



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”



Faculdade de Odontologia de Araraquara

CAMILA GALLETTI ESPIR

**Alteração volumétrica por análise microtomográfica, solubilidade e
capacidade seladora bacteriana de diferentes materiais retro-
obturadores**

Araraquara

2014



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



CAMILA GALLETI ESPIR

**Alteração volumétrica por análise microtomográfica, solubilidade e
capacidade seladora bacteriana de diferentes materiais retro-
obturadores**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia – Área de Endodontia, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Fabio Luiz Camargo Villela Berbert

Co-Orientadora: Profa.Dra. Juliane Maria Guerreiro Tanomaru

Araraquara

2014

Espir, Camila Galletti

Alteração volumétrica por análise microtomográfica, solubilidade e capacidade seladora bacteriana de diferentes materiais retro-obturadores/ Camila Galletti Espir - Araraquara: [s.n.], 2014.

51 f. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Odontologia

Orientadora: Prof. Dr. Fabio Luiz Camargo Villela Berbert

1. Endodontia 2. Propriedades físicas 3. Materiais dentários
I.Título

CAMILA GALLETTI ESPIR

Alteração volumétrica por análise microtomográfica, solubilidade e capacidade seladora bacteriana de diferentes materiais retro-obturadores

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Fabio Luiz Camargo Villela Berbert

2º examinador: Prof. Dr. Mario Tanomaru Filho

3º examinador: Prof. Dr. Fernando Simões Crisci

Araraquara, 20 de março de 2014

DADOS CURRICULARES

CAMILA GALLETI ESPIR

NASCIMENTO 08/04/1988

Jales – São Paulo

FILIAÇÃO Frederico Abdulmassih Espir

Estela Maria Silva Galletti Abdulmassih Espir

2007 – 2011 Curso de Graduação em Odontologia

Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP

2010 - 2011 Curso de aperfeiçoamento em Endodontia

Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia –
FAEPO

2012 – 2014 Curso de Especialização em Endodontia

Fundação Araraquarense de Ensino e Pesquisa em Odontologia –
FAEPO

2012 – 2014 Curso de Mestrado em Odontologia - Endodontia

Faculdade de Odontologia de Araraquara

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho primeiramente a Deus. E além de dedicar, devo apenas agradecer por todas as bênçãos recebidas que tornaram possível a realização deste sonho. Graças a Ele, tive forças para superar dificuldades, coragem para enfrentar meus medos e fé para seguir sempre em frente.

Aos meus pais, Estela e Frederico. Dedicar à vocês esta conquista é uma honra para mim. A começar por tê-los como pais, sem vocês nada disso seria possível. Sempre presentes, mesmo que de longe, a força e o carinho que sempre me dedicaram foram indispensáveis para que este sonho se tornasse realidade. Tenho em vocês meu porto seguro para a vida toda e nunca vou cansar de agradecê-los!

Dedico também à minha irmã. Como sempre digo, meu maior presente! Minha companheira e melhor amiga. Sempre juntas, sempre próximas, sempre! Obrigada pelo apoio, pelo carinho e por sempre me ajudar mesmo sem entender o que falo. Te amo muito!

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente ao meu marido, Felipe. Desde que nos conhecemos, sempre estive ao meu lado em todos os momentos. Me deu força, me ouviu, me aconselhou e me fez perceber que sem ele minha vida já não teria o mesmo sentido. Obrigada por ser parte da minha vida e ser essa pessoa única! Sem você, não conseguiria concretizar esta etapa.

Agradeço também aos meus familiares, que hoje inclui também a família do meu marido. Todos de uma maneira especial fizeram parte deste sonho. Foram mensagens de apoio, conselhos, participações em eventos, enfim, um apoio incondicional que me fez ter forças para ir em frente e conquistar meus objetivos. Obrigada a todos!

Ao meu orientador, prof Fabio Berbert. Agradeço o carinho e paciência durante todo este tempo. Nunca vou me esquecer do seu incentivo para que eu fizesse especialização, contribuindo para minha formação profissional. Muito obrigada por tudo!

Aos queridos professores Mario e Juliane Tanomaru. Desde minha iniciação científica na graduação, sempre tive em vocês um apoio e um carinho únicos. Até mesmo os puxões de orelha foram indispensáveis para meu crescimento e amadurecimento. Obrigada pela amizade, pela confiança e por toda a possibilidade de trabalho e realizações.

Aos professores do Departamento, prof Idomeo, profa Gisele, prof Renato e prof Kuga. Pessoas que sempre estiveram dispostas a me ajudar, contribuíram muito para esta realização e foram fundamentais para meu crescimento. Obrigada!

À minha peruana preferida, Gisselle. Desde o começo, desde sempre, foi meu suporte e apoio. Com uma paciência e carinho únicos, é para mim modelo de mulher, pós graduanda e mãe. Sou imensamente agradecida por tudo e com certeza quero estar sempre por perto para aprender cada vez mais com você. Minha amiga, obrigada de coração!

À minha amiga Letícia Mestieri. Este agradecimento é muito especial, já que talvez sem seu incentivo e apoio eu não teria feito mestrado. Sou imensamente

grata à você por isso e jamais me esquecerei desta força única e essencial para realizar e concluir esta etapa.

À querida Roberta Bosso, este agradecimento vem desde minha graduação. Agradeço toda ajuda, carinho e disponibilidade sempre. Devo muito à você por tudo que sei. Obrigada de coração!

Ao meu amigo e parceiro Adinael Trindade. Foram muitos momentos de desespero compartilhados, essenciais para que seguíssemos em frente. E em meio a tudo isso, ainda conseguíamos nos divertir e fortalecer esta amizade que espero que fique para a vida toda. Obrigada!

Às minhas queridas amigas Ana Lívia, Camila Almeida e Raqueli. Companheiras de academia, de viagens, de noites a fora na faculdade, foram para mim amizades conquistadas e que foram fundamentais em todos os momentos. Obrigada por tudo sempre!

Às amigas Miriam e Carol Venção. Desde o início no mesmo barco, fomos sempre companheiras e amigas. Tenho um carinho muito especial por vocês e que bom que estaremos ainda um bom tempo próximas. Estarei sempre por perto torcendo e vibrando por nossas conquistas.

Aos colegas de pós-graduação. Cada um com seu significado especial, compartilharam momentos únicos e especiais, formando para mim uma verdadeira família. Obrigada!

Ao Marinho. Agradeço sua paciência e ajuda sempre! Um coração único e sempre com boa vontade, foi essencial para a concretização deste trabalho.

Aos amigos Rubens Spin Neto, Chaine Pavone e Cassio Rocha pela atenção e ajuda. Obrigada pela paciência e por todos os conselhos dados.

Aos colegas Graziela Leoni, Jardel Chaves e Prof Dr Manoel Damião de Sousa Neto da USP Ribeirão Preto. Agradeço imensamente a ajuda para tornar possível a concretização do meu trabalho.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara, pela possibilidade de me permitir uma formação de qualidade e diferenciada.

À seção de pós-graduação, em especial a Mara. Agradeço a compreensão, preocupação e carinho de sempre.

Enfim, agradeço a todos que de alguma maneira tornaram possível a realização deste trabalho. Sozinha as dificuldades seriam maiores e a conquista não teria a mesma graça.

Espir CG. Alteração volumétrica por análise microtomográfica, solubilidade e capacidade seladora bacteriana de diferentes materiais retro-obturadores [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2014.

Resumo

O objetivo deste estudo foi avaliar os materiais retro-obturadores MTA, Cimento Portland associado a 30% de óxido de zircônio (CP/ZrO₂) e óxido de zinco e eugenol (OZE). Para análise microtomográfica da alteração volumétrica, cavidades retrógradas foram confeccionadas em dentina bovina e preenchidas com os materiais experimentais, sendo analisados pelo microtomógrafo Sky Scan 1176. A avaliação de solubilidade foi realizada de acordo com normas ISO 6876, por meio da diferença de massa inicial e após 7 dias de imersão em água destilada. A análise da capacidade seladora bacteriana foi realizada em dentes humanos extraídos. Cavidades retrógradas confeccionadas foram preenchidas de acordo com os materiais experimentais (n=12), além do controle positivo (n=8), sem preenchimento, e controle negativo (n=8), com impermeabilização em toda extensão. As amostras foram submetidas à infiltração utilizando cepas de *Enterococcus faecalis* (ATCC 29212) em meio de cultura BHI, sendo observadas diariamente por 60 dias e a infiltração avaliada pela turbidez do meio. Os dados foram submetidos aos testes ANOVA e Tukey para solubilidade e alteração volumétrica, e Kruskal-Wallis e Dunn para capacidade seladora bacteriana. Na análise de solubilidade, não houve diferença estatística significativa entre os grupos. A análise volumétrica demonstrou maior diminuição de volume para o OZE. Também foi observada maior infiltração bacteriana para o OZE. Conclui-se que MTA e CP/ZrO₂ apresentam maior capacidade seladora bacteriana, que pode estar relacionada à menor alteração volumétrica.

Palavras-chave: Endodontia, propriedades físicas, materiais dentários

Espir CG. Volumetric changes by microtomographic analyses, solubility and bacterial sealing ability of different root-end filling materials [Dissertação de Mestrado].

Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2014.

Abstract

The present study evaluated different properties of the root end sealers MTA, Portland cement with de 30% zirconium oxide (PC/ZrO₂) and zinc oxide and eugenol (ZOE). To analyze the volumetric changes by computed microtomography, bovine teeth were used in which the prepared cavities in dentine were filled according to the materials and then analyzed by Sky Scan 1176. The solubility evaluation was in accordance with ISO 6876 standards, from the difference of the original mass and after 7 days of immersion in distilled water. For analysis of bacterial sealing capacity, extracted human teeth were used. Retrograde cavities were filled according with experimental materials (n=12), besides a positive control (n = 8), no fill, and a negative control (n = 8), with waterproofing to the fullest extent. The samples were subjected to infiltration using *Enterococcus faecalis* strains (ATCC 29212) in BHI culture, and observed daily for 60 days and infiltration evaluated by turbidity of the medium. Data were submitted to ANOVA and Tukey tests for solubility and volumetric change, and Kruskal-Wallis and Dunn for bacterial infiltration. In the analysis of solubility, no statistically significant difference between groups. In the analysis of solubility, no statistically significant difference between groups. Volumetric analysis showed greater volumetric reduction for ZOE, as well as greater bacterial infiltration. It was concluded that MTA and CP/ZrO₂ have larger bacterial sealing ability, which may be related to lower volumetric changes observed.

Key words: Endodontics, physical properties, dental materials

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	13
2 CAPÍTULO 1 Alteração volumétrica por análise microtomográfica, solubilidade e capacidade seladora bacteriana de diferentes materiais retro-obturadores	18
3 DISCUSSÃO	42
4 CONCLUSÃO	44
REFERÊNCIAS	45
ANEXO A	50
ANEXO B	51

1 INTRODUÇÃO

Um material retro-obturador ideal deve apresentar propriedades químicas, físicas e biológicas adequadas. A radiopacidade deve ser maior que da dentina (ISO 6876²⁰, 2001; Shah et al.²⁹, 1996), a solubilidade inferior a 3% (ADA 57¹, 2000), não sendo irritante aos tecidos adjacentes (Bodrumlu², 2008; Torabinejad, Pitt Ford,³⁶ 1996), favorecendo o processo de reparo dos tecidos (Holland et al.¹⁷, 2002).

A radiopacidade de um material retro-obturador permite a sua diferenciação das estruturas adjacentes. Segundo Camilleri et al.⁵ (2011), a diferença na radiopacidade ocorre devido ao uso de diferentes componentes radiopacos, os radiopacificadores, sua concentração e proporções água/cimento utilizadas, podendo afetar a porosidade do cimento.

O Mineral Trióxido Agregado (MTA) é um material à base de silicato de cálcio que apresenta radiopacidade, biocompatibilidade e capacidade de indução de reparo por tecido mineralizado (Tanomaru-Filho et al.³², 2006; Tanomaru et al.³³, 2008). O óxido de bismuto (Bi_2O_3) presente na sua composição como radiopacificador pode prejudicar as propriedades físico-químicas e biológicas do material (Camilleri⁴ 2010). Coomaraswamy et al.⁸ (2007) avaliaram o efeito da adição de Bi_2O_3 como radiopacificador sobre as propriedades de um material endodôntico à base de cimento Portland e demonstraram que o aumento de Bi_2O_3 resultou em maior deterioração da resistência mecânica e aumentou gradualmente a porosidade relativa do material.

Na busca de radiopacificadores alternativos para o MTA, Bortoluzzi et al.³ (2009), demonstraram que o cimento Portland (CP) associado a radiopacificadores como o óxido de bismuto, iodofórmio, e óxido de zircônio apresentaram radiopacidade aceitável. Húngaro Duarte et al.¹⁸ (2009) também avaliaram a

radiopacidade do cimento Portland associado ao óxido de bismuto, óxido de zinco, óxido de chumbo, subnitrato de bismuto, carbonato de bismuto, sulfato de bário, iodofórmio, tungstato de cálcio e óxido de zircônio. Uma proporção de 20% radiopacificador e 80% de cimento Portland branco, em peso, foi utilizado para a análise. Todas as substâncias apresentaram potencial para serem adicionados ao cimento Portland como agentes radiopacificadores. No entanto, os autores destacaram possível interferência dos radiopacificadores com biocompatibilidade e propriedades físicas do cimento Portland.

A substituição do óxido de bismuto por 30% de óxido de zircônio promove radiopacidade, resistência mecânica, liberação de cálcio e aumento no pH, além de menor citotoxicidade (Camilleri et al.⁵, 2011; Guerreiro-Tanomaru et al.¹⁴, 2012;; Massi et al.²³, 2011). Cutajar et al.⁹ (2011), demonstraram que o Cimento Portland com 30% de óxido de zircônio manipulado na proporção de 0,3 água / cimento apresentou radiopacidade, resistência à compressão e solubilidade comparável ao ProRoot MTA.

A avaliação da citotoxicidade do cimento Portland branco (CP) sozinho ou associado ao óxido de bismuto (CPBI), óxido de zircônio (CPZir) e tungstato de cálcio (CPCA) demonstrou que estes materiais não apresentam citotoxicidade e foram sugeridos como alternativas para uso como agentes radiopacificadores (Gomes-Cornélio et al.¹³, 2011).

Segundo especificações específicas, a solubilidade é calculada através de amostras que são mantidas em estufa por um período correspondente a três vezes o tempo de presa do material, e colocadas em 7,5 mL de água deionizada em estufa por 7 dias após avaliação da massa. Após este período, são secas e novamente pesadas. A perda de massa de cada amostra expressa a porcentagem de

solubilidade do cimento (Duarte et al.¹¹, 2010; Marin-Bauza et al.²², 2010). Porém, de acordo com Pairokh, Torabinejad²⁷ (2010), o teste de solubilidade padrão definido para estudos apresenta limitações que podem influenciar nos resultados, como a absorção de água pelo cimento.

A microtomografia computadorizada (micro CT) representa importante ferramenta para avaliação de propriedades de materiais, apresentando característica não destrutiva e tridimensional. Desta forma, tem sido usada para análise de diversas propriedades, como alterações volumétricas de materiais, presença de falhas em obturações, forma e limpeza do canal radicular, entre outras (Hammad et al.¹⁵, 2009; Metzger et al.²⁴, 2010; Somma et al.³¹ 2011). De Deus¹⁰ (2012) sugere que a alta resolução proporcionada pela microtomografia computadorizada pode ser usada para análise de materiais e técnicas em Endodontia, aperfeiçoando a validação de experimentos.

Dessa forma, para análise da solubilidade por meio alternativo, Cavenago et al.⁷ (2013) propuseram o uso do Micro-CT, por meio da quantificação da alteração volumétrica de amostras de MTA em obturações retrógradas. Cada espécime utilizado (cavidade retrógrada) foi escaneado utilizando SkyScan 1174 (SkyScan 1174v2; SkyScan, Kontich, Belgium). A fim de quantificar esta propriedade em dados volumétricos, calculou-se o volume das amostras de MTA que foram perdidas durante a imersão por um período de sete dias.

A estabilidade dimensional é uma propriedade avaliada segundo especificações ANSI/ADA nº57, em corpos-de-prova de 6mm de diâmetro e 12mm de altura. Estes permanecem imersos por 30 dias e a altura é mensurada antes e após imersão dos mesmos. Porém, devido à grande quantidade de material

necessário para a confecção de moldes nestes padrões, estudos são propostos como meios alternativos para esta análise. Carvalho-Junior et al.⁶ (2007) propuseram amostras com dimensões menores para esta análise, reduzindo o material necessário para realização deste experimento, o que não afetou a acurácia do método testado. Além disso, podemos sugerir uma análise mais precisa por meio de alterações volumétricas dos materiais.

A infiltração bacteriana está diretamente relacionada com os insucessos do tratamento endodôntico, podendo ser influenciada pelo material obturador utilizado (Kangarlou et al.²¹, 2012; Pinheiro et al.²⁸, 2009; Shipper, Trope³⁰, 2004; Timpawat et al.³⁴, 2001). Oliveira et al.²⁶ (2011) avaliaram a infiltração bacteriana após obturação de canais radiculares com cada um dos cimentos endodônticos: AH Plus, Sealer 26, Epiphany SE, Sealapex, Active GP, Endofill, Endo CPM Sealer e MTA. A infiltração bacteriana do *E. faecalis* foi avaliada diariamente pela turbidez do meio por um período de 16 semanas e concluíram que todos os cimentos avaliados apresentaram infiltração bacteriana.

A capacidade seladora de um material representa uma propriedade de grande importância em se tratando principalmente do controle desta infiltração de micro-organismos e fluidos externos que levam ao insucesso da terapia endodôntica. Nair et al.²⁵ (2011) avaliaram a capacidade seladora em retro-obturações comparando EndoSequence com MTA branco por meio de infiltração bacteriana com *E. faecalis*. A microinfiltração foi avaliada por meio de contagem de unidades formadoras de colônia. Não foi observada diferença entre os 2 materiais. Em contrapartida, ainda comparando estes dois materiais em retrocavidades, inoculando *E. faecalis*, Hirscheberg et al.¹⁶ (2013) concluíram que o grupo preenchido com EndoSequence

apresentou infiltração bacteriana significativamente maior que o MTA por meio de análise diária de infiltração por 28 dias.

Torabinejad et al.³⁵ (1995) avaliaram o tempo necessário para penetração bacteriana do *Staphylococcus epidermidis* em 3mm de espessura dos materiais amálgama, SuperEBA, IRM ou MTA, inseridos em retrocavidades preparadas. No grupo em que se utilizou amálgama, o tempo para que ocorresse a penetração das bactérias foi maior comparado aos demais materiais. Yildirim et al.³⁸ (2010) avaliaram o efeito da espessura da cavidade e smear layer no selamento apical do MTA como material retro-obturador, por meio de infiltração bacteriana de *E. faecalis*. A infiltração bacteriana foi observada diariamente pelo período de 4 semanas. Concluíram que a espessura da cavidade não influencia a infiltração bacteriana, além de mostrar que a remoção de smear layer pode não se fazer necessária em retro-cavidades seladas com MTA.

O presente estudo apresentou como hipótese formulada que a adição de um radiopacificador não altera as boas propriedades do cimento MTA. O objetivo foi avaliar os cimentos retro-obturadores MTA, Portland acrescido de 30% de óxido de zircônio e cimento de óxido de zinco e eugenol, analisando a solubilidade e a infiltração bacteriana por métodos convencionais e a alteração volumétrica por meio de microtomografia computadorizada.

2 CAPÍTULO 1

Alteração volumétrica por análise microtomográfica, solubilidade e capacidade seladora bacteriana de diferentes materiais retro-obturadores*

*Artigo será submetido para publicação no periódico *International Endodontics Journal*.

Resumo

Objetivo: Avaliar os materiais retro-obturadores MTA, Cimento Portland associado a 30% de óxido de zircônio (CP/ZrO₂) e óxido de zinco e eugenol (OZE).

Material e métodos: Para análise microtomográfica da alteração volumétrica, cavidades retrógradas foram confeccionadas em dentina bovina e preenchidas com os materiais experimentais, sendo analisados pelo microtomógrafo Sky Scan 1176. A avaliação de solubilidade foi realizada de acordo com normas ISO 6876, por meio da diferença de massa inicial e após 7 dias de imersão em água destilada. A análise da capacidade seladora bacteriana foi realizada em dentes humanos extraídos. Cavidades retrógradas confeccionadas foram preenchidas de acordo com os materiais experimentais (n=12), além do controle positivo (n=8), sem preenchimento, e controle negativo (n=8), com impermeabilização em toda extensão. As amostras foram submetidas à infiltração utilizando cepas de *Enterococcus faecalis* (ATCC 29212) em meio de cultura BHI, sendo observadas diariamente por 60 dias e a infiltração avaliada pela turbidez do meio. Os dados foram submetidos aos testes ANOVA e Tukey para solubilidade e alteração volumétrica, e Kruskal-Wallis e Dunn para capacidade seladora bacteriana.

Resultados: Na análise de solubilidade, não houve diferença estatística significativa entre os grupos. A análise volumétrica demonstrou maior diminuição de volume para o OZE. Também foi observada maior infiltração bacteriana para o OZE.

Conclusão: Conclui-se que MTA e CP/ZrO₂ apresentam maior capacidade seladora bacteriana, que pode estar relacionada à menor alteração volumétrica.

Palavras-chave: Endodontia, MTA, selamento, materiais dentários, alteração dimensional

Introdução

Um material reparador e selador ideal deve apresentar características seguindo padrões estabelecidos. Assim, padrões ISO 6876 2001 ou ADA 57 2000 para solubilidade definem valores inferiores a 3% para esta propriedade. O uso de materiais com adequadas propriedades contribui para o sucesso do tratamento (Bodrumlu 2008, Holland et al. 2002, Shah et al. 1996, Torabinejad & Pitt Ford 1996).

A análise de solubilidade segundo normas ISO 6876 2001 consiste no cálculo da perda de massa dos materiais antes e após imersão em água, expresso em porcentagem. Porém, segundo Pariokh & Torabinejad (2010), este método apresenta falhas como a absorção de água pelos cimentos, que pode influenciar nos resultados. A microtomografia computadorizada vem sendo proposta como alternativa para análise desta propriedade, uma vez que é possível avaliar quantitativamente a alteração volumétrica das amostras, sem interferência de fatores como absorção (Cavenago et al. 2013).

A estabilidade dimensional é uma propriedade avaliada segundo especificações ANSI/ADA nº57, em corpos-de-prova de 6mm de diâmetro e 12mm de altura. Estes permanecem imersos por 30 dias e mensuração da altura antes e após imersão dos mesmos. Porém, devido à grande quantidade de material necessário para a confecção de moldes nestes padrões, meios alternativos são propostos. Assim, Carvalho-Junior et al. 2007 propuseram amostras com dimensões menores para esta análise, reduzindo o material necessário para realização deste experimento, o que não afetou a acurácia do método testado. Além disso, pode-se

sugerir uma análise mais precisa deste propriedade, podendo compará-la a alterações volumétricas dos materiais.

O MTA é um material à base de silicato de cálcio que apresenta radiopacidade, biocompatibilidade e capacidade de indução de reparo por tecido mineralizado (Tanomaru-Filho et al. 2006, Tanomaru JM et al. 2008). Porém, algumas propriedades físico-químicas deste material podem ser aprimoradas a partir da substituição do óxido de bismuto (Bi_2O_3) como radiopacificador (Camilleri 2010). Também, a dificuldade de inserção e compactação na cavidade pode prejudicar o selamento (El-Ma'aita et al. 2012). Assim, MTA misturado com polímero solúvel em água, por exemplo, tem resultado em um material com maior estabilidade dimensional (Camilleri & Mallia 2011) e radiopacidade (Camilleri 2009). A adição de 30% de óxido de zircônio ao cimento Portland promove maior resistência mecânica, liberação de cálcio, aumento no pH, menor citotoxicidade, além de melhor resposta biológica e solubilidade comparável ao ProRoot MTA (Camilleri et al. 2011, Cutajar et al. 2011, Guerreiro-Tanomaru et al. 2011, Silva GF et al. 2014, Massi et al. 2011).

O insucesso da obturação retrógrada está relacionado à infiltração de micro-organismos e fluidos externos. A estabilidade dimensional e menor solubilidade podem reduzir falhas após o preenchimento com materiais reparadores contribuindo para menor infiltração bacteriana assim como a penetração de fluidos.

Diversos estudos comparam diferentes materiais quanto ao tempo necessário para penetração bacteriana (Torabinejad et al. 1995), a capacidade seladora em retro-obturações (Hirscheberg et al. 2013, Nair et al. 2011), assim como a influência da espessura da cavidade no selamento apical (Yildirim et al. 2010), nos quais o MTA apresenta resultados satisfatórios.

O objetivo do presente estudo foi avaliar a solubilidade, infiltração bacteriana e alteração volumétrica para os cimento MTA, Portland acrescido de 30% de óxido de zircônio e cimento de óxido de zinco e eugenol. A hipótese nula é a inexistência de possível relação entre alteração volumétrica, solubilidade e infiltração bacteriana dos materiais.

Material e métodos

Para análise da alteração volumétrica, solubilidade e capacidade seladora bacteriana, os grupos foram divididos de acordo com os materiais utilizados, como descrito na Tabela 1.

Tabela 1. Grupos experimentais e materiais avaliados

Grupo (n=8)	Material	Fabricante
GI (MTA)	Mineral Trióxido Agregado	MTA, Angelus, Londrina, PR, Brasil
GII (CP/ZrO ₂)	Cimento Portland Óxido de Zircônio	CP, Votorantim, SP, Brasil Sigma, St. Louis, MO, EUA
GIII (OZE)	Óxido de Zinco e Eugenol	S.S.White Art. Dent. Ltda., Rio de Janeiro, RJ, Brasil

Alteração volumétrica

Preparo das amostras

Dez dentes bovinos extraídos, aprovados no Comitê de Ética no Uso de Animais - CEUA da Faculdade de Odontologia de Araraquara (Anexo A), foram

empregados no estudo. A porção radicular dentária foi seccionada no sentido transversal em fatias de 5 mm de espessura na máquina de precisão de corte Isomet 1000 (Buehler Ltda, Lake Bluff, IL, EUA) e cada secção dividida em duas hemi-secções. Para cada grupo foram utilizadas 8 espécimes.

Na superfície coronal de cada espécime foi confeccionada uma cavidade em dentina simulando retro-preparo. Foi utilizada inicialmente broca 2137 (KG SORENSEN) na profundidade de 3 mm, feito o refinamento com pontas ultrassônica CVD nº 6.1107-6 (CVD-Vale, São José dos Campos/SP, Brasil) acoplada ao aparelho ultrassônico CVDentus (CVD-Vale, São José dos Campos/SP, Brasil), ajustado na potência cinco, com constante irrigação com soro fisiológico e irrigação final com água destilada. Estes preparos foram realizados por um único operador, calibrado e treinado, para que obtivesse uma maior padronização das cavidades nos diferentes espécimes (Figura 1).



Figura 1: Amostra com retrocavidade.

Cada duas hemi-secções dos espécimes foram então colocadas em uma placa de poços preparada para o experimento. Elas foram "fixadas" com silicona de adição, afim de que fossem moldadas tornando-se possível manter os espécimes

em posição para o escaneamento em Micro CT, bem como removê-los para estocagem em água destilada, com o mínimo em danos ou alterações.

Preparo dos cimentos

O MTA (Angelus, Londrina, PR, Brazil) foi manipulado na proporção de pó/líquido de 1g/330 μ L (Camilleri 2011). Para o cimento Portland acrescido de 30% de óxido de zircônio, as proporções serão de 1 g do pó para 320 μ L de água destilada, enquanto que para o cimento à base de óxido de zinco e eugenol a proporção será de 1 g de óxido de zinco para 0,2mL de eugenol, (Guerreiro-Tanomaru et al. 2012).

As cavidades preparadas foram preenchidas com cada um dos cimentos logo após sua manipulação, empregando condensador para retro-obturaç o. Esta etapa foi realizada por um  nico operador, calibrado, respons vel pela confec o das cavidades e preenchimento das mesmas. As amostras foram deixadas por tr s vezes o tempo de presa de cada material em estufa a 37 C e em umidade relativa 100%.

An lise microtomogr fica

A avalia o da altera o volum trica dos materiais retro-obturadores foi realizada por mensura o volum trica dos materiais utilizando o micro-tom grafo SkyScan 1176 (Bruker-microCT, Kontich, B lgica). O escaneamento das amostras foi realizado logo ap s inser o dos materiais nas cavidades e sete dias ap s este primeiro. Durante todo o per odo, as amostras foram mantidas em frascos contendo 5 mL de  gua destilada em estufa a 37 C. No momento do escaneamento, estas

amostras foram secas com papel absorvente e colocadas cuidadosamente na placa em suas devidas posições.

Os parâmetros para o escaneamento foram baseados no estudo de Cavenago et al. (2013), modificadas com base em estudo piloto para: 50 kV e 800 μ A, filtro de alumínio de 0,5, voxel isotrópico de 9 μ m e um ciclo de evolução estabelecida de 360°. Uma vez obtida a área de interesse, da qual se excluiu a dentina, analisou-se apenas o material por meio da diferença de radiopacidade, sendo o valor binário ajustado.

A reconstrução das imagens foi feita pelo software NRecon (V1.6.4,7; SkyScan, Bélgica). Nesta etapa, foram realizados testes para definição dos parâmetros adequados das imagens. As imagens obtidas foram então analisadas em 3D utilizando o software CTAn (V1.11.8; SkyScan, Bélgica) obtendo assim o volume total do material em mm^3 à partir da análise quantitativa das amostras.

A alteração volumétrica foi determinada pelo cálculo do volume das amostras dos materiais nos diferentes períodos de análise. Os resultados serão convertidos em porcentagem a fim de obter a proporção de material em relação ao período zero.

Solubilidade

O teste de solubilidade foi realizado utilizando normas ISO 6876 2001. Amostras com dimensões de 7 mm de diâmetro e um mm de altura foram confeccionados, com a extremidade de 5 cm de fio dental inserida no cimento durante a inserção do material (n=10). As amostras permaneceram em estufa a 37°C por 24 horas. Os espécimes foram removidos da matriz e colocados em um dessecador com sílica e após uma hora, os discos juntamente com o fio dental

foram pesados em balança de precisão modelo BL 210S para a obtenção da massa inicial.

Cada um dos espécimes foi suspenso pelo fio dental e colocado no interior de um recipiente plástico contendo 10 mL de água deionizada, não permitindo qualquer contato entre este e a superfície interna do recipiente mantido em estufa a 37°C, por 7 dias. Após esse período, os espécimes foram colocados em um dessecador com sílica por 24 h para realização de nova pesagem para obtenção da massa final. A estabilização da massa de cada amostra foi constatada após um novo ciclo de 24 h no dessecador com sílica. A solubilidade dos cimentos correspondeu à perda de massa identificada pela massa de cada espécime, expressa como porcentagem da massa original.

Infiltração bacteriana

Para a realização desta etapa experimental, os espécimes foram divididos de acordo com os materiais utilizados como já descrito na Tabela 1, acrescentando grupos controle positivo (sem preenchimento da cavidade) e negativo (cavidade totalmente impermeabilizada).

Seleção e preparo das amostras

Para esta etapa, foram utilizados 52 dentes unirradiculados humanos extraídos com raiz única e reta, criteriosamente selecionados, excluindo dentes com mais de um canal radicular, restaurações extensas que comprometessem a porção radicular, raízes com curvatura, ou com tratamento endodôntico previamente realizado, que foram obtidos do Banco de dentes da Faculdade de Odontologia de

Araraquara, FOAr - UNESP e aprovados pelo Comitê de Ética em pesquisa em humanos da mesma (Anexo B).

Cada dente selecionado teve sua coroa seccionada por máquina de precisão de corte Isomet 1000 (Buehler Ltda, Lake Bluff, IL, EUA), padronizando o comprimento das raízes em 17 mm. Os canais radiculares foram preparados por meio de técnica de instrumentação rotatória com o sistema MTwo até o instrumento 25/.06 no comprimento de 1 mm aquém do ápice radicular (16 mm). A cada troca de lima, os canais radiculares foram irrigados com 2 mL de hipoclorito de sódio a 2,5% e uma irrigação final com EDTA 17% (Biodinâmica, Ibiporã, PR, Brasil), que foi agitado no interior do canal radicular durante 3 minutos. Para completa remoção de hipoclorito de sódio residual, os espécimes foram mantidos em solução fisiológica por 48 horas, com trocas a cada 12 horas.

Para a secção do ápice radicular, o corte foi realizado em ângulo de 90° em relação ao longo eixo da raiz, a 3 mm do ápice após demarcação com paquímetro digital. As retrocavidades foram confeccionadas por meio da ponta ultrassônica CVD nº 9.5107-8, acoplada em aparelho CVDentus (CVD-Vale, São José dos Campos/SP, Brasil), ajustado na potência cinco. A apicectomia foi realizada por um único operador, com o auxílio de um microscópio operatório (M900, DF Vasconcellos). Antes do selamento da retrocavidade, após aquecimento e modelagem, um cone de guta-percha sem cimento obturador foi adaptado no interior do canal radicular, no comprimento de 11 mm (14 mm raiz – 3 mm retrocavidade), servindo como anteparo para inserção do material retro-obturador.

Preparo dos cimentos

Esta etapa foi realizada da mesma maneira como citada para o teste de alteração volumétrica.

Preparo das amostras

As raízes foram impermeabilizadas com resina epóxica (Ciba-Geigy AS, Taboão da Serra, SP, Brasil) presa rápida, exceto na região apical ao redor da cavidade retrógrada, com exceção para os espécimes do controle negativo, que foram impermeabilizados completamente. Em seguida, foram montadas em aparato confeccionado por microtubos de polietileno, com a interface entre raiz e microtubo selada com adesivo e esterelizadas com gás etileno.

As porções apicais foram então imersas em tubos de vidro esterilizados contendo em Brain Heart Infusion (BHI-Difco) e deixadas em estufa a 37°C por 2 dias para confirmação da esterilidade. Para inoculação, foi utilizada uma suspensão a 1×10^7 unidades formadoras de colônia por mililitro (UFCmL⁻¹) de uma cultura de *Enterococcus faecalis* (ATCC 29212), reativada 12 horas antes e colocada na parte superior dos tubos de polietileno a quantidade de 500 µL dessa suspensão bacteriana em BHI.

Durante o período experimental, o BHI foi substituído por BHI estéril. As amostras foram observadas diariamente por 60 dias para detecção ou não da turbidez do BHI apical. Quando isso ocorria, era confirmada a morfologia celular pela coloração de Gram. Outra parte desta turbidez era plaqueada em Tryptic Soy Agar (TSA-Difco) para confirmação da viabilidade de *E. faecalis* e observação da morfologia da colônia.

Decorridos 60 dias, período em que foi analisada a infiltração das retro-obturações, os remanescentes radiculares que não apresentaram infiltração foram

desmontados do dispositivo confeccionado para o teste, e o meio de cultura sem turbidez foi plaqueado em TSA para confirmação da ausência de micro-organismos.

Análise estatística

Para todos os testes de alteração volumétrica e solubilidade, os dados obtidos foram submetidos ao teste estatístico paramétrico ANOVA para comparação dos diferentes grupos entre si e ao teste de comparações múltiplas de Tukey, com 5% de significância. Para o teste de infiltração bacteriana, os dados obtidos foram submetidos a análise estatística utilizando o teste de Kruskal-Wallis, complementado com o teste de Dunn, com nível de significância 5%.

Resultados

Alteração volumétrica

Os resultados obtidos na análise da alteração volumétrica estão descritos na Tabela 2. Como demonstrado, não foram observadas diferenças estatísticas significantes entre os grupos avaliados. Observa-se também valores próximos ao preconizado para esta propriedade, sendo o maior valor para o OZE.

Tabela 2: Média de alteração volumétrica (% de volume) dos diferentes grupos experimentais após 7 dias.

	I	II	III
Média	1,68±1,615 ^a	1,99±1,758 ^a	13,28±1,609 ^b

*letras diferentes na mesma linha indicam diferença estatística significativa (P<0,05)

Solubilidade

Para o teste de solubilidade, os resultados estão demonstrados na tabela 3. Apenas o grupo III apresentou diferença estatística significativa, quando comparado aos demais grupos.

Tabela 3: Média de solubilidade (% de massa) dos diferentes grupos experimentais após 7 dias.

	I	II	III
Média	3,174±0,986 ^a	3,790±0,879 ^a	3,986±0,232 ^a

*letras diferentes na mesma linha indicam diferença estatística significativa (P<0,05)

Teste microbiológico de infiltração bacteriana

Para avaliação dos dados do teste de infiltração bacteriana, foi realizada a classificação de acordo com os critérios e escores estabelecidos: de 1 a 7, sendo 1 turvamento do meio de cultura na primeira semana, 2 turvamento do meio de cultura na segunda semana, e assim sucessivamente.

Os dados obtidos estão representados na Figura 2. De acordo com estes, observou-se uma infiltração em menor período de tempo para o grupo OZE, sendo uma amostra na primeira semana de avaliação, duas na segunda, quatro nas terceira e quarta semanas e uma na quinta. Para o grupo MTA, foi observada infiltração bacteriana à partir da segunda semana com uma amostra, sendo posteriormente quatro na quarta, seis na quinta, uma na sexta e nenhuma amostra na sétima semana. Para o grupo CP/ZrO₂ não houve infiltração nas primeiras semanas, sendo observada duas amostras na terceira semana, três na quarta, seis na quinta, uma na sexta e nenhuma na sétima. O grupo C⁺ infiltraram todas as amostras e o C⁻ nenhuma.

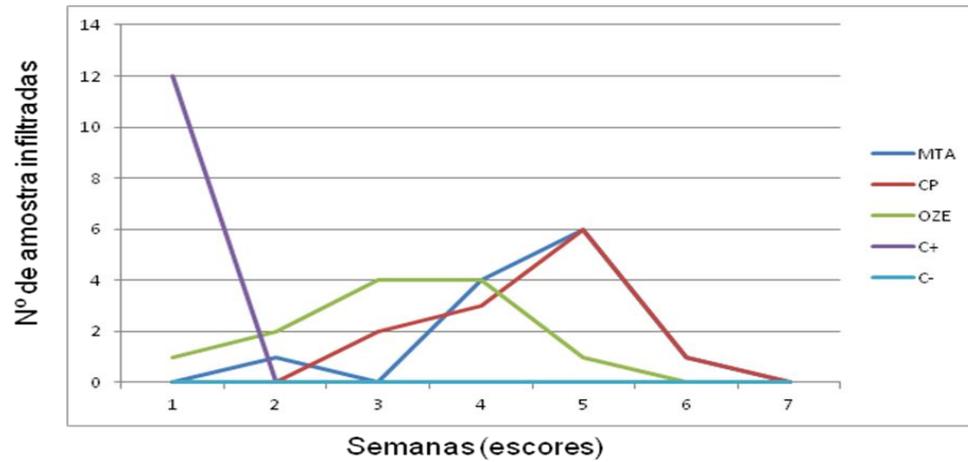


Figura 2: Gráfico ilustrativo do número de amostras que apresentou infiltração bacteriana nas semanas avaliadas.

Discussão

O presente estudo mostrou que o CP acrescido de 30% de óxido de zircônio apresentou resultados semelhantes ao MTA, para em cada uma das análises realizadas. A avaliação da alteração volumétrica dos materiais foi realizada por microtomografia computadorizada (Cavenago et al. 2013), buscando superar possíveis dificuldades encontradas no teste convencional (Parirokh & Torabinejad 2010).

A estabilidade dimensional do MTA pode contribuir com sua capacidade seladora. Camilleri & Malila 2011 observaram estabilidade dimensional para o MTA em comparação ao cimento à base de polímero solúvel em água (PCS). No entanto, Camilleri 2011 demonstrou que a adição do óxido de bismuto aumentou a solubilidade do MTA, deteriorando sua estabilidade dimensional, em comparação a outros radiopacificadores. A adição do óxido de zircônio ao CP como

radiopacificador tem sido analisada. Roberti et al. 2014 demonstraram que a associação é similar ao MTA quanto à solubilidade e desintegração. O óxido de zircônio foi considerado um agente radiopacificador adequado para o CP após análise do pH, liberação de íon cálcio, tempo de presa e solubilidade (Hungaro Duarte et al. 2012). A proporção 30% de OZr associado ao CP resultou em um material com propriedades comparáveis ao MTA (Cutajar, et al. 2011). Os resultados do presente estudo também apontam para comportamento similar entre a associação CP/OZr em relação à estabilidade dimensional volumétrica, solubilidade e capacidade seladora microbiana.

A solubilidade é usualmente analisada por meio de testes padronizados, por meio da diferença entre os pesos iniciais e finais do material, sendo preconizado valores menores que 3% (ADA 57 2000). Entretanto, a principal limitação apresentada por este teste que envolve a absorção de água pode influenciar os resultados, como para o MTA, que é um material hidrofílico. Dessa forma, a utilização da microtomografia computadorizada permite a análise da alteração volumétrica, contribuindo para o conhecimento dimensional do material. .

A porosidade dos materiais pode contribuir com falhas e solubilidade dos materiais. De Souza et al. 2013 utilizando microtomografia computadorizada (Sky Scan 1174) avaliaram cimentos à base de silicato de cálcio (iRoot BP Plus®, Biodentine®, and Ceramicrete) em comparação ao MTA. Não foram observadas diferenças estatísticas significantes entre os grupos, bem como com relação ao MTA. Também utilizando Micro-CT, Cavenago et al. 2013 demonstraram que proporção pó-líquido utilizada no preparo do MTA influencia a alteração volumétrica do material após imersão em água, associando os resultados aos índices de solubilidade.

Os resultados do presente estudo demonstraram maior capacidade seladora bacteriana para o MTA e CP acrescido de ZrO_2 . Maior habilidade seladora do MTA por meio da penetração do azul de metileno foi observada por Galhotra V et al. 2013, comparado ao cimento de ionômero de vidro e óxido de zinco e eugenol modificado por resina.

Estudos empregando a infiltração bacteriana têm demonstrado capacidade seladora para o MTA, (Ashraf et al. 2013, Hirscheberg et al. 2013, Jacobovitz et al. 2009, Nair et al. 2011, Oliveira et al. 2011), corroborando com os resultados do presente estudo. De-Deus et al. 2006 avaliaram a capacidade seladora bacteriana dos cimentos MTA e Portland em perfurações de furca, com período de análise de 50 dias, comprovando capacidade seladora pasemelhante para os materiais. Os resultados do presente estudo demonstram que a associação do cimento Portland com 30% de óxido de zircônio não interferiu na capacidade seladora, que foi similar ao MTA.

Os resultados obtidos sugerem a correlação entre a propriedade de alteração volumétrica e a capacidade seladora bacteriana analisada por meio de teste microbiológico de infiltração bacteriana. Saghiri et al. 2012 correlacionaram solubilidade e capacidade seladora e observaram valor mais alto de solubilidade foi relacionada com maior infiltração bacteriana. Desta forma, no presente estudo os cimentos MTA e CP/ ZrO_2 evidenciaram menor infiltração bacteriana, o que pode estar relacionada aos resultados de maior estabilidade dimensional comprovada pela menor alteração volumétrica.

Conclusão

Conclui-se que MTA e CP/ZrO₂ apresentam maior capacidade seladora bacteriana, que pode estar relacionada à menor alteração dimensional observada.

Referências

ANSI/ADA Specification no. 57 sADA. Laboratory Testing Methods: Endodontic Filling and Sealing Materials. endodontic sealing materials. 2000.

Ashraf H, Faramarzi F, Paymanpour P (2013) Sealing Ability of Resilon and MTA as Root-end Filling Materials: A Bacterial and Dye Leakage Study. *Iran endodontic journal* **8**, 177-81.

Bodrumlu E (2008) Biocompatibility of retrograde root filling materials: a review *Australian Endodontic Journal* **34**, 30–5.

Camilleri J (2009) Evaluation of selected properties of MTA sealer cement. *Journal of Endodontics* **35**, 1412–7.

Camilleri J (2011) Evaluation of the effect of intrinsic material properties and ambient conditions on the dimensional stability of white mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Journal of endodontics* **37**, 239-45.

Camilleri J (2010) Hydration characteristics of calcium silicate cements with alternative radiopacifiers used as root-end filling materials. *Journal of Endodontics* **36**, 502-8.

Camilleri J, Cutajar A, Mallia B (2011) Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-end filling material. *Dental Materials* **27**, 845-54.

Camilleri J (2011) Characterization and hydration kinetics of tricalcium silicate cement for use as a dental biomaterial. *Dental Materials* **27**, 836-44.

Camilleri J, Mallia B (2011) Evaluation of the dimensional changes of mineral trioxide aggregate sealer. *International endodontics journal* **44**, 416-24.

Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MA, Consani S, Sousa-Neto MD (2007) Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. *Journal of Endodontics* **33**, 1110-6.

Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, *et al.* (2013) Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. *International Endodontics Journal* [Epub ahead of print].

Cutajar A, Mallia B, Abela S, Camilleri J (2011) Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. *Dental materials* **27**, 879-91.

De-Deus G, Petruccelli V, Gurgel-Filho E, Coutinho-Filho T (2006) MTA versus Portland cement as repair material for furcal perforations: a laboratory study using a polymicrobial leakage model. *International endodontics journal* **39**,293-8.

De-Deus G (2012) Research that matters - root canal filling and leakage studies. *International Endodontics Journal* **45**: 1063-4.

De Souza ET, Nunes Tameirão MD, Roter JM, De Assis JT, De Almeida Neves A, De-Deus GA (2013) Tridimensional quantitative porosity characterization of three set calcium silicate-based repair cements for endodontic use. *Microscopy research and technique* **76**, 1093-8.

Duarte MA, Balan NV, Zeferino MA, Vivan RR, Morais CA, Tanomaru-Filho M et al. (2012) Effect of ultrasonic activation on pH and calcium released by calcium hydroxide pastes in simulated external root resorption. *Journal of endodontics* **38**, 834-7.

El-Ma'aïta AM, Qualtrough AJ, Watts DC (2012) A Micro-Computed Tomography Evaluation of Mineral Trioxide Aggregate Root Canal Fillings. *Journal of Endodontics* **38**, 670-2.

Faria-Júnior NB, Tanomaru-Filho M, Berbert FL, Guerreiro-Tanomaru JM (2013) Antibiofilm activity, pH and solubility of endodontic sealers. *International Endodontics Journal* **46**, 755-62.

Galhotra V, Sofat A, Pandit IK, Gambhir RS, Srivastava N, Gugnani N (2013) Comparative evaluation of microleakage of various retrograde filling materials: An in vitro study. *Journal of natural science, biology and medicine*. **4**, 403-8.

Guerreiro-Tanomaru JM, Cornelio AL, Andolfatto C, Salles LP, Tanomaru-Filho M (2012) pH and Antimicrobial Activity of Portland Cement Associated with Different Radiopacifying Agents. *ISRN Dentistry*. [Epub ahead of print].

Hirschberg CS, Patel NS, Patel LM, Kadouri DE, Hartwell GR (2013) Comparison of sealing ability of MTA and EndoSequence Bioceramic Root Repair Material: a bacterial leakage study. *Quintessence International* **44**, 157-62.

Holland R, de Souza V, Nery MJ et al. (2002) Calcium salts deposition in rat connective tissue after the implantation of calcium hydroxide-containing sealers. *Journal of Endodontics* **28**,173-6.

Hungaro Duarte MA, Minotti PG, Rodrigues CT, et al. (2012) Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white Portland cement and white mineral trioxide aggregate. *Journal of endodontics* **38**, 394-7.

International Organization for Standardization. Dental root canal sealing materials. 2001; ISO 6786.

Jacobovitz M, Vianna ME, Pandolfelli VC, Oliveira IR, Rossetto HL, Gomes BP (2009) Root canal filling with cements based on mineral aggregates: an in vitro analysis of bacterial microleakage. *Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics* **108**,140-4.

Massi S, Tanomaru-Filho M, Silva GF, et al. (2011) pH, calcium ion release, and setting time of an experimental mineral trioxide aggregate-based root canal sealer. *Journal of Endodontics* **37**, 844-6.

Nair PN (2004) Pathogenesis of apical periodontitis and the causes of endodontic failures. *Critical reviews in oral biology and medicine* **15**, 348-81.

Nair U, Ghattas S, Saber M, Natera M, Walker C, Pileggi R (2011) A comparative evaluation of the sealing ability of 2 root-end filling materials: an in vitro leakage study using *Enterococcus faecalis*. *Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics* **112**, 74-7.

Oliveira AC, Tanomaru JM, Faria-Junior N, Tanomaru-Filho M (2011) Bacterial leakage in root canals filled with conventional and MTA-based sealers. *International Endodontics Journal* **44**, 370-5.

Parirokh M, Torabinejad M (2010) Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *Journal of Endodontics* **36**, 16-27.

Roberti Garcia Lda F, Chinelatti MA, Rossetto HL, Panzeri Pires-de-Souza Fde C (2014) Solubility and Disintegration of New Calcium Aluminate Cement (EndoBinder) Containing Different Radiopacifying Agents. *Journal of endodontics* **40**, 261-5.

Saghiri MA, Asgar K, Lotfi M, Nazari A, Karamifar K, Neelakantan P, Gutmann JL (2011) Effect of storage temperature on sealing ability and solubility of White Mineral Trioxide Aggregate. *Acta odontologica scand* **70**, 536-40.

Silva GF, Bosso R, Ferino RV, Tanomaru-Filho M, Bernardi MI, Guerreiro-Tanomaru JM, Cerri PS (2014) Microparticulated and nanoparticulated zirconium oxide added to calcium silicate cement: evaluation of physicochemical and biological properties. *Journal of biomedical materials research* [Epub ahead of print]

Shah PM, Chong BS, Sidhu SK, Ford TR (1996) Radiopacity of potential root-end filling materials. *Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics* **81**, 476-9.

Tanomaru-Filho M, Luis MR, Leonardo MR, Tanomaru JM, Silva LA (2006) Evaluation of periapical repair following retrograde filling with different root-end filling materials in dog teeth with periapical lesions. *Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics*. **102**, 127-32.

Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Hotta J, Watanabe E, Ito IY (2008) Antimicrobial activity of endodontic sealers based on calcium hydroxide and MTA. *Acta odontológica latinoamericana* **21**, 147-51.

Torabinejad M, Pitt Ford TR (1996) Root end filling materials: a review. *Endodontic dental traumatology* **12**, 161–78.

Torabinejad M, Rastegar AF, Kettering JD, Pitt Ford TR (1995) Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. *Journal of Endodontics* **21**, 109-12.

Yildirim T, Er K, Tasdemir T, Tahan E, Buruk K, Serper A (2010) Effect of smear layer and root-end cavity thickness on apical sealing ability of MTA as a root-end filling material: a bacterial leakage study. *Oral surgery, oral medicine, oral pathology, oral radiology and endodontics* **109**, 67-72

3 DISCUSSÃO

A avaliação de propriedades físico-químicas e biológicas de materiais endodônticos inclui diversas metodologias. A análise da solubilidade determinada pelas normas ANSI/ADA 57¹ (2000) é calculada por meio de amostras mantidas em estufa por um período correspondente a três vezes o tempo de presa do material, pesadas três vezes, e colocadas em 7,5 mL de água deionizada em estufa por 7 dias. Após este período, são secas com papel absorvente, deixadas por 24 h em dessecador, sendo novamente pesadas. A perda de massa de cada amostra expressa a porcentagem de solubilidade do cimento (Duarte et al.¹¹ 2010, Marin-Bauza et al.²² 2010).

No entanto, a metodologia de solubilidade preconizada pela ADA apresenta diversas falhas e limitações. Segundo Cutajar et al.⁹ (2011), nesta análise não se considera a possibilidade de os espécimes absorverem água do meio (95%) durante o tempo, o que é significativo para cimentos à base de Portland ou MTA por apresentarem elevada habilidade de absorver água. Além disso, todas as leituras são calculadas para a solução imersa da amostra, não levando em consideração as taxas de evaporação de umidade relativa, que podem desempenhar um papel significativo nos resultados (Fridland & Rosado¹² 2005). Uma outra maneira de avaliar a solubilidade de forma mais realística, além do cálculo da porcentagem de perda de massa, seria obter uma massa constante para cada amostra antes e após a imersão na solução (Viapiana et al.³⁷ 2013).

Este estudo teve como objetivo avaliar por meio alternativo a alteração volumétrica dos materiais, utilizando a microtomografia computadorizada. Análise semelhante foi proposta por Cavenago et al.⁷ (2013), que utilizaram esta ferramenta

para avaliar a alteração volumétrica de amostras de MTA em obturações retrógradas, variando proporções pó/líquido das amostras. Baseado neste estudo, alguns parâmetros foram modificados, uma vez que foram utilizados dentes bovinos ao invés de blocos de acrílico, além de serem avaliados diferentes materiais. A microtomografia computadorizada apresenta-se como um método promissor na avaliação de propriedades de materiais, uma vez que apresenta características não destrutivas e tridimensionais. No entanto, especialmente pela sua recente utilização, foram encontradas algumas dificuldades especialmente para análise das imagens obtidas pelos softwares. Além disso, o modelo experimental utilizado (dente bovino) bem como os próprios materiais, não se mostraram com delimitações claras e precisas, o que dificultou também a obtenção de áreas de interesse, bem como padronização de threshold.

No presente estudo, os resultados para o teste de solubilidade apresentaram valores superiores a 3%. Porém, a análise volumétrica por meio da microtomografia computadorizada demonstrou resultados próximos aos padrões, exceto para OZE. Isto sugere que a análise da alteração volumétrica por microtomografia pode fornecer dados importantes e correlacionados aos de infiltração bacteriana, uma vez que estas propriedades foram piores para o OZE. Novos estudos devem ser feitos para validar e complementar os resultados obtidos.

4 CONCLUSÃO

Conclui-se pelos resultados obtidos que MTA e CP/ZrO₂ apresentam maior capacidade seladora bacteriana quando comparados ao OZE. Esta análise pode estar relacionada à menor alteração volumétrica, também observada para estes materiais.

REFERÊNCIAS*

1. American National Standards Institute/American Dental Association (ANSI/ADA). Specification no. 57: laboratory testing methods: endodontic filling and sealing materials. Endodontic sealing materials. Chicago: ADA; 2000.
2. Bodrumlu E. Biocompatibility of retrograde root filling materials: a review. Aust Endod J. 2008; 34(1): 30–5.
3. Bortoluzzi EA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Duarte MA. Radiographic effect of different radiopacifiers on a potential retrograde filling material. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 2009; 108(4): 628-32.
4. Camilleri J. Hydration characteristics of calcium silicate cements with alternative radiopacifiers used as root-end filling materials. J Endod. 2010; 36(3): 502-8.
5. Camilleri J, Cutajar A, Mallia B. Hydration characteristics of zirconium oxide replaced Portland cement for use as a root-end filling material. Dent Mater. 2011; 27(8): 845-54.
6. Carvalho-Junior JR, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MA, Consani S, Sousa-Neto MD. Solubility and dimensional change after setting of root canal sealers: a proposal for smaller dimensions of test samples. J Endod. 2007; 33(9):1110-6.
7. Cavenago BC, Pereira TC, Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Marciano MA, Bramante CM, et al. Influence of powder-to-water ratio on radiopacity, setting time, pH, calcium ion release and a micro-CT volumetric solubility of white mineral trioxide aggregate. Int Endod J. 2013; 47(2):120-6.

*De acordo com o manual da FOAr/UNESP, adaptadas das normas Vancouver.

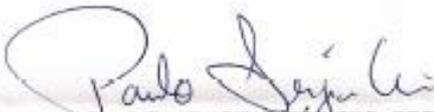
8. Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radioopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system. *J Endod.* 2007; 33(3): 295-8.
9. Cutajar A, Mallia B, Abela S, Camilleri J. Replacement of radiopacifier in mineral trioxide aggregate; characterization and determination of physical properties. *Dent Mater.* 2011; 27(9): 879-91.
10. De-Deus G. Research that matters - root canal filling and leakage studies. *Int Endod J.* 2012; 45(12): 1063-4.
11. Duarte MA, Ordinola-Zapata R, Bernardes RA, Bramante CM, Bernardineli N, Garcia RB, et al. . Influence of calcium hydroxide association on the physical properties of AH Plus. *J Endod.* 2010; 36(6): 1048-51.
12. Fridland M, Rosado R. MTA solubility: a long term study. *J Endod.* 2005; 31(5): 376–9.
13. Gomes Cornelio AL, Salles LP, Campos da Paz M, Cirelli JA, Guerreiro-Tanomaru JM, Tanomaru Filho M. Cytotoxicity of Portland cement with different radiopacifying agents: a cell death study. *J Endod.* 2011; 37(2): 203-10.
14. Guerreiro-Tanomaru JM, Cornelio AL, Andolfatto C, Salles LP, Tanomaru-Filho M. pH and antimicrobial activity of Portland cement associated with different radiopacifying agents. *ISRN Dent.* 2012 Oct 16. [Epub ahead of print].
15. Hammad M, Qualtrough A, Silikas N. Evaluation of root canal obturation: a three-dimensional in vitro study. *J Endod.* 2009; 35(4): 541-4.
16. Hirschberg CS, Patel NS, Patel LM, Kadouri DE, Hartwell GR. Comparison of sealing ability of MTA and EndoSequence Bioceramic root repair material: a bacterial leakage study. *Quintessence Int.* 2013; 44(5): 157-62.

17. Holland R, de Souza V, Nery MJ, Bernabé OF, Filho JA, Junior ED, et al. Calcium salts deposition in rat connective tissue after the implantation of calcium hydroxide-containing sealers. *J Endod.* 2002; 28(3): 173-6.
18. Hungaro Duarte MA, de Oliveira, El Kadre GD, Vivan RR, Guerreiro Tanomaru JM, Tanomaru Filho M, et al. Radiopacity of portland cement associated with different radiopacifying agents. *J Endod.* 2009; 35(5): 737-40.
19. Hungaro Duarte MA, Minotti PG, Rodrigues CT, Zapata RO, Bramante CM, Tanomaru Filho M, et al. . Effect of different radiopacifying agents on the physicochemical properties of white Portland cement and white mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2012; 38(3): 394-7.
20. International Organization for Standardization Dentistry (ISO). ISO 6876: root canal sealing materials. London: British Standards Institution; 2001.
21. Kangarlou A, Dianat O, Esfahrood ZR, Asharaf H, Zandi B, Eslami G. Bacterial leakage of GuttaFlow-filled root canals compared with Resilon/Epiphany and Gutta-percha/AH26-filled root canals. *Aust Endod J.* 2012; 38(1): 10-3.
22. Marin-Bauza GA, Rached-Junior FJ, Souza-Gabriel AE, Sousa-Neto MD, Miranda CE, Silva-Sousa YT. Physicochemical properties of methacrylate resin-based root canal sealers. *J Endod.* 2010; 36(9): 1531-6.
23. Massi S, Tanomaru-Filho M, Silva GF, Duarte MA, Grizzo LT, Buzalaf MA, et al. . pH, calcium ion release, and setting time of an experimental mineral trioxide aggregate-based root canal sealer. *J Endod.* 2011; 37(6): 844-6.
24. Metzger Z, Zary R, Cohen R, Teperovich E, Paque F. The quality of root canal preparation and root canal obturation in canals treated with rotary versus self-adjusting files: a three-dimensional micro-computed tomographic study. *J Endod.* 2010; 36(9): 1569-73.

25. Nair U, Ghattas S, Saber M, Natera M, Walker C, Pileggi R. A comparative evaluation of the sealing ability of 2 root-end filling materials: an in vitro leakage study using *Enterococcus faecalis*. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2011; 112(2): 74-7.
26. Oliveira AC, Tanomaru JM, Faria-Junior N, Tanomaru-Filho M. Bacterial leakage in root canals filled with conventional and MTA-based sealers. *Int Endod J.* 2011; 44(4): 370-5.
27. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod.* 2010; 36(1): 16-27.
28. Pinheiro CR, Guinesi AS, de Camargo EJ, Pizzolitto AC, Filho IB. Bacterial leakage evaluation of root canals filled with different endodontic sealers. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2009; 108(6): 56-60.
29. Shah PM, Chong BS, Sidhu SK, Ford TR. Radiopacity of potential root-end filling materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 1996; 81(4): 476-9.
30. Shipper G, Trope M. In vitro microbial leakage of endodontically treated teeth using new and standard obturation techniques. *J Endod.* 2004; 30(3): 154-8.
31. Somma F, Cretella G, Carotenuto M, Pecci R, Bedini R, De Biasi M, et al. . Quality of thermoplasticized and single point root fillings assessed by micro-computed tomography. *Int Endod J.* 2011; 44(4): 362-9.
32. Tanomaru-Filho M, Luis MR, Leonardo MR, Tanomaru JM, Silva LA. Evaluation of periapical repair following retrograde filling with different root-end filling materials in dog teeth with periapical lesions. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2006; 102(1): 127-32.

33. Tanomaru JM, Tanomaru-Filho M, Hotta J, Watanabe E, Ito IY. Antimicrobial activity of endodontic sealers based on calcium hydroxide and MTA. *Acta Odontol Latinoam*. 2008; 21(2): 147-51.
34. Timpawat S, Amornchat C, Trisuwan WR. Bacterial coronal leakage after obturation with three root canal sealers. *J Endod*. 2001; 27(1): 36-9.
35. Torabinejad M, Rastegar AF, Kettering JD, Pitt Ford TR. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as a root-end filling material. *J Endod*. 1995; 21(3): 109-12.
36. Torabinejad M, Pitt Ford TR. Root end filling materials: a review. *Endod Dent Traumatol*. 1996; 12(4): 161–78.
37. Viapiana R, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int Endod J*. 2013; 47(5):437-48.
38. Yildirim T, Er K, Tasdemir T, Tahan E, Buruk K, Serper A. Effect of smear layer and root-end cavity thickness on apical sealing ability of MTA as a root-end filling material: a bacterial leakage study. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*. 2010; 109(1): 67-72.

ANEXO A - Declaração do Comitê de ética em animais

	UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO DE MESQUITA FILHO" Câmpus de Araraquara	
FACULDADE DE ODONTOLOGIA		
Proc. CEUA nº 18/2013		
Araraquara, 26 de agosto de 2013.		
Senhores Pesquisadores:		
<p>A Comissão de Ética no Uso de Animal - CEUA desta Faculdade, em reunião hoje realizada, após a avaliação do projeto de sua responsabilidade intitulado "CAPACIDADE SELADORA BACTERIANA E ALTERAÇÃO VOLUMÉTRICA EM MICRO-CT DE MATERIAIS À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO EM OBTURAÇÕES RETRÓGRADAS" (Proc. CEUA nº 18/2013) AUTORIZA a realização da pesquisa, ficando a apresentação do RELATÓRIO FINAL para MARÇO/2014.</p>		
Atenciosamente.		
 Prof. Dr. PAULO SÉRGIO CERRI Coordenador da CEUA		
<p>Ao Prof. Dr. FÁBIO LUIZ CAMARGO VILLELA BERBERT DD, Pesquisador Responsável a/c – Camila Galetti Spir Departamento de Odontologia Restauradora</p>		
<small>Comitê de Ética no Uso de Animais - CEUA Rua Herculano nº 1.680 – Centro – CEP 14801-903 – Caixa Postal nº 331 - ARARAQUARA - SP 5º andar – fone (16) 3301-6467 / fax (16) 3301-6433 / e-mail: pareceira_cesta@foar.unesp.br - home page: http://www.foar.unesp.br</small>		

ANEXO B - Declaração do comitê de ética em humanos

unesp  UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
CAMPUS DE ARARAQUARA



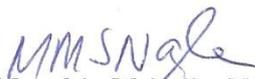
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA E SERES HUMANOS

Rua Humaitá, 1680 - 14801-903 Araraquara - SP - FONE: 0xx16 3301-6432 - FAX: 0xx16 33016433

DECLARAÇÃO

Declaro para os devidos fins, que o projeto de pesquisa CAAE 20128713.1.0000.5416, intitulado **"CAPACIDADE SELADORA BACTERIANA E ALTERAÇÃO VOLUMÉTRICA DE TRÊS MATERIAIS À BASE DE SILICATO DE CÁLCIO EM OBTURAÇÕES RETRÓGRADAS: ESTUDO POR MEIO DE MICROTOMOGRÁFIA COMPUTADORIZADA"**, de responsabilidade do Prof. Dr. FÁBIO LUIZ CAMARGO VILELLA BERBERT, deu entrada neste CEP em 05/08/2013 e encontra-se em tramitação.

Araraquara, 7 de fevereiro de 2014.


Prof. Dr. Maurício Meirelles Nagle
Coordenador do Comitê de Ética em Pesquisa
da Faculdade de Odontologia

Não autorizo a reprodução deste trabalho até 20/03/2017
(Direitos de publicação reservado ao autor)
Araraquara, 20 de março de 2014

Camila Galletti Espir