa. D) Após o teste de solubilidade, a estrutura da superfície interna apresenta-se mais irregular e rugosa.

As fotomicrografias da Figura 12 mostram características semelhantes na porção externa do cimento RoekoSeal, sendo que após a realização do teste nota-se pontos de maior densidade que sugerem elementos de maior peso molecular (Figura 12B). A superfície interna antes do teste de solubilidade (Figura 12C) apresenta estrutura lisa e compacta com pontos densos sugerindo a presença de elementos de alto peso molecular. Já após o teste de solubilidade (Figura 12D) a estrutura do cimento apresenta-se mais compacta e lisa com maior evidencia dos elementos de alto peso molecular.

Figura 12. Fotomicrografias das superfícies externa e interna do cimento RoekoSeal antes e após o teste de solubilidade. A) Superfície externa homogênea, com aspecto liso, antes do teste de solubilidade. B) Superfície externa, após o teste de solubilidade, com característica homogênea, com aspecto liso. C) Superfície interna, antes do teste de solubilidade, com característica estrutural lisa e compacta. D) Após o teste de solubilidade, a estrutura da superfície interna apresenta-se homogênea, lisa e mais compacta.

A Figura 13 ilustra as fotomicrografias da porção externa e interna do cimento Activ GP. Este cimento exibe superfície externa homogênea, com rugosidades e trincas em sua matriz, tanto antes como após o teste de solubilidade que podem ser observadas nas Figuras 13A e 13B. As Figuras 13C e 13D exibem superfícies internas irregulares, com maior quantidade de trincas que a superfície externa, tanto antes (Figura 13C) como após o teste de solubilidade (Figura 13 D).

Figura 13. Fotomicrografias das superfícies externas e internas do cimento Activ GP, antes e após o teste de solubilidade. A e B) Superfície externa homogênea, com rugosidades e trincas em sua matriz, tanto antes como após o teste de solubilidade. C e D) Superfícies internas irregulares, com maior quantidade de trincas, tanto antes como após o teste de solubilidade.

DISSCUSSÃO

DISCUSSÃO

A *American Dental Association* (ADA) efetivou, em 1983, sob o título de Especificação 57, uma série de normas e testes para a avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores endodônticos, com a finalidade de promover uniformidade dos resultados, o que levou os pesquisadores a realizarem estes testes com maior critério e rigor científico. Esta especificação determina, para avaliação das propriedades físico-químicas dos materiais obturadores endodônticos, os seguintes testes: escoamento, espessura do filme, tempo de endurecimento, radiopacidade, solubilidade e desintegração e estabilidade dimensional.

Em 2000, a Especificação nº57 da ANSI/ADA alterou a designação de solubilidade e desintegração, estabelecida em 1984, para solubilidade.

Em relação à metodologia utilizada nesse estudo, alguns aspectos merecem ser destacados para seu entendimento. O experimento foi baseado na Especificação nº 57 da ANSI/ADA, com modificações propostas por CARVALHO-JÚNIOR et al. (2007b), seguido por RESENDE et al. (2009), que sugeriram redução de 80 %, em volume, do cimento obturador necessário para a realização dos testes de solubilidade e estabilidade dimensional, a fim de reduzir a quantidade de material necessário para realização dos testes. Os autores demonstraram que a diminuição de volume dos corpos-de-prova não alterou os resultados e sugeriram a avaliação do líquido resultante em espectrômetro de absorção atômica para análise dos íons liberados.

Para evitar os efeitos que as variações da umidade e da temperatura poderiam provocar nos resultados dos testes, seguiu-se a determinação da ADA, que preconiza as condições de 23 ± 2 graus centígrados de temperatura e umidade relativa de 95%.

No presente estudo, as imagens radiográficas dos cimentos para o teste de radiopacidade foram obtidas pelo sistema digital Digora, com o auxílio de um sensor, substituindo, então, a película radiográfica convencional e, utilizando o *software Digora for Windows 1.51*.

A imagem digital possui resolução espacial menor que a obtida por meio do filme radiográfico e maior resolução de contraste. A resolução espacial está relacionada ao número de *pixels* existentes na imagem e a de contraste é definida pelo número de tons de cinza, que varia de 0 a 255 (CARVALHO-JUNIOR et al., 2007a, TANOMARU-FILHO et al., 2008).

As vantagens da utilização do sistema digital são necessidade de pouca exposição para haver sensibilização do sensor, e captação, processamento, armazenamento e mensuração da imagem pelo próprio Digora e seu sistema operacional. Além disso, a análise feita por densitometria óptica revela um limite de 16 e 14 níveis de cinza que o olho humano pode distinguir, enquanto que o sistema digital oferece uma escala que chega a 256 níveis de cinza (CARVALHO-JUNIOR et al., 2007a).

As normas da Especificação n° 57 da ANSI/ADA (2000) exigem que um cimento obturador de canal radicular não deve ter o tempo de endurecimento superior a 10% daquele determinado pelo fabricante. Os valores médios de tempo de endurecimento dos cimentos testados informados pelos fabricantes são de 480 min para o AH Plus, 25 a 30 min para o GuttaFlow, 45 a 50 min para o RoekoSeal. O fabricante do cimento Activ GP informa que o tempo de trabalho corresponde a 11,5 minutos, não informando, portanto, o tempo de endurecimento. Dessa maneira, a análise dos resultados obtidos no presente estudo permitiram concluir que os cimentos AH Plus, GuttaFlow e RoekoSeal estão de acordo com as normas.

Os resultados evidenciaram que o cimento AH Plus apresentou os maiores valores de tempo de endurecimento em função de apresentar matrizes poliméricas bisfenol A e bisfenol F, que possuem peso molecular alto quando comparados com os polímeros de polidimetilsiloxano (CASE et al., 2005). A polimerização ocorre pela interação das resinas epóxi com as aminas que atuam como catalisadores da reação, e essa reação é lenta uma vez que conversão dos monômeros em polímeros ocorre de modo gradual (LINGIBSON et al., 2006). O cimento AH Plus apresenta em sua formulação dibenzildiamina, amino adamantano e triciclododecanodiamina que correspondem a aminas ciclo alifáticas e aromáticas (McDERMOTT, 1990). Estes agentes são responsáveis pelo maior tempo de endurecimento da resina (MARK et al., 1986).

Segundo CARVALHO-JUNIOR et al. (2003), o mecanismo de endurecimento dos cimentos à base de ionômero de vidro de dá em duas fases: a) Quando o pó e o líquido são misturados, formando uma pasta, as superfícies das partículas de vidro são atacadas pelo ácido. Íons cálcio, alumínio, sódio e flúor são deslocados para o meio aquoso. As cadeias de ácido formam uma ligação cruzada com os íons cálcio, constituído uma massa sólida; Nas 24 horas seguintes, forma-se uma nova fase, chamada de processo de maturação, no qual os íons alumínio se unem dentro da mistura de cimento. Os íons sódio e flúor não participam da ligação cruzada do cimento. Alguns íons sódio podem substituir os íons de hidrogênio dos grupos carboxílicos, enquanto o resto combina-se com íons flúor formando fluoreto de sódio, que se dispersa de modo uniforme no cimento endurecido.

Ainda durante o processo de maturação, a fase de ligação cruzada é também hidratada pela água usada como meio. As partículas de vidro que não reagiram são revistadas por gel de sílica, que se formam durante remoção dos cátions da superfície das partículas. Assim, o cimento endurecido consiste em um aglomerado de partículas de pó que não reagem, circundadas por um gel de sílica em uma matriz amorfa de cálcio hidratado e de polissais de alumínio (WILSON; McLEAN, 1988; CARVALHO-JUNIOR et al., 2003).

A água é o componente mais importante do líquido do cimento de ionômero de vidro, uma vez que serve inicialmente com um meio de reação e hidrata lentamente a matriz cruzada, aumentando a resistência do material. Durante o período inicial da reação, a água pode ser prontamente removida pela dessecação, sendo chamada de *água perdida*. À medida que o endurecimento continua, a mesma água hidrata a matriz e não pode ser removida pela dessecação, sendo então chamada de *água firmemente aderida*. Esta hidratação produz uma estrutura de gel estável e estabelece a resistência do cimento. Se o cimento recém-manipulado for mantido isolado do ar, a água se tornará firmemente aderida o que resultará em um cimento forte e menos suscetível à mistura (WILSON; McLEAN, 1998; CARVALHO-JUNIOR et al., 2003).

Segundo WILSON; McLEAN (1988), se as misturas forem expostas ao ar sem qualquer proteção, as superfícies sofrerão fissuras, como resultado da dessecação, conforme observado no presente trabalho quando a estrutura da superfície foi avaliada por meio de MEV em que se observou a presença fissuras ou trincas (Figura 13).

O endurecimento dos cimentos à base de silicone acontece por meio de uma reação de polimerização (MARK, 1990) entre polidimetilsiloxano com os óleos de silicone e parafina catalisada pela platina, o que ocorre com o cimento RoekoSeal. Entretanto, o cimento GuttaFlow apresenta guta-percha e nanopartículas de prata que funcionam como carga, ficando em cavidades poliméricas e não participando da polimerização. O que pode explicar a liberação significativa de íons Zn^{2+} , quando foi realizada no presente estudo a análise por espectrometria de absorção atômica das amostras de água utilizadas no teste de solubilidade.

Na análise do teste de radiopacidade, as densidades radiográficas obtidas, em escala de cinza, forneceram a média da densidade radiográfica de cada material. De acordo com a Especificação nº 57 da ANSI/ADA, todo material obturador de canal radicular deve apresentar radiopacidade superior ou equivalente a 3 mm de alumínio. Os resultados demonstraram que, dos cimentos testados, apenas o Activ GP apresentou radiopacidade inferior aos 3 mm da escala de alumínio estabelecidos pela ANSI/ADA.

Analisando as formulações dos cimentos estudados, observou-se que os cimentos possuem agentes radiopacificadores, compatíveis com substâncias de peso atômico elevado, que determinam a radiopacidade do cimento. O cimento AH Plus apresenta o óxido de zircônio, óxido de ferro e tungstato de cálcio, que lhe conferiram, no presente estudo, a maior radiopacidade dos cimentos analisados, estando de acordo com os achados de DUARTE et al. (2007), TANOMARU FILHO et al. (2007); CARVALHO-JÚNIOR et al. (2007) e RESENDE et al. (2009).

O cimento RoekoSeal contém em sua fórmula o dióxido de zircônio, o que provavelmente explica a sua radiopacidade que, segundo TANOMARU FILHO et al. (2007), é semelhantes à radiopacidade dos cimentos a base de óxido de zinco eugenol. Embora o cimento GuttaFlow apresente também em sua fórmula o dióxido de zircônio e nanopartícula de prata, esse apresentou valores menores de radiopacidade, que pode ser explicado provavelmente pela quantidade destes componentes. Vale salientar que a presença da nanopartículas de prata, segundo TASDEMIR et al. (2008) tem a função preservar a obturação de uma contaminação bacteriana.

O cimento Activ GP foi o cimento endodôntico estudado que apresentou menor radiopacidade, uma vez, que não apresenta em sua fórmula material radiopaco específico. Segundo TANOMARU et al. (2008), a presença do pó de alumínio silicato de bário e vidro não favorecem a radiopacidade. Os resultados obtidos no presente estudo são compatíveis com os valores de radiopacidade de cimentos de ionômero de vidro restauradores (TURGUT et al., 2003).

SOUSA-NETO et al. (1999) fizeram considerações sobre as propriedades de solubilidade e desintegração, e ressaltaram que a solubilidade consiste na capacidade de uma substância em se dissolver em outra, expressa pela concentração da solução saturada da primeira na segunda. A desintegração, por sua vez, é o ato ou efeito de desintegrar-se, separar-se de um todo. Na solubilidade, não existe partícula em suspensão (o solvente permanece límpido), enquanto que na desintegração existe a liberação de partículas do corpo-de-prova que ficam em suspensão (o solvente torna-se turvo).

A Especificação nº 57 da ANSI/ADA, estabelece que um cimento endodôntico não deve perder mais de 3% da sua massa quando a sua solubilidade é testada. No presente estudo foi possível observar que o cimento Activ GP apresentou solubilidade média de 11,80%, o cimento Guttaflow apresentou média negativa de solubilidade, enquanto que os cimentos AH Plus e RoekoSeal apresentaram valores dentro da Especificação nº 57 da ANSI/ADA.

O cimento Activ GP apresentou altos valores de solubilidade, isso ocorre provavelmente em função do cimento de ionômero de vidro sofrer interferência da umidade durante a reação de endurecimento, uma vez que essa reação necessita de 24 horas para se completar já que, segundo KAPLAN et al. (1997), é imprescindível a ausência de umidade. Vale salientar que FRIEDMAN et al (1991) ressaltaram que a desintegração dos cimentos endodônticos depende da composição dos mesmos e do aspecto químico da reação de endurecimento.

WILSON; McLEAN (1988) relataram que a contaminação durante a reação entre os ácidos e o íon cálcio, que ocorre na primeira fase da reação de endurecimento, pode causar dissolução dos cátions e ânions que formam a matriz para as áreas circunjacentes, desestabilizando as ligações cruzadas entre os íons Ca^{2+} e Al^{3+} que formam polissais com grupamentos COO^- do ácido poliacrílico, o que pode justificar a liberação significativa de íons Ca^{2+} , quando foi realizada no presente estudo a análise por espectrometria de absorção atômica das amostras da água utilizada no teste de solubilidade.

A análise dos resultados da solubilidade permite observar que os cimentos a base de silicone apresentaram valores opostos, sendo que o

GuttaFlow apresentou adsorção de água e o RoekoSeal perdeu massa. A presença da guta-percha no GuttaFlow provavelmente aumentou a dimensão da cavidade polimérica do polidimetilsiloxano e óleos, tornando sua estrutura molecular mais aberta, permitindo a adsorção de água e a liberação de óxidos. As fotomicrografias (Figuras 11 e 12) mostram as diferenças estruturais dos cimentos GuttaFlow e RoekoSeal, apresentando-se mais fechada neste último. Estes resultados são coerentes com aqueles observados no teste de estabilidade dimensional, onde o GuttaFlow expandiu e o RoekoSeal contraiu (Tabela VII). O resultado do GuttaFlow pode ser explicado pela presença da guta-percha que, por ser uma resina vegetal, ocupa um espaço maior entre o cruzamento polimérico, diferentemente do RoekoSeal que apresenta apenas os óxidos entre estes cruzamentos.

Para o teste de estabilidade dimensional, a *American Dental Association* preconiza que nenhum material deve apresentar contração superior a 1%. Portanto, os cimentos AH Plus, Guttaflow e Activ GP (Tabela VIII) enquadram-se na Especificação, já o cimento RoekoSeal apresentou contração superior a 1%.

Segundo CARVALHO-JUNIOR et al. (2007b) e RESENDE et al. (2009), a expansão do cimento AH Plus pode ser explicada através da adsorção de água pela resina epóxi após a polimerização, uma vez que a água interage com o oxigênio presente nas resinas de Bisfenol A e Bisfenol F, por meio de pontes de hidrogênio.

A reação das resinas epóxi resulta em cadeias poliméricas que se tornam mais fechadas quanto mais cruzamentos houver entre elas. No caso do cimento AH Plus, a adição do Bisfenol F, juntamente com o Bisfenol A, torna

sua estrutura mais rígida e fechada, melhorando seu desempenho mecânico, químico e térmico (McDERMOTT, 1990). Tal assertiva justifica os baixos valores de solubilidade do AH Plus e pode ser verificada a partir da análise em MEV (Figura 10), realizada no presente estudo, em que se observa a estrutura da superfície interna compacta e irregular, polímeros de tamanhos e números variados.

CONCLUSÕES

CONCLUSÕES

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

1. O cimento Activ GP à base de ionômero de vidro não atendeu às exigências da Especificação nº 57 da ANSI/ADA em relação ao tempo de endurecimento, radiopacidade, solubilidade e alteração dimensional.
2. O cimento à base de silicone (Guttaflow) atendeu às exigências da Especificação nº 57 da ANSI/ADA em relação ao tempo de endurecimento, radiopacidade, solubilidade e alteração dimensional.
3. O cimento à base de silicone (RoekoSeal) atendeu às exigências da Especificação nº 57 da ANSI/ADA em relação ao tempo de endurecimento, radiopacidade, solubilidade.
4. O cimento à base de resina epóxi (AH Plus) atendeu às exigências da Especificação nº 57 da ANSI/ADA em relação à radiopacidade e solubilidade.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AL-NAZHAN, S. Physical properties of root canal filling material. **Saudi Dental Journal**, v. 1, n. 1, p. 27-29, 1989.

ANSI/ADA. Specification n. 57. **Endodontic Sealing Material**, Chicago, USA., 1983

ANSI/ADA. Specification n° 57. **Endodontic Sealing Material**, Chicago, USA, 2000.

BAKSI, B. G.; SEN, B. H.; EYUBOGLU, T. F. Differences in aluminum equivalent values of endodontic sealers: conventional versus digital radiography. **Journal of Endodontics**, v. 34, n. 9, p. 1101-1104, 2008.

BARBIZAM, J. V. B.; FARINIUK, L. F.; MARCHESAN, M. A.; PECORA, J. D.; SOUSA-NETO, M. D. Effectiveness of manual and rotatory instrumentation techniques for cleaning flattened root canals. **Journal of Endodontics**, v. 28, n. 5, p. 365-366, 2002.

BENDER, I. B.; SELTZER, S.; SOLTANOFF, W. Endodontic success--a reappraisal of criteria. I. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology**, v. 22, n. 6, p. 780-789, 1966.

BODRUMLU, E.; SUMER, A. P.; GUNGOR, K. Radiopacity of a new root canal sealer, Epiphany. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontics**, v. 104, n. 5, p. e59-61, 2007.

BOUILLAGUET, S.; BERTOSSA, B.; KREJCI, I.; WATAHA, J. C.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Alternative adhesive strategies to optimize bonding to radicular dentin. **Journal of Endodontics**, v. 33, n. 10, p. 1227-1230, 2007.

CARVALHO-JUNIOR, J. R.; CORRER-SOBRINHO, L.; CORRER, A. B.; SINHORETI, M. A.; CONSANI, S.; SOUSA-NETO, M. D. Radiopacity of root filling materials using digital radiography. **International Endodontic Journal**, v. 40, n. 7, p. 514-520, 2007a.

CARVALHO-JUNIOR, J. R.; CORRER-SOBRINHO, L.; CORRER, A. B.; SINHORETI, M. A.; CONSANI, S.; SOUSA-NETO, M. D. Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. **Journal of Endodontics**, v. 33, n. 9, p. 1110-1116, 2007b.

CARVALHO-JUNIOR, J. R.; GUIMARAES, L. F.; CORRER-SOBRINHO, L.; PECORA, J. D.; SOUSA-NETO, M. D. Evaluation of solubility, disintegration, and dimensional alterations of a glass ionomer root canal sealer. **Brazilian Dental Journal**, v. 14, n. 2, p. 114-118, 2003.

CASE S. L.; O'BRIEN E. P.; WARD T. C. Cure profiles, crosslink density, residual stresses, and adhesion in a model epoxy, **Polymer**, v. 46, n. 24, p. 10831-10840, 2005.

DONADIO, M.; JIANG, J.; SAFAVI, K. E.; ZHU, Q. Cytotoxicity evaluation of Activ GP and Resilon cones in vitro. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontics**, v. 106, n. 1, p. e76-79, 2008.

DONNELLY, A.; SWORD, J.; NISHITANI, Y.; YOSHIYAMA, M.; AGEE, K.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Water sorption and solubility of methacrylate resin-based root canal sealers. **Journal of Endodontics**, v. 33, n. 8, p. 990-994, 2007.

DUARTE, M. A.; DE, O. D. A. C.; DE MORAES, I. G. Determination of pH and calcium ion release provided by pure and calcium hydroxide-containing AHPlus. **International Endodontic Journal**, v. 37, n. 1, p. 42-45, 2004.

ELAYOUTI, A.; ACHLEITHNER, C.; LOST, C.; WEIGER, R. Homogeneity and adaptation of a new gutta-percha paste to root canal walls. **Journal of Endodontics**, v. 31, n. 9, p. 687-690, 2005.

FRIEDMAN, S.; PICCA, M.; MACCHI, R. L.; KAPLAN, A. E. Solubility of endodontic sealers in water. **Journal of Dental Research**, v. 78, n. 5, p. 921, 1991.

GOLDBERG, F. Endodontic implants: a scanning electron microscopic study. **International Endodontic Journal**, v. 15, n. 2, p. 77-78, 1982.

HASHEM, A. A. R.; GHONEIM, A. G.; LUTFY, R. A.; FOU DA, M. Y. The effect of different irrigating solutions on bond strength of two root canal-filling systems. **Journal of Endodontics**, v. 35, n. 4, p. 537-540, 2009.

KAPLAN, A. E.; GOLDBERG, F.; ARTAZA, L. P.; DE SILVIO, A.; MACCHI, R. L. Disintegration of endodontic cements in water. **Journal of Endodontics**, v. 23, n. 7, p. 439-441, 1997.

LEONARD, J. E.; GUTMANN, J. L.; GUO, I. Y. Apical and coronal seal of roots obturated with a dentine bonding agent and resin. **International Endodontic Journal**, v. 29, n. 2, p. 76-83, 1996.

LIN-GIBSON, S.; LANDIS, F. A.; DRZAL, P. L. Combinatorial investigation of the structure-properties characterization of photopolymerized dimethacrylate networks. **Biomaterials**, v. 27, n. 9, p. 1711-1717, 2006.

MARK, H. F.; BIKALES, M. N.; OVERBERGER, C. G.; MENGES, G., **Encyclopedia of polymer science and engineering, Emulsion polymerization to fibers, manufacture**, v. 6, John Wiley & Sons, New York, 1986.

MARK, J. E.; **Silicon Polymer Science. A comprehensive Resource**, Adv. Chem. Ser., 224, Am Chem. Soc., Washington, DC, 1990.

McDERMOTT, J. **The structure of the advanced composites industry**. Advance composites Bluebook, 1990.

McLEAN, J. W. The clinical use of Glass-ionomer Cements. **Dental Clinical North American**, v. 36, p. 693-711, 1992.

MILETIC, I.; DEVCIC, N.; ANIC, I.; BORCIC, J.; KARLOVIC, Z.; OSMAC, M. The cytotoxicity of RoekoSeal and AH plus compared during different setting periods. **Journal of Endodontics**, v. 31, n. 4, p. 307-309, 2005.

NAJAR, A. L.; SAQUY, P. C.; VANSAN, L. P.; SOUSA-NETO, M. D. Adhesion of a glassionomer root canal sealer to human dentine. **Australian Endodontic Journal**, v. 29, n. 1, p. 20-2, 2003.

NUNES, V. H.; SILVA, R. G.; ALFREDO, E.; SOUSA-NETO, M. D.; SILVA-SOUSA, Y. T. Adhesion of Epiphany and AH Plus sealers to human root dentin treated with different solutions. **Brazilian Dental Journal**, v. 19, n. 1, p. 46-50, 2008.

ONAY, E. O.; UNGOR, M.; OZDEMIR, B. H. In vivo evaluation of the biocompatibility of a new resin-based obturation system. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontics**, v. 104, n. 3, p. 60-66, 2007.

ORDINOLA-ZAPATA, R.; BRAMANTE, C. M.; GRAEFF, M. S.; DEL CARPIO PEROCHENA, A.; VIVAN, R. R.; CAMARGO, E. J.; GARCIA, R. B.; BERNARDINELI, N.; GUTMANN, J. L.; DE MORAES, I. G. Depth and percentage of penetration of endodontic sealers into dentinal tubules after root

canal obturation using a lateral compaction technique: a confocal laser scanning microscopy study. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology Oral Radiology and Endodontics**, v. 108, n. 3, p. 450-457, 2009.

ØRSTAVIK, D.; NORDAHL, I.; TIBBALLS, J. E. Dimensional change following setting of root canal sealer materials. **Dental Materials**, v. 17, n. 6, p. 512-519, 2001.

ÖZOK, A. R.; VAN DER SLUIS, L. W.; WU, M. K.; WESSELINK, P. R. Sealing ability of a new polydimethylsiloxane-based root canal filling material. **Journal of Endodontics**, v. 34, n. 2, p. 204-207, 2008.

PITT FORD, T. R. The leakage of root fillings using glass ionomer cement and other materials. **British Dental Journal**, v. 146, n. 9, p. 273-278, 1979.

RESENDE, L. M.; RACHED-JUNIOR, F. J.; VERSIANI, M. A.; SOUZA-GABRIEL, A. E.; MIRANDA, C. E.; SILVA-SOUSA, Y. T.; SOUSA NETO, M. D. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus, Epiphany, and Epiphany SE root canal sealers. **International Endodontic Journal**, v. 42, n. 9, p. 785-793, 2009.

RICUCCI D.; SIQUEIRA J. F.; JR., BATE A. L.; PITT FORD T. R. Histologic investigation of root canal-treated teeth with apical periodontitis: a retrospective study from twenty-four patients. **Journal of Endodontics**, v. 35, n. 4, 493-502, 2009.

SCHAFER, E.; ZANDBIGLARI, T. Solubility of root-canal sealers in water and artificial saliva. **International Endodontic Journal**, v. 36, n. 10, p. 660-669, 2003.

SCHILDER, H. Cleaning and shaping the root canal. **Dental Clinics of North America**, v. 18, n. 2, p. 269-296, 1974.

SCHROEDER, A. [The impermeability of root canal filling material and first demonstrations of new root filling materials.]. **SSO Schweiz Monatsschr Zahnheilkd**, v. 64, n. 9, p. 921-931, 1954.

SELTZER, S.; BENDER, I. B.; TURKENKOPF, S. Factors Affecting Successful Repair after Root Canal Therapy. **Journal of American Dental Association**, v. 67, n., p. 651-662, 1963.

SIMÕES FILHO, A. P. [Contribution to the study of root canal filling materials. Study of the solubility and deterioration of cements and pastes for endodontic use]. **Revista da Faculdade de Farmácia e Odontologia de Araraquara**, v. 2, n. 2, p. 295-297, 1968.

SJÖGREN, U.; HAGGLUND, B.; SUNDQVIST, G.; WING, K. Factors affecting the long-term results of endodontic treatment. **Journal of Endodontics**, v. 16, n. 10, p. 498-504, 1990.

SMITH, M. A.; STEIMAN, H. R. An in vitro evaluation of microleakage of two new and two old root canal sealers. **Journal of Endodontics**, v. 20, n. 1, p. 18-21, 1994.

SOUSA-NETO, M. D.; GUIMARAES, L. F.; SAQUY, P. C.; PECORA, J. D. Effect of different grades of gum rosins and hydrogenated resins on the solubility, disintegration, and dimensional alterations of Grossman cement. **Journal of Endodontics**, v. 25, n. 7, p. 477-480, 1999.

SOUSA, C. J.; MONTES, C. R.; PASCON, E. A.; LOYOLA, A. M.; VERSIANI, M. A. Comparison of the Intraosseous Biocompatibility of AH Plus, EndoREZ, and Epiphany Root Canal Sealers. **Journal of Endodontics**, v. 32, n. 7, p. 656-662, 2006.

STRINDBERG, L. Z. The dependence of the results of pulp therapy on certain factors. An analytic study based on radiograph and clinical follow-up examinations. **Acta Odontologica Scandinavica**, v. 14, n. Suppl. 21, p. 1-175, 1956.

TANOMARU-FILHO, M.; DA SILVA, G. F.; DUARTE, M. A.; GONCALVES, M.; TANOMARU, J. M. Radiopacity evaluation of root-end filling materials by digitization of images. **Journal of Endodontic**, v. 33, n. 3, p. 249-251, 2007.

TANOMARU-FILHO, M.; JORGE, E. G.; TANOMARU, J. M.; GONCALVES, M. Evaluation of the radiopacity of calcium hydroxide- and glass-ionomer-based root canal sealers. **International Endodontic Journal**, v. 41, n. 1, p. 50-53, 2008.

TASDEMIR, T.; YESILYURT, C.; YILDIRIM, T.; ER, K. Evaluation of the radiopacity of new root canal paste/sealers by digital radiography. **Journal of Endodontics**, v. 34, n. 11, p. 1388-1390, 2008.

TAY, F. R.; LOUSHINE, R. J.; WELLER, R. N.; KIMBROUGH, W. F.; PASHLEY, D. H.; MAK, Y. F.; LAI, C. N.; RAINA, R.; WILLIAMS, M. C. Ultrastructural evaluation of the apical seal in roots filled with a polycaprolactone-based root canal filling material. **Journal of Endodontics**, v. 31, n. 7, p. 514-519, 2005.

TURGUT, M. D.; ATTAR, N.; ONEN, A. Radiopacity of direct esthetic restorative materials. **Operative Dentistry**, v. 28, n. 5, p. 508-514, 2003.

UREYEN KAYA, B.; KECECI, A. D.; ORHAN, H.; BELLİ, S. Micropush-out bond strengths of gutta-percha versus thermoplastic synthetic polymer-based systems - an ex vivo study. **International Endodontic Journal**, v. 41, n. 3, p. 211-218, 2008.

VERSIANI, M. A.; CARVALHO-JUNIOR, J. R.; PADILHA, M. I.; LACEY, S.; PASCON, E. A.; SOUSA-NETO, M. D. A comparative study of physicochemical properties of AH Plus and Epiphany root canal sealants. **International Endodontic Journal**, v. 39, n. 6, p. 464-471, 2006.

WILSON, A. D.; KENT, B. E. New translucent cement for dentistry. Glass ionomer cement. **British Dental Journal**, v. 132, n.4, p. 133-4, 1972.

WILSON, A. D.; McLEAN, J. W. **Glass ionomer cements**. Chicago, Quintessence, 1988

ZIELINSKI, T. M.; BAUMGARTNER, J. C.; MARSHALL, J. G. An evaluation of Guttaflow and gutta-percha in the filling of lateral grooves and depressions. **Journal of Endodontics**, v. 34, n. 3, p. 295-298, 2008.

ZMENER, O.; DOMINGUEZ, F. V. Tissue response to a glass ionomer used as an endodontic cement. A preliminary study in dogs. **Oral Surgery Oral Medicine Oral Pathology**, v. 56, n. 2, p. 198-205, 1983.